Chapter

實驗室安全衛生演練

本章綱要

- 1. 實驗室環境與設備
- 一般實驗室規則與分析
 化學實驗時應注意事項
- 3. 安全資料表的查詢
- 4. 實驗室廢棄物與廢液的 分類與貯存

學習目標

- 1. 環境與設備使用
- 2. 安全資料表與查詢方法
- 3. 了解實驗室的廢棄物與廢液之分類及貯存

1-1 實驗室環境與設備

化學實驗室(圖 1-1)的基本設施通常大同小異,除了實驗時必備的實驗桌、水槽、通風裝置、瓦斯管線、110 V / 220 V 交流電源及廢液回收貯存處外,基於安全考量還應配備滅火器、滅火砂、煙霧警報系統以及洗眼、安全淋浴等裝置(圖 1-2)。此外,牆壁醒目處常會懸掛醫藥箱(圖 1-3)、並張貼實驗室須知,包括:(1)實驗室安全守則;(2)緊急事故處理說明。

同學進入實驗室的第一件事就是先熟悉實驗室的環境,並遵守該實驗室的各項要求,包含實驗時應穿著實驗服(圖 1-4),藉以避免化學藥品的傷害,必要時應配戴安全眼鏡(圖 1-5)、防護手套與口罩,以期能更安全地完成每一項工作。



▲ 圖 1-1 實驗室的概貌



▲ 圖 1-2 洗眼、安全淋浴裝置



▲ 圖 1-4 實驗時應穿著實驗服



▲ 圖 1-3 實驗室醫藥箱



▲ 圖 1-5 安全眼鏡

一般實驗室規則與分析化學實驗時應注意事項

1. 一般實驗室規則

- (1) 實驗室內應保持肅靜,嚴守秩序,不得大聲喧嘩、嬉戲。
- (2) 實驗時應按所編組別、座號、對號入座,不得擅自變更桌次。
- (3) 實施每一實驗進度前,應將實驗內容、單元目標、相關知識、儀器及藥品、操作步驟 及應注意事項和問題等,事先詳加研讀,以免臨時從事,發生操作錯誤的危險。
- (4) 實驗時應穿著實驗服,藉以防護衣服及身體避免受化學藥品的侵蝕。實驗時應配戴安 全眼鏡。
- (5) 若發生著火、灼傷、爆炸、割傷等意外事故時,不驚慌,鎮靜應變,汎速報告教師處 理。
- (6) 不可在實驗室中吃東西,以維護個人安全及健康。
- (7) 實驗完畢,將儀器及實驗器材清潔後放歸原處,熄滅燈火、關閉自來水、瓦斯與電源 開關,整理實驗桌面,將椅子排好,報告教師檢查,下課前經教師點名後,聽從教師 下課始得離開實驗室。

2. 分析化學實驗時應注意事項

- (1) 各種藥品之取用量,一概以書上所載或教師規定分量為準,絕不可超量,以免浪費或 導致化學反應過劇而發生災害。
- (2) 置於規定位置的藥品,不得擅自挪移,在取用時,應認明標籤上的名稱與濃度是否與 所需者相符。
- (3) 試藥瓶開啓後,其瓶蓋不可任意放置,取用後必須隨即蓋上,更不可將剩餘的藥品倒 回原瓶中,以免汙損藥品(經教師說明可倒回者除外)。
- (4) 凡棄置的碎玻璃片、玻璃管,應投入指定之回收桶中。濾紙及試紙等應拋入指定之廢 棄物箱中,絕對禁止丢入水槽中。
- (5) 加熱過後的器皿應放置於固定地方,避免因碰觸而燙傷。
- (6) 使用具揮發性的化學物質時,應於通風櫥中小心取用。
- (7) 藥品噴濺到皮膚時,應使用大量清水沖洗。
- (8) 具精密刻度的玻璃度量器材 (如量瓶、吸量管等) 不可放入烘箱中烘乾。
- (9) 使用天平秤量藥品時,應小心不讓藥品灑出,若不慎將藥品灑落於天平上,應立即清 理乾淨。
- (10)以安全吸球吸取溶液時,勿讓溶液進入吸球內。
- (11)使用公用滴管吸取試藥時,請勿將不同試藥的滴管混用,以免造成試藥的汙染。

1-3 安全資料表的查詢

安全資料表 (Safety Data Sheet),簡稱 SDS,可視爲化學品的身分證,用以說明化學品對人體健康與環境的危害,並提供如何使用該化學品與安全搬運、貯存等資訊。生產企業或雇主應主動向化學商品使用者提供該化學品的安全資料表,讓使用者了解化學品的相關危害,使用時能主動進行防護,減少職業危害和預防化學事故。

化學品的安全資料表內容共包含以下 16 大項: 1. 化學品與廠商資料、2. 危害辨識資料、3. 成分辨識資料、4. 急救措施、5. 滅火措施、6. 洩漏處理方法、7. 安全處置與貯存方法、8. 暴露預防措施、9. 物理與化學性質、10. 安定性與反應性、11. 毒性資料、12. 生態資料、13. 廢棄處置方法、14. 運送資料、15. 法規資料、16. 其他資料。

以氯丁二烯爲例,其 SDS 如下:

▼ 安全資料表

一、化學品與廠商資料

化學品名稱:氯丁二烯 (Chloroprene)

其他名稱:-

建議用途及限制用途:氯丁橡膠製造。

製造者、輸入者或供應者名稱、地址及電話:-

緊急聯絡電話 / 傳眞電話: -

二、危害辨識資料

化學品危害分類: 1. 易燃液體第2級

- 2. 急毒性物質第4級(呑食)
- 3. 腐蝕/刺激皮膚物質第2級
- 4. 嚴重損傷/刺激眼睛物質第 2A 級
- 5. 致癌物質第2級
- 6. 特定標的器官系統毒性物質-重複暴露第2級
- 7. 特定標的器官系統毒性物質-單一暴露第3級

標示內容:

象徵符號:

警示語:



危險

危害警示訊息: 第四類毒性化學物質:化學物質有汙染環境或危害人體健康之虞者。

- 1. 高度易燃液體和蒸氣。
- 2. 呑食有害。
- 3. 造成皮膚刺激。
- 4. 造成嚴重眼睛刺激。
- 5. 懷疑致癌。
- 6. 長期或重複暴露可能對器官造成傷害。
- 7. 可能造成呼吸道刺激或者可能造成睏倦或暈眩。

危害防範措施: 1. 緊蓋容器。

> 2. 置容器於通風良好的地方。 3. 衣服一經汙染,立即脫掉。

4. 避免暴露於此物質-需經特殊指示使用。

其他危害:-

三、成分辨識資料

中英文名稱:氯丁二烯 (Chloroprene)

同義名稱: Chlorobutadiene、2-Chloro-1,3-butadiene、Chloropreen、Chloroprene、Chloropr

HEXACHLOROBUTADIENE

化學文摘社登記號碼 (CAS No.): 126-99-8

危害成分(成分百分比):100

四、急救措施

不同暴露途徑之急救方法:

食入: 1. 立即就醫。

2. 若患者意識不清或痙攣,不要經口給飲任何東西。

3. 誤食者給飲大量牛奶或溫水稀釋。

4. 勿用口對口人工呼吸。

吸入: 1. 立即將患者移至新鮮空氣處。

2. 勿用口對口人工呼吸,以呼吸設備協助進行。

3. 注意保暖。

4. 立即就醫。

眼睛接觸: 1. 立即撐開上下眼皮,用大量清水徹底清洗 15 分鐘以上。

皮膚接觸: 1. 立即脫去汗染的衣物,用肥皂和清水徹底清洗。

最重要症狀及危害效應:

高濃度的暴露會導致血壓降低、麻醉及昏迷,可能致死。

對急救人員之防護:

1. 應穿著 C 級防護裝備在安全區實施急救。

對醫師之提示:

患者吞食時,不建議催吐,考慮洗胃,避免興奮劑。

五、滅火措施

適用滅火劑:

一般:抗酒精型泡沫、化學乾粉。

小火: 化學乾粉、灑水、抗酒精型泡沫。

大火:灑水、水霧、抗酒精泡沫、水沫、一般泡沫。

滅火時可能遭遇之特殊危害:

- 1. 其蒸氣與空氣形成爆炸性混合物,遇明火、高熱能引起燃燒爆炸。
- 2. 其蒸氣比空氣重,會沿著低窪處擴散到遠處,遇火源會引起回火。
- 3. 當遇熱或陷於火場中,該物質可能會爆炸性聚合。
- 4. 火場中可能產生氯化氫及光氣。

特殊滅火程序:

- 1. 以最遠距離滅火或使用消防水帶控制架或自動搖擺噴嘴灌救之。
- 2. 於火勢撲滅後,持續以大量的水充分冷卻容器。
- 3. 若因火災致使儲槽安全閥聲響提升或儲槽壁變色時,立即撤退。
- 4. 始終遠離陷於火場之儲槽。
- 5.大規模火災(如原物料儲存區大火)時,使用消防水帶控制架或動搖擺噴嘴灌救之;若不可行,應撤離現場, 任其燃燒。

消防人員之特殊防護裝備:

- 1. 全身式化學防護衣。
- 2. 空氣呼吸器。
- (必要時抗閃火鋁質被覆外套)

六、洩漏處理方法

個人應注意事項:

1. 不要直接接觸洩漏物。

環境注意事項:

- 1. 隔離洩漏區,移走任何引火源(在無煙、無火焰狀況下)。
- 2. 不要讓其流入密閉空間(如下水道),因其具爆炸危害。

清理方法:

小量:

1. 用沙或非可燃性物質吸附,置於適當容器內(如排煙櫃內),使用乾淨且不產生火花的工具,收集上述的吸收物質,待外洩物收集貯置後,在遠離可燃物的適當地點燒掉。

大量:

1. 在洩漏區外防溢堤阻隔液體向外擴散,以利後續處理。

七、安全處置與貯存方法

處置: 1. 通常商品加有阻聚劑,須定期檢查。

- 2. 防止陽光直射,包裝要求密封,不可與空氣接觸。
- 3. 禁止使用易產生火花的機械設備或工具。

貯存: 1. 存放地點於陰涼、通風良好區,遠離火源及不相容物貯存區。

- 2. 不宜大量或長久貯存。
- 3. 貯存區內的照明、通風設備應採用防爆型。

八、暴露預防措施

| 工程控制: | | | |
|-------------------------|-------------------------|-------------------|--------------|
| 國內控制參數 | | | |
| 八小時日時量 平均容許濃度 TWA | 短時間時量 平均容許濃度 STEL | 最高容許濃度 CEILING | 生物指標 BEIs |
| 10ppm(皮) | 15ppm(皮) | _ | _ |

個人防護設備:

手部防護: 一般

1. 化學防護手套。材質以聚乙烯醇、Viton、Responder 爲佳。

皮膚及身體防護:一般

1. 化學防護服、工作靴。

呼吸防護: 一般

1. 正壓式全面型自攜式呼吸防護具。

2. 正壓式全面型供氣式呼吸防護具與正壓型自攜式呼吸防護具的組合。

眼睛防護:

1. 化學安全護目鏡。

衛生措施:

1. 工作後儘速脫掉汙染之衣物,洗淨後才可再穿戴或丢棄,且須告知洗衣人員汙染物之危害性。

- 2. 工作場所嚴禁抽煙或飲食。
- 3. 處理此物後,須徹底洗手。
- 4. 維持作業場所清潔。

九、物理與化學性質

| 外觀(物質狀態、顏色等):無色液體 | 氣味: 刺鼻乙醚味 |
|----------------------------|--------------------|
| 嗅覺閾値:0.1ppm(覺察) | 熔點:−130℃ |
| pH 値: - | 沸點 / 沸點範圍:59.4℃ |
| 易燃性(固體,氣體):- | 閃火點:- 20℃ |
| 分解溫度: - | 測試方法 (開杯或閉杯): |
| 自燃溫度:320℃ | 爆炸界限:4% ~ 20% |
| 蒸氣壓:200mmHg | 蒸氣密度:3.05(空氣 = 1) |
| 密度:0.958 | 溶解度: 微溶於水 |
| 辛醇 / 水分配係數 (log Kow): 2.03 | 揮發速率:- |

十、安定性與反應性

安定性:若沒有添加抗氧化劑,在室溫下會氧化聚合。

特殊狀態下可能之危 1. 遇高熱,可能發生聚合反應,出現大量放熱現象,引起容器破裂和爆炸事故。

害反應: 2. 強氧化劑、過氧化物:可能引發放熱聚合反應。

3. 該物質經過熱分解後,會產生有毒氯氣。

應避免之狀況: 高熱、過氧化物、火花、明火、引火源。

應避免之物質: 1. 強氧化劑。

2. 酸類。

3. 氟。

危害分解物:氯化氫。

十一、毒性資料

暴露途徑:皮膚接觸、吸入、食入、眼睛接觸。

症狀:血壓降低、麻醉、昏迷、灼傷、頭痛、暈眩、失眠、胸痛、暫時性掉頭髮。

急毒性:

皮膚接觸: 1. 造成皮膚刺激、灼傷。

吸入: 1. 高濃度的暴露會導致肺、肝、腎的傷害,引起中樞神經系統抑鬱、血壓降低、

麻醉及昏迷,可能致死。

眼睛接觸: 1. 造成眼睛刺激。

LD50(測試動物、吸收途徑): 450mg/kg(大鼠、呑食)

LC50(測試動物、吸收途徑): 11,800mg/m³/4H(大鼠、吸入)

2,300mg/m³(小鼠、吸入)

慢毒性或長期毒性:

1. 慢性症狀包括頭痛、刺激性、暈眩、失眠、胸痛、暫時性掉頭髮、皮膚炎、結膜炎及角膜壞死。

- 2. 可能會損害肺、肝、腎、脾、中樞神經系統及心肌。
- 3. IARC: Group2B-可能人體致癌。

9100ug/kg(交配前 26 週雄鼠, 呑食)影響下一代男性生殖系統。

十二、生態資料

生態毒性:

LC50(魚類):-

EC50(水生無脊椎動物): -生物濃縮係數(BCF): 22

持久性及降解性:

1. 當釋放至水中,預期會迅速揮發及滲入地下水。

2. 當釋放至空氣中,預期會與光化學反應產生之氫氧自由基及臭氧作用,其半衰期約1.6 小時。

半衰期(空氣): 2.9~27.8 小時 半衰期(水表面): 672~4320 小時 半衰期(地下水): 8640~1344 小時 半衰期(土壤): 672~4320 小時

生物蓄積性:-

土壤中之流動性:1.當釋放至土壤中,預期會迅速揮發及滲入地下水。

其他不良效應:-

十三、廢棄處置方法

廢棄處置方法: 1. 參考廢棄物清理法及事業廢棄物貯存清除處理方法及設施標準辦理。

2. 收集的洩漏物,應至有氣體流出清淨裝置之焚化爐以焚化處理。

3. 可與其他可燃油混合後,利用焚化法處理,但需避免光氣的產生,可利用酸氣吸收塔移

除。

十四、運送資料

聯合國編號 (UN No.): 1991

聯合國運輸名稱: 2- 氯 -1,3- 丁二烯,穩定的

運輸危害分類:第3類易燃液體

包裝類別: I

海洋汙染物(是/否):-

特殊運送方法及注意事項:-

緊急應變處理原則:131P

十五、法規資料

適用法規:

- 1. 職業安全衛生法。
- 2. 勞工作業場所容許暴露標準。
- 3. 道路交通安全規則。
- 4. 事業廢棄物貯存清除處理方法及設施標準。
- 5. 危害性化學品標示及通識規則。
- 6. 毒性化學物質管理法。
- 7. 毒性化學物質標示及安全資料表管理辦法。
- 8. 廢棄物清理法。
- 9. 危害性化學品評估及分級管理辦法。

十六、其他資料

| 參考文獻 | 1. 行政院衛福部,"中美合作計畫「中文 2. 行政院環保署,中文毒理資理庫 3. 行政院環保署,毒性化學物質災害防救 4. 工業技術研究院工業安全衛生技術發展 5. 行政院勞動部,化學品全球調和制度 [6. Handbook of Toxic and Hazardous Chem 7. 中國國家標準 CNS15030「化學品分類 8. 中國國家標準 CNS6864「危險物運輸格 9. UN Recommendations on the Transport of 10. HSDB 資料庫,TOMES PLUS ,2018 11. ChemWatch 資料庫,2018 網頁版 12. 緊急應變指南 2016 年版 13. IARC WEB | 收手冊,103 年 11 月 展中心,物質安全資料表光碟資料 [GHS] 介紹網站 iicals and Carcinogens i及標示」 票示」 of Dangerous Goods. Model Regulations. Rev.19 (2015) | |
|-------|---|---|--|
| 製表者單位 | 名稱:環境事故專業諮詢中心 | | |
| | 地址 / 電話:南投縣南投市〇〇〇〇〇〇 | | |
| 製表人 | 職稱: | 姓名(簽章): | |
| 製表日期 | 107.3.3 | | |
| 備註 | 上述資料中符號"-"代表目前查無資料,而符號"/"代表此欄位對該物質並不適用。 | | |

上述資料爲環保署委託製作,僅供參考,各項資料已力求正確完整,使用者請依應用需求判斷其可用性,尤其需注意混合 時可能產生不同之危害,並依「毒性化學物質管理法」及「危害性化學品標示及通識規則」之相關規定,提供必要之注意 事項。

化學品安全資料表的查詢可進入「行政院環境保護署毒物及化學物質局」網站,點選查詢 服務,由「列管毒性化學物質安全資料查詢」可下載化學品的安全資料表,但此處所查詢的化 學品主要爲列管毒性化學物質;另外亦可由原購買的化學品廠商網站查詢,下載所購買化學品 的安全資料表。

化學品的使用可以提昇及改善人類生活,但這些化學品帶來好處的同時,也有可能會對人 體或生態環境造成負面的影響,安全資料表可使這些化學品的使用者更瞭解化學品的危害與安 全使用資訊,以便能在使用化學品時採取適當的保護措施。

1-4 實驗室廢棄物與廢液的分類與貯存

1. 廢棄物分類

- (1) 有機廢液類:油脂類、含鹵素類有機溶劑、不含鹵素有機溶劑。
- (2) 無機廢液類:含重金屬廢液、含氰化合物廢液、含汞廢液、酸性廢液、鹼性廢液。
- (3) 汙泥及固體類:可燃感染性廢汙、不可燃感染性廢汙、有機汙泥、無機汙泥。

2. 廢液之前處理

分析實驗室產生的廢液主要以「無機廢液類」爲主,這些廢液在倒入貯存容器前,均應利用沉澱、氧化還原、調整 pH 值、吸附、消毒等化學處理除去或降低該物質的毒性。相關廢液的處理可參考表 1-1。

| \blacksquare | 耒 | 1-1 | 廢液之前處理 |
|----------------|---|-----|--------|
| • | 7 | | |

| 種類 | 處理方式 |
|---------------|--|
| 酸鹼廢液 | 經過中和處理,使 pH 値介於 $6\sim8$,無特別毒性可用水稀釋後排放。 |
| 含鎘廢液 | 加入石灰等鹼性試劑,使形成 Cd(OH) ₂ 沉澱。 |
| 含六價鉻廢液 | 加入 Fe^{2+} 等還原劑使其還原爲三價鉻,再加入 $NaOH$,調整 pH 値在 $6\sim8$,生成 $Cr(OH)_3$ 沉澱。 |
| 含氰化物廢液 | 將廢液調爲鹼性後,加入次氯酸鈉,使氰化物分解爲 CO ₂ 及 N ₂ 。 |
| 含汞廢液 | 加入 Na ₂ S,使生成難溶的 HgS 沉澱,量多時可利用離子交換法。 |
| 含鉛鹽及重 金屬廢液 | 廢液中加入 Na ₂ S(或 NaOH),使生成難溶的硫化物 (或氫氧化物)。 |
| 含砷之化合物 | 加入 FeCl ₃ ,並加入 NaOH 調整 pH 至 9,砷化合物可和 Fe(OH) ₃ 產生共沉澱。 |

3. 廢棄物的貯存

實驗廢棄物的貯存,要注意以下四點:

- (1) 適當的貯存場所
 - ① 選擇乾燥、低溫及陰暗的場所,否則容器因日照、雨淋而劣化,高溫甚至會使容器膨脹而爆炸。
 - ② 貯存桶必須墊高,至少離地15公分。
 - ③ 貯存場所產生的廢水、惡臭應有防止其汙染他處的設備。
- (2) 試劑間的相容性
 - ① 酸性物質應避免接近下列物質:
 - (a) 活潑金屬:如鹼金屬,鹼土族金屬。
 - (b) 氧化性的酸及易燃有機物。
 - (c) 遇酸會產生毒氣的物質:如氰化物、硫化物。

- ② 鹼性物質應避免接近酸及化學活性強的物質。
- ③ 易和水作用的物質應遠離有氧化作用的酸或會產生火花的物質。
- ④ 氧化劑的貯存應與還原劑分開。
- (3) 依試劑特性改變貯存方式
 - ① 易與空氣作用的藥品, 貯存時應將之沒入水或礦物油中並蓋緊瓶蓋。
 - ② 可反應成過氧化物的藥品應存放在深色瓶中。
 - ③ 劇毒廢棄物應存放在不易取得之處。
 - ④ 有機廢液應存放在藥品櫃底層,並保持通風。

(4) 容器之相容性

爲避免試藥溶蝕回收桶,盛裝試藥的容器材質選擇如下:

- ① 無機廢液:使用白色高密度聚乙烯 (HDPE) 塑膠桶 (圖 1-6),表面被覆鐵弗龍。
- ② 有機溶劑:採用金屬桶(防爆型之不銹鋼桶)。
- ③ 含鹵素的有機溶劑:使用高密度聚乙烯(HDPE)塑膠桶,內附防爆金屬桶。 但因防爆型之金屬桶太昂貴,實驗室在處理無機廢液、有機溶劑或含鹵素的有機溶劑 時,大部分使用 HDPE 塑膠桶盛裝。



▲ 圖 1-6 白色 HDPE 塑膠桶盛裝廢液

1-5 問題與討論

• • •

- 1. 請簡述實驗室中應有哪些安全防護設備或器具?
- 2. 安全資料表共分爲哪幾大項?
- 3. 請簡述實驗室廢棄物可分爲哪幾大類?
- 4. 廢棄物的貯存有哪些特別要注意的事項?

