

中華民國第 55 屆中小學科學展覽會 作品說明書

國中組 化學科

佳作

030213

探究草酸亞鐵加熱產生奈米鐵粉之方法及其應用

學校名稱：臺中市私立曉明女子高級中學(附設國中)

作者： 國一 曾智琳 國一 陳韋蓁 國一 劉硯芸	指導老師： 陳健安
---	------------------

關鍵詞：草酸亞鐵、奈米鐵粉、鐵的燃燒

摘要

一些有公信力網站記載加熱草酸鐵 $\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 或草酸亞鐵 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ，經脫去草酸根與結晶水後，能生成接近奈米級鐵粉，此鐵粉在空氣中撒落時能看到自燃現象，想重複此實驗卻發現困難，開啟本研究動機。購買台灣製草酸鐵與草酸亞鐵，重複數十次都無法成功製造自燃現象的鐵粉。重購日本製草酸亞鐵，卻能輕易製成具有自燃現象的鐵粉。網路資料重複檢查，發現應只有草酸亞鐵能產生自燃鐵粉。但用台灣製草酸亞鐵仍無法成功，用顯微觀察後發現日本製比台灣製粉末顆粒較細且乾燥。台灣製草酸亞鐵經溶解過濾再烘乾研磨後，可提高自燃鐵粉成功率，用顯微鏡確認鐵粉接近奈米級。進一步利用奈米鐵粉與氧氣反應的特性，成功設計出一個簡易量測空氣中氧氣含量的實驗裝置。

壹、研究動機

近年來奈米科技 (Nanotechnology) 被廣泛應用於各領域，其下特殊性質顛覆大家所習知的物質特性，讓我們對奈米科技產生濃厚的興趣，但物質奈米化的製程往往必須經過精密的儀器設備及複雜的程序才能完成，不能輕易在實驗室裡進行。在搜尋資料的過程中，於網路上發現一段影片「可燃的鐵」蕭次融教授化學實驗演示 (<https://www.youtube.com/watch?v=PvwADJ5-BeY>)，蕭教授將草酸鐵置於試管內，以酒精燈加熱即可產生奈米鐵粉，有磁性且自由落下時會有燃燒現象，與日常生活中常被用來做鍋具、鐵片、鐵門、鐵罐，甚至與防火材料的鐵有很大的出入，而且所需的試藥及實驗器材非常簡易，於是我們決定嘗試相同的實驗來製造奈米鐵粉，並研究其各種特性，再觀察是否可以將這些特性加以運用在日常生活裡。

但在初期的幾次實驗，我們發現此實驗並非如蕭教授影片中信手捻來那樣輕易，反覆觀察蕭教授的實驗影片，記錄每一個細節也無法讓我們成功地製造出會燃燒的奈米鐵粉，赫然發現我們買的試藥草酸鐵 $\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 與草酸亞鐵 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 為不同的化合物，但包含蕭教授實驗影片及網路上的相關實驗資料都稱其為草酸鐵， $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 因為是二價鐵，所以較正式的名稱應為草酸亞鐵，我們以不同的試藥實驗難怪沒有結果。之後發現有更令人頭痛的問題，相信每一個想嘗試這個實驗的人都會遇到相同的問題，於是如何簡易及有效率的製造奈米鐵粉便成為我們的首要目標。

貳、研究目的

- 一、確認草酸鐵 $\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和草酸亞鐵 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 是否都能經由「加熱產生奈米鐵粉」。
- 二、找出製作高品質的奈米鐵粉的標準實驗控制過程，及台灣製草酸亞鐵不能製作出奈米鐵粉的原因。
- 三、進一步利用奈米鐵粉與氧氣反應的特性，設計簡易量測空氣中氧氣含量的實驗裝置。

參、研究設備及器材

實驗藥品與器材：

日本製林純藥工業株式會社草酸亞鐵	研磨鉢 X3
$\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 1 瓶 (純度 98%)	研磨杵 X3
台灣製 Choneye Pure Chemicals	烤箱 X1
$\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 草酸亞鐵 1 瓶 (純度 $\geq 98\%$)	試管架 X2
台灣製 Choneye Pure Chemicals	玻璃試管 OD:10mm XL:100mm X80
$\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 草酸鐵 1 瓶	2 號試管塞 配合 OD:10mm X80
800 倍電子顯微鏡	鐵製試管夾 X3
護目鏡 X3	玻棒 OD:4、XL:300mm X3
3M N95 口罩 X3	酒精燈 X3
實驗袍 X3	長方形鐵盆 X1
布手套一包	捲筒衛生紙 1 捲
鐵製刮杓 X1	鋁箔紙 1 捲
電子秤 X1	封口膠膜 1 捲
燒杯 X3	計時器 X3
培養皿 X3	濾紙 1 盒
醫療用三通接頭 X3	烘烤箱 X1
10ml 針筒組 X9	量秤紙 1 盒

肆、研究過程

一、實驗一：台灣製草酸鐵 $\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 試藥 (台灣製 Choneye Pure Chemicals) 的加熱反應：

根據實驗影片的描述，準備試藥草酸鐵 (台灣製 Choneye Pure Chemicals) (圖四-1) 以刮杓取 2g 草酸鐵置於試管內，並以試管夾夾取試管，此時強力磁鐵無法隔著試管吸引草酸鐵。

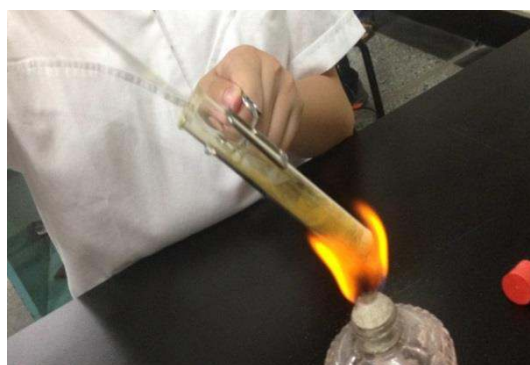
點燃酒精燈，握持試管夾加熱試管避免燙傷 (圖四-2)，先將試管管口及管身加熱，避免加熱不均造成試管破裂，再以酒精燈加熱試管底部的草酸鐵，並以玻璃棒翻攪使其受熱均勻，並規律移動試管加熱位置，避免過度集中加熱造成試管破裂，原本黃綠色的草酸鐵粉末逐漸變為黑灰色粉末，目視全部變為黑灰色粉末後，關閉酒精燈並蓋上試管塞，此黑色粉末可被強力磁鐵隔著試管吸引，並且觀察到玻璃棒上沾黏之粉末迅速變為深褐色粉末，深褐色粉末是氧化鐵 (圖四-3) 的成份。

在長方形鋁盤上鋪上衛生紙，待試管冷卻後在約高 120cm 處拔開試管塞，緩緩將試管內的黑色粉末對著鋁盤撒出，黑灰色粉末無任何變化，未如預期般有燃燒的現象。

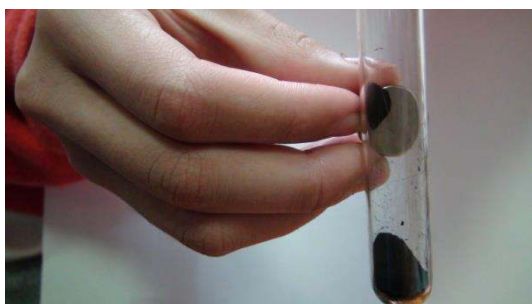
我們反覆比較我們的實驗過程與蕭老師的實驗影片，我們嘗試做了一些調整，包括嘗試不同大小的試管、不同的撒落高度、不同的玻璃棒尺寸，但都未成功做出奈米鐵燃燒的結果，而在加熱實驗的過程中沒有白色的水蒸氣煙霧生成、沒有粉末的沸騰翻滾現象、也沒有一氧化碳 (CO) 燃燒產生藍色火焰的情形。



圖四-1 草酸鐵(台灣製 Choneye Pure Chemicals)

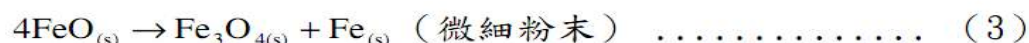
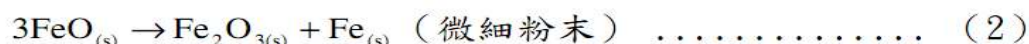
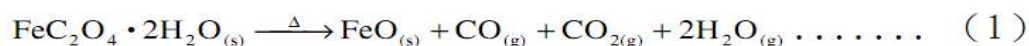


圖四-2 試管加熱的反應過程



圖四-3 氧化鐵黑色粉末可被強力磁鐵隔試管吸引，玻璃棒上面深褐色粉末是氧化鐵

經過上述實驗的挫敗，我們在網路上再做一次搜尋相關資料，找到此實驗的化學式如下：



赫然發現我們買的試藥草酸鐵 $\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 與化學式裡的草酸亞鐵 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 為不同的化合物，但包含蕭教授實驗影片及網路上的相關實驗資料卻都稱其為草酸鐵， $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 因為是二價鐵，所以較正式的名稱應為草酸亞鐵，我們以不同的試藥實驗難怪沒有結果。

二、 實驗二：台灣製草酸亞鐵 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 試藥(台灣製 Choneye Pure Chemicals) 的加熱反應：

準備試藥草酸亞鐵 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (台灣製 Choneye Pure Chemicals) 以草酸亞鐵(圖四-4)重複實驗一的步驟進行實驗，但仍然無法做出奈米鐵粉燃燒的結果，雖然試藥已正確，卻無法作出相同的結果，於是我們嘗試不同的反應條件，不同的草酸亞鐵的劑量，但沒有看到預期奈米鐵粉燃燒的現象。

在分裝試藥於試管的過程中，我們發現試藥的顆粒很大，甚至有結塊的現象，於是我們嘗試先將草酸亞鐵試藥研磨並加以烘烤(圖四-5)，在8次的實驗中有2次產生些微的火花及衛生紙燃燒現象(圖四-6)，這給我們很大的鼓舞，但相較於蕭教授影片中的點點星火以及劇烈的燃燒現象，我們知道還要秉持鍥而不捨的精神繼續努力。



圖四-4 草酸亞鐵



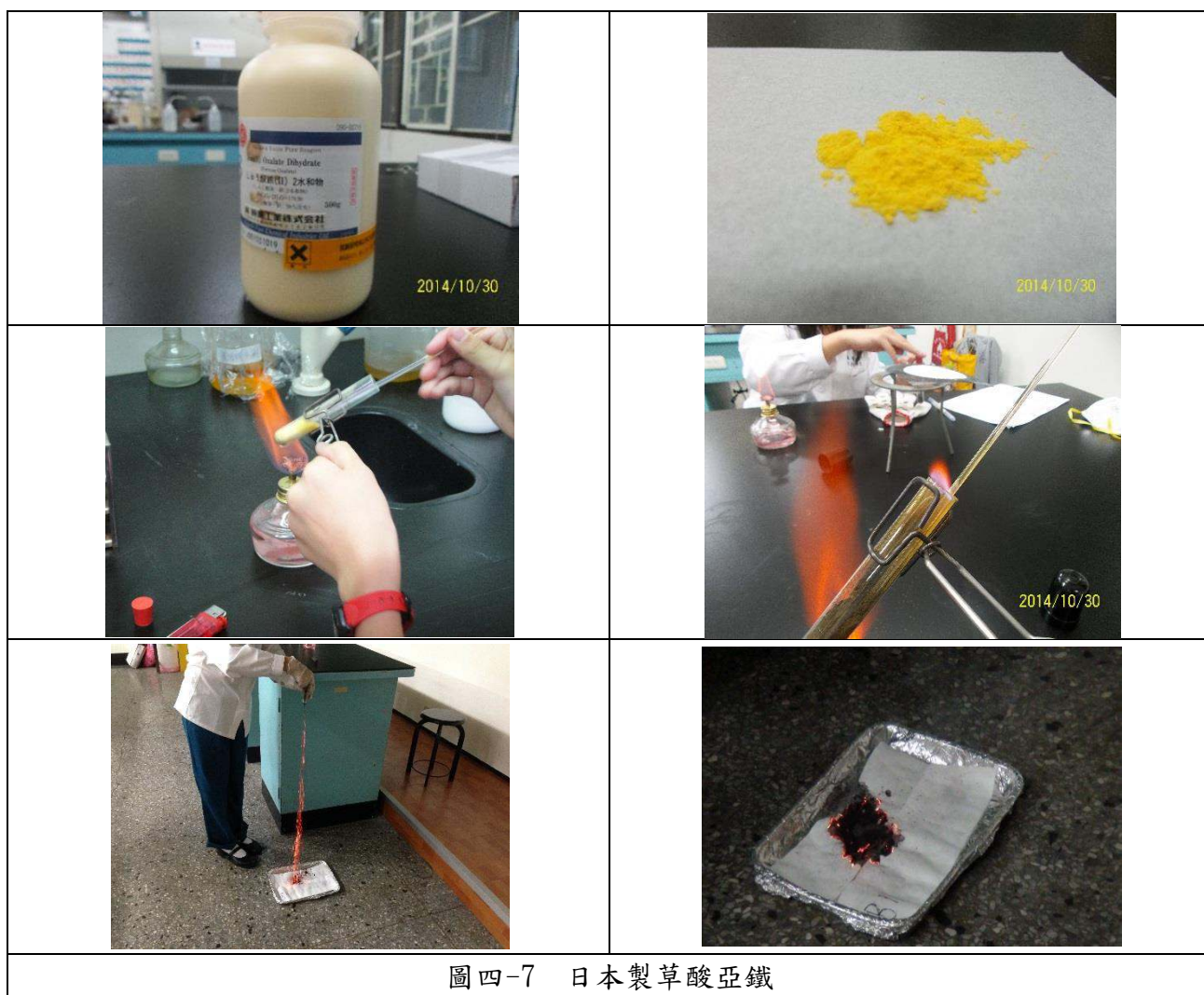
圖四-5 研磨烘烤草酸亞鐵粉末

圖四-6 奈米鐵粉燃燒有些許火花

有了實驗一的經驗，再檢討比對其他的實驗條件與影片大致相同後，我們懷疑有可能還是試藥的問題，於是我們聯絡上蕭教授的學生許彩梁老師(他將實驗的影片上傳到網路上)，我們向他請教整個實驗的操作技巧以及注意事項，同時提到試藥的問題，他告訴我們蕭教授的實驗是使用日本製試藥(林純藥工業株式會社所製造的草酸亞鐵 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，這讓我們的實驗又見到了曙光。