生活應用題

某大學研究室的藥品櫃裡擺放各種化學藥品與溶劑,因溫度過高,有機溶劑的蒸氣壓力過大,與附近其它化學藥品產生反應,導致有毒氣體外洩,造成多名研究生中毒事件,請簡述如何避免此類實驗室意外發生。

Chapter

離子分析器具與儀器的使用及預備實驗

本章綱要

- 分析器材或儀器的簡介
 及使用方法
- 2. 實驗器材介紹與清點
- 3. 初步試驗法

學習目標

- 1. 了解常見分析器具與儀器的使用
- 2. 了解何謂預備實驗
- 3. 了解預備實驗中焰色試驗與熔球反應試驗的 操作方法與實驗結果

2-1 分析器材或儀器的簡介及使用方法

1. 離心試管

離心試管(圖 2-1)主要用於分離溶液與不溶物質,常與離心機搭配使用,使用完畢 後務必以試管刷將試管內壁刷洗乾淨。



▲ 圖 2-1 離心試管

2. 離心機

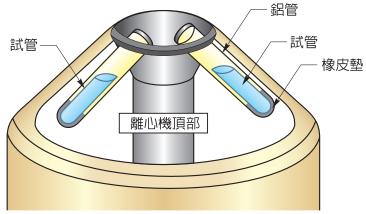
若欲將混合物中溶液與不溶物質分離,可將混合物放入離心試管中於離心機(圖 2-2)中離心,由於不溶物質與溶液的質量不同,離心力不同,溶液與不溶物質可以分離。離心力的公式如下:

 $F = ma = mr\omega^2$

離心力=質量×加速度=質量×半徑×(角速率)2

若加速度一定,質量大者離心力較大。若質量×半徑=定值,角速率常用 rpm(每分鐘迴轉數)爲單位表示之,角速率愈大,離心力愈大,離心效果愈好。





▲ 圖 2-2 離心機

離心機使用前,要注意鋁管內是否潔淨,鋁管內橡皮墊位置是否正確,鋁管是否破 損,離心機運轉時是否有異聲等。離心機使用時要注意試管放置是否重量平衡,離心速 度應由低速漸增至高速,離心後應讓機身自然停止,不可用手摩擦助停。使用後也應檢 查是否有液體噴濺於離心機內部或鋁管內,若有髒汙,則需擦拭乾淨。

3. 點滴盤

點滴盤(圖 2-3)主要用於點滴實驗,常用於陰、陽離子定性分析。使用時可將試液 滴於點滴盤上,再滴加試藥或沉澱劑於試液上,由產生的顏色變化或沉澱,即可初步判 斷試液中含有何種成分,相較於利用離心試管進行陰、陽離子分析實驗,此方法較爲簡 單且方便,可作爲正式系統分析前的預備試驗。點滴盤使用完畢後,應刷洗乾淨,以免 影響下次使用時結果的判斷。



▲ 圖 2-3 點滴盤

4. 烘箱

烘箱(圖 2-4)可提供適當溫度用來烘乾器皿或乾燥化學藥品。一般將溫度設定在 80℃以上,即可令濕的器皿快速烘乾,但不建議超過 100℃,因爲溫度太高將拉長烘乾物 冷卻到室溫的時間;若欲乾燥化學品,溫度須在120℃以上,加熱2小時,才足以排除吸 附在化學品表面的水分子。

具精密刻度的玻璃製儀器,如移液管、容量瓶、滴定管等,會因爲溫度快速升降, 導致熱脹冷縮不均匀,而使刻度變得不精準,不可置於烘箱中烘乾。烘箱使用完畢後, 應檢視內部是否殘留欲乾燥之化學品,若有殘留,應立即清除之,以維持烘箱內部之潔 淨。



▲ 圖 2-4 烘箱

2-2 實驗器材介紹與清點

1. 公用儀器

| 品名 | 規格 | 配額 |
|-----|------------|---------|
| 粗天平 | 靈敏度 0.01 g | 4台/班 |
| 離心機 | 電動式 | 6台/班 |
| 烘箱 | 500 W | 2台/班 |
| 清潔劑 | 肥皀粉 | 2 瓶 / 班 |

2. 每組常備器材

| 品名 | 規格 | 配額 |
|-----------|-------------|-------|
| 燒杯 | 50 mL | 1個/組 |
| 燒杯 | 100 mL | 1個/組 |
| 燒杯 | 250 mL | 1個/組 |
| 量筒 | 10 mL | 2個/組 |
| 量筒 | 100 mL | 1個/組 |
| 塑膠滴管 | 15 cm | 4隻/組 |
| 三角漏斗 | 55 cm | 1個/組 |
| 玻璃攪拌棒 | 15 cm | 2隻/組 |
| 離心試管 | 100 × 13 mm | 10隻/組 |
| 試管 | 100 × 13 mm | 10隻/組 |
| 試管架 | 金屬製 | 2個/組 |
| 試管夾 | 木製 | 2個/組 |
| 點滴盤 | 瓷製 | 2個/組 |
| 蒸發Ⅲ | 瓷製 | 2個/組 |
| 溫度計 | 0 ∼ 100°C | 1隻/組 |
| 鐵架、鐵環 | 鐵製 | 1組/組 |
| 陶瓷纖維網 | 10 × 10 cm | 1個/組 |

2-3 初步試驗法

一、前言

陰陽離子的混合液,常須採用系統分析的方法,使各種離子分離再進行鑑定,過程十分繁 複。預備實驗爲利用一些簡單的試驗快速檢測出分析物的成分,又稱初步試驗法,包含焰色試 驗與熔球反應試驗,預備實驗所提供的資料或許不完整,但仍頗具參考價值。

二、實驗原理

1. 焰色試驗

含金屬離子的鹽類如以本生燈灼燒,原子中的電子得到能量,從基態躍遷至激發態, 激發態的電子不安定,能以光的形式釋出能量,變回基態狀態。若該釋出光的波長,在 可見光範圍內,則呈現顏色。不同原子,在基態吸收不同的能量而變成激發態;反之激 發態原子釋出不同的能量則變回成基態,其釋出之光色因而不同。表 2-1 與圖 2-5 爲常見 鹽類的焰色反應結果。

| 化合物 | 焰色 | 強度 | 化合物 | 焰色 | 強度 |
|-----|----|----|-----|-----|----|
| 鋰鹽 | 紅 | 中等 | 鈣鹽 | 橙紅 | 中等 |
| 鈉鹽 | 黄 | 強 | 鍶鹽 | 深紅 | 中等 |
| 鉀鹽 | 淡紫 | 弱 | 鋇鹽 | 淡黃綠 | 弱 |

▼表 2-1 常見鹽類的焰色反應結果



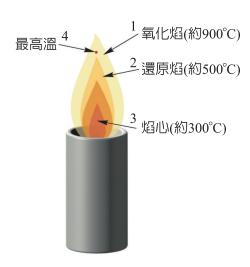
▲ 圖 2-5 常見鹽類的焰色反應

2. 熔球反應試驗

例如:

$$Na_2B_4O_7$$
 \longrightarrow $2NaBO_2 + B_2O_3$

$$3B_2O_3 + Fe_2O_3 \rightarrow 2Fe(BO_2)_3$$
 黄褐色



▲ 圖 2-6 本生燈火焰構造

不同的呈色,可與表 2-2(硼砂珠顏色)對照,作爲未知物判斷的參考。

▼表 2-2 硼砂珠的顏色反應

| 物質 | 氧化焰 | 還原焰 |
|------------|-----|-----|
| 銅離子 | 綠 | 無 |
| 鐵離子 | 黄褐 | 綠 |
| <u> </u> | 紫 | 無 |
| 站離子 | 藍 | 藍 |
| 路離子 | 綠 | 綠 |

三、藥品與器材

1. 焰色試驗

(1) 藥品

| 品名 | 濃度 | 配額/組 |
|-----------------------------------|------|-------|
| HCl | 12 M | 20 mL |
| NaCl | 1 M | 5 mL |
| KCl | 1 M | 5 mL |
| CaCl ₂ | 1 M | 5 mL |
| Sr(NO ₃) ₂ | 1 M | 5 mL |
| BaCl ₂ | 1 M | 5 mL |
| NaCl+KCl(註1) | 1 M | 5 mL |

註:1. 1 M NaCl 與 1 M KCl 等量混合。

(2) 器材

| 品名 | 規格 | 配額/組 |
|----------|----------|------|
| 鉑絲(或鎳鉻絲) | 5 cm | 1條 |
| | 20 cm | 1支 |
| 本生燈 | 金屬製 | 1台 |
| 鈷玻璃片 | 5 × 5 cm | 1片 |

2. 熔球反應試驗

(1) 藥品

| 品名 | 濃度或狀態 | 配額/組 |
|--------------------------------|-------|-------|
| HCl | 12 M | 20 mL |
| $Na_2B_4O_7$ | 古體 | 10 g |
| CuO | 固體 | 10 g |
| Fe ₂ O ₃ | 固體 | 10 g |
| MnO_2 | 固體 | 10 g |
| CoCl ₂ | 固體 | 10 g |

(2) 器材

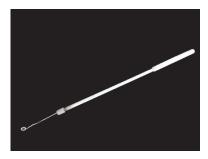
| 品名 | 規格 | 配額/組 |
|----------|-------|------|
| 鉑絲(或鎳鉻絲) | 5 cm | 1 條 |
| 鉑絲固定棒 | 20 cm | 1 支 |
| 本生燈 | 金屬製 | 1台 |

四、實驗步驟

1. 焰色試驗

- (1) 將鉑絲固定在棒上,鉑絲前端捲成小環(圖 2-7)。
- (2) 小環用 12 M HCI清洗,並在本生燈氧化焰灼燒(圖2-8)。重複數次,灼燒至無色爲止。
- (3) 用小環沾取 NaCl 試液,放入本生燈的氧化焰中,觀察並記錄其焰色。
- (4) 重複第步驟(2)、(3),將 NaCl 試液改成 KCl、CaCl2、Sr(NO3)2、BaCl2、NaCl+KCl等, 觀察並記錄其焰色。作 NaCl + KCl 試液的焰色試驗時,須透過藍色鈷玻璃(圖 2-9), 觀察鉀的紫焰(註2)。

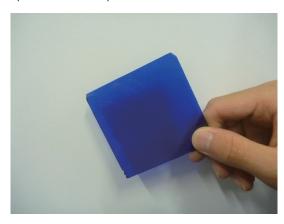
註:2. 鈉的焰色呈黃色,鉀的焰色呈紫色,有鈉焰共存時鉀焰易被覆蓋,透過鈷玻璃觀察,可濾除黃色鈉光, 使鉀焰的觀察不受影響。



▲ 圖 2-7 鉑絲 (前端捲成小環)



▲ 圖 2-8 鉑絲於氧化焰中灼燒



▲ 圖 2-9 鈷玻璃片

2. 熔球反應試驗

- (1) 將鉑絲固定在棒上,鉑絲前端捲成小環。
- (2) 小環用 12 M HCl 清洗,並加熱灼燒至無色。
- (3) 趁熱用小環沾取硼砂粉末,置氧化焰燒成硼砂珠。
- (4) 趁熱用硼砂珠沾取 CuO 粉末,分別於氧化焰與還原焰中,強熱使其熔化,放冷,於明亮處,觀察並記錄其顏色。
- (5) 將放冷的硼砂珠再強熱,並迅速插入冰水中,使珠碎裂並與鉑絲剝離。
- (6) 重複上述步驟,將 CuO 粉末改成 $Fe_2O_3 \setminus MnO_2 \setminus CoCl_2$ 等,觀察並記錄其顏色。

五、實驗結果

1. 焰色試驗

| 試樣中主要物質 | 預估焰色 | 實驗結果 |
|---------|-------------|------|
| 鈉離子 | 黄 | |
| 鉀離子 | 柴 | |
| 鈣離子 | 橙紅 | |
| | 深紅 | |
| 鋇離子 | 黄綠 | |
| 鈉離子+鉀離子 | 紫 (透過鈷玻片觀察) | |

2. 熔球反應試驗

| **** #5 FF | 氧化焰 | | 還原焰 | |
|------------|------|------|------|------|
| 試樣中主物質 | 預估結果 | 實驗結果 | 預估結果 | 實驗結果 |
| 銅離子 | 綠 | | 無 | |
| 鐵離子 | 黄褐 | | 綠 | |
| 錳離子 | 紫 | | 無 | |
| 鈷離子 | 藍 | | 藍 | |

2-4 問題與討論



- 1. 爲什麼要用鉑絲作焰色或熔球試驗?
- 2. 鈉離子與鉀離子的混合物,爲什麼要透過鈷玻璃片觀察其焰色?
- 3. 作焰色或熔球試驗時, 鉑絲爲什麼要燒成無色焰?
- 4. 爲什麼不同金屬鹽類試樣會有不同的焰色結果?

生活應用題

煙火燃放時能夠釋放五光十色、絢爛多姿的光芒,帶給人們美的享受。煙火中除了 火藥成分,還有發光劑和發色劑,其中發色劑包含一些金屬鹽類的粉末,請簡述煙火在 空中燃燒時,爲何會放出絢麗的色彩。

筆記頁 NOTE

Chapter 55

陽離子分離檢驗概述 與第一屬陽離子分析

本章綱要

- 1. 陽離子分離檢驗概述
- 2. 第一屬陽離子之分離及檢驗

學習目標

- 1. 了解陽離子的分屬及檢驗之方法
- 2. 了解第一屬陽離子 (Group1,簡稱 Gr1) 之分離及檢驗方法

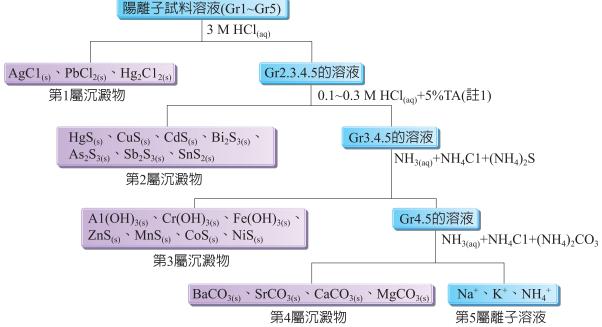
3-1 原理

• • •

1. 陽離子分離檢驗概述

離子分析爲定性系統分析,屬於古典分析,雖相較於儀器分析,其人爲操作誤差率較高,但此系統分析也可提供具參考性的結果,作爲儀器分析前的參考。陽離子分析時,因過程中,常加入強鹼,如樣品中有銨離子 (NH_4^+) ,會使 NH_4^+ 生成 NH_3 而喪失,或需要加入含 NH_4^+ 的試劑,導致難以判斷原分析試液中是否含 NH_4^+ ,故 NH_4^+ 常是第一個被檢驗的陽離子。實驗時常將 1/3 份試料溶液取出,檢驗是否含有 NH_4^+ ,剩餘 2/3 份含數個或數十個陽離子的溶液逐項分離檢驗。

檢驗完NH。*後,其餘陽離子按陽離子分屬流程圖與各屬分析流程圖依序逐項檢驗。



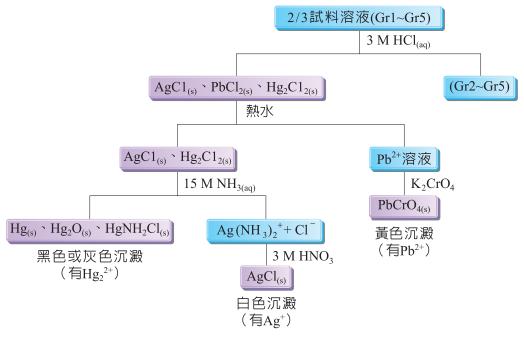
*本書所有流程圖中,藍色方塊代表溶液,紫色方塊代表沉澱物。註:1. TA (Thioacetamide, 硫乙醯胺)

▲ 圖 3-1 陽離子的分離與檢驗

圖中僅顯示將陽離子若干個分爲同一屬,但每屬中每一個陽離子必須單獨分離,單 獨分離後還須要加以檢驗才能確認,各屬的分析流程圖,將於後續的章節中介紹。

2. 第一屬陽離子之分離及檢驗

第一屬陽離子 (Gr1) 有 $Ag^+ \ Pb^{2+} \ Hg_2^{2+} = 1$ 種離子,其氯化物之溶解度積常數較小,溶解度較低,故以 HCl 為本屬之屬試劑,分析流程原理如下:



▲ 圖 3-2 第一屬陽離子的分離與檢驗

3-2 藥品與器材

1. 離子試液 (每 mL 溶液中含 10 mg 離子, 10 mg/mL)(註 2)的配製

| 離子種類 | 所需鹽類 | 配製法 |
|------------------------------|-----------------------------------|--|
| Ag^{+} | $AgNO_3$ | 4 克 AgNO ₃ + 蒸餾水→ 250 mL (棕色瓶) |
| Pb ²⁺ | Pb(NO ₃) ₂ | 4 克 Pb(NO₃)₂ + 蒸餾水→ 250 mL |
| ${\rm Hg_2}^{2^+}$ | $Hg_2(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$ | 3.5 克 Hg ₂ (NO ₃) ₂ ·2H ₂ O + 1 M HNO ₃ → 250 mL |
| NH ₄ ⁺ | NH ₄ NO ₃ | 11 克 NH₄NO₃ + 蒸餾水→ 250 mL |

註:2. 本書離子試液濃度皆爲每 mL 溶液中含 10 mg 離子,以 10 mg/mL 表示。

2. 試藥的配製

| 試藥名稱 | 所需藥品 | 配製法 |
|-------------------------------------|---------------------------------|---|
| 1 M HNO ₃ | 濃 HNO ₃ | 16 mL 濃 HNO ₃ + 蒸餾水→ 250 mL(配 Hg ₂ ²⁺ 用) |
| 3 M HCl | 濃 HCl | 63 mL 濃 HCl + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M HNO ₃ | 濃 HNO ₃ | 48 mL 濃 HNO₃ + 蒸餾水→ 250 mL (棕色瓶) |
| 1 M K ₂ CrO ₄ | K ₂ CrO ₄ | 48.5 克 K ₂ CrO ₄ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 6 M NaOH | NaOH | 60 克 NaOH + 蒸餾水→ 250 mL |

其他藥品:濃氨水。

3. 試樣的配製

| 試樣名稱 | 配製法 |
|------|---|
| 已知試液 | 由 $Ag^+ \ Pb^{2+} \ Hg_2^{2+} \ NH_4^+$ 的原試液中,各取 50 mL 混匀成 200 mL 試液。實驗時,取 約 2 mL 當成已知試液。 |
| 未知試液 | 由 $Ag^+ \ Nb^{2+} \ NH_4^+$ 的原試液中,隨機取樣 2 \sim 3 種,體積總和約 2 mL 當成未知試液。 |

4. 每組常備器材外之其他器材

| 儀器名稱 | 規格 | 配額 |
|------|-------------|---------|
| 離心機 | 電動式 | 4台/班 |
| 本生燈 | 金屬製 | 1台/組 |
| 石蕊試紙 | 紅色 | 1 盒 / 班 |
| 石蕊試紙 | 藍色 | 1 盒 / 班 |
| 點火槍 | 電子式 | 4支/班 |
| 離心試管 | 100 × 13 mm | 10支/組 |
| 試管架 | 金屬製 | 2個/組 |

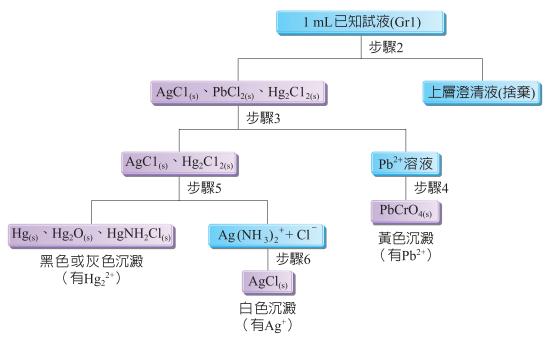
3-3 實驗步驟

1. NH₄⁺ 的確認



▲ 圖 3-3 NH₄⁺ 的確認

2. 第一屬陽離子的分離與檢驗步驟



▲ 圖 3-4 第一屬陽離子的分離與檢驗步驟

步驟 1. 試液中 NH4⁺的確認

1 mL 6 M NaOH 置蒸發皿中,將蒸發皿加熱至 NaOH 接近沸騰 (註 3),用三角漏斗倒覆於蒸發皿中, 以濕紅石蕊試紙覆蓋於漏斗口,於蒸發皿中倒入 1 mL 試 液,若紅試紙變藍(圖 3-5),表示原試液含 NH₄+。

註:3. 加熱蒸發皿中的 NaOH 時,會產生帶有強鹼性的蒸氣,建議於 通風櫥中進行。



▲ 圖 3-5 NH₄ 的確認

步驟 2. 已知試液中第一屬陽離子的沉澱

取 1 mL 的試液加入離心試管中,加入 2 滴 3 M HCl 搖匀,離心,不須分離,再 加 1 滴 3 M HCl 於上層澄清溶液中,觀察是否有沉澱發生。若沒有沉澱發生,表示 沉澱已完全,可進行下一個步驟(沉澱的洗淨)。若有沉澱發生,表示沉澱不完全, 以玻璃棒攪拌後靜置,等沉澱沉降至試管底部後再滴入1滴HCl,觀察是否有白色 沉澱析出,如有則持續加入 HCI,直到不再有沉澱產生爲止,離心分離沉澱與溶液。

小心傾析出上層澄清溶液並捨棄,於留在試管中的沉澱物加入10滴水與1滴3 M HCl,充分攪匀,清洗沉澱物,再離心,捨棄上層澄清溶液,留下更純淨的白色 沉澱,依步驟3分析。

註:4. 用沉澱劑使離子沉澱完全,須逐滴加入,逐滴試驗,才能沉澱完全又不會加入過量的沉澱劑。

5. 沉澱的洗淨:用共同離子的稀溶液洗滌,以免沉澱部份溶解而使沉澱減少。

步驟 3. 沉澱中鉛離子的分離

加 10 滴熱水於盛有白色沉澱 (AgCl、Hg,Cl、PbCl,) 的離心試管中,用攪拌棒 或滴管徹底攪拌後隔水加熱,沸水浴中加熱2分鐘,趁熱離心分離,得上層澄清溶 液與白色沉澱。

上層澄清溶液 (Pb²+) 依步驟 4 分析。白色沉澱 (AgCl、Hg,Cl,) 依步驟 5 分析。

步驟 4. 溶液中鉛離子的確認

單獨分離出含 Pb^{2+} 的溶液中,逐滴加入 1 M K_2CrO_4 溶液,若有黃色沉澱 (圖 3-6),則可確認試液中含有 Pb^{2+} 。



▲ 圖 3-6 鉛離子的確認

步驟 5. 銀離子與亞汞離子的分離、確認

在留有 $AgCl imes Hg_2Cl_2$ 的試管中,加入 2 mL 熱水,徹底攪拌後離心棄液 (除去剩餘的 $PbCl_2$),純淨的 $AgCl imes Hg_2Cl_2$ 混合沉澱中,加 10 滴濃氨水,徹底攪拌後,離心分離。

沉澱物為灰色或黑色沉澱 (黑色的 $Hg \times Hg_2O$ 及白色的 $HgNH_2Cl$ 混合後所產生的顏色) 可確認試液中含 Hg_2^{2+} (圖 3-7) 。

上層澄清溶液 (含 $Ag(NH_3)_2^+ \cdot Cl$) 依步驟 6 分析。



▲ 圖 3-7 亞汞離子的確認

步驟 6. 溶液中銀離子的確認

含 $Ag(NH_3)_2^+ \cdot C\Gamma$ 的 溶 液 中 , 逐 滴 加 入 3 M HNO_3 至溶液呈酸性 (以石蕊試紙檢驗),若有白色沉 澱 (圖 3-8),則可確認試液溶液含有 Ag^+ 。



▲ 圖 3-8 銀離子的確認

3. 未知試液中陽離子的分離與檢驗

配製含不同陽離子的未知試液(參考試樣的配製),請同學依上述原理與方法,分析、 檢驗試液中陽離子的種類。

實驗結果

| | 試液中的陽離子 | 依實驗結果,試液中含有何種離子? |
|------|---------|------------------|
| 已知試液 | | |
| 未知試液 | _ | |

問題與討論

- 1. 如何判斷 PbCl₂ 已完全被熱水溶出?
- 2. 沉澱劑加入後,如何判斷沉澱是否完全?
- 3. AgCl 溶於氨水,加 HNO₃ 又生 AgCl,試說明之?
- 4. 用濃 HCl 代替稀 HCl 當沉澱劑,有何影響?
- 5. 用 NaCl 代替稀 HCl 當沉澱劑,有何影響?