三、 實驗三：日本製草酸亞鐵 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 試藥 (日本製林純藥工業株式會社) 的加熱反應：

以草酸亞鐵 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (日本製林純藥工業株式會社)為試藥，重複實驗一的步驟進行實驗。加熱過程中有明顯的白煙冒出，試管內翻滾的現象明顯，甚至有黃色的粉末隨白煙被帶出。加熱過程中火焰經過試管口會產生一氧化碳燃燒的藍色火焰，待試管內反應後的黑色粉末冷卻後，將粉末緩緩倒出，產生很多的火花，並讓鋪在鋁盤上的衛生紙產生劇烈的燃燒(圖四-7)。





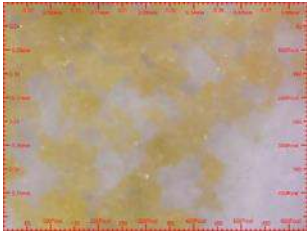
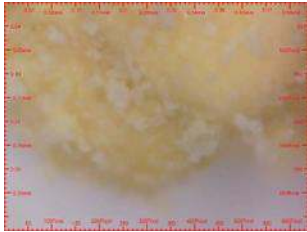
圖四-7 日本製草酸亞鐵

終於做出跟蕭教授一樣的實驗過程及結果，但日本的試藥價格是台灣的試藥的4倍，而且取得不易，為什麼同樣是草酸亞鐵 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ，瓶裝上標示的化學式也相同，但

為什麼實驗的結果卻有如此大的不同，這讓我們心裡有一個很大的問號。

是否日本的試藥品質比較精良所以有這樣的結果？二種試藥實際的內含物要做精準的分析，對我們而言實在太過困難，但我們以肉眼所能辨識的差別（表四-1）：

表四-1 日本製試藥與台灣製試藥比較表

	日本的試藥	台灣的試藥
外觀		
電子顯微鏡照片 800X		
顏色	較深且偏黃	顏色較淺
顆粒	粉末較細、大小一致	明顯顆粒較大、大小較不一致
備註		有受潮的情況

經過比較發現兩種試藥的差異後，於是我們設計了第四個實驗。

四、實驗四：台灣試藥經過再處理後的加熱反應

此實驗的目的，主要是希望透過一些簡易的處理，希望讓台灣製的草酸亞鐵試藥也能做出如日本製試藥的實驗結果。

我們將實驗的試藥分成 A、B、C、D、E 五種（表四-2），每種各做 10 個試管，共計 50 個試管：

表四-2 草酸亞鐵之不同處理方式說明

	A: 未經任何處理的台灣製草酸亞鐵	B: 未經任何處理的日本製草酸亞鐵:	C: 台灣製草酸亞鐵經過烘乾	D: 台灣製草酸亞鐵經過烘乾及研鉢研磨	E: 台灣製草酸亞鐵沒烘乾，但經過研鉢研磨
烘烤	無	無	有	有	無
研磨	無	無	無	有	有

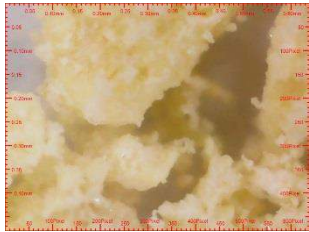
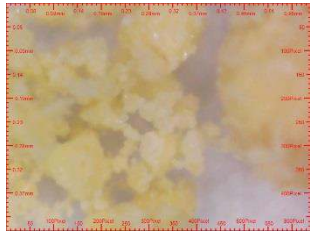
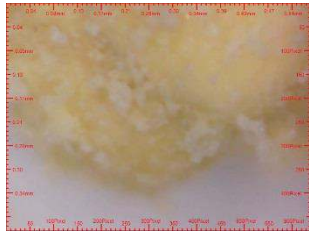
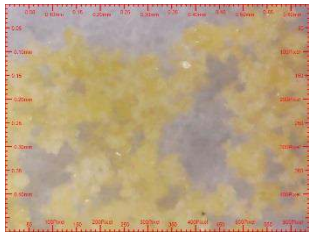
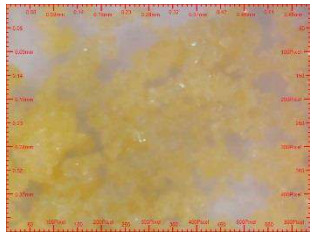
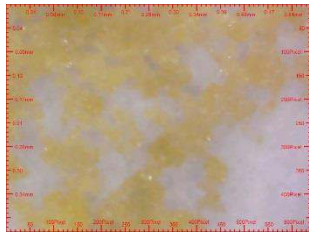
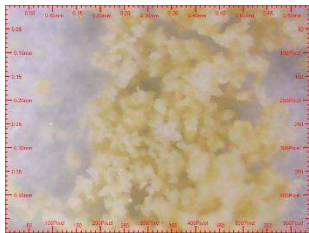
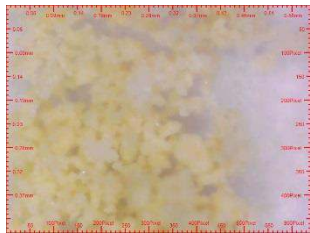
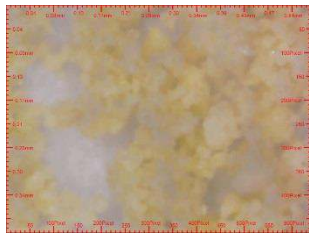
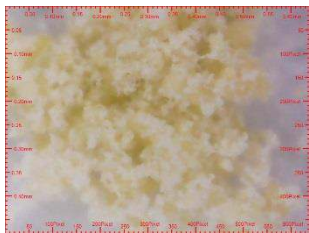
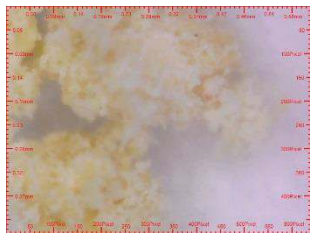

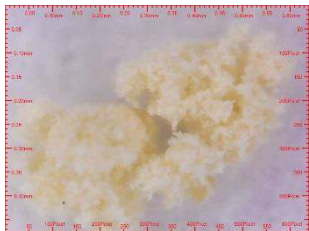
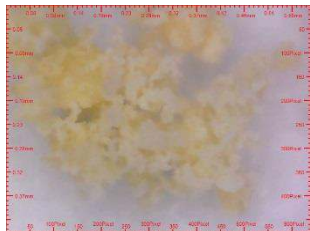
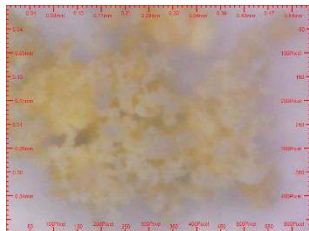
未做任何處理日本製的試藥和台灣製的試藥主要作為對照用，我們想探討將台灣試藥先經過烘烤或研磨，是否會對實驗的結果有影響，除了試藥的差異，其餘的反應的過程步驟皆按照一定的程序進行，實驗步驟如下：

各取 2g 的試藥置於外徑 10mm、長 100mm 的試管，以鐵製試管夾夾取，先以酒精燈將試管口及整支試管均勻加熱，再以外徑 4mm、長 300mm 的玻璃棒邊攪拌邊加熱試管底部試藥，直到試藥完全變成黑灰色，蓋上試管塞，熄滅酒精燈並記錄加熱時間，待試管

冷卻後，以封口膠膜封住試管口，避免空氣進入試管，將試管靜置至少約 24 小時後，將黑色粉末由高 120cm 處緩緩倒出，觀察是否在空中產生火花及是否可使鋪於地上的衛生紙燃燒，並紀錄之。

將試藥進行加熱前，我們先將試藥放在電子顯微鏡下觀察，照片如表四-3

表四-3 不同處理方式之草酸亞鐵在電子顯微鏡下的照片

	25X	400X	800X
A: 未經任何處理的台灣製草酸亞鐵			
B: 未經任何處理的日本製草酸亞鐵			
C: 台灣製草酸亞鐵經過烘乾			
D: 台灣製草酸亞鐵經過烘乾及研鉢研磨			
E: 台灣製草酸亞鐵沒烘乾，但經過研鉢研磨			

表四-4 不同處理方式之草酸亞鐵外觀描述

	A: 未經任何處理的台灣製草酸亞鐵	B: 未經任何處理的日本製草酸亞鐵:	C: 台灣製草酸亞鐵經過烘乾	D: 台灣製草酸亞鐵經過烘乾及研鉢研磨	E: 台灣製草酸亞鐵沒烘乾, 但經過研鉢研磨
外觀觀察	有明顯結塊的情形、黃色的結晶體外圍披覆著許多半透明白色的晶體。	成分明顯較為單純、晶體較小也沒有半透明的白色晶體。	粉末外觀狀況接近、顆粒較 A (未處理的台灣試藥) 為細, 但仍然伴隨著許多透明的白色晶體。	粉末外觀狀況接近、顆粒較 A (未處理的台灣試藥) 為細, 但仍然伴隨著許多透明的白色晶體。	粉末外觀狀況接近、顆粒較 A (未處理的台灣試藥) 為細, 但仍然伴隨著許多透明的白色晶體。

表四-5 實驗四的結果如下:

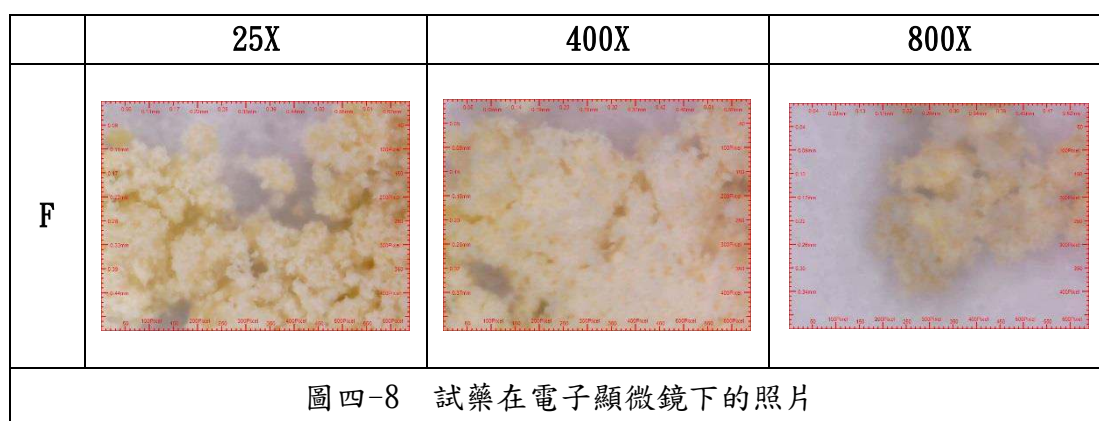
	A: 未經任何處理的台灣製草酸亞鐵		B: 未經任何處理的日本製草酸亞鐵:		C: 台灣製草酸亞鐵經過烘乾		D: 台灣製草酸亞鐵經過烘乾及研鉢研磨		E: 台灣製草酸亞鐵沒烘乾, 但經過研鉢研磨	
	是否燃燒	加熱時間	是否燃燒	加熱時間	是否燃燒	加熱時間	是否燃燒	加熱時間	是否燃燒	加熱時間
1	X	3' 45"	○	4' 41"	X	3' 53"	X	7' 52"	X	3' 50"
2	X	4' 50"	○	4' 37"	X	4' 19"	△	3' 20"	X	3' 20"
3	X	4' 26'	○	5' 11"	X	3' 56"	X	4' 15"	X	4' 40"
4	X	4' 36"	○	4' 27"	X	4' 13"	X	4' 40"	△	4' 10"
5	X	4' 30"	○	4' 10"	X	4' 00"	△	5' 00"	△	4' 10"
6	X	4' 02"	○	5' 20"	X	3' 03"	X	4' 30"	X	4' 00"
7	X	4' 20"	○	4' 28"	X	4' 10"	△	4' 00"	X	3' 35"
8	X	4' 01"	○	4' 30"	X	3' 50"	△	3' 55"	X	4' 00"
9	X	3' 15"	○	4' 00"	X	2' 20"	X	5' 00"	X	5' 00"
10	X	4' 20'	○	4' 30"	X	3' 25"	X	7' 34"	X	3' 28"
現象觀察	完全沒有自燃的反應		○全部都有自燃的反應, 而且撒落時空氣中有明顯火花及衛生紙燃燒		完全沒有自燃的反應		△有 4 管有衛生紙燃燒的反應, 但撒落時在空氣中無明顯火花		△有 2 管有衛生紙燃燒的反應, 但撒落時在空氣中無明顯火花	

五、實驗五：台灣試藥經過再結晶後的加熱反應

實驗五的結果，雖然D(台灣試藥、烘烤、研磨)，E(台灣試藥、無烘烤、研磨)並無法 100% 的產生奈米鐵粉燃燒的現象。但2種試藥共20支試管，有6支有讓衛生紙燃燒的現象。研磨和烘烤的純化方式，並非完全沒有效果，這讓我們思考是否有其他的方法，可以更進一步將台灣製的草酸亞鐵純化，來提高使用台灣製草酸亞鐵進行此實驗的成功率。