生活應用題

鏽蝕的鉛管、受鉛汗染土壤所生產的農作物都可能造成血液中鉛含量過高,引起鉛 中毒,若某工廠排放的汙水中,含有高濃度的鉛離子,利用本實驗鉛離子的分析檢驗方 法,請簡述如何檢驗汙水中是否含有鉛離子。

筆記頁 NOTE

Chapter

第二屬陽離子分析

本章綱要

- 1. 砷副屬與銅副屬的分離
- 2. 砷副屬的分離與檢驗
- 3. 銅副屬的分離與檢驗

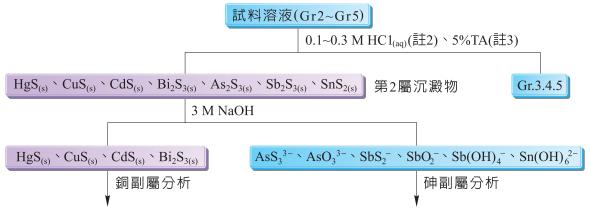
學習目標

了解第二屬陽離子 (Gr2) 之分離及檢驗方法

4-1 原理

第二屬陽離子 (Gr2) 有 $Cu^{2+} \cdot Cd^{2+} \cdot Bi^{3+} \cdot Hg^{2+} \cdot As^{3+} \cdot Sb^{3+} \cdot Sn^{4+}$ 共七種離子 (註 1),包含砷副屬 ($As^{3+} \cdot Sb^{3+} \cdot Sn^{4+}$) 與銅副屬 ($Cu^{2+} \cdot Cd^{2+} \cdot Bi^{3+} \cdot Hg^{2+}$),因其硫化物之溶解度積常數均較小,溶解度低,故以 TA 為沉澱劑,形成硫化物沉澱,分析流程原理如下:

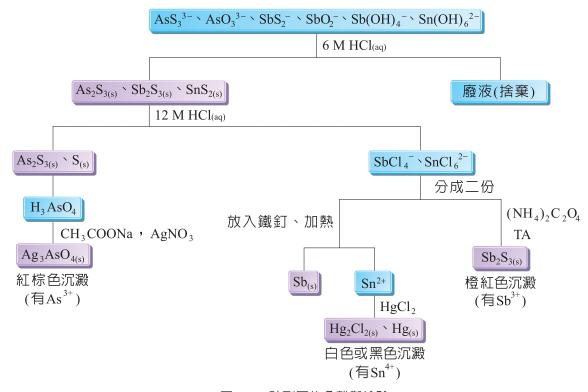
1. 砷副屬與銅副屬的分離



▲ 圖 4-1 砷副屬與銅副屬的分離

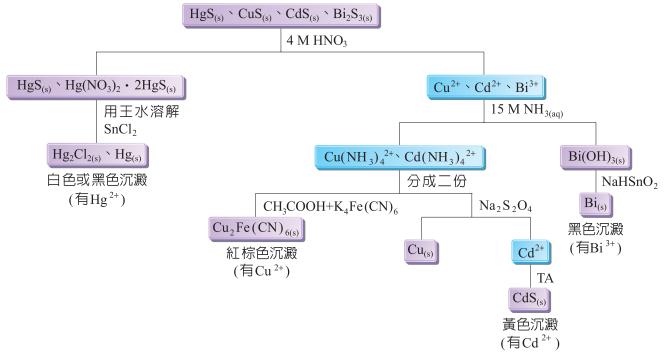
- 註:1. 在分離 Gr1 陽離子時會重複加入氯離子,使 Pb^{2+} 盡量沉澱完全,殘留於溶液中之 Pb^{2+} 應不多,故 Gr2 陽離子並未包含 Pb^{2+} 。
 - 2. 在此酸性情況下, S^2 濃度很低,只有 K_{SP} 很小的 Gr2 金屬硫化物可析出, K_{SP} 稍大的金屬陽離子仍 Θ 在溶液中。
 - 3. TA(硫乙醯胺, CH₃CSNH₂) 在酸性溶液中可生成硫化氫 (H₂S) 氣體,提供硫離子,爲第二屬陽離子之沉澱劑。

2. 砷副屬的分離與檢驗



▲ 圖 4-2 砷副屬的分離與檢驗

3. 銅副屬的分離與檢驗



▲ 圖 4-3 銅副屬的分離與檢驗

4-2 藥品與器材

因安全性考量,本章僅針對 Sb^{3+} 、 Sn^{4+} 、 Bi^{3+} 、 Cu^{2+} 四種離子做定性分析。

1. 離子試液 (10 mg/mL) 的配製

| 離子種類 | 所需鹽類 | 配製法 |
|------------------|--|--|
| Sb ³⁺ | SbCl ₃ | 5 克 SbCl ₃ + 6 M HCl → 250 mL |
| Sn ⁴⁺ | SnCl₄·5H₂O | 7.5 克 SnCl ₄ ·5H ₂ O + 6 M HCl → 250 mL |
| Cu ²⁺ | Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O | 9.5 克 Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| Bi ³⁺ | Bi(NO ₃) ₃ ·5H ₂ O | 6 克 Bi(NO ₃) ₃ ·5H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |

2. 試藥的配製

| 試藥名稱 | 所需藥品 | 配製法 |
|--|---|---|
| 6 M HCl | 濃 HCl | 500 mL 濃 HCl + 蒸餾水→ 1000 mL(配藥用) |
| 飽和 HgCl ₂ | HgCl ₂ | 250 mL 蒸餾水 + 約 18 克 HgCl ₂ |
| $(NH_4)_2C_2O_4$ | $(NH_4)_2C_2O_4\cdot H_2O$ | 98 克 (NH₄)₂C₂O₄·H₂O + 蒸餾水→ 250 mL |
| 5%TA | CH ₃ CSNH ₂ | 13 克 CH₃CSNH₂ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M NaOH | NaOH | 30 克 NaOH + 蒸餾水→ 250 mL |
| 4 M HNO ₃ | HNO ₃ | 64 mL 濃 HNO₃ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 6 M CH₃COOH | 濃 CH₃COOH | 90 mL 濃 CH₃COOH + 蒸餾水→ 250 mL |
| 0.1 M K ₄ Fe(CN) ₆ | K ₄ Fe(CN) ₆ ·3H ₂ O | 10.6 克 K₄Fe(CN) ₆ ·3H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| 0.5 M SnCl ₂ | SnCl ₂ ·2H ₂ O | 28 克 SnCl ₂ ·2H ₂ O + 25 mL 濃 HCl + 蒸餾水→ 250 mL |
| 6 M NaOH | NaOH | 60 克 NaOH + 蒸餾水→ 250 mL |

其他藥品:濃 HCl、濃 NH₃。

3. 試樣的配製

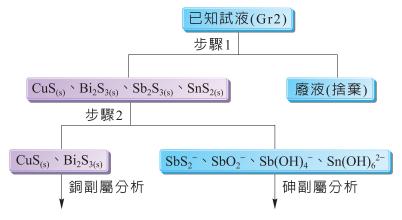
| 試樣名稱 | 配製法 |
|------|--|
| 已知試液 | 由 $Sb^{3+} \times Sn^{4+} \times Cu^{2+} \times Bi^{3+}$ 的原離子試液中,各取 30 mL 混匀成約 120 mL 試液。實驗時,取約 2 mL 當成已知試液。 |
| 未知試液 | 由 Sb^{3+} 、 Sn^{4+} 、 Cu^{2+} 、 Bi^{3+} 的原試液中,隨機取樣 2 \sim 4 種,體積總和約 2 mL 當成未知 試液。 |

4. 每組常備器材外之其他器材

| 儀器名稱 | 規格 | 配額 |
|------|-------------------|-------|
| 本生燈 | 金屬製 | 1支/組 |
| 點火槍 | 電子式 | 4支/班 |
| 清潔鐵釘 | 用 6 M HCl 浸泡,再洗乾淨 | 2支/組 |
| 離心試管 | 100 × 13 mm | 10支/組 |
| 試管架 | 金屬製 | 2個/組 |
| 離心機 | 電動式 | 4台/班 |

實驗步驟

1. 砷副屬與銅副屬的分離步驟



▲ 圖 4-4 砷副屬與銅副屬的分離步驟

步驟 1. 已知試液中第二屬陽離子形成硫化物沉澱

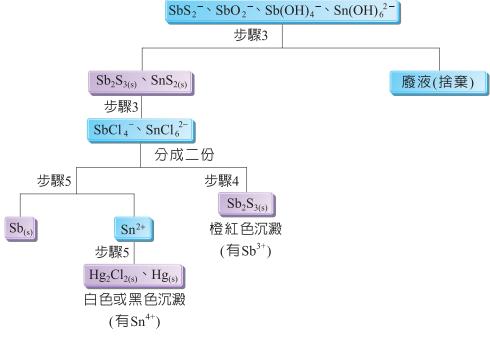
含 Gr2 陽離子的已知試液,加入 2 mL的 5%TA 當沉澱劑,水浴煮沸 3 分鐘, 離心,在上層澄清溶液中,重複上述滴加 TA 及煮沸步驟,直到不再有沉澱物出現 爲止,收集所有的沉澱物後,依步驟2分析,捨棄上層廢棄物。

註:4. 第二次以後(含第二次)只需加入10滴5%TA。

步驟 2. 第二屬沉澱物中砷、銅副屬的分離

在銅副屬及砷副屬混合沉澱中,加入 12 滴 3 M NaOH 後徹底攪拌,銅副屬的 硫化物沉澱(CuS、Bi,S₃)不溶解,而砷副屬硫化物則溶解成錯離子狀態(SbS₂、 SbO₂、Sb(OH)₄、Sn(OH)₆²),離心分離,得銅副屬沉澱物與上層錯離子溶液,將上 層溶液吸取至另一乾淨離心試管,依步驟3至5分析,沉澱物依步驟6至9分析。

2. 砷副屬的分離與檢驗步驟



▲ 圖 4-5 砷副屬的分離與檢驗步驟

步驟 3. 砷副屬硫化物的溶解

 SbS_2^- 、 SbO_2^- 、 $Sb(OH)_4^-$ 、 $Sn(OH)_6^2^-$ 的混合溶液中,逐滴加入 6 M HCl 至溶液 呈酸性,使沉澱完全,生成砷副屬的硫化物沉澱 $(Sb_2S_3 \setminus SnS_2)$,離心並捨棄上層 澄清溶液,沉澱加入 10 滴濃 HCl,水浴煮沸 2 分鐘使 $Sb_2S_3 \setminus SnS_2$ 溶解成 $SbCl_4^- \setminus SnCl_6^{2-}$,等分成二份置於離心試管,依步驟 4、5 分析。

註:5. 水浴煮沸可以驅除 H₂S,以免又生成 Sb₂S₃、SnS₂,而變成分離不完全。

步驟 4. 溶液中銻離子的確認

離心試管中含 $SbCl_4^-$ 、 $SnCl_6^{2-}$ 的溶液,加 8 滴 $(NH_4)_2C_2O_4$ 攪匀,再加 5 滴 TA,水浴加熱 3 分鐘,若有橙紅色 Sb_2S_3 的沉澱 (圖 4-6),則有 Sb^{3+} 的存在。註:6. 草酸鹽可與 $SnCl_6^{2-}$ 形成安定錯離子,加入 TA 時不再生成 硫化錫,故僅有 Sb_2S_3 的沉澱。



▲ 圖 4-6 銻離子的確認

步驟 5. 溶液中錫離子的確認

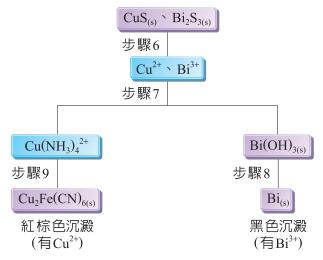
於另一含 SbCl₄-、SnCl₆²⁻溶液的離心試管中,放 入1支乾淨鐵釘,水浴加熱5分鐘,取出鐵釘,小心 吸出上層澄清溶液 (含 Sn²⁺),加入 2 滴飽和的 HgCl。 溶液,若有Hg,Cl,、Hg的白、黑或灰色沉澱(圖4-7), 則有 Sn⁴⁺ 存在。

註:7. 鐵釘可事先用 6 M HCl 浸泡,再用純水洗過,Fe 可將 SnCl₆²⁻ 還原爲 Sn²⁺。



▲ 圖 4-7 錫離子的確認

3. 銅副屬的分離與檢驗步驟



▲ 圖 4-8 銅副屬的分離與檢驗步驟

步驟 6. 銅副屬硫化物的溶解

銅副屬的 2 個硫化物沉澱 CuS、Bi₂S₃中,加入 10 滴 4 M HNO₃,放入水浴中加 熱 5 分鐘並攪拌, Bi,S₃、CuS 溶解成 Bi³⁺、Cu²⁺的離子狀態,依步驟 7 分析。

步驟 7. 溶液中鉳離子的分離

在含有 Bi3+、Cu2+溶液的離心試管中,加入 10 滴濃 NH, 使溶液呈鹼性,銅爲過 渡元素,遇過量氨水形成Cu(NH₃)₄²⁺錯離子,而鉍則僅形成Bi(OH)₃沉澱,離心分離, Cu(NH₃)₄²⁺ 溶液依步驟 9 分析,Bi(OH), 沉澱依步驟 8 分析。

註:8. Cu(NH₃)₄²⁺的深藍色極爲明顯,因此,若有深藍色溶液,則可確認 Cu²⁺的存在。

步驟 8. 沉澱中釟離子的確認

白色的 $Bi(OH)_3$ 沉澱中,加 3 滴新配的 $NaHSnO_2$ 溶液 (參閱註 9×10), $Bi(OH)_3$ 被還原生成黑色 Bi,若有黑色沉澱生成 (圖 4-9),表示試液中含有 Bi^{3+} 。

註:9. 取 SnCl₂溶液 2滴,加入 6 M NaOH,生成 Sn(OH)₂沉澱,繼續滴入 NaOH,沉澱溶解生成具還原力的 NaHSnO₂溶液。 10. NaHSnO₂溶液久置會氧化成高價狀態,而會失去還原力, 因此,必須使用新配的溶液。



步驟 9. 溶液中銅離子的確認

含 $Cu(NH_3)_4^{2+}$ 的離心試管中,加 6 M CH_3COOH 使溶液呈酸性,再加入 2 滴 0.1 M $K_4Fe(CN)_6$,生成 $Cu_2Fe(CN)_6$ 紅棕色沉澱 (圖 4-10),則有 Cu^{2+} 存在。



▲ 圖 4-10 銅離子的確認

4. 未知試液中,陽離子的分析與檢驗

配製含不同陽離子的未知試液(參考試樣的配製),請同學依上述原理與方法,分析、 檢驗試液中含陽離子種類。

實驗結果

| | 試液中的陽離子 | 依實驗結果,試液中含有何種離子? |
|------|---------|------------------|
| 已知試液 | | |
| 未知試液 | _ | |

問題與討論

- 1. 第二屬陽離子的硫化物 $(Sb_2S_3 \setminus SnS_2 \setminus Bi_2S_3 \setminus CuS)$,各爲何種顏色?
- 2. $[H^{+}] = 0.1 \sim 0.3 \text{ M}$ 時,用 TA 當第二屬陽離子的沉澱劑,如果酸度變小或變大,有何影響?
- 3. 銅副屬與砷副屬的硫化物,可用何種試劑當兩副屬的分離試劑?
- 4. Cu²⁺、Bi³⁺的混合溶液與NH,作用,何者不生成錯離子,原因爲何?
- 5. Cu²⁺ 與 Fe(CN)₆⁴⁻作用,可產生何種顏色沉澱?

筆記頁 NOTE

Chapter 55

第三屬陽離子分析

本章綱要

- 1. 鋁副屬與鎳副屬的分離
- 2. 鋁副屬的分離與檢驗
- 3. 鎳副屬的分離與檢驗

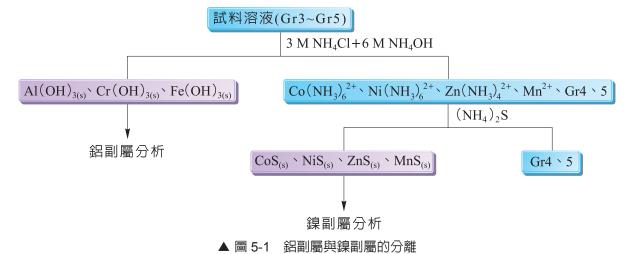
學習目標

了解第三屬陽離子 (Gr3) 之分離及檢驗方法

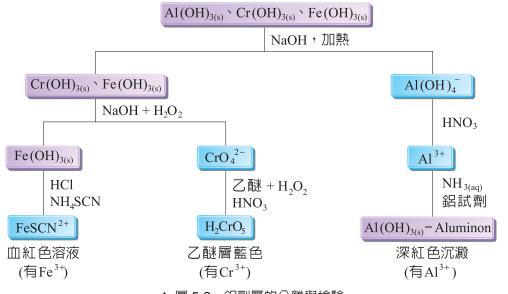
原理 **5-1**

第三屬陽離子(Gr3)包括Ni²⁺、Co²⁺、Fe³⁺、Mn²⁺、Cr³⁺、Al³⁺、Zn²⁺共七種離子,包含鋁副 屬 (Al³⁺、Cr³⁺、Fe³⁺) 與鎳副屬 (Co²⁺、Ni²⁺、Mn²⁺、Zn²⁺), 鋁副屬陽離子之氫氧化物及鎳副屬陽 離子之硫化物的溶解度積常數較小,溶解度低,故分別形成氫氧化物與硫化物沉澱,分析流程 原理如下:

1. 鋁副屬與鎳副屬的分離

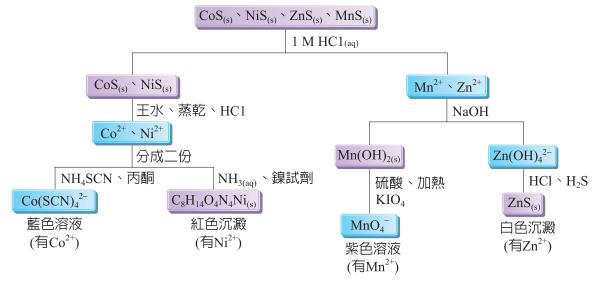


2. 鋁副屬的分離與檢驗



▲ 圖 5-2 鋁副屬的分離與檢驗

3. 鎳副屬的分離與檢驗



▲ 圖 5-3 鎳副屬的分離與檢驗

1. 離子試液 (10 mg 離子 /mL 溶液) 的配製

| 離子種類 | 所需鹽類 | 配製法 |
|------------------|--|---|
| A1 ³⁺ | Al(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O | 35 克 Al(NO₃)₃·9H₂O + 蒸餾水→ 250 mL |
| Cr ³⁺ | Cr(NO ₃) ₃ .4H ₂ O | 19 克 Cr(NO ₃) _{3.} 4H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| Fe ³⁺ | Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O | 18 克 Fe(NO ₃)₃·9H₂O + 蒸餾水→ 250 mL |
| Mn ²⁺ | Mn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O | 13 克 Mn(NO₃)₂·6H₂O + 蒸餾水→ 250 mL |
| Zn ²⁺ | Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O | 11.5 克 Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| Co ²⁺ | Co(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O | 12.5 克 Co(NO₃)₂·6H₂O + 蒸餾水→ 250 mL |
| Ni ²⁺ | Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O | 12.5 克 Ni(NO₃)₂·6H₂O + 蒸餾水→ 250 mL |

2. 試藥的配製

| 試藥名稱 | 所需藥品 | 配製法 |
|------------------------------------|---|---|
| 3 M NH ₄ Cl | NH ₄ Cl | 40 克 NH₄Cl + 蒸餾水→ 250 mL |
| 6 M NaOH | NaOH | 60 克 NaOH + 蒸餾水→ 250 mL |
| 6 M HCl | HC1 | 125 mL 濃 HCl + 蒸餾水→ 250 mL |
| 6 M HNO ₃ | HNO ₃ | 95 mL 濃 HNO ₃ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 鋁試劑 | C ₁₉ H ₁₁ O ₃ (COONH ₄) ₃ | 0.3 克 C ₁₉ H ₁₁ O ₃ (COONH ₄) ₃ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 6 M NH₄OH | 濃氨水 | 100 mL 濃氨水 + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M NH ₄ SCN | NH ₄ SCN | 57克 NH₄SCN + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3% H ₂ O ₂ | $\mathrm{H_2O_2}$ | 25 mL 濃 H ₂ O ₂ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 鎳試劑 | $C_4H_8O_2N_2$ | 3 克 C ₄ H ₈ O ₂ N ₂ + 酒精→ 250 mL |
| 5%TA | CH ₃ CSNH ₂ | 13 克 CH ₃ CSNH ₂ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 1 M HCl | HCl | 21 mL 濃 HCl + 蒸餾水→ 250 mL |
| 9 M H ₂ SO ₄ | 濃 H ₂ SO ₄ | 125 mL 濃 H ₂ SO ₄ 緩慢、少量 + 125 mL 蒸餾水 |

其他藥品:乙醚、濃 HCl、濃 HNO₃、濃 H₂SO₄、丙酮、(NH₄)₂S、固體 KIO₄。

3. 試樣的配製

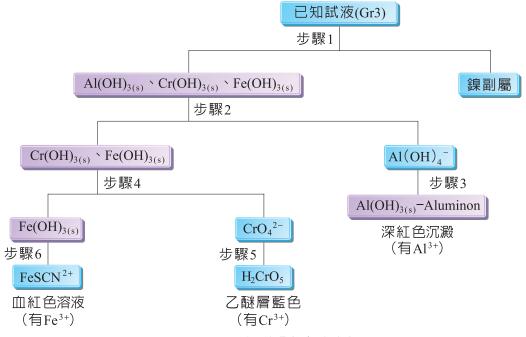
| 試樣名稱 | 配製法 |
|------|---|
| 已知試液 | 由 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Al^{3+} 、 Zn^{2+} 的原試液中,各取 30 mL 混匀成約 210 mL 試液。實驗時,取約 2 mL 當成已知試液。 |
| 未知試液 | 由 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Al^{3+} 、 Zn^{2+} 的原試液中,隨機取樣 3 \sim 5 種,體積總和約 2 mL 當成未知試液。 |

4. 每組常備器材外之其他器材

| 儀器名稱 | 規格 | 配額 |
|------|-------------|---------|
| 本生燈 | 金屬製 | 1支/組 |
| 點火槍 | 電子式 | 4支/班 |
| 蒸發Ⅲ | 瓷製 | 2個/組 |
| 離心機 | 電動式 | 4台/班 |
| 離心試管 | 100 × 13 mm | 10支/組 |
| 試管架 | 金屬製 | 2個/組 |
| 廣用試紙 | 5 cm | 1 盒 / 班 |

實驗步驟

1. 鋁副屬分離與檢驗步驟



▲ 圖 5-4 鋁副屬的分離與檢驗步驟

步驟 1. 已知試液中鋁副屬與鎳副屬的分離

取 Gr3 的陽離子試液 2 mL 置於離心試管中,加入 3 滴 3 M NH₄Cl, 8 滴 6 M NH₄OH 至呈明顯鹼性,攪勻後離心分離,得 Al(OH)。、Cr(OH)。、Fe(OH)。沉澱,依 步驟 2 \sim 6 分析,Ni(NH₃)₆²⁺、Co(NH₃)₆²⁺、Zn(NH₃)₄²⁺、Mn²⁺ 的上層溶液依步驟 7 \sim 10 分析。

步驟 2. 鋁副屬中鋁離子的分離

在 Al(OH)₃、Cr(OH)₅、Fe(OH)₅ 的 混 合 沉 澱 中, 加 入 3 滴 純 水 與 3 滴 6 M NH₄OH,攪拌洗滌均匀後離心棄液。更純淨的沉澱中,加入10滴6M NaOH,攪 匀後於水浴中煮沸 2 分鐘,趁熱離心分離。上層含 Al(OH)。 的溶液依步驟 3 分析, Cr(OH),、Fe(OH), 的沉澱依步驟 4 分析。

註:1. Fe(OH), 不溶於 NaOH, Cr(OH), 受熱不安定又變成 Cr(OH), 沉澱。因此, 加過量的強鹼並加熱處 理後,離心分離,僅有鋁以 Al(OH)4 狀態留在溶液中。

步驟 3. 溶液中鋁離子的確認

含 $Al(OH)_4$ 的溶液中,逐滴加 6 M HNO₃ 產生 沉澱,並繼續加入使沉澱溶解,再加入 6 M NH₄OH 至產生 $Al(OH)_3$ 沉澱完全,接著滴入 5 滴鋁試劑 (Aluminon) 並攪拌均匀,若有深紅色沉澱 (圖 5-5),則有 Al^{3+} 存在。



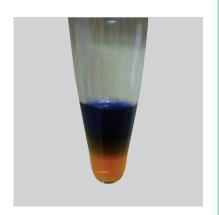
▲ 圖 5-5 鋁離子的確認

步驟 4. 沉澱中鉻離子與鐵離子的分離

 $Cr(OH)_3$ 、 $Fe(OH)_3$ 的混合沉澱中,加 6 滴 6 M NaOH 與 10 滴 3% H_2O_2 ,徹底攪拌,水浴加熱至沸騰,離心分離成 $Fe(OH)_3$ 的沉澱與上層的 CrO_4^{2-} 溶液,上層溶液依步驟 5 分析,沉澱依步驟 6 分析。

步驟 5. 溶液中鉻離子的確認

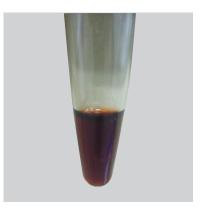
取一支乾淨離心試管,加入 10 滴 $3\%H_2O_2$ 與 10 滴乙醚,將步驟 4 之上層液倒入此試管中,再加入 6 M HNO_3 ,輕輕搖晃,若乙醚層有藍色 (圖 5-6),則有 Cr^{3+} 存在。



▲ 圖 5-6 鉻離子的確認

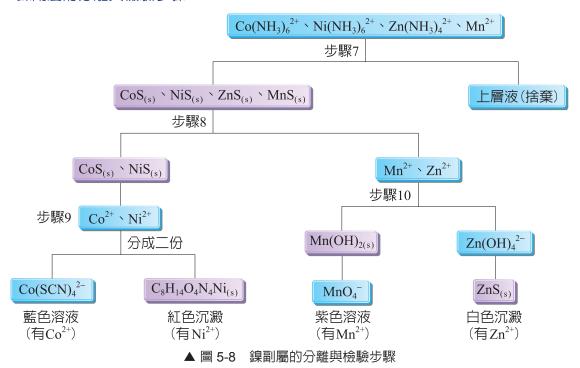
步驟 6. 沉澱中鐵離子的確認

含 Fe(OH), 沉澱的試管中加入 2 滴 6 M HCl,再 加入 2 滴 NH₄SCN 溶液,若有血紅色溶液(圖 5-7), 則有 Fe³⁺ 的存在。



▲ 圖 5-7 鐵離子的確認

2. 鎳副屬的分離與檢驗步驟



步驟 7. 溶液中镍副屬的分離

含 Ni²⁺、Co²⁺、Zn²⁺ 錯離子與 Mn²⁺ 的溶液中,加入 5 滴 (NH₄)₂S 當沉澱劑,生 成鎳副屬的四種硫化物沉澱(ZnS、MnS、NiS、CoS),水浴至沸騰3分鐘,離心分離, 捨棄上層液,沉澱依步驟8分析。

步驟 8. 镍副屬中镍族、鋅族的分離

含有 $ZnS \cdot MnS \cdot NiS \cdot CoS$ 的沉澱中,加 10 滴 1 M HCl 攪拌 1 分鐘,靜置 1 分鐘,離心分離,可得含 $Zn^{2+} \cdot Mn^{2+}$ 的上層溶液與 $NiS \cdot CoS$ 的沉澱,上層液依步驟 10 分析,沉澱依步驟 9 分析。

步驟 9. 沉澱中鈷離子與鎳離子的確認

含 NiS、CoS 的沉澱中,加入 2 滴濃 HNO₃ 與 6 滴濃 HCl(王水),水浴加熱溶解之,用刮勺刮除浮於液面的硫,將溶液移入蒸發皿中蒸乾,冷卻後用 2 滴 6 M HCl 與 8 滴純水,徹底溶解後,將溶液等分成二份,分別做鈷離子、鎳離子的確認。

(1) 鈷離子的確認

含 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 的溶液中,加入 5 滴 NH_4SCN 溶液與 10 滴丙酮,可形成 $Co(SCN)_4^{2-}$ 的藍色錯離 子溶液 (在丙酮液中比較安定),可確認 Co^{2+} 的存在 (圖 5-9)。

(2) 鎳離子的確認

含 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 的溶液中,逐滴加入 6 M NH_4OH 至沉澱完全,加入 2 滴鎳試劑 (二甲基乙二醛 二肟,Dimethyglyoximate) 作用,若有紅色的 $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ 沉澱,則有 Ni^{2+} 的存在 (圖 5-10)。



▲ 圖 5-9 鈷離子的確認



步驟 10. 溶液中錳離子、鋅離子的分離與確認

含 Zn²⁺、Mn²⁺ 的溶液中,加入 8 滴 6 M NaOH, 攪拌均匀後離心,將上層含 Zn(OH),2- 的溶液吸取至 另一乾淨的離心試管,下層沉澱物為 Mn(OH)2。

(1) 錳離子的確認

含 $Mn(OH)_2$ 的沉澱中,加 10 滴 9 M H_2SO_4 加熱 溶解,加 10 滴純水與 0.02 克 KIO4,水浴煮沸 2 分鐘,若有 MnO₄ 的紫紅色溶液出現,則有 Mn²⁺的存在(圖 5-11)。

(2) 鋅離子的確認

含 Zn(OH),²⁻ 溶液中,逐滴加入 6 M HCl 使溶液 呈酸性,再加入10滴TA,水浴加熱煮沸1分鐘, 若有白色 ZnS 沉澱產生,則有 Zn2+的存在(圖 5-12) °



▲ 圖 5-11 錳離子的確認



▲ 圖 5-12 鋅離子的確認

3. 未知試液中,陽離子的分析與檢驗

配製含不同陽離子的未知試液(參考試樣的配製),請同學依上述原理與方法,分析、 檢驗試液中含陽離子種類。

| | 試液中的陽離子 | 依實驗結果,試液中含有何種離子? |
|------|---------|------------------|
| 已知試液 | | |
| 未知試液 | _ | |

5-5 問題與討論

- 1. Al3+、Cr3+、Fe3+三種離子,在水溶液中各爲何種顏色?
- 2. NH, 與 NH₄Cl 的緩衝溶液中, Al³⁺、Cr³⁺、Fe³⁺ 可生成沉澱, 為何 Mn²⁺ 不生成沉澱?
- 3. Al(OH)₃、Fe(OH)₃、Cr(OH)₃ 三者中,何者可溶於熱 NaOH 中?
- 4. Fe(OH),、Cr(OH), 二者中,何者可溶於 NaOH,並且可被 H,O,氧化成藍色溶液?
- 5. 鎳副屬中,在水溶液中有些離子有顏色,各呈何種顏色?
- 6. ZnS、MnS、NiS、CoS的沉澱中,何者不溶於稀 HCl?
- 7. Mn²⁺、Zn²⁺的混合液,用何種試藥可以使一者生成沉澱另者仍為溶液,可離心分離之?

生活應用題

某生將回收之鋁罐裁剪成數片,加入過量的 KOH 水溶液並加熱,將溶液過濾後,在濾液中逐滴加入 H_2SO_4 ,產生沉澱甲,繼續加入 H_2SO_4 後,沉澱又消失,將此水溶液之水分蒸乾後,得白色晶體可作爲淨水劑。由本實驗鋁離子的分析檢驗方法,判斷此沉澱甲化學式爲何?

Chapter

第四、五屬陽離子

本章綱要

- 1. 第四屬陽離子的分離與檢驗
- 2. 第五屬陽離子的分離與檢驗

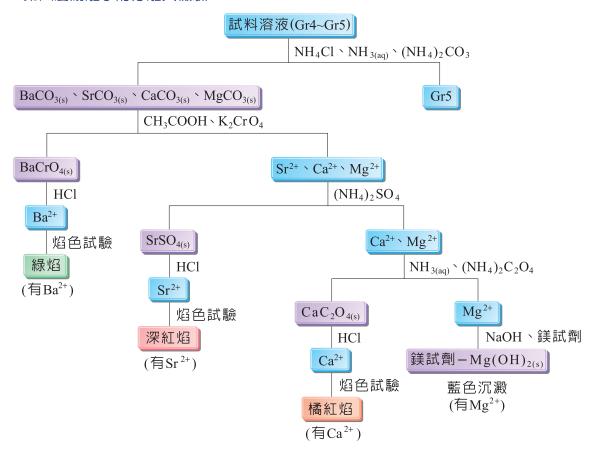
學習目標

了解第四、五屬陽離子 (Gr4、5) 之分離及檢驗 方法

6-1 原理

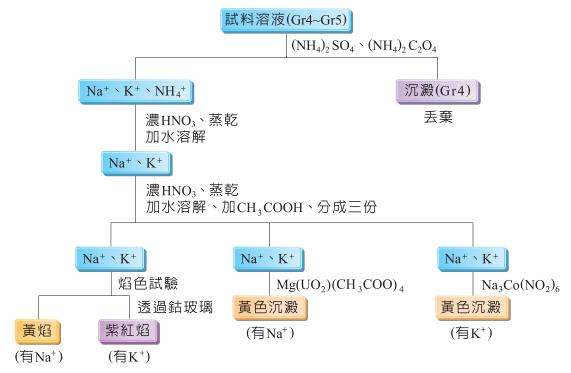
第四屬陽離子 (鋇屬、Gr4) 包括 Ca^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Mg^{2+} 四種陽離子,第五屬陽離子 (鈉屬、Gr5) 包括 Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 三種陽離子,因第四屬陽離子之碳酸鹽的溶解度積常數較小,溶解度低,故形成碳酸鹽沉澱,分析流程原理如下:

1. 第四屬陽離子的分離與檢驗



▲ 圖 6-1 第四屬陽離子的分離與檢驗

2. 第五屬陽離子的分離與檢驗



▲ 圖 6-2 第五屬陽離子的分離與檢驗

註:1. 陽離子分析過程中,常加入強鹼,使 NH_4^+ 變爲 NH_3 而喪失,或是常加入含 NH_4^+ 的試劑,導致難以判斷原分析試 液中是否含 NH_4^+ ,故 NH_4^+ 常是第一個被檢驗的陽離子,於第一屬分析時已檢驗,此處不再進行分析檢驗。

6-2 藥品與器材

1. 離子試液 (10 mg/mL) 的配製

| 離子種類 | 所需鹽類 | 配製法 |
|---------------------|--|---|
| Ca ²⁺ | Ca(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O | 15 克 Ca(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| Sr ²⁺ | Sr(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O | 8 克 Sr(NO₃)₂·4H₂O + 蒸餾水→ 250 mL |
| Ba ²⁺ | Ba(NO ₃) ₂ | 5 克 Ba(NO ₃) ₂ + 蒸餾水→ 250 mL |
| Mg ²⁺ | Mg(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O | 27 克 Mg(NO₃)₂·6H₂O + 蒸餾水→ 250 mL |
| $\mathbf{K}^{^{+}}$ | KNO ₃ | 6.5 克 KNO ₃ + 蒸餾水→ 250 mL |
| Na ⁺ | NaNO ₃ | 9.5 克 NaNO ₃ + 蒸餾水→ 250 mL |

2. 試藥的配製

| 試藥名稱 | 所需藥品 | 配製法 |
|---|---------------------------------|--|
| 1 M K ₂ CrO ₄ | K ₂ CrO ₄ | 48.5 克 K ₂ CrO ₄ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 0.5 M (NH ₄) ₂ SO ₄ | $(NH_4)_2SO_4$ | 8 克 (NH ₄) ₂ SO ₄ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 0.3 M (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ | $(NH_4)_2C_2O_4\cdot H_2O$ | 11 克 (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ ·H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M NH ₄ Cl | NH ₄ Cl | 40 克 NH₄Cl + 蒸餾水→ 250 mL |

| 6 M NH₄OH | 濃氨水 | 100 mL 濃氨水 + 蒸餾水→ 250 mL |
|--|--|--|
| 1 M (NH ₄) ₂ CO ₃ | (NH ₄) ₂ CO ₃ ·H ₂ O | 43 克 (NH ₄) ₂ CO ₃ ·H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| 6 M CH₃COOH | 濃 CH₃COOH | 90 mL 濃 CH₃COOH + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M CH ₃ COONH ₄ | CH₃COONH₄ | 58 克 CH₃COONH₄ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 6 M NaOH | NaOH | 60 克 NaOH + 蒸餾水→ 250 mL |
| Na ₃ Co(NO ₂) ₆ (鉀試劑) | NaNO ₂ 與 Co(NO ₂) ₃ ·6H ₂ O | 57 克 NaNO ₂ + 9 克 Co(NO ₂) ₃ ·6H ₂ O + 15 mL 濃 CH ₃ COOH + 蒸餾水→ 250 mL |
| Mg(UO ₂)(CH ₃ COO) ₄ (鈉試劑) (醋酸鈾醯鎂) | Mg(CH ₃ COO) ₂ ·4H ₂ O UO ₂ (CH ₃ COO) ₂ ·2H ₂ O | 25 克 Mg(CH ₃ COO) ₂ ·4H ₂ O + 15 mL 濃 CH ₃ COOH + 蒸餾水→ 125 mL 25 克 UO ₂ (CH ₃ COO) ₂ ·2H ₂ O + 15 mL 濃 CH ₃ COOH + 蒸餾水→ 125 mL 將兩者各加熱至 60°C後混匀,冷後過濾成澄清溶 液。 |
| 鎂試劑 | 鎂試劑 | 1.3 克鎂試劑 + 0.3 M NaOH → 250 mL |

其他藥品:濃 HCl。

3. 試樣的配製

| 試樣名稱 | 配製法 |
|------|---|
| 已知試液 | 由 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ba^{2+} 的原試液中,各取 40 mL 混匀成約 160 mL 試液。實驗時,取約 2 mL 當成已知試液 (Gr4)。 由 Na^+ 、 K^+ 的原試液中,各取 40 mL 混匀成約 80 mL 試液,實驗時取約 2 mL 當成已知試液 (Gr5)。 |
| 未知試液 | 由 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ba^{2+} 的原試液中,隨機取樣 $2\sim 4$ 種,體積總和約 2 mL 當成未知試液 (Gr4)。 由 Na^+ 、 K^+ 的原試液中,隨機取樣 $1\sim 2$ 種,體積總和約 2 mL 當成未知試液 (Gr5)。 |

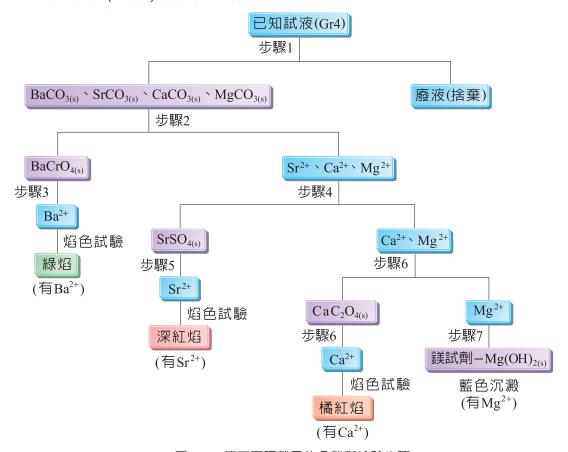
4. 每組常備器材外之其他器材

| 儀器名稱 | 規格 | 配額 |
|----------------|-------------|---------|
| 本生燈 | 金屬製 | 1支/組 |
| 點火槍 | 電子式 | 4支/班 |
| 蒸發皿 | 瓷 製 | 2個/組 |
| 離心機 | 電動式 | 4台/班 |
| 離心試管 | 100 × 13 mm | 10支/組 |
| 試管架 | 金屬製 | 2個/組 |
| 廣用試紙 | 5 cm | 1 盒 / 班 |
| 鉑絲固定棒 | 20 cm | 1支/組 |
| 鉑 絲 | 5 cm | 1支/組 |
| 鈷玻璃片 | 5 × 5 cm | 1 片 / 組 |

6-3 實驗步驟

• • •

1. 第四屬陽離子(鋇屬)的分離與檢驗步驟



▲ 圖 6-3 第四屬陽離子的分離與檢驗步驟

步驟 1. 已知試液中鋇屬的分離

2 mL 的已知試液 (Gr4) 置於離心試管中,加 3 滴 3 M NH₄Cl,逐滴加 6 M NH₄OH 至鹼性,水浴加熱 1 分鐘 (約熱至 50° C),加 5 滴 1 M (NH₄)₂CO₃ 攪拌均匀,離心後再加 1 滴 (NH₄)₂CO₃,確認無沉澱產生後,離心分離,產生 BaCO₃、SrCO₃、CaCO₃、MgCO₃ 的混合沉澱,依步驟 2 ~ 7 分析,第五屬溶液依步驟 8 分析。

註:2. 在 NH_3/NH_4CI 的溶液中, OH^- 的濃度較低,不會產生 $Mg(OH)_2$ 的沉澱,再加入 $(NH_4)_2CO_3$ 當沉澱劑,產生 $MgCO_3$ 的沉澱。

步驟 2. 鋇屬中鋇離子的分離

 $BaCO_3 \setminus SrCO_3 \setminus CaCO_3 \setminus MgCO_3$ 的混合沉澱中,加 5 滴熱水洗滌並離心棄液,沉澱加 5 滴 6 M CH_3COOH 與 10 滴水,加熱溶解沉澱,逐滴加入 1 M K_2CrO_4 至沉澱完全,離心分離, $BaCrO_4$ 沉澱依步驟 3 分析, $Ca^{2+} \setminus Sr^{2+} \setminus Mg^{2+}$ 溶液依步驟 4 分析。