我們買的草酸亞鐵的化學式為 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含有2份的水結晶，草酸亞鐵似乎不易溶於水，所以我們嘗試將台灣製的草酸亞鐵溶解於水中，利用酒精燈加熱和持續攪拌15分鐘增加草酸亞鐵在水中的溶解度，持續攪拌直到溫度降至室溫，將溶液經過濾紙過濾，濾出再結晶的草酸亞鐵（圖四-8），詳細實驗的步驟如下：

- (一) 在 250ml 的燒杯內，裝滿 100ml 的水，倒入 15g 的草酸亞鐵，隔水用酒精燈加熱至燒杯外水溫達 80°C ，持續攪拌15分鐘增加草酸亞鐵的溶解度（相同條件，準備三份以便做實驗）。
- (二) 將燒杯移出隔水加熱的大燒杯，持續攪拌直到溫度降至室溫。
- (三) 將溶液經過濾紙過濾，濾出再結晶的草酸亞鐵。
- (四) 將濾出的草酸亞鐵，置於烤箱內烘乾 8 小時。
- (五) 將烘烤過後的草酸亞鐵，移至於研鉢內研磨成較細的顆粒。
- (六) 我們稱此試藥為 F 試藥（水溶解再結晶、烘烤、研磨），分配成10支試管（每支試管2g），重複實驗五的奈米鐵的生成及燃燒實驗，實驗結果如下（表四-6）：



表四-6 台灣製草酸亞鐵水溶解再結晶烘烤研磨結果

	F: 台灣製草酸亞鐵水溶解再結晶+烘烤+研磨		
	在空中是否有火花	衛生紙是否燃燒	加熱時間
1	X	○	5' 25"
2	○*	○	5' 10"
3	X	○	4' 50"
4	X	○	5' 44"
5	X	○	7' 30"
6	X	○	5' 24"
7	X	○	5' 15"
8	○*	○	5' 30"
9	X	○	5' 37"
10	X	○	5' 04"

* 備註:雖然在空氣中無法像日本製草酸亞鐵產生明顯火花,但其中兩管有少許火花

實驗結果發現,加工過台灣製草酸亞鐵之起始粉末,加熱後所製造的奈米鐵粉,在空氣中撒落,均能使衛生紙燃燒,但在空氣中無法像日本製草酸亞鐵產生明顯火花,其中兩管有少許火花。所以推論,這樣的純化方式,對草酸亞鐵的加熱反應,是有明顯改善的。但效果與日本製試藥比較效果仍差一點,但已是可明顯觀察到在空氣中自燃現象的鐵粉。

六、 實驗六：觀察鐵粉的顆粒大小是否達奈米級

為了解我們製造出來的粉末的顆粒大小,我們借用大學物理表面研究,所使用的高倍率的正立晶像顯微鏡進行觀察。如下圖四-9所示,圖片的長與寬經過校正,照片的長度是 $57\mu\text{m}$,寬度是 $43\mu\text{m}$ 。照片中頭箭所指出的點經過計算,直徑大約是 $1.2\mu\text{m}$,也就是1200奈米。一般稱100奈米以下為奈米材料,圖片中還有更小的點,但由於照片對焦不清楚,故沒有用來計算。我們做出來的粉末大小顆粒有大有小,但有部分應是達到奈米級的粉末。

一般鐵塊在空氣中會緩慢氧化,但當鐵塊變成鐵粉,尤其變成奈米級鐵粉,一立方公分的鐵塊,變成奈米級鐵粉,其表面積增加大約增加1億倍,所以氧化放熱的能量聚集,導致發生劇烈氧化產生出燃燒的現象。

量測時間 2014/11/27 18:00~20:00

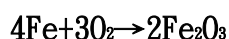


此照片實際長度代表 $57 \mu\text{m}$ (微米 = 1000 奈米)，圖片放大量測，圖片長度 24 cm，照片點量測大小為 0.5cm。換算 $0.5/24 \times 57 \mu\text{m} = 1187\text{nm}$ ，也就是 1187 奈米。一般稱 100 奈米以下為奈米材料，故此鐵粉顆粒大小接近奈米級。

圖四-9 鐵粉在高倍率的正立晶像顯微鏡下的照片

七、實驗七：成功設計利用產生的奈米鐵粉設計簡易測量空氣中氧氣含量之實驗裝置

奈米鐵粉在撒落的過程中，與空氣摩擦，並與氧氣反應迅速燃燒氧化，化學式如下：



奈米鐵的氧化不像一般碳水化合物的燃燒氧化，會產生其他的氣體。在和指導老師討論後，我們想利用這樣的反應特性，設計實驗(圖四-10)來測定空氣中的含氧量，試驗的步驟如下：

第一次實驗裝置設計



圖四-10 三通管實驗裝置圖

- (一) 取 B 試藥 (未處理的日本製林純藥草酸亞鐵)，每支試管 2 g 共 10 支試管，重複草酸亞鐵加熱反應生成奈米鐵的實驗，完成 10 支試管，蓋上試管塞，並以封口膠膜密封。

- (二) 待試管冷卻至室溫後，將氮氣裝滿於塑膠袋中，將針頭倒插於塑膠袋中針頭外露，以針頭插入試管內，此舉主要的作用是平衡試管內的氣壓至一大氣壓（密封的試管冷卻後，試管內的氣壓有可能小於 1 大氣壓），且氮氣不易與鐵反應。
- (三) 準備一 100ml 燒杯，另外取一 10ml 有刻度的針筒筒身，筒身開口處朝下至於燒杯內，接針頭處先不要接任何接頭，維持筒身內的空氣與外界相通，壓力一致，並於燒杯內注水，一直到水位與針筒筒身上的 100ml 處相同高度。
- (四) 準備一個附開關的三通接頭，水平的二端，一端接一針筒組含活塞推桿（推桿須確實推到底），且開關選擇此方向與中間出口為連通，水平另一端，則連接一針頭，並將針插入試管內，但此時此方向之開關是關住的，試管內的空氣，並未與外界連通（圖四-11）。