步驟 3. 沉澱中鋇離子的確認

BaCrO₄的黃色沉澱中,用 10 滴熱水洗滌,離心棄液,沉澱加入 1 滴濃 HCl 溶解,用鉑絲沾取溶液置於本生燈氧化焰中灼燒,若有綠色火焰(圖 6-4),則有 Ba²⁺存在。



▲ 圖 6-4 鋇離子的確認

步驟 4. 溶液中鈣離子與鍶離子的分離

含 $Ca^{2+} \cdot Sr^{2+} \cdot Mg^{2+}$ 的溶液中,逐滴加入 $0.5 \text{ M } (NH_4)_2SO_4$ 至沉澱完全,徹底攪拌,加熱至沸騰,離心分離, $SrSO_4$ 沉澱依步驟 5 分析, $Ca^{2+} \cdot Mg^{2+}$ 溶液依步驟 6 分析。註:3. $SrSO_4$ 的溶解度積 (K_{SP}) 小,容易生成沉澱, $CaSO_4$ 的溶解度積 (K_{SP}) 較大,不容易生成沉澱。 但兩者的分離不是很清楚,需用焰色試驗加以判斷之。

步驟 5. 沉澱中鍶離子的確認

 $SrSO_4$ 的白色沉澱中,用 10 滴熱水洗滌,離心棄液,沉澱加入 1 滴濃 HCl 溶解,用鉑絲沾取溶液置於本生燈氧化焰中灼燒,若有深紅色火焰 (圖 6-5),則有 Sr^{2+} 存在。



▲ 圖 6-5 鍶離子的確認

步驟 6. 溶液中鈣離子的確認

Ca²⁺、Mg²⁺的溶液中,逐滴加6MNH₄OH至鹼 性,加入5滴0.3 M(NH₄)₂C₂O₄水浴加熱1分鐘,離 心分離, CaC₂O₄的白色沉澱中,加入1滴濃HCI溶解, 用鉑絲沾取溶液置於氧化焰中灼燒,若有橘紅色火焰 (圖 6-6),則有 Ca^{2+} 存在, Mg^{2+} 溶液依步驟 7 分析。



▲ 圖 6-6 鈣離子的確認

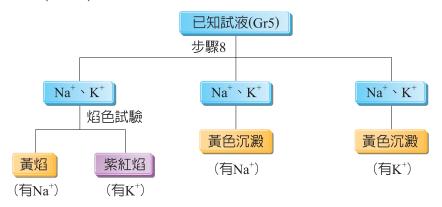
步驟 7. 溶液中鎂離子的確認

Mg²⁺的溶液中,加入6M NaOH 產生白色沉澱, 再加入 2 滴鎂試劑,若有深藍色沉澱 (圖 6-7),則有 Mg^{2+} 的存在。



▲ 圖 6-7 鎂離子的確認

2. 第五屬陽離子(鈉屬)的分離與檢驗步驟



▲ 圖 6-8 第五屬陽離子的分離與檢驗步驟

步驟 8. 溶液中鈉離子與鉀離子的確認

將已知試液 (Gr5) 等分成三份。

Na⁺的存在(圖 6-9)。

- (1) 溶液中鈉離子的確認 (第一份) 含 K⁺、Na⁺的混合溶液中,加入 8 滴鈉試劑 並靜置數分鐘後離心,有黃色細粒結晶,則有
- (2) 溶液中鉀離子的確認(第二份) 含 K⁺、Na⁺的混合溶液中,加入 8 滴 0.1 M 鉀 試劑,靜置數分鐘離心,若有 K₂NaCo(NO₂)₆的 黃色粉末狀沉澱,則溶液中含有 K⁺(圖 6-10)。
- (3) 溶液中鈉離子、鉀離子的焰色(第三份) 離子溶液加 2 滴濃 HCl,再用鉑絲沾其溶液, 置於本生燈氧化焰中燃燒,若有黃色火焰,則 離子溶液中含有 Na⁺(圖 6-11)。利用鈷玻璃或 鉻明礬濾除鈉光,觀察鉀的焰色,若有紫紅色 火焰,則有 K⁺的存在(圖 6-12)。



▲ 圖 6-11 鈉離子的焰色確認



▲ 圖 6-9 鈉離子的確認



▲ 圖 6-10 鉀離子的確認



▲ 圖 6-12 鉀離子的焰色確認

3. 未知試液中,陽離子的分析與檢驗

配製含不同陽離子的未知試液(參考試樣的配製),請同學依上述原理與方法,分析、 檢驗試液中含陽離子種類。

實驗結果

| | 試液中的陽離子 | 依實驗結果,試液中含有何種離子? |
|------|---------|------------------|
| 已知試液 | | |
| 未知試液 | _ | |

問題與討論 6-5

- 1. Ca²⁺、Sr²⁺、Ba²⁺、Na⁺、K⁺ 各溶液的焰色,各爲何種顏色?
- 2. 做焰色試驗時,需注意哪些事項?
- 3. $Ca^{2+} \cdot Sr^{2+} \cdot Ba^{2+} \cdot Mg^{2+}$ 的混合溶液中,加入 K_2CrO_4 ,最容易沉澱的是何種離子?
- 4. $Ca^{2+} \cdot Sr^{2+} \cdot Ba^{2+} \cdot Mg^{2+}$ 的混合溶液中,加入 $(NH_4)_2SO_4$,最不容易沉澱的是何種離子?
- 5. K⁺ 的焰色會被 Na⁺ 的焰色遮蔽,要如何處理才能檢驗出 K⁺ 的焰色?
- 6. 鋁試劑、鎳試劑、鎂試劑、鈉試劑、鉀試劑各與特定離子作用後,產生的沉澱顏色各爲 何?

生活應用題

硬水是指含有較多可溶性鈣、鎂化合物的水,山泉水、溪水、部分井水、部分地下 水屬硬水,水的硬度取決於可溶性鈣、鎂化合物的含量,請簡述如何以本實驗離子分析 的方法,分別定性檢驗某高硬度的硬水試樣中含有鈣、鎂離子。

筆記頁 NOTE

Chapter

混合陽離子分析

本章綱要

混合陽離子之分離與檢驗

學習目標

熟悉第一~五屬陽離子之分離及檢驗方法,並針 對第一~五屬的混合陽離子進行分析

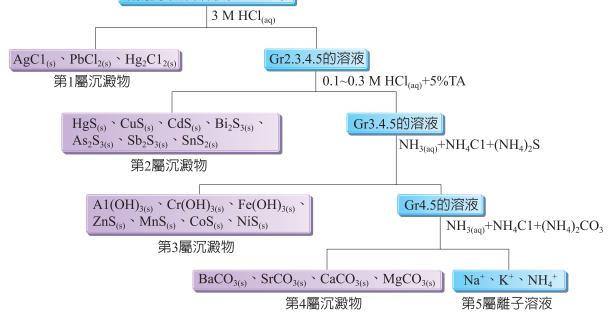
7-1 原理

混合陽離子試液利用陽離子系統分析法,加入各屬屬試劑(表 7-1),由 Gr1 至 Gr5 分析(圖 7-1),各屬陽離子之分離與確認原理,請參考實驗三~六原理部分。

| 27 · 183132 3 [- 123.23]= 17 [3 | | |
|---------------------------------|--------------------------------------|--|
| 暘離子屬別 | 屬試劑 | |
| 第一屬 | 3 M HCl | |
| 第二屬 | $0.1 \sim 0.3$ M HCl + 5%TA | |
| 第三屬 | $NH_{3(aq)} + NH_4Cl + (NH_4)_2S$ | |
| 第四屬 | $NH_{3(aq)} + NH_4Cl + (NH_4)_2CO_3$ | |
| 第五屬 | 無 | |

▼表 7-1 陽離子各屬屬試劑

陽離子試料溶液(Gr1~Gr5)



▲ 圖 7-1 陽離子分析流程

7-2 藥品與器材

| 試樣名稱 | 配製法 |
|------|--|
| 未知試液 | 由 Gr1 ~ Gr5 的原試液中,隨機取樣若干種,體積總和約 2 mL 當成未知試液。 |

各屬藥品的配製與器材請參考實驗三~六藥品與器材。

實驗步驟

未知試液中,取數滴試液先做 $\mathrm{NH_4}^+$ 分析,再加入各屬屬試劑,由 $\mathrm{Gr1}$ 至 $\mathrm{Gr5}$ 分析,各屬陽 離子之分離與確認,請參考實驗三~六實驗步驟。

實驗結果

| | 依實驗結果,試液中含有何種離子? |
|-----|------------------|
| 未知液 | |

問題與討論



請參考實驗三~六問題與討論。

筆記頁 NOTE

陰離子分離檢驗概述 與第一屬陰離子分析

本章綱要

- 1. 陰離子分離檢驗概述
- 2. 第一屬陰離子之分離與檢驗

學習目標

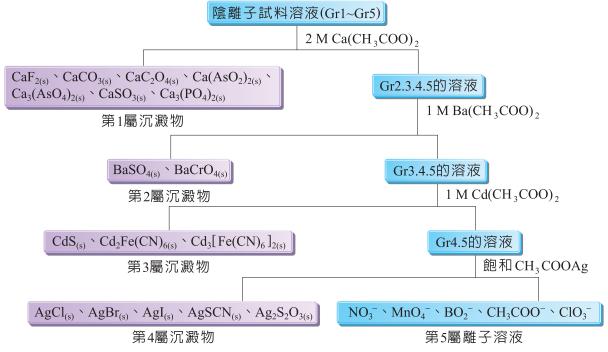
- 1. 了解陰離子的分屬及檢驗之方法
- 2. 了解第一屬陰離子 (Gr1) 之分離及檢驗方法

8-1 原理

• • •

1. 陰離子分離檢驗概述

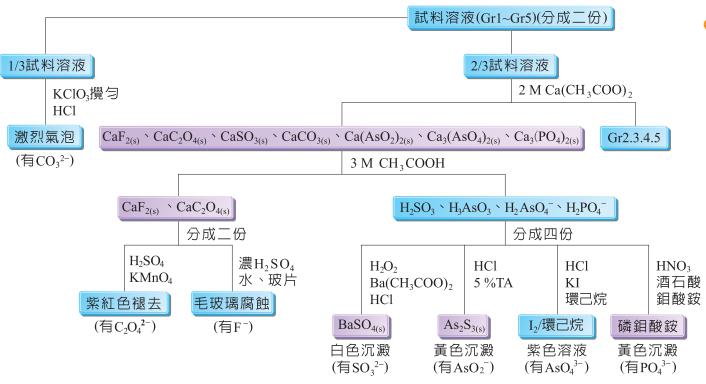
本書介紹的陰離子共有 22 種,其分屬流程圖如下,各屬的分析流程圖,將於後續的 章節中介紹之。



▲ 圖 8-1 陰離子的分離與檢驗

2. 第一屬陰離子之分離及檢驗

第一屬陰離子包括 CO_3^{2-} 、 F^- 、 SO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 AsO_4^{3-} 、 AsO_2^- 、 $C_2O_4^{2-}$,其鈣鹽之溶解度積常數較小,溶解度低,故加入屬試劑 $Ca(CH_3COO)_2$,形成鈣鹽沉澱,分析流程圖原理如下:



▲ 圖 8-2 第一屬陰離子的分離與檢驗

8-2 藥品與器材

因安全性考量,本章僅針對 $C_2O_4^{2-}$ 、 CO_3^{2-} 、 SO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} 四種離子作定性分析。

1. 離子試液 (10 mg/mL) 的配製

| 離子種類 | 所需鹽類 | 配製法 |
|-------------------------------|--|---|
| $C_2O_4^{2-}$ | $(NH_4)_2C_2O_4\cdot H_2O$ | 4 克 (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ ·H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| CO ₃ ²⁻ | Na ₂ CO ₃ | 4.4 克 Na ₂ CO ₃ + 蒸餾水→ 250 mL |
| SO ₃ ²⁻ | Na ₂ SO ₃ ·7H ₂ O | 8 克 Na ₂ SO ₃ ·7H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| PO ₄ ³⁻ | Na ₂ HPO ₄ ·12H ₂ O | 9.4 克 Na ₂ HPO ₄ ·12H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |

2. 試藥的配製

| 試藥名稱 | 所需藥品 | 配製法 |
|--|--|---|
| 2 M Ca(CH ₃ COO) ₂ | Ca(CH ₃ COO) ₂ ·H ₂ O | 88.1 克 Ca(CH₃COO)₂·H₂O + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M CH₃COOH | 冰醋酸 | 45 mL 冰醋酸 + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M HCl | 濃 HCl | 62.5 mL 濃 HCl + 蒸餾水→ 250 mL |
| 1.5 M H ₂ SO ₄ | 濃 H ₂ SO ₄ | 21 mL 濃 H₂SO₄ 少量小心注入約 200 mL 蒸餾水中 + 蒸餾水→ 250 mL |
| 1 M Ba(CH ₃ COO) ₂ | Ba(CH ₃ COO) ₂ | 68.4 克 Ba(CH₃COO)₂ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 0.01 M KMnO ₄ | KMnO ₄ | 0.4 克 KMnO ₄ + 蒸餾水→ 250 mL |
| (NH ₄) ₂ MoO ₄ | (NH ₄) ₂ MoO ₄ | 50 克 (NH ₄) ₂ MoO ₄ 溶於 40 mL 濃 NH ₃ 中 + 蒸餾水→ 250 mL(存於棕色瓶中) |

其他藥品: 3% H₂O₂、固體 KClO₃、濃 HNO₃。

3. 試樣的配製

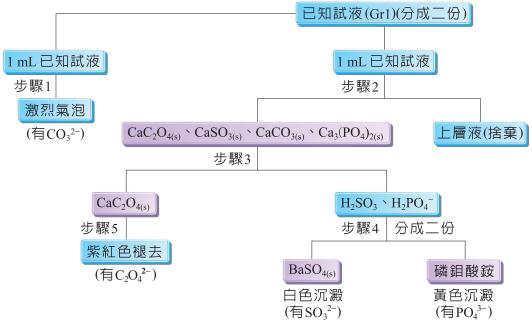
| 試樣名稱 | 配製法 |
|------|---|
| 已知試液 | 由 $C_2O_4^{2-}$ 、 CO_3^{2-} 、 SO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} 的原試液中,各取 30 mL 混匀成約 120 mL 試液。實驗時,取約 2 mL 當成已知試液。 |
| 未知試液 | 由 $C_2O_4^{2-}$ 、 CO_3^{2-} 、 SO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} 的原試液中,隨機取樣 2 \sim 4 種,體積總合約 2 mL 當成未知試液。 |

4. 每組常備器材外之其他器材

| 儀器名稱 | 規格 | 配額 |
|------|-------------|---------|
| 本生燈 | 金屬製 | 1支/組 |
| 點火槍 | 電子式 | 4支/班 |
| 離心機 | 電動式 | 4台/班 |
| 離心試管 | 100 × 13 mm | 10支/組 |
| 試管架 | 金屬製 | 2個/組 |
| 廣用試紙 | 5 cm | 1 盒 / 班 |

8-3 實驗步驟

1. 第一屬陰離子的分離與檢驗步驟



▲ 圖 8-3 第一屬陰離子的分離與檢驗步驟

步驟 1. CO₃² 的確認

在1 mL 已知試液的試管中加入約 0.1 克 KClO,,, 攪拌反應 10 分鐘後,再加入 0.5 mL 3 M HCI,若有 激烈氣泡產生(圖 8-4),則試液中含有 CO32-。

註:1. 很多的陰離子,例如 S^{2-、}NO₂-、SO₃^{2-、}CO₃^{2-、}S₂O₃²⁻等, 加鹽酸都能產生氣體。先加入 KCIO, 攪匀後, 可將一些陰 離子氧化,再加鹽酸,僅有 CO32-能產生 CO2氣體。



▲ 圖 8-4 CO₃²⁻的確認

步驟 2. 第一屬陰離子的分離

另一份 1 mL 已知試液中,逐滴加入 2 M Ca(CH,COO)。當沉澱劑,至沉澱完全 爲止,離心分離,可得第一屬陰離子鈣鹽 CaCO₃、CaC₂O₄、CaSO₃、Ca₃(PO₄)。沉澱, 依步驟 3 分析。

步驟 3. 沉澱再溶解

第一屬陰離子的鈣鹽沉澱物,用純水洗滌,離心去液,沉澱加入1 mL 3 M CH₃COOH,充分攪匀後離心分離,上層的溶液依步驟4分析,沉澱物依步驟5分析。 註:2. 其中 CaCO3 會生成 CO2 氣體, CaC2O4 仍為沉澱狀態, 其他沉澱物則會溶解。

步驟 4. 溶液中 SO₃² \ PO₄³ 的確認

將步驟 3 的上層溶液等分成兩份

註:3. 因 SO_3^{2-} 久置於空氣中,易被氧化成 SO_4^{2-} ,故應先檢驗此離子。

(1) SO₃²⁻的確認

第一份試液中逐滴加入 1 M Ba(CH₃COO)₂,至 沉澱完全爲止,逐滴加入 3 M HCl(邊加邊攪) 至溶液呈酸性,水浴加熱 1 分鐘,離心捨棄沉 澱,上清液逐滴加入 3% H₂O₂,若有白色沉澱, 則試液中含有 SO₃²⁻(圖 8-5)。

註:4. SO_3^{2-} 在酸性液中,被 H_2O_2 氧化成 SO_4^{2-} ,再與 Ba^{2+} 作用, 則生成不溶於稀 HCl 的白色沉澱。

(2) PO₄ 3- 的確認

第二份試液中加入 5 滴濃 HNO_3 ,再加入 5 滴 $(NH_4)_2MoO_4$,水浴加熱 1 分鐘,若有黃色沉澱產 生,則試液中含有 PO_4 (圖 8-6)。



▲ 圖 8-5 SO₃²⁻的確認



▲ 圖 8-6 PO₄³⁻的確認

步驟 5. 沉澱中 C₂O₄²⁻ 的確認

沉澱含 CaC_2O_4 ,用純水洗滌離心去液兩次,加 1.5 M H_2SO_4 至沉澱全溶,水浴至約 75 ℃,加入 2 滴 0.01 M $KMnO_4$,若紫紅色褪去,則試液中含有 C_2O_4 $^{2-}$ (圖 8-7)。

註:5. SO_3^{2-} 也具有還原力,必須洗淨沉澱,使沉澱不夾雜 SO_3^{2-} 。6. 沉澱用酸溶解,生成的 $H_2C_2O_4$ 具有還原力,可將紫紅色的 MnO_4^- 還原成 Mn^{2+} ,因此,若 $KMnO_4$ 褪色,則有 $C_2O_4^{2-}$ 離子的存在。



▲ 圖 8-7 C₂O₄²⁻ 的確認

2. 未知試液中,陰離子的分析與檢驗

配製含不同陰離子的未知試液(參考試樣的配製),請同學依上述原理與方法,分析、 檢驗試液中含陰離子種類。

實驗結果

| | 試液中的陰離子 | 依實驗結果,溶液中含有何種離子? |
|------|---------|------------------|
| 已知試液 | | |
| 未知試液 | _ | |

問題與討論

- 1. 檢驗 CO₃² 時, 爲何要先加入 KClO₃?
- 2. 陰離子的鋇鹽沉澱,何種不溶於 HCI 溶液?
- 3. 用 (NH₄)₂MoO₄ 檢驗 PO₄ ³⁻ 的存在時,要在何種酸液中生成沉澱?

生活應用題

當吃完菠菜有時會覺得牙齒有澀澀的感覺,是因為菠菜草酸含量高,草酸碰到牙 齒,形成微量難溶性鹽類,而產生輕微侵蝕牙齒的感受。利用本實驗草酸根的分析檢驗 方法,判斷此難溶性鹽類爲何?

筆記頁 NOTE

Chapter

第二、三屬陰離子 分析

本章綱要

- 1. 第二屬陰離子的分離與檢驗
- 2. 第三屬陰離子的分離與檢驗

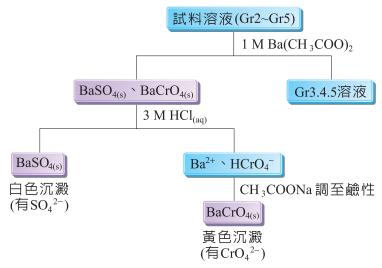
學習目標

了解第二、三屬陰離子 (Gr2、3) 之分離及檢驗方法

9-1 原理

1. 第二屬陰離子的分離與檢驗

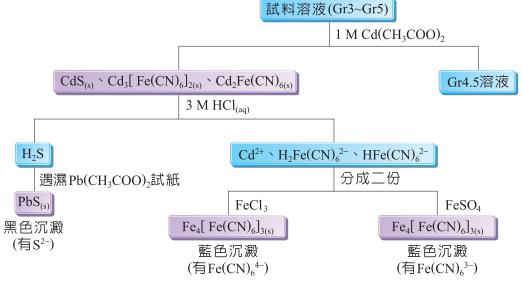
第二屬陰離子包含 SO_4^{2-} 、 CrO_4^{2-} ,其鋇鹽之溶解度積常數較小,溶解度低,故加入屬試劑 $Ba(CH_3COO)_2$,形成鋇鹽沉澱,分析流程原理如下:



▲ 圖 9-1 第二屬陰離子的分離與檢驗

2. 第三屬陰離子的分離與檢驗

第三屬陰離子包含 $Fe(CN)_6^{4-}$ 、 $Fe(CN)_6^{3-}$ 、 S^{2-} ,其鎘鹽之溶解度積常數較小,溶解度低,故加入屬試劑 $Cd(CH_3COO)_2$,形成鎘鹽沉澱,分析流程原理如下:



▲ 圖 9-2 第三屬陰離子的分離與檢驗

9-2 藥品與器材

1. 離子試液 (10 mg/mL) 的配製

| 離子種類 | 所需鹽類 | 配製法 |
|-----------------------------------|---|---|
| SO ₄ ²⁻ | Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O | 8.3 克 Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| CrO ₄ ²⁻ | K ₂ CrO ₄ | 4.2 克 K ₂ CrO ₄ + 蒸餾水→ 250 mL |
| S ²⁻ | Na ₂ S·9H ₂ O | 19 克 Na ₂ S·9H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| Fe(CN) ₆ ³⁻ | K ₃ Fe(CN) ₆ | 4 克 K₃Fe(CN) ₆ + 蒸餾水→ 250 mL |
| Fe(CN) ₆ ⁴⁻ | K₄Fe(CN) ₆ | 5 克 K₄Fe(CN) ₆ + 蒸餾水→ 250 mL |

2. 試藥的配製

| 試藥名稱 | 所需藥品 | 配製法 |
|--|---|--|
| 1 M Ba(CH ₃ COO) ₂ | Ba(CH ₃ COO) ₂ | 68.4 克 Ba(CH ₃ COO) ₂ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M CH ₃ COONa | CH₃COONa | 61 克 CH₃COONa + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M HCl | 濃 HCl | 62.5 mL 濃 HCl + 蒸餾水→ 250 mL |
| 1 M Cd(CH ₃ COO) ₂ | Cd(CH ₃ COO) ₂ ·2H ₂ O | 66.5 克 Cd(CH ₃ COO) ₂ ·2H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| 0.5 M Pb(CH ₃ COO) ₂ | Pb(CH ₃ COO) ₂ ·3H ₂ O | 48 克 Pb(CH ₃ COO) ₂ ·3H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| 1 M FeCl ₃ | FeCl₃·6H₂O | 67.5 克 FeCl₃·6H₂O + 蒸餾水→ 250 mL |

其他藥品:固體 FeSO₄、濃 HCl。

3. 試樣的配製

| 試樣名稱 | 配製法 |
|------|---|
| 已知試液 | 由 SO_4^{2-} 、 CrO_4^{2-} 、 S^{2-} 、 $Fe(CN)_6^{3-}$ 、 $Fe(CN)_6^{4-}$ 的原試液中,各取 40 mL 混匀成約 200 mL 試液。實驗時,取約 2 mL 當成已知試液。 |
| 未知試液 | 由 $SO_4^{2^-}$ 、 $CrO_4^{2^-}$ 、 S^{2^-} 、 $Fe(CN)_6^{3^-}$ 、 $Fe(CN)_6^{4^-}$ 的原試液中,隨機取樣 2 \sim 4 種,體積總合約 2 mL 當成未知試液。 |

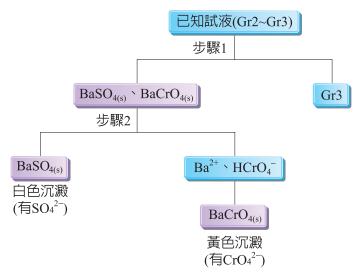
4. 每組常備器材外之其他器材

| 儀器名稱 | 規格 | 配額 |
|--|------------------|---------|
| 本生燈 | 金屬製 | 1支/組 |
| 點火槍 | 電子式 | 4支/班 |
| 離心機 | 電動式 | 4台/班 |
| 離心試管 | 100 × 13 mm | 10支/組 |
| 試管架 | 金屬製 | 2個/組 |
| Pb(CH ₃ COO) ₂ 濾紙條 | 浸泡過醋酸鉛溶液的濾紙條(註1) | 2條/組 |
| 廣用試紙 | 5 cm | 1 盒 / 班 |

註:1. 將濾紙剪成寬約 1.5 cm 長約 3 cm 的紙條,剪下數十條浸泡於 $Pb(CH_3COO)_2$ 的溶液中備用。

9-3 實驗步驟

1. 第二屬陰離子的分離與檢驗步驟



▲ 圖 9-3 第二屬陰離子的分離與檢驗步驟

步驟 1. 第二屬陰離子的分離

含 Gr2.3 陰離子的已知試液中,逐滴加入 1 M Ba(CH₃COO)₂ 當沉澱劑,至沉澱 完全爲止。白色 BaSO₄ 與黃色 BaCrO₄ 沉澱析出,Gr3 的陰離子則留於溶液中,離心 分離,BaSO₄、BaCrO₄ 沉澱依步驟 2 分析,Gr3 的陰離子溶液依步驟 3 分析。

步驟 2. 沉澱中 SO42- \ CrO42- 的分離與確認

含 $BaSO_4$ 與 $BaCrO_4$ 的沉澱用 1 mL 純水洗滌,離心去液。潔淨的沉澱中,加入 10 滴 3 M HCI,攪拌均匀後離心。 $BaSO_4$ 的白色沉澱不溶解, $BaCrO_4$ 的沉澱溶解成 Ba^{2+} 、 $HCrO_4^-$,離心分離。

註:2. 若沉澱物爲白色,表示 BaCrO4 不存在。

(1) SO₄²⁻的確認

於沉澱中,加入 10 滴 3 M HCl,若仍有白色沉澱,則有 SO_4^{2-} 的存在 (圖 9-4)。

註:3. BaSO4 是唯一不溶於 HCI 的鋇鹽沉澱。

(2) CrO₄²⁻的確認

含 Ba^{2+} 與 $HCrO_4^-$ 的溶液中,加入 15 滴 3M CH_3COONa 使溶液呈鹼性,若有 $BaCrO_4$ 黄色沉澱,則有 CrO_4^{2-} 的存在 (圖 9-5)。

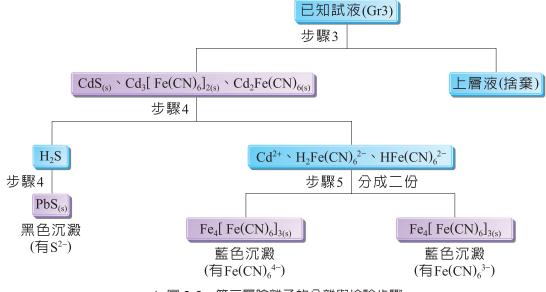


▲ 圖 9-4 SO₄²- 的確認



▲ 圖 9-5 CrO₄²⁻的確認

2. 第三屬陰離子的分離與檢驗步驟



▲ 圖 9-6 第三屬陰離子的分離與檢驗步驟

步驟 3. 第三屬陰離子的分離

含 Gr3 陰離子的溶液中,逐滴加入 1 M Cd(CH₃COO)₂ 當沉澱劑至沉澱完全爲止, $Fe(CN)_6^{3-} \cdot Fe(CN)_6^{4-} \cdot S^{2-}$ 會與 Cd^{2+} 形成鍋鹽 $(CdS \cdot Cd_3[Fe(CN)_6]_2 \cdot Cd_2Fe(CN)_6)$ 沉澱, 離心分離,捨棄上層液,沉澱依步驟 4 分析。

步驟 4. 銅鹽沉澱溶解與 S² 的確認

含 $Cd_2Fe(CN)_6 \cdot Cd_3[Fe(CN)_6]_2 \cdot CdS$ 的 沉 澱中,用熱純水 1 mL 洗滌,離心棄液。先預備濕 Pb(CH₃COO)₂ 試紙,試管中的沉澱加入 5 滴 3 M HCl,立即用濕 Pb(CH₃COO)₂ 試紙覆蓋於試管口,將 試管置水浴中加熱,若試紙上有黑色沉澱,則有 S^{2-} 存在(圖 9-7), $H_2Fe(CN)_6^{2-}$ 與 $HFe(CN)_6^{2-}$ 的溶液依步 驟 5 分析。

註:4. 酸性太強會影響步驟5藍色沉澱的生成。

5. $Cd_2Fe(CN)_6 \cdot Cd_3[Fe(CN)_6]_2$ 與酸作用,會生成 $H_2Fe(CN)_6^{2-} \cdot HFe(CN)_6^{2-}$ 溶液,CdS 與酸作用,會生成 H_2S 逸出, H_2S 與 $Pb(CH_3COO)_2$ 作用生成 PbS,若紙上有黑色沉澱,則有 S^{2-} 存在,因 H_2S 為有毒氣體,故此步驟需在通風櫥中進行。



▲ 圖 9-7 S²⁻ 的確認

步驟 5. Fe(CN)₆³⁻ \ Fe(CN)₆⁴⁻ 的確認

將溶液等分成二份。

(1) Fe(CN)₆³⁻的確認

第一份溶液中加入 3 滴水及少許 $FeSO_4$,若有藍色或淺藍色沉澱,則試液中有 $Fe(CN)_6^{3-}$ (圖 9-8)。



▲ 圖 9-8 Fe(CN)₆³⁻的確認

(2) Fe(CN)₆⁴⁻的確認

第二份溶液中加入 2 滴 1 M $FeCl_3$,若有藍色或綠色沉澱,則試液中有 $Fe(CN)_6^{4-}$ 存在 (圖 9-9)。



▲ 圖 9-9 Fe(CN)₆⁴⁻的確認

3. 未知試液中,陰離子的分析與檢驗

配製含不同陰離子的未知試液(參考試樣的配製),請同學依上述原理與方法,分析、 檢驗試液中含陰離子種類。

9-4 實驗結果

| | 試液中的陰離子 | 依實驗結果,試液中含有何種離子? |
|------|---------|------------------|
| 已知試液 | | |
| 未知試液 | _ | |

問題與討論 9-5

- 1. Ba²⁺ 與哪一種離子溶液作用會生成不溶於 HCI 的沉澱?
- 2. 哪一種離子溶液,加酸生成的氣體與 Pb(CH3COO)2 作用,會生成黑色的沉澱?
- 3. Fe3+ 與哪一種離子溶液作用會生成藍色沉澱?
- 4. Fe²⁺ 與哪一種離子溶液作用會生成藍色沉澱?

生活應用題

生鏽是日常生活中常見的現象,將鐵與水、氧氣或其他氧化劑接觸時,鐵會生鏽。 於鐵生鏽的實驗中,將一支繞上銅線的鐵釘置於含有 K₃[Fe(CN)₆] 與酚酞的洋菜溶液中, 靜置數日後可觀察到在鐵釘處產生深藍色物質,對照本實驗 [Fe(CN)₆]³⁻的檢驗結果,判 斷此深藍色物質的化學式爲何?

筆記頁 NOTE

ChapterThe second of the s

第四、五屬陰離子 分析

本章綱要

- 1. 第四屬陰離子的分離與檢驗
- 2. 第五屬陰離子的分離與檢驗

學習目標

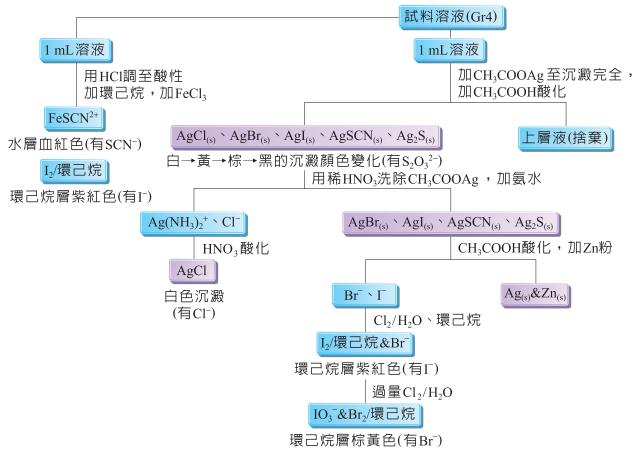
了解第四、五屬陰離子 (Gr4、5) 之分離及檢驗方法

10-1 原理

陰離子分析流程原理如下:

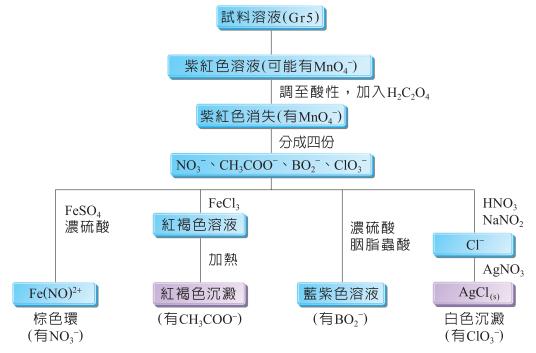
第四屬陰離子包含 $CI^- \setminus Br^- \setminus I^- \setminus SCN^- \setminus S_2O_3^{2^-}$ 等五種離子,其銀鹽之溶解度積常數較小,溶解度低,故加入屬試劑 CH_3COOAg ,形成銀鹽沉澱。其他與鈣鹽、鋇鹽、鎘鹽、銀鹽,都不形成沉澱或僅形成少許沉澱,仍有非常足夠的離子濃度留於溶液中者,稱爲第五屬陰離子,或稱爲可溶性陰離子,包含 $BO_2^- \setminus NO_2^- \setminus NO_3^- \setminus ClO_3^- \setminus MnO_4^- \setminus ClO^- \setminus ClO_4^- \setminus IO_3^- \setminus BrO_3^- \setminus CH_3COO^-$ 等離子,本屬僅就 $BO_2^- \setminus NO_3^- \setminus CH_3COO^- \setminus MnO_4^- \setminus ClO_3^-$ 等離子分析。第四、五屬

1. 第四屬陰離子的分離與檢驗



▲ 圖 10-1 第四屬陰離子的分離與檢驗

2. 第五屬陰離子的分離與檢驗



▲ 圖 10-2 第五屬陰離子的分離與檢驗

10-2 藥品與器材

• • •

1. 離子試液 (10mg/mL) 的配製

| 離子種類 | 所需鹽類 | 配製法 |
|---|---|--|
| Cl ⁻ | NaCl | 4.1 克 NaCl + 蒸餾水→ 250 mL |
| Br ⁻ | KBr | 3.7 克 KBr + 蒸餾水→ 250 mL |
| Γ | KI | 3.3 克 KI + 蒸餾水→ 250 mL |
| SCN ⁻ | KSCN | 4.2 克 KSCN + 蒸餾水→ 250 mL |
| S ₂ O ₃ ²⁻ | Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O | 5.5 克 Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| NO ₃ | NaNO ₃ | 3.7 克 NaNO ₃ + 蒸餾水→ 250 mL |
| BO_2^- | Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O | 5.6 克 Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O + 蒸餾水→ 250mL |
| CH ₃ COO ⁻ | CH ₃ COONa·3H ₂ O | 6克CH ₃ COONa·3H ₂ O+蒸餾水→250 mL |
| MnO ₄ | KMnO ₄ | 3.3 克 KMnO₄ + 蒸餾水→ 250 mL |
| ClO ₃ | KClO ₃ | 3.7 克 KClO ₃ + 蒸餾水→ 250 mL |

2. 試藥的配製

| 試藥名稱 | 所需藥品 | 配製法 |
|--------------------------|-------------------------|--|
| 飽和 CH ₃ COOAg | CH₃COOAg | 2.5 克 CH₃COOAg + 蒸餾水→ 250 mL |
| 0.5 M AgNO ₃ | $AgNO_3$ | 21.3 克 AgNO ₃ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M HNO ₃ | 濃 HNO ₃ | 48 mL 濃 HNO ₃ + 蒸餾水→ 250 mL |
| 3 M CH₃COOH | 冰醋酸 | 45 mL 冰醋酸 + 蒸餾水→ 250 mL |
| 1 M FeCl ₃ | FeCl₃·6H ₂ O | 68 克 FeCl ₃ ·6H ₂ O + 蒸餾水→ 250 mL |
| 胭脂蟲酸 | $C_{22}H_{20}O_{13}$ | 0.25 克 C ₂₂ H ₂₀ O ₁₃ 溶於濃 H ₂ SO ₄ → 250 mL |

其他藥品:固體 $FeSO_4$ 、濃 HNO_3 、冰醋酸、環己烷、鋅粉、固體 $NaNO_2$ 、濃 H_2SO_4 、 $H_2C_2O_4$ 、 Cl_2/H_2O 。

3. 試樣的配製

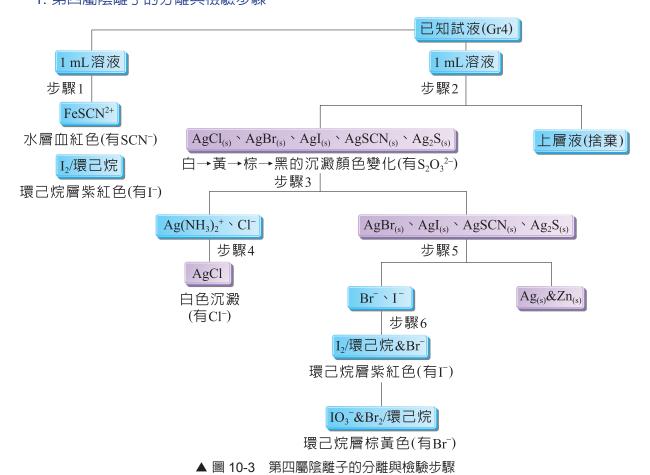
| 試樣名稱 | 配製法 |
|------|--|
| 已知試液 | 由 Cl 、Br 、 l 、SCN 、S $_2$ O $_3$ ² 的原試液中,各取 30 mL 混匀成約 150 mL 試液。實驗時,取約 2 mL 當成已知試液 (Gr4)。 由 NO $_3$ 、BO $_2$ 、CH $_3$ COO 、MnO $_4$ 、ClO $_3$ 的原試液中,各取 30 mL 混匀成約 150 mL 試液。實驗時取約 2 mL 當成已知試液 (Gr5)。 |
| 未知試液 | 由 Cl¯、Br¯、l¯、SCN¯、S₂O₃²¯的原試液中,隨機取樣 2 ~ 4 種,體積總合約 2 mL 當成未知試液 (Gr4)。 由 NO₃¯、BO₂¯、CH₃COO¯、MnO₄¯、ClO₃¯的原試液中,隨機取樣 2 ~ 4 種,體積總和約 2 mL 當成未知試液 (Gr5)。 |

4. 每組常備器材外之其他器材

| 儀器名稱 | 規格 | 配額 |
|------|-------------|---------|
| 本生燈 | 金屬製 | 1支/組 |
| 點火槍 | 電子式 | 4支/班 |
| 離心機 | 電動式 | 4台/班 |
| 離心試管 | 100 × 13 mm | 10支/組 |
| 試管架 | 金屬製 | 2個/組 |
| 廣用試紙 | 5 cm | 1 盒 / 班 |
| 蒸發Ⅲ | 瓷製 | 2個/組 |

10-3 實驗步驟

1. 第四屬陰離子的分離與檢驗步驟



步驟 1. 試液中 SCN 的確認

含 Gr4 的已知試液分成兩份,每份各 1 mL,其中 1 mL 試液留待步驟 2 分析。於 1 mL 試液中逐滴加入 HCI酸化,再加入 2 滴 FeCl₃,若有血紅色溶液,則有 SCN⁻ 的存在。若爲黃棕色,可加入 1 mL 環己烷用力震搖試管以萃取 I_2 ,水層再加入 1 mL 環己烷再萃取,直至環己烷層爲無色,水層若有血紅色出現,則有 SCN⁻ 的存在 (圖 10-4)。

註:1. $FeCl_3$ 會將 Γ 氧化成 I_2 , I_2 微溶於水中呈黃棕色, $FeCl_3$ 會與 SCN^- 作用形成 $Fe(SCN)_6^{3-}$ (血紅色),如果黃棕色多血紅



▲ 圖 10-4 SCN 的確認

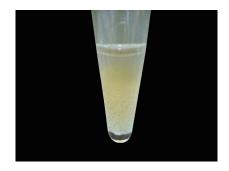
色少,就會影響 SCN^- 的檢出。除去 I_2 的方法,可用環己烷多次萃取至不含 I_2 爲止(環己烷不再呈紫紅色)。此時,若環己烷層紫紅色,則試液有 Γ 的存在。若水層有血紅色,則試液有 SCN^- 的存在。

步驟 2. S₂O₃² 的確認與第四屬陰離子的分離

1 mL 試液中,加入 5 滴 3 M CH₃COOH,逐滴 加入 CH₃COOAg 至沉澱完全,觀察沉澱的顏色,若沉澱有白→黃→棕→黑的變化,則試液中含有 $S_2O_3^{2-}$ (圖 10-5)。多 加 1 mL CH₃COOAg,水浴煮沸 1 分鐘,離心分離,捨棄上層液,AgCl、AgBr、AgI、AgSCN、Ag₂S 依步驟 3 分析。



3. CH₃COOAg 的溶解度很低,故沉澱完全所需的 CH₃COOAg 較多。



▲ 圖 10-5 S₂O₃²⁻ 的確認

步驟 3. 沉澱中 CI 的分離

含 AgCl、AgBr、AgI、AgSCN、Ag₂S的沉澱中,加入 1 mL 3 M HNO₃ 徹底洗滌,離心去液,沉澱加入 1 mL 氨水徹底攪拌,AgCl 可溶解形成 Ag(NH₃)₂⁺、Cl⁻,其他沉澱不溶解,離心分離,Ag(NH₃)₂⁺、Cl⁻溶液依步驟 4 分析,AgBr、AgI、AgSCN、Ag₂S 的沉澱依步驟 5 分析。

註:4. 加HNO, 洗除多餘的 CH, COOAg。

步驟 4. 溶液中 CI 的確認

含 Ag(NH₃)₂⁺及 Cl⁻溶液中,加入 3 M HNO₃酸化,若有白色沉澱,則試液中有 Cl⁻存在(圖 10-6)。



▲ 圖 10-6 CI 的確認

步驟 5. 沉澱中 Br 、I 的分離

含 $AgBr \times AgI \times AgSCN \times Ag_2S$ 的沉澱中,加入 1 克鋅粉並加入 3 M CH_3COOH 使溶液呈酸性,攪拌均匀約 2 分鐘,離心並捨去沉澱物,上層液含 $Br^- \times \Gamma$ 依步驟 6 分析。

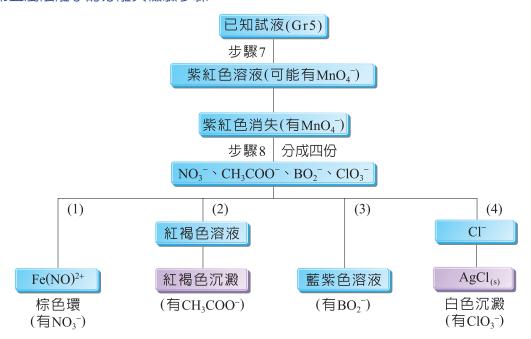
註:5. S^2 形成 H_2S 逸出, SCN^- 會被分解,離心分離後,溶液中含有 Br^- 與 Γ 離子。