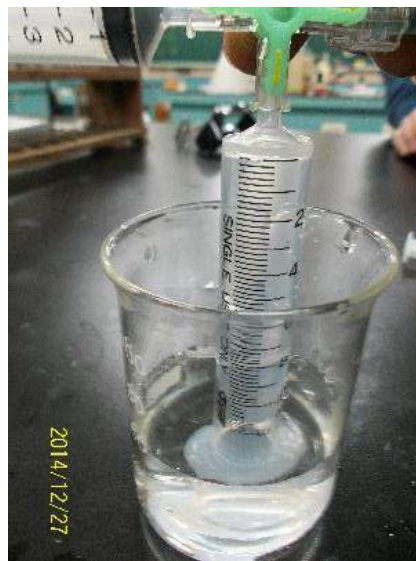
圖四-11 三通管實驗裝置圖

- (五) 將此三通管組，中間的開口與置於燒杯內的筒身相連結，並維持開關在針筒組與筒身是相連通的。
- (六) 將針筒組的活塞推桿往後拉，此時筒身內的水位，也會跟著上升，一直到水位上升到筒身上刻度為 0 的位置（圖四-11），此時將開關切換至三通接頭的水平二側為連通，即針筒組與試管連通，此時準備另一針筒組，推桿須確實推到底，將此針筒組的針頭插入試管內。
- (七) 往復推拉針筒組的活塞推桿，把原本從燒杯內筒身抽出的空氣，推入試管內，讓空氣充分與試管內的奈米鐵粉反應，後來插入試管的針筒組，主要是當作緩衝的作用，避免當將空氣壓入試管時，壓力過大造成試管漏氣現象（圖四-12）。



圖四-12 設置一個裝置來測定空氣中的含氧量

- (八) 將開關切換至試管與燒杯內的筒身相連通，並確定試管上的緩衝用針筒組，活塞推桿是推到底的狀態。另加水於燒杯內一直到與燒杯內筒身的水位相齊時，紀錄此時筒身之水位。
- (九) 假設原本在燒杯內筒身裡的氧氣都與奈米鐵反應成氧化鐵，則作用前後的水位高低差，即可推論為氧氣在空氣中的比例（如圖四-13）。



圖四-13 實驗設計裝置圖

設置上述裝置與實驗過程，嘗試以奈米鐵粉與空氣中的氧反應成氧化鐵的特性，來測定空氣中的含氧之結果（如表四-7）。

表四-7 奈米鐵粉與空氣中的氧反應之觀察

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
筒身內水位高度(公分)	1.8	失敗	2.0	失敗	失敗	1.9	失敗	失敗	失敗	失敗

實驗的結果可以發現，以此裝置來測空氣中氧含量再現性不強，某些次結果顯

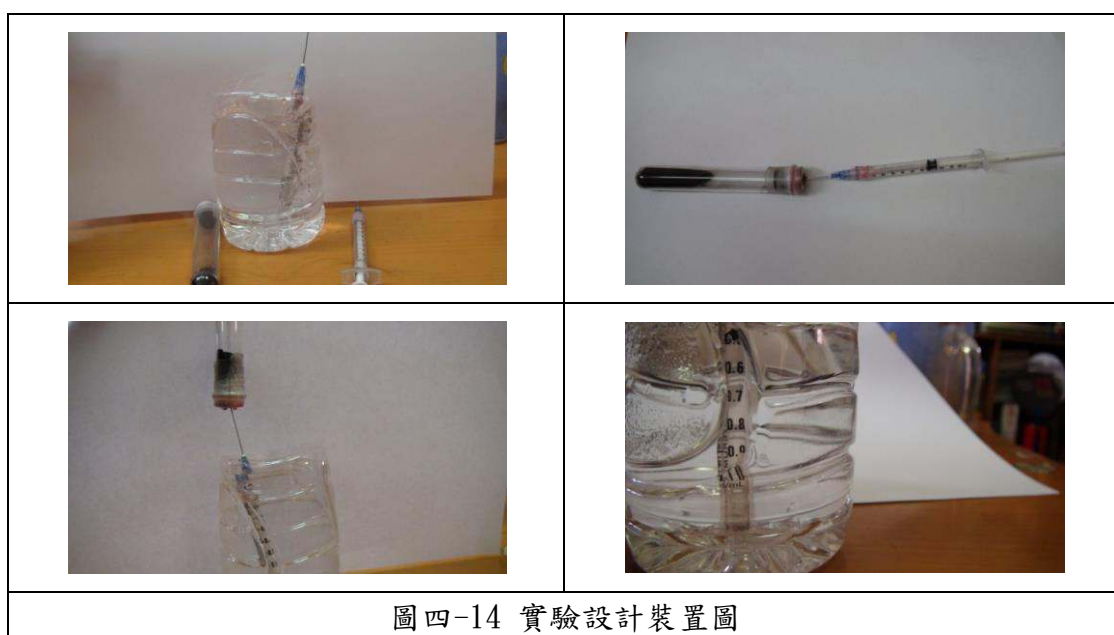
現出空氣中氧含量與理論的空氣中含氧量 20.95% 的比例相似，但因再現性不強並不是很好的設計裝置。其原因考究有可能是步驟七中「往復推拉針筒組的活塞推桿，把原本從燒杯內筒身抽出的空氣推入試管內」，此過程中有可能在反覆推拉針頭組時，壓力過大造成空氣的洩漏，使得實驗再現性不強。

第二次實驗裝置設計

根據以上實驗的失敗作為修正改良成如圖下：

- (1)以 1cc 的注射針頭將 1cc 的空氣打入試管中，讓試管中的奈米鐵粉與打入空氣中的氧作用後靜置。
- (2)10 分鐘後將試管插入 1cc 針頭(此 1cc 的空針已經裝滿了水)。
- (3)我們可以看出水位在針頭插入後水位會下降約 0.8 公分(0.8cc)。

此反應可以測出空氣中氧含量約為 20%，理論上此實驗可以避免反覆推拉針頭組時，造成空氣的洩出或進入，實驗結果再現性應該是高的(圖四-14)。但我們重複實驗了幾次其再現性也不強，原因是當靜止的時候會有針頭接縫漏氣的現象，造成水位會慢慢的上升。我們嘗試用蠟封及膠膜纏好也沒辦法解決此的現象，有待更多的實驗來解決此問題。且試管倒置插入針筒時，試管內的奈米鐵粉因試管內氣壓釋出時粉末塞住注射針頭，導致氣體壓力平衡困難。



第三次實驗裝置設計-能順利量測出空氣中氧氣消耗量

- (一)取 B 試藥(由日本製林純藥草酸亞鐵加熱製成的奈米鐵粉)，裝入一支試管 2g，先用酒精燈加熱草酸亞鐵反應生成奈米鐵的實驗，蓋上試管塞，並以蠟封及膠膜密封，待試管冷卻至常溫(如圖四-15)。



圖四-15 由日本製林純藥草酸亞鐵加熱製成的奈米鐵粉

- (二) 準備兩支 1cc 的空針，其針頭與注射針筒間同樣以蠟封及膠膜密封，其中一支(A 管)將注射針頭抽吸桿拔出注入約 0.2cc 的水於注射針筒內，另外一支則維持原注射針頭狀況(B 管)，如圖四-16。原本是想直接使用針筒組來使用，但是黑色橡膠與塑膠套筒間的摩擦力很大，無法自由進行活塞運動，所以以水滴來替代黑色橡膠活塞頭。