步驟 6. 溶液中 Br 、I 的確認

含 Br^- 、 Γ 的離子溶液中,加入 1 M $Zn(NO_3)_2$ 至沉澱完全 (註 6),離心捨棄 ZnS 沉澱,溶液加入 1 mL 環己烷,逐滴加入 Cl_2 / H_2O ,震搖試管以萃取 I_2 ,環己烷層若有紫紅色,則有 Γ 存在。逐量加入 Cl_2 / H_2O 震搖並萃取,直至環己烷層紫紅色褪去,若環己烷層有棕黃色,則有 Br^- 存在。

註:6. 大部分 S^{2-} 已於步驟 5 中形成 H_2S 逸出,但少部分 S^{2-} 仍可能殘留於溶液中,故再加入 $Zn(NO_3)_2$,使其產生 ZnS 沉澱。

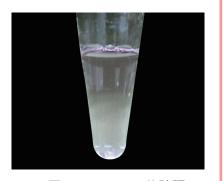
2. 第五屬陰離子的分離與檢驗步驟



▲ 圖 10-7 第五屬陰離子的分離與檢驗步驟

步驟 7. 沉澱中 MnO4 的確認

Gr5 的已知試液中,若試液爲紫紅色,則溶液可能含 MnO_4 (圖 10-8),水浴加熱至 80° C,加入 $H_2C_2O_4$,邊加邊攪,若紫紅色褪去,則試液中含有 MnO_4 ,將溶液等分成四份。



▲ 圖 10-8 MnO₄ 的確認

步驟 8. NO₃、CH₃COO、BO₂、CIO₃的確認

由步驟 7 所得已無 MnO_4^- 的四份溶液,分別取約 0.5 mL 做 NO_3^- 、 CH_3COO^- 、 BO_2^- 、 CIO_3^- 的確認實驗:

(1) NO, 的確認

0.5 mL 試液中,加少許固體 $FeSO_4$ 攪溶,將試管傾斜成約 45° ,用約 0.5 mL 濃硫酸沿管壁小心的逐滴流入,靜置數分鐘,兩液面間若有棕色環(圖 10-9),則有 NO_3 存在。



▲ 圖 10-9 NO₃ 的確認

(2) CH₃COO⁻的確認

 $0.5 \, \text{mL}$ 試液,加入 $5 \, \text{滴} \, 0.2 \, \text{M FeCl}_3$,若生成紅褐色溶液,再將溶液加熱,若有紅褐色沉澱,則試液含 CH_3COO^- (圖 10-10)。

(3) BO₂ 的確認

 $0.5 \ mL$ 試液置於乾淨的蒸發皿中,小心加入 3 滴濃 H_2SO_4 ,蒸發濃縮後放冷,再加入 3 滴胭脂蟲酸,小火加熱,若溶液顏色由紅色變紫藍色,表示試液中含有 BO_2^- 。



▲ 圖 10-10 CH₃COO⁻ 的確認

(4) ClO₃ 的確認

 $0.5 \, \text{mL}$ 試液加 5 滴 $3 \, \text{M}$ HNO $_3$ 使溶液呈酸性,再加入 NaNO $_2$ 攪拌 (註 7),靜置 2 分鐘,最後再加入 2 滴 $0.5 \, \text{M}$ AgNO $_3$,若有白色 AgCl 沉澱,表示試液中含有 ClO_3 。

註:7. 加 NaNO₂ 使 ClO₃ 還原成 Cl⁻。

3. 未知試液中,陰離子的分析與檢驗

配製含不同陰離子的未知試液(參考試樣的配製),請同學依上述原理與方法,分析、 檢驗試液中含陰離子種類。

10-4 實驗結果

| | 試液中的離子 | 依實驗結果,試液中含有何種離子? |
|------|--------|------------------|
| 已知試液 | | |
| 未知試液 | _ | |

10-5 問題與討論

- 1. 哪一種陰離子,與 Fe3+ 作用會生成血紅色溶液?
- 2. 哪一種陰離子,與 Ag⁺作用會生成白→黃→棕→黑轉變的沉澱?
- 3. 哪一種陰離子,與 Ag+作用會生成白色沉澱,但可溶於 NH3 中?
- 4. 哪一種陰離子,加環己烷與 Cl₂/H₂O 震搖,環己烷層會生成紫紅色?
- 5. I₂/H₂O、I₂/ 環己烷、Br₂/ 環己烷、Cl₂/H₂O 四種溶液,各呈現何種顏色?
- 6. 以硫酸亞鐵溶液檢驗硝酸根離子,會形成棕色環,是因為形成何種化合物?
- 7. 在 AgCl、AgBr、AgI 的混合沉澱中,可用何種試劑使 AgCl 單獨分離出來?

筆記頁 NOTE

混合陰離子分析

本章綱要

混合陰離子之分離與檢驗

學習目標

熟悉第一~五屬陰離子之分離及檢驗方法,並針 對第一~五屬的混合陰離子進行分析

11-1 原理

• • •

混合陰離子試液利用陰離子系統分析法,加入各屬屬試劑(表 11-1),由 Gr1 至 Gr5 分析(圖 11-1),各屬陰離子之分離與確認原理,請參考實驗八~十原理部分。

| 陰離子屬別 | 屬試劑 |
|-------|--------------------------------------|
| 第一屬 | Ca(CH ₃ COO) ₂ |
| 第二屬 | Ba(CH ₃ COO) ₂ |
| 第三屬 | Cd(CH ₃ COO) ₂ |
| 第四屬 | CH ₃ COOAg |
| 第五屬 | 無 |

▼表 11-1 陰離子各屬屬試劑

陰離子試料溶液(Gr1~Gr5) 2 M Ca(CH₃COO), $CaF_{2(s)} \ CaCO_{3(s)} \ CaC_2O_{4(s)} \ Ca(AsO_2)_{2(s)} \$ Gr2.3.4.5的溶液 $\operatorname{Ca_3(AsO_4)_{2(s)}} \operatorname{`CaSO_{3(s)}} \operatorname{`Ca_3(PO_4)_{2(s)}}$ 1 M Ba(CH₃COO)₂ 第1屬沉澱物 BaSO_{4(s)} \ BaCrO_{4(s)} Gr3.4.5的溶液 1 M Cd(CH₃COO)₂ 第2屬沉澱物 $CdS_{(s)} \cdot Cd_2Fe(CN)_{6(s)} \cdot Cd_3[Fe(CN)_6]_{2(s)}$ Gr4.5的溶液 第3屬沉澱物 飽和CH3COOAg $NO_3^- \ MnO_4^- \ BO_2^- \ CH_3COO^- \ ClO_3^ AgCl_{(s)} \land AgBr_{(s)} \land AgI_{(s)} \land AgSCN_{(s)} \land Ag_2S_2O_{3(s)}$ 第4屬沉澱物 第5屬離子溶液

▲ 圖 11-1 陰離子分析流程

11-2 藥品與器材

| 試樣名稱 | 配製法 | |
|------|--|--|
| 未知試液 | 由 Gr1 ~ Gr5 的原試液中,隨機取樣若干種,體積總和約 2 mL 當成未知試液。 | |

各屬藥品的配製與器材請參考實驗八~十藥品與器材。

11-3 實驗步驟

未知試液中,取數滴試液先做 CO_3^{2-} 分析,再加入各屬屬試劑,由 Gr1 至 Gr5 分析,各屬 陰離子之分離與確認,請參考實驗八~十實驗步驟。

| | 依實驗結果,試液中含有何種離子? |
|-----|------------------|
| 未知液 | |

問題與討論

請參考實驗八~十問題與討論。

筆記頁 NOTE

ChapterThe second of the s

電子天平的使用

本章綱要

- 1. 概述
- 2. 電子天平的使用方法
- 3. 電子天平的使用步驟
- 4. 電子天平的維護與保養

實習目標

- 1. 了解電子天平的分類與使用時的注意事項
- 2. 熟悉稱藥的操作程序

12-1 概述

正確的稱量藥品重,在分析化學實驗過程中非常重要,電子天平可以協助實驗者迅速而準確地完成稱重的操作,一般電子天平的外觀包含幾個重要的部分:鍵板、顯示器、稱盤、盤托、水平儀及調節腳。常見的電子天平可以分為兩類:

- 1. 上皿天平 (粗天平)(如圖 12-1):可顯示質量至 0.01 g,由於沒有玻璃罩,所以稱量亦受 氣流影響,適於粗稱物重時使用。
- 2. 分析天平(精密天平)(如圖 12-2):可顯示質量至 0.0001 g,在外觀上與粗天平有很大不同,由於加了玻璃罩(左方、右方及上方皆有玻璃窗),稱量不受氣流影響,適於精稱物重時使用,精稱時一定要關上所有玻璃窗才可讀值。



▲ 圖 12-1 粗天平



▲ 圖 12-2 精密天平

12-2 電子天平的使用方法

爲了使天平達到更準確稱重數據,天平需定期做校正,當天平第一次使用前、經過移動後 或環境改變時,也需利用校正來維持天平稱重數據的準確性,校正方法可利用校正砝碼依該天 平之操作手冊進行校正。

電子天平一般的操作程序分為直接稱量法與稱差法。當試藥量不需太精準時,常利用上皿 天平做直接稱量法粗稱;當欲稱量的試藥較重且欲得小數點以下四位的稱量值時,可利用上皿 天平以直接稱量法稱量後,再於精密天平上稱更精確的數值,如此可避免一開始取藥量太大, 試藥灑落在精密天平縫隙中難以清理。

在稱取試藥時,常常發生在天平上顯示的試藥量與倒入實驗容器(例如燒杯、錐形瓶)中的量不相等的情形,這是因爲我們讀取完天平上讀數之後,將稱量容器(例如稱量瓶或燒杯)上的試藥倒入實驗容器內,試藥殘留些許在稱量容器上,以致於真正用於實驗的克數非天平上顯示的稱量值,因而造成誤差。爲了避免此情況,可以利用稱差法稱量試藥,將殘留在稱量容器的藥量扣除,求得更加精準的試藥克數。稱差法又分成需人爲計算扣重的稱差法與不需人爲計算扣重的稱差法。

12-3 電子大平的使用步驟

1. 利用粗天平以直接稱量法粗稱

(1) 確定天平是否呈水平狀態:利用水平調節腳調節天平高度,使氣泡進入中央圓心(圖 12-3) °



▲ 圖 12-3 氣泡進入中央圓心

- (2) 接通電源,打開開關,熱機半小時。
- (3) 開始稱重時,按 TARE 鍵歸零,待顯示器上出現 0.00 g 字樣時再將乾燥清潔的稱量 容器 (例如稱量瓶或燒杯) 輕置在稱盤上中間位置,稱出容器質量。
- (4) 按 TARE 鍵歸零,待顯示器上出現 0.00 g 字樣。
- (5) 以藥匙或滴管添加試藥於稱量容器中,注意讀數,直到「接近」實驗所需的量(例如 欲稱 1 g,添加試藥到 0.98 ~ 1.02 g都是可接受的範圍,不用刻意稱到剛好 1 g),數 字跳動穩定後出現 "g"字,即可讀取數值。
- (6) 將試藥倒入實驗容器中(例如錐形瓶或燒杯),若欲得小數點以下四位的稱量值可再 去精密天平進行精稱,若只需小數點以下二位的稱量值,則按 TARE 鍵歸零,暫時 結束稱量;若長時間不使用天平,則應按 OFF 鍵關閉電源開關。

2. 利用粗天平粗稱過後再以稱差法用精密天平精稱 (需人為計算扣重)

- (1) 確認水平、打開開關,熱機半小時。
- (2) 按 TARE 鍵歸零,待顯示器上出現 0.0000 g 字樣。
- (3) 打開玻璃門,在稱盤上中間位置放上裝有試藥的稱量容器(先前已粗稱過,所以稱量 容器中試樣的重量離欲得值不遠),關上玻璃門。
- (4) 數字跳動穩定後,出現"g"字,即可記錄讀數爲 \mathbf{W}_{L} 。
- (5) 取出稱量容器將試藥倒入實驗容器中,再將空的稱量容器(可能殘留少許試藥)放回 天平上關上玻璃門記錄讀數 W,。W, - W, 即倒入實驗容器中的試藥重量。
- (6) 暫時結束稱量可按 TARE 鍵歸零,若長時間不使用天平,則應按 OFF 鍵關閉電源開 關。

3. 利用粗天平粗稱過後再以稱差法用精密天平精稱 (不需人為計算扣重)

- (1) 確認水平、打開開關,熱機半小時。
- (2) 按 TARE 鍵歸零,待顯示器上出現 0.0000 g 字樣。

- (3) 打開玻璃門,在稱盤上中間位置放上裝有試藥的稱量容器(先前已粗稱過,所以稱量容器中試樣的重量離欲得值不遠),關上玻璃門。
- (4) 數字跳動穩定後,出現 "g"字。
- (5) 按下 TARE 鍵歸零。
- (6) 取出稱量容器,倒出一定量的試樣進入實驗容器(錐形瓶或燒杯等)後置回天平上稱 重。
- (7) 顯示器出現"負值",記錄負號後面的數值即爲倒入實驗容器中的試樣重。
- (8) 暫時結束稱量可按 TARE 鍵歸零,若長時間不使用天平則應按 OFF 鍵關閉電源開關。

12-4 電子天平的維護與保養

- • •
- (1) 天平應放置在通風、乾燥且堅固平穩的實驗台面上,使用天平時動作要輕、緩,以避 免碰撞移位失去水平。
- (2) 電子天平的開機、預熱、校正經完成後,學生只許按 ON 鍵、OFF 鍵及 TARE 鍵, 不可任意變更設定。
- (3) 粉末狀腐蝕性或吸濕性物體必須放在密閉容器內稱量。易揮發、易潮解的藥品應使用 稱量瓶或加蓋的稱量容器,避免誤差與汙染天平。
- (4) 使用精密天平時,選用較小的稱藥容器,如果必須用到燒杯則使用 50 毫升小燒杯,減少空氣浮力所造成的誤差。
- (5) 當用藥匙添加試樣時小心添加,勿一次取量太多。若不愼加藥過量時,稱量容器中過量的藥品不可放回原本的藥品罐,否則可能會汙染藥品罐中的藥品。
- (6) 加熱過的試藥或容器,不可於高溫的狀態下置於天平上稱量,應降至室溫後再稱量。
- (7) 不可超載稱重。
- (8) 稱量完畢應關閉電源並清潔玻璃罩內外、溝槽、縫隙,蓋上天平罩。

12-5 問題與討論



- 1. 電子天平可分爲哪兩種?
- 2. 欲歸零需按天平上的哪一個鍵?
- 3. 欲稱量易揮發易潮解的藥品時,應如何操作才能避免誤差與汙染天平?
- 4. 請簡述稱差法的操作流程。

重量分析法器具認識 與重量分析程序

本章綱要

- 1. 概述
- 2. 重量分析器具之認識
- 3. 重量分析程序
- 4. 與沉澱有關的基本操作

學習目標

- 1. 認識重量分析法所使用的器具
- 2. 熟悉重量分析法的操作程序

13-1 概述

定性實驗能分辨出試樣中含有何種成分,定量實驗才能檢驗出各成分的含率,而且做得精確又準確。定量分析又分爲重量分析與容量分析,本章介紹重量分析法所使用的相關實驗器具並介紹重量分析的實驗程序。

13-2 重量分析器具之認識

• • •

定量分析實驗常用器具包括: (1) 一般化學實驗器具, (2) 定量分析實驗器具(包括重量分析實驗器具與容量分析實驗器具)。

一般化學實驗器具,例如:燒杯、錐形瓶、量筒、三角漏斗、洗瓶、錶玻片、玻棒、酒精燈、 滴管、試管、試管架、試管夾、試管刷、試劑瓶、藥杓、安全吸球、抽濾瓶、本生燈、研砵與杵、 溫度計等,其中僅有燒杯、錐形瓶、量筒、滴管、溫度計有量的觀念,前四者爲不準確的液量計, 不能用於定量分析,而溫度計是能量的測度非質量的測度,因此都不是定量分析實驗的分析器 具。

除了一般化學實驗器具外,定量分析最重要的實驗器具有二特點,其一就是要能夠準確稱重,故使用可讀至0.1 mg的精密天平,並且用一些可幫助準確稱量的器具,例如:稱量瓶、坩堝、無灰濾紙、烘箱、高溫爐、乾燥器等。其二就是要能夠準確量測液量,符合條件的液量計僅有量瓶、移液管、吸量管、滴定管。

容量分析器具(如量瓶、移液管、吸量管、滴定管)重視精確量測液體體積,於下冊中再詳加說明;重量分析比較重視精確的稱量重量,其相關的實驗器具,詳細說明如下:

1. 稱量瓶與坩堝

稱量瓶 (Weighing bottle 通常為玻璃製品)(圖 13-1),顧名思義,是稱量試樣或稱量基準試藥最適當的容器,常用的大小有 25 × 40 × 40 × 80 及 70 × 33 mm 三種,瓶蓋與瓶磨口配套,不能互換。有些試樣僅需在 200℃以下烘乾時,可用稱量瓶盛裝放入烘箱中烘乾,烘乾前稱量瓶及瓶蓋要編號,以免取出時錯拿,而導致分析偏差。

坩堝 (Crucible 通常爲瓷器製品)(圖 13-2),偶而也可當稱量試樣的容器,通常多用 於試樣須高溫灼熱時的盛裝容器,坩堝也要編號以免錯取。



▲ 圖 13-1 不同規格的稱量瓶



▲ 圖 13-2 坩堝

2. 無灰濾紙

重量分析時,常將過濾後的沉澱與濾紙 (Filter paper),放入坩堝中,灼燒至恆重,因 沉澱恆重=(坩堝+濾紙+沉澱)恆重-坩堝恆重

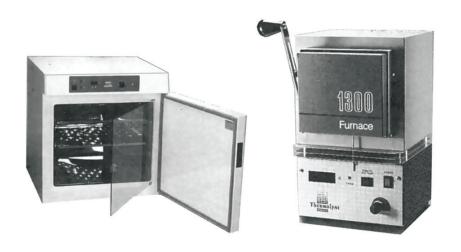
要使上式成立,條件是濾紙重≒0,也就是說濾紙經灼燒至恆重時,濾紙灰的重 ÷ 0,因此重量分析時,必須使用無灰濾紙(灰分重 ÷ 0)。由於要適合漏斗的大小(有 9 cm、11 cm 濾紙)、沉澱顆粒的粗細(濾紙濾孔大小不同),濾紙遂有許多不同的規格, 茲將定量用常用東洋濾紙列表如下:

| ∖æ∠n′ Ґ≅ ¥⊼ | 濾紙灰分(克/張) | | 速纸的速 力 () | Ш:А |
|-------------|-----------|---------|------------------|-------|
| 瀘紙種類 | 9cm 瀘紙 | 11cm 瀘紙 | - 濾紙的濾孔 (µm) | 用途 |
| No.4 | 0.00016 | 0.00022 | 0.6 | 抽氣過濾用 |
| No.5A | 0.00009 | 0.00016 | 3.8 | 粗大沉澱用 |
| No.5B | 0.00009 | 0.00016 | 2.2 | 一般定量用 |
| No.5C | 0.00009 | 0.00016 | 1.2 | 微粒沉澱用 |
| No.6 | 0.00006 | 0.00008 | 1.5 | 標準定量用 |
| No.7 | 0.00002 | 0.00004 | | 高級定量用 |

▼表 13-1 定量常用的東洋濾紙

3. 烘箱與高溫爐 (圖 13-3)

(1) 烘箱內的溫度設定:欲烘乾器皿,一般設定在80℃以上即可令濕的器皿快速烘乾, 但不建議超過100℃,因爲溫度太高將拉長冷卻到室溫的時間;若欲乾燥化學藥品, 溫度須在120℃以上,加熱2小時,才足以排除吸附在化學物表面的水分子。



▲ 圖 13-3 烘箱 (左圖)與高溫爐(右圖)

(2) 使用時注意事項:

- ① 注意烘箱與高溫爐所設定的溫度範圍,及有無漏電現象。
- ② 連接電源電壓為 110 V 或 220 V。
- ③ 注意置入烘箱與高溫爐的稱量瓶或坩堝有無編號。
- ④ 以坩堝夾夾取灼熱物(圖13-4)(必要時戴防護手套)
- ⑤ 易燃、易揮發物不能放入箱內,以避免爆炸。
- ⑥ 下層散熱板上不能放置物品,以免影響熱空氣對流。



▲ 圖 13-4 以坩堝夾將坩堝取出

4. 乾燥器 (圖 13-5)

經烘箱或高溫爐烘乾後的稱量瓶或坩堝及其內容物,必須用天平稱其重量。稱量時, 灼熱物將造成浮力極大的差異,而造成稱量的偏差,因此灼熱物必須放冷,但又不能吸 附水氣,故須在乾燥器 (Desiccator) 中放冷後取出迅速稱量。

乾燥器內部有乾燥劑,乾燥劑種類有矽膠、氧化鈣、氯化鈣等易吸水之物,頂蓋內側應塗上少量凡士林,使用時一手扶乾燥器、另一手滑開器蓋(不宜以掀開的方式)(圖13-6),用坩堝夾自烘箱或高溫爐取出灼熱物,放入乾燥器中。放入後器蓋不可全蓋,應留少許縫隙,一方面可讓熱氣逸出,另方面可平衡內外壓力,以免冷時驟開器蓋,造成塵土飛揚。放冷時間約30分鐘。



▲ 圖 13-5 乾燥器



▲ 圖 13-6 慢慢滑動乾燥器蓋子

13-3 重量分析程序

1. 試樣的處理

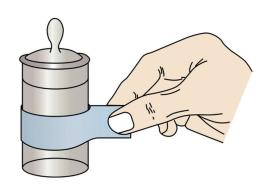
(1) 試樣的製備

不論是固體、液體或氣體,其總樣品 (Gross sample) 的採取,在現場宜均匀的採取樣 品的表面各點與裡面各點,大量採集的總樣品,再用縮分(Redution of sample)法,製 成較少量的試樣 (Sample)。