圖四-16 蠟封及膠膜密封針頭與針筒兩支

- (三) 原本實驗七中『第一次實驗裝置設計』之步驟二，使用氮氣讓「含奈米鐵之試管」內之壓力與大氣壓相等，因醫療氮氣不方便取得，於此次實驗改成將空針頭插入「含奈米鐵之試管」放置水浴中約 4 分鐘讓試管內的氣壓維持一大氣壓，在開始半分鐘過程不斷搖晃試管，使管內的氧氣幾乎消耗殆盡，則可得試管內的氣體為幾乎百分之一百之氮氣(圖四-16)。



圖四-16 通氣讓管內外壓力平衡

- (四) 將 A 管之注射針筒之 0.2cc 的水以重力方式移至刻度 0.5 到 0.6 之間，將 A 管之注射針筒上之針刺入「含奈米鐵之試管」可看到 0.2cc 的水稍微移動，如此可以當作校正「含奈米鐵之試管」維持一大氣壓 (圖四-17)。



圖四-17 讓試管內的氣體壓力與大氣壓力確認保持平衡

- (五) 於 B 管注入 1cc 空氣，將試管上下搖晃約一分鐘後放入水浴冷卻約三分鐘（避免因注射的 1cc 空氣與奈米鐵作用產生空氣熱脹之現象），如圖四-18。



圖四-18 讓試管溫度降至室溫

- (六) 將 A 管之注射針筒之 0.2cc 的水以重力的關係移至刻度 0.1，將 A 管之注射針筒上之針刺入「含奈米鐵粉之試管」可看到 0.2cc 的水稍微往刻度 1 的方向移動紀錄下移動的刻度(圖四-19)。



圖四-19 實驗量測紀錄圖

- (七) 重複 10 次，試管內打入 1 c. c. 的空氣充分反應並水浴三分鐘降溫後，**插針讓氣體洩出的體積分別是 0.79、0.81、0.8、0.79、0.79、0.8、0.81、0.79、0.8、0.8 c. c. (圖四-20)**，**平均洩出的體積為 0.798 c. c.**，**可得知空氣中氧含量為 20.2% (1cc- 0.798cc=0.202cc)**，如表四-8。**實驗的結果已經很接近理論值，但水滴仍然與塑膠套筒間有黏滯力，因此會有一點實驗誤差存在，但對於觀察空氣中氧含量已屬於非常簡便的設計方法。**



圖四-20 實驗過程紀錄圖

表四-8 利用奈米鐵粉與氧氣反應特性，設計一個簡易量測空氣中氧氣含量的實驗結果

次數	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均
空氣中 氧氣含 量 %	21	19	20	21	21	20	19	21	20	20	20.2

- (八) 要特別注意的是若將 A 管之注射筒之 0.2cc 的水改為 0.15cc 時，則在步驟(六)中所生的移動刻度會變大，此乃注射針筒上之針刺入「含奈米鐵粉之試管」

插入的瞬間空氣衝力的關係，造成刻度移動太大造成測量值變小且水珠會分裂，經過三次測量平均空氣中氧含量約為 13%並不理想。

- (九) 此實驗設計為一種微量化學實驗的設計概念，因為所需的藥品量很少，器材也相當簡單，一管由 2 克草酸亞鐵所備製的奈米鐵粉試管，在上述實驗可以重複使用至少 20 次以上，適合在一般課程中讓全班同學每一個人都進行一次實驗操作量測，具有實驗教學設計上的推廣意義。

伍、研究結果

經過上述一連串的實驗研究及資料搜尋，我們可以歸納出下列結論：

- 一、 台灣製草酸亞鐵試藥 (Choneye Pure Chemicals) 和日本製草酸亞鐵試藥 (林純藥工業株式會社) 有特性上差異：無論是從實驗前顯微鏡下的照片比較、或是從加熱反應過程中所應該產生的現象、大量氣體產生所造成的試藥粉末翻滾現象 (一氧化碳 CO、二氧化碳 CO₂、以及 水蒸氣 H₂O)、一氧化碳在試管口燃燒的現象以及將冷卻後反應生成的奈米鐵粉撒落時所產生的燃燒現象，日本製的試藥所呈現的效果都較台灣製的試藥來得清楚與明確。若想成功地以此實驗有效製成奈米鐵粉，日本製的草酸亞鐵試藥是可行的選擇。
- 二、 台灣製的草酸亞鐵在只有經過烘烤的情況下，對反應的結果並無幫助；而經過研鉢研磨後的台灣製試藥(在顯微鏡觀察下顆粒更為細小)無論是否經過烘烤，兩成以上有衛生紙燃燒的反應，但撒落時在空氣中無明顯火花。進一步經過再結晶後的加熱反應之後，再以烤箱烘烤並研磨的試藥則均能使衛生紙燃燒，但在空氣中無法像日本製草酸亞鐵產生明顯火花，其中兩管有少許火花。若無法取得日本製的試藥，可將台灣試藥先以水溶解，隔水用酒精燈加熱至燒杯外水溫達 80°C，持續攪拌溫度降至室溫，最後以濾紙過濾後，並進行適度的烘烤和研磨，可以提高實驗的成功率。這是我們第一次注意到藥品不只是純度的問題，顆粒大小竟然對實驗結果有巨大的影響。
- 三、 草酸亞鐵 FeC₂O₄ · 2H₂O 才是此實驗反應的主要試藥：網路上大部分都稱此實驗為草酸鐵反應產生奈米鐵粉，經過此次實驗發現網路上一些將草酸亞鐵誤稱為草酸鐵，可見網路資料或訊息可能是錯的。下表 (表五-1) 我們將草酸鐵及草酸亞鐵的資料整理如下：

表五-1 草酸鐵及草酸亞鐵比較說明表

	草酸鐵	草酸亞鐵
中文別名	乙二酸鐵；草酸高鐵	乙二酸亞鐵；乙二酸鐵(II)鹽(1:1)
英文名稱	diiron trioxalate	iron(II) oxalate
英文別名	Iron(III) oxalate; Iron(III)oxalate pentahydrate; Iron, tris(ethanedioato(2-))di-; tris(ethanedioato(2-))di-Iron; tris[ethanedioato(2-)]di-iro; Ferric oxalate; diferric oxalate.	FERROUS OXALATE; IRON OXALATE; OXALIC ACID IRON (II) SALT; Ethanedioicacid, iron(2+)salt(1:1); ethanedioicacid, iron(2+)salt(1:1)[qr]; ethanedioicacid, iron(2++)salt(1:1); ferrox[qr]; iron(2+)oxalate[qr]; iron(ii)oxalate[qr]; ironoxalate[fe2o4][qr]; ironoxalate[qr]; ironprotoxalate[qr]; oxalicacid, iron(2+)salt(1:1)[qr]; Iron(Ii)Oxalate, Gpr; Iron, ethanedioato(2-).kappa.O1,.kappa.O2-; Iron(II) oxalate hydrate min; Iron, [ethanedioato(2-)-kO1,kO2]-; Oxalic acid, iron(2+) salt; Oxalic acid iron(II)
CAS NO	2944-66-3	516-03-0
化學式	$\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	$\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
分子量	465.83	143.86
顏色	黃色，微晶粉末	淡黃色結晶性粉末，稍有輕微刺激性。
性質	加熱至 100°C 時分解，溶於水和酸，不溶於乙醇。由鐵鹽溶液與適量草酸銨反應而得。	160°C（分解）真空下於 142°C 失去結晶水。冷水中溶解 0.022g/100g，熱水中 0.026g/100g，難溶於水，不溶於冷鹽溶液。

我們並沒有辦法找到草酸鐵 $\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 加熱後的相關化學反應式，若可以將這些試藥名稱做更清楚的定義，那可以讓有興趣進行這項實驗的人，避免試藥的誤用而影響實驗結果。

四、實驗上的小發現：除了決定性的試藥因素外，從一次又一次的試驗也讓我們發現一些實驗操作的技巧也可以幫助提高實驗的成功率。

- (一) 試管大小的選擇：不可選擇口徑太大、長度太長的試管，因為容易造成試管受熱不均勻，加熱逸出的水蒸氣容易凝結在試管上端影響實驗結果。
- (二) 攪拌的玻璃棒：宜選用較細小的玻璃棒，口徑太粗的玻璃棒也會有水蒸氣在上凝結的問題；但口徑亦不可以太細，我們曾使用直徑 2mm 玻璃棒，在加熱過程中有熔化的情形。
- (三) 加熱的酒精燈：使用純度較高的酒精產生的火焰較大、加熱迅速且可涵蓋較大的加熱範圍，提高實驗的成功率。使用乙醇酒精燈效果比甲醇酒精燈效果好，乙醇酒精燈燃燒時所產生的熱量較甲醇酒精燈所產生的更多。
- (四) 加熱試藥前先將試管口及整支試管均勻加熱，以防止蒸發之水蒸氣遇冷凝結成水滴流回試管，之後再開始加熱試管底部所填裝之試藥：過程中規律的加熱整支試管及試藥，且加熱試管時試管角度不可過於水平，盡量將試管口朝上避免水蒸氣凝結回流影響實驗結果，甚至造成試管破裂。
- (五) 反應結束後蓋上試管塞時，先輕壓勿一次壓緊：在蓋上試管塞時，若仍有氣體產生則讓試管內的氣體逸出後再緊壓試管塞，若一下子就把試管塞塞緊，若試管內仍持續反應產生氣體，會將試管塞衝出產生危險，而且氣體衝出後常伴隨著氧氣和水蒸氣再進入試管，會影響實驗結果，此步驟相當重要。
- (六) 務必等到加熱反應後的試藥完全冷卻後再倒出：若未冷卻就倒出，此時衛生紙燃燒有可能是因為高溫的鐵，而非奈米鐵粉氧化燃燒所致。

陸、討論

- 一、 台灣製草酸亞鐵與日本製的草酸亞鐵實際成分上的差異，因為儀器限制，我們目前雖然無法做出一個明確的分析，未來可以使用氧化還原滴定的方法再來定量試藥中草酸亞鐵的純度含量。
- 二、 台灣製的草酸亞鐵先以水溶解，並加熱可提高草酸亞鐵的溶解率，持續攪拌至室溫後以濾紙過濾，進行適度的烘烤和研磨的再製後，雖然無法如日本的試藥，在撒下反應後的粉末時，都能產生大量明顯的火花，但至少都能讓衛生紙燃燒，且台灣的試藥的價格比日本製便宜許多，具有價格上的優勢。
- 三、 目前我們只比較一種品牌的台灣製草酸亞鐵的試藥，或許我們可以多找一些其他品牌的台灣製草酸亞鐵試藥，來觀察是否有不一樣的反應結果。
- 四、 雖然在奈米鐵製造的初始，遇到許多的挑戰以至於花了許多時間，但在探討奈米鐵粉應用的部分，但我們還是嘗試以奈米鐵粉與空氣中的氧反應成氧化鐵的特性，來測定空氣中的含氧量，我們終於設計一組實驗裝置可以測定空氣中的含氧量且具有再現性。

柒、 結論

只觀看網路實驗的影片，會讓一般人都認為這是一個簡單的實驗，沒想到過程中衍生出這麼多值得探討的問題，在經過一連串的资料蒐集及實驗嘗試後，我們有下列的結論：

- 一、 奈米鐵粉產生的實驗化學反應式，試藥是草酸亞鐵而非草酸鐵。經過我們的實驗，也確實驗證草酸鐵加熱反應後無法產生奈米鐵粉的自燃現象，即使是具有公信力的網站，資料仍可能存在著錯誤，實驗上必須加以小心。
- 二、 日本製的試藥，能百分之百成功的製作於空氣中自燃的奈米鐵粉。相較於台灣的試藥，若要在此實驗成功，需要進行加工後製，但直接使用日本的試藥會得到較穩定、可信度較高的實驗結果。
- 三、 台灣的試藥加工後製後，亦能產生奈米鐵粉於空氣中自燃的現象。台灣製的草酸亞鐵先以水溶解，並加熱來提高草酸亞鐵的溶解率，持續攪拌至室溫後以濾紙過濾，進行適度的烘烤和研磨，台灣試藥也有機會成功加熱反應出奈米鐵粉，於空氣中產生自燃的現象。
- 四、 我們成功設計出一種簡易微量化學實驗裝置量測空氣中的氧氣含量。嘗試以奈米鐵粉與空氣中的氧反應成氧化鐵的特性，由消耗的氣體量來測定空氣中的含氧量，成功得到接近理論值的數據。

捌、參考資料及其他

一、可燃的鐵 ~ 蕭次融老師化學實驗演示 - YouTube

加熱草酸鐵製備微細的鐵粉，探討微細鐵粉的自燃。取自：

<https://www.youtube.com/watch?v=P VWADJ5-BeY>

二、國家教育研究院。取自：<http://terms.naer.edu.tw/detail/622360/>

三、92年化學科指定科目測驗試卷。取自：

<http://www.funlearn.tw/viewthread.php?tid=7669>

四、科技部 - 科技大觀園 > 文章 > 科技與社會 > 教學評量：由趣味化學實驗談化學試題。取自：

<http://scitechvista.nsc.gov.tw/zh-tw/Articles/C/0/10/10/1/1562.htm>

五、由趣味科學實驗激發科學思考-同德國中。取自：

<http://www.tdjhs.tyc.edu.tw/xoops2/html/develop/d1/3/1.pdf>

六、【課程紀錄】多采多姿的金屬 ~ 國立中央大學高中寒假化學營隊

[圖 4.13] 這就是我們的起始物草酸鐵。取自：

http://oscj.blogspot.tw/2012/07/blog-post_31.html

七、探究直流電加熱不同金屬產生燃燒條件及其改進教材中有關空氣中氧含量之實驗設計。中華民國第五十三屆中小學科學展覽會全國國中化學組佳作。

【評語】 030213

本作品以革酸亞鐵來製作奈米鐵粉，並用其來量測氧氣的含量，奈米材料為時代之潮流，奈米磁鐵粒子亦極受重視，可再就學理深入理解，發展出穩定安全之製作方法。