固體試樣,若成分均匀,可直接採樣。若成分不均匀,可置於容器中攪匀或搖匀, 再採取適當量做爲分析試樣。若是成分不均匀,顆粒大小又不等,可置於研砵(圖 13-7) 中用杵輕輕搗碎 (不可用力研磨,以免影響原試樣的含水量),再加以混匀(必 要時可過篩,除去大顆粒)後取樣。容器中的液體與氣體試樣,攪匀或搖匀後,即可 直接採樣。



▲ 圖 13-7 研缽與杵



▲ 圖 13-8 稱量瓶的正確拿法

(2) 試樣的稱取

稱取試樣的標準容器是稱量瓶,如圖 13-8 所示為稱量瓶的正確拿法,或是以紙片包 覆提拿,以免手上的油汗或灰塵沾黏於稱量瓶上,而導致稱量上的偏差。

定量分析實驗與一般的無機化學或有機化學實驗,最大的不同處,就是試樣或標準試 藥 (primary standard substance) 必須精稱,通常必須稱至 0.1 mg,因此不能用紙稱藥, 因試樣或基準試藥倒入容器中後,殘留在紙上的吸附藥末,就是稱重的誤差。因此必 須使用稱量瓶稱藥,使用稱量瓶是最標準的稱量方法,實驗時爲了避免殘留在瓶中的 試樣造成誤差,將稱量瓶中的藥倒入容器中後,須用指定溶劑將吸附於稱量瓶上的藥 末溶解,移入同容器中合併一起操作。亦可使用稱差法稱取試樣直接將殘留量扣除 (參考實驗十二)。

(3) 試料的溶解

稱取後的試樣或基準試藥,通常先用指定溶劑溶解,必要時可加熱助溶,惟需特別注 意,避免溶液因沸騰飛濺出容器外,造成定量上的誤差。

(4) 成分的分離

可能干擾的物質必須移除,才不致影響分析,或是有待定量分析的成分必須移出,才 方便分析。故成分的分離,常是定量分析時的一個重要步驟。常見的分離方法,分項

敘述如下:

① 揮發法

溶液中的水分可利用蒸發法分離,固體中的吸附水可利用烘乾法分離,固體中的 結晶水可高溫熱分解分離,混合物中的碘可用昇華法分離。

- ② 萃取法
 - 利用溶劑溶出混合物中的某些成分,而使不同成分分離。
- ③ 錯離子形成法 混合物中,有些成分可與指定試劑形成錯離子,其他成分則不變,因此得以分離。
- ④ 層析法 由於混合物中各成分對固定相和移動相的吸附力或溶解度不同,因而在固定相中 有不同的移動速率,因此得以分離。
- ⑤ 沉澱法利用沉澱劑,使某些成分生成沉澱,因此得以分離。

13-4 與沉澱有關的基本操作

重量分析常將待測物質經過前處理後再用沉澱劑處理成沉澱狀態,最後要將沉澱物灼燒至恆重後再稱重,因此與沉澱有關的基本操作是很重要的,若粗心大意的操作,必導致最後沉澱量的偏差,而影響分析的精確性與準確性。茲分項敘述如下:

1. 沉澱的牛成

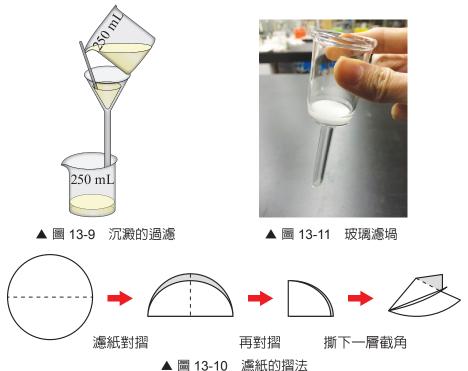
沉澱物的溶解度,因共同離子的加入而降低,因此沉澱劑的加入量,應比理論量稍多(約多10%),以促使沉澱完全。但切勿過量太多,因有些沉澱物可與沉澱劑形成錯離子,反而使沉澱量減少。

沉澱是否完全,可在其澄清液或濾液中滴加沉澱劑,檢視是否繼續產生沉澱而判定 之。沉澱完全後,最好靜置一段時間,或稍予加熱,不攪拌,以促使其顆粒長大,便於 過濾。

2. 沉澱的渦濾

過濾沉澱物時常使用重力過濾法(圖 13-9)或抽氣過濾法,前者過濾速度較慢,適用較大顆粒沉澱物的過濾,後者適用於顆粒較小或膠體沉澱物的過濾,可加速其過濾速度。過濾時常使用東洋 NO.5A、NO.5B、NO.5C 的無灰濾紙,濾紙摺法如下(圖 13-10):對摺二次,並將外側摺角撕去一小塊,打開即是一個圓錐狀,因爲摺痕少,濾紙平滑,過濾所得到的固體比較容易收集。

若沉澱物以濾紙過濾再經灼燒的過程易分解或變質,則可利用玻璃濾堝(圖 13-11) 代替濾紙來過濾沉澱物。



3. 沉澱的洗滌

因共沉澱現象,常使沉澱中含有夾雜物。少量沉澱或夾雜較少的沉澱,可用指定洗 液,直接沖洗濾紙或玻璃濾堝上的沉澱,直到其濾液檢驗無夾雜共沉澱物爲止。

如果沉澱量很多或夾雜物很多,直接在濾紙上用洗液沖洗沉澱可能難以洗除夾雜物。 可將沉澱移置燒杯中,用指定溶劑溶解夾雜物,再過濾一次,就可得較純淨的沉澱。

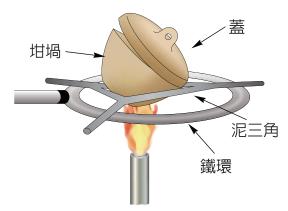
4. 沉澱的恆重測定

以濾紙或是玻璃濾堝渦濾後的沉澱物,需測其重量至恆重,茲分項詳述如下:

- (1) 以濾紙過濾沉澱物之測定恆重過程
 - ① 將坩堝洗淨,經烘乾、灼燒,放入乾燥器中冷卻、稱重,重複上述步驟直到恆重 (W_0) °
 - ② 將沉澱連同包裹的濾紙放入恆重的坩堝中,以鐵架與鐵環支撐泥三角,將前述盛 有濾紙及沉澱的坩堝放在泥三角上,坩堝卡在泥三角的三角形洞中(圖 13-12), 使坩堝蓋約 2/3,用本生燈在坩堝下小火加熱(圖 13-13),時時注意,務必使濾紙 冒煙碳化,但不可著火,以免沉澱隨火飛揚,導致定量上產生誤差。



▲ 圖 13-12 泥三角



▲ 圖 13-13 濾紙的燒化

- ③ 將燒去濾紙的沉澱與坩堝,坩堝用蓋子全蓋上,放入高溫爐中,依指定溫度強熱之,取出後置於乾燥器中冷卻並稱重,重複步驟③直到恆重(W₁)。
- ④ 將沉澱與坩堝總重 (W_1) 扣除坩堝重 (W_0) ,可求得最終穩定的沉澱物重,便可計算試樣中待測成分含量。
- (2) 以玻璃濾堝過濾沉澱物之測定恆重過程
 - ① 將玻璃濾堝洗淨,經烘乾、冷卻、稱重,重複上述步驟直到恆重(W₀)。
 - ② 將裝有沉澱的玻璃濾堝依前一步驟,經烘乾、冷卻,稱重直到恆重(W,)。
 - ③ 將沉澱與玻璃濾堝總重 (W_1) 扣除玻璃濾堝重 (W_0) ,可求得沉澱物重,便可計算 試樣中待測成分含量。

13-5 問題與討論

• • •

- 1. 重量分析實驗與定性分析實驗對於樣品稱取的標準有什麼不同?
- 2. 乾燥器吸收水分的原理爲何?
- 3. 使待測物質沉澱的過程中,加入的沉澱劑爲何必須過量約 10%?
- 4. 如何減小共沉澱現象造成的實驗誤差?
- 5. 沉澱恆重測定實驗中,以本生燈燒去濾紙需搭配哪些實驗器材?

Chapter

碳酸鈣試樣中鈣的含量百分率測定

本章綱要

- 1. 坩堝的恆重測定
- 2. 碳酸鈣試樣中鈣的含量百分率測定

學習目標

熟悉以重量分析法測定碳酸鈣中鈣含量百分率之 原理與實驗過程

14-1 原理

• • •

將碳酸鈣試樣溶於酸中,以稀氨水中和並使呈微鹼性,加入草酸銨當沉澱劑,即得草酸鈣 沉澱。將沉澱過濾後,經烘乾、灼燒、放冷稱重、測沉澱物的恆重。其反應原理如下:

$$CaCO_3 + 2H^+ \rightarrow Ca^{2+} + CO_2 \uparrow + H_2O$$
 $Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} + H_2O \rightarrow CaC_2O_4 \cdot H_2O \downarrow (白色沉澱)$
 $CaC_2O_4 \cdot H_2O \xrightarrow{200^{\circ}C} CaC_2O_4 + H_2O$
 $CaC_2O_4 \xrightarrow{500^{\circ}C} CaCO_3 + CO \uparrow$
 $CaCO_3 \xrightarrow{1000^{\circ}C 以 \to} CaO + CO_2 \uparrow$

精稱碳酸鈣試樣,用稀鹽酸溶解,加熱驅除 CO_2 ,用 NH_4OH 中和並至微鹼性,加 $(NH_4)_2C_2O_4$ 至沉澱完全並過量之,煮沸讓沉澱長大,過濾並用稀 $(NH_4)_2C_2O_4$ 洗滌沉澱,沉澱放入恆重的坩堝中,經烘乾、燒去濾紙、 1100° C 高溫灼熱,放冷稱重再灼燒、冷卻、稱量,直到恆重爲止。 鈣的含量百分率計算式陳述於下:

$$\begin{split} & \text{Ca\%} = \frac{ & (W_{\text{HM+CaO}} - W_{\text{HM}}) \times \frac{M_{\text{Ca}}}{M_{\text{CaO}}} }{W_{\text{Slik}}} \times 100\% \\ & = \frac{W_{\text{CaO}} \times \frac{M_{\text{Ca}}}{M_{\text{CaO}}}}{W_{\text{Slik}}} \times 100\% \\ & = \frac{W_{\text{CaO}} \times \frac{40.078}{56.077}}{W_{\text{Slik}}} \times 100\% \end{split}$$

W ## : 坩堝恆重

W_{坩堝+CaO}:坩堝與氧化鈣總重

W_{CaO}: CaO 重

W_{試樣}: CaCO₃ 試樣重

M_{Ca}: Ca 原子量

M_{CaO}: CaO 式量

14-2 藥品與器材

1. 藥品

| 藥品 | 配製方法 | 配額 |
|--|---|----------|
| 碳酸鈣試樣 | 純碳酸鈣與其他雜質(例如氯化銨)研磨混合 | 0.5g/組 |
| 3 M HCl | 250 mL 濃 HCl + 蒸餾水→ 1000 mL | 20 mL /組 |
| 甲基橙指示劑 | 0.1 克甲基橙粉末溶於 100 mL 的熱水中。 | 3滴/組 |
| 6 M NH₄OH | 400 mL 濃氨水 + 蒸餾水→ 1000 mL | 30 mL /組 |
| 飽和 (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ | 約 1000 mL 的純水中,逐量加入 (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ ,邊加邊攪,直 飽和 (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ 不溶爲止,實驗時僅取上層澄清溶液使 用。 | |
| 0.1% (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ | 1 克 (NH₄)₂C₂O₄ 溶於 1000 mL 的純水中。 | 20 mL /組 |
| 0.1 M AgNO ₃ | 1.7 克 AgNO ₃ + 蒸餾水→ 100 mL | 5 mL /組 |

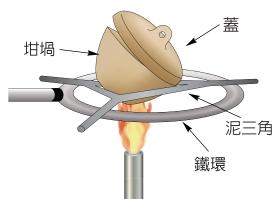
2. 每組常備器材外之其他器材

| 品名 | 規格 | 配額 |
|-----------|--------|------|
| 坩堝 | 瓷製 | 1個/組 |
| 本生燈 | 金屬製 | 1個/組 |
| 泥三角 | | 1個/組 |
| 鐵架 | | 1個/組 |
| 鐵環 | | 1個/組 |
| 高溫爐 | 800 W | 2個/班 |
| 坩堝鉗 | 金屬製 | 1個/組 |
| 防燙手套 | 棉質手套 | 1個/組 |
| 乾燥器 & 乾燥劑 | 矽膠當乾燥劑 | 2個/班 |
| 濾紙 | 無灰濾紙 | 2張/組 |
| 稱量瓶 | 10 mL | 1個/組 |
| 抽氣過濾裝置 | | 1組/組 |
| 燒杯 | 250 mL | 1個/組 |

- 1. 坩堝的恆重測定:經清洗、小火烘乾、灼熱、放入乾燥器冷卻、稱重。再灼熱 約 20 分鐘,放入乾燥器中放冷約 30 分鐘再稱重,至恆重爲止,並記錄重量。
- 2. 精稱碳酸鈣試樣約 0.5 克,將試樣完全移入乾淨的 250 mL 燒杯中。
- 3. 加約 10 mL 純水,將 3 M HCl 慢慢滴入,並攪拌直到試樣完全溶解。試樣全溶解後,再加純水 50 mL,將溶液加熱至沸騰以驅除 CO₂。
- 4. 加 3 滴甲基橙指示劑,逐滴加入 6 M 氨水至溶液由紅色變成黃色爲止。緩慢滴入熱飽和 $(NH_4)_2C_2O_4$ 溶液至沉澱完全,再多加過量約 10% 的熱飽和 $(NH_4)_2C_2O_4$ 溶液,煮沸 20 分鐘使沉澱顆粒長大。
- 5. 抽氣過濾 (圖 14-1),並用約 0.1% 的 $(NH_4)_2C_2O_4$ 溶液洗滌沉澱,直到洗後的濾液不再含 Cl^- 爲止 (可用 0.1 M $AgNO_3$ 溶液檢驗)。







▲ 圖 14-2 濾紙的燒化

- 6. 沉澱連同包裹的濾紙,放入恆重的坩堝中,以小火使濾紙冒煙碳化(圖 14-2)。
- 7. 將坩堝加蓋,於 1100°C 高溫爐中灼燒成 CaO,放冷稱重。
- 8. 再灼燒、冷卻、稱量直到恆重爲止,並記錄重量。
- 9. 計算試樣中含鈣的重量百分率。

14-4 實驗結果

1. 紀錄

| 項目 | 重量 (g) |
|-------------|--------|
| 碳酸鈣試樣 | |
| 坩堝恆重 | |
| 坩堝 + CaO 恆重 | |
| CaO 重 | |

2. 計算

Ca% = ______ %

計算式:

| 14-5 | 問題與討 | 論 |
|------|------|---------|
| 1 0 | | i Milin |

- 1. 含 Ca^{2+} 的溶液中要加入 $(NH_4)_2C_2O_4$ 沉澱劑前, 爲何要先驅除 CO_3 ?
- 2. 爲何加入熱的飽和 $(NH_4)_2C_2O_4$ 至沉澱完全後,還要再加過量約 10% $(NH_4)_2C_2O_4$?

生活應用題

研究指出,蛋殼富含鈣質,經過妥善的加工處理之後可以拿來食用。其實,蛋殼主 要成分是碳酸鈣,某生想知道家中常吃的雞蛋蛋殼中鈣含量有多少,請簡述他如何以本 實驗的分析方法得知蛋殼中的含鈣量呢?

筆記頁 NOTE

| | |
|------|------|
| | |
| | |
| | |
| | |

Chapter 55

可溶性氯化物中含氯量分析

本章綱要

- 1. 玻璃濾堝的恆重測定
- 可溶性氯化物中含氯量 分析

學習目標

熟悉以重量分析法測定可溶性氯化物中氯的含量百分率之原理與實驗過程

15-1 原理

• • •

可溶性氯化物的溶液,加入過量 $AgNO_3$ 溶液,形成 AgCl 沉澱,將沉澱烘乾至恆重,即可求出氯的含量。

$$C1\% = \frac{W_{\text{AgCl}} \times \frac{M_{\text{Cl}}}{M_{\text{AgCl}}}}{W_{\text{idff}}} \times 100\% = \frac{W_{\text{AgCl}} \times \frac{35.5}{143.5}}{W_{\text{idff}}} \times 100\%$$

W_{AgCl} :AgCl 沉澱重

W 試樣 : NaCl 試樣重

M_{Cl} : Cl 原子量

 M_{AgCl} :AgCl 式量

AgCl 在高溫時易被有機物還原,因此不能用濾紙過濾(濾紙主成分纖維素爲有機物)後再燒去濾紙,故通常用玻璃濾堝過濾,AgCl 沉澱加熱至 110℃,30 分鐘以上,除去吸附水即可,不需高溫強熱之。

剛生成的 AgCl 為凝乳狀,但在約 80° 及 HNO_3 的酸性溶液中,會凝結成容易過濾的較大粒狀沉澱,並可減少共沉物的產生。

15-2 藥品與器材

1. 藥品

| 藥品 | 配製方法 | 配額 |
|-------------------------|--|---------|
| NaCl 試樣 | 純氯化鈉與其他雜質研磨混合 | 0.2 g/組 |
| 6 M HNO ₃ | 38 mL 濃 HNO ₃ + 蒸餾水→ 100 mL。 | 1 mL/組 |
| 0.1 M AgNO ₃ | 取 17 g AgNO ₃ + 蒸餾水→ 1000 mL,需貯存於棕色瓶。 | 40 mL/組 |
| 0.01 M HNO ₃ | 7 mL 濃 HNO ₃ + 蒸餾水→ 100 mL 成 1 M HNO ₃ 。 再取 5 mL 的 1 M HNO ₃ + 蒸餾水稀釋至 500 mL | 20 mL/組 |
| 0.1 M HCl | 1 mL 濃鹽酸 + 蒸餾水→ 100 mL。 | 1 mL/組 |

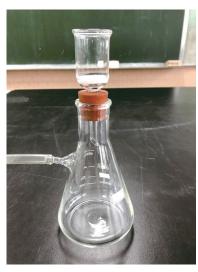
2. 每組常備器材外之其他器材

| 品名 | 規格 | 配額 |
|-----------|-----------|------|
| 玻璃濾堝 | G3 玻璃濾堝 | 1個/組 |
| 烘箱 | | 2個/班 |
| 防燙手套 | 棉質手套 | 1個/組 |
| 乾燥器 & 乾燥劑 | | 2個/班 |
| 燒杯 | 500 mL | 1個/組 |
| 量筒 | 100 mL | 1個/組 |
| 量筒 | 10 mL | 1個/組 |
| 抽氣過濾裝置 | | 1組/組 |
| 加熱裝置 | 本生燈或加熱板 | 1台/組 |
| 鐵架 | | 1個/組 |
| 溫度計 | 100℃酒精溫度計 | 1支/組 |

玻璃濾堝的恆重測定:玻璃濾堝(圖 15-1)經清洗後於烘箱中加熱 30 分鐘(溫度設定 105 ~ 110℃)後取出放入乾燥器冷卻、稱重。重複數次直至玻璃濾堝恆重爲止。







▲ 圖 15-2 玻璃濾堝結合抽氣過濾裝置

- 2. 精秤約 0.2 g NaCl 試樣,倒入 500 mL 燒杯中,加入 100 mL 蒸餾水和 1 mL 6 M HNO,, 攪拌使試樣溶解。
- 3. 在試樣溶液中滴入 0.1 M AgNO₃ 溶液,同時不停攪拌,等 AgCl 完全沉澱後,停止攪拌,在上層澄清液中滴少許 0.1 M AgNO₃ 溶液,確定沒有白色沉澱再產生,多加入 1 mL 的 0.1 M AgNO₃ 溶液。
- 4. 將試樣溶液加熱至約 80°C並不停攪拌溶液,直到沉澱沉降而沉澱上方液體透明 爲止。
- 5. 將溶液倒入玻璃濾堝,以抽氣過濾法進行過濾(圖 15-2)。
- 6. 以 0.01 M HNO₃ 溶液洗滌沉澱數次,直到濾液滴加 1 滴 0.1 M HCl 而不會混濁 爲止。
- 7. 將玻璃濾堝連同沉澱置於烘箱中,烘箱內溫度控制在 105 ~ 110℃,30 分鐘後 取出玻璃濾堝置於乾燥器中放冷、秤重。
- 8. 再放入烘箱、取出冷卻、秤重直到恆重爲止,記錄玻璃濾堝加 AgCl 沉澱重。
- 9. 計算試樣中含氯的重量百分率。

15-4 實驗結果

1. 紀錄

| 項目 | 重量 (g) |
|----------------|--------|
| NaCl 試樣 | |
| 玻璃濾堝 | |
| 玻璃濾堝 + AgCl 沉澱 | |
| AgCl 沉澱 | |

| | 11gC1 1/11/19 | |
|-------------|---------------|--|
| 計算 Cl% = | _ % | |
| 計算式: | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

15-5 問題與討論

- 1. 爲何在 AgCl 沉澱之前,必須先加入 HNO3 酸化試樣溶液?
- 2. 實驗過程中產生的 AgCl 應避免強光直射,爲什麼?
- 3. 爲何加入過量 AgNO, 溶液後, 才可以加熱溶液?
- 4. 以 0.01 M HNO₃ 洗滌沉澱, 濾液加 0.1 M HCI 時產生混濁的現象,表示濾液中仍含有哪一種物質?

生活應用題

依經濟部標準檢驗局規定混凝土中水溶性氯離子含量為每1立方公尺中不得超過0.15公斤,若超過此量即為俗稱之海砂屋,短期會使牆面產生壁癌,長期則會加速腐蝕鋼筋,造成混凝土塊剝落,嚴重損害房屋的結構體。若某生於工地中拿到混凝土拌合物試樣,若能用一些方法(例如強力震動)讓混凝土拌和水(含氯離子)泌出於混凝土的表面,理論上(見附註),思考氯離子的化學特性,他如何以本實驗的分析方法得知混凝土中的氯離子含量呢?

附註:就此實驗的化學原理思考,先不探究細部可行性與準確度問題。原因如下:欲分析含氯固體試樣,在傳統分析法中,容量分析法(見下冊)比重量分析法來的方便、準確。況且,即使此混凝土試樣氯含量達標(每1立方公尺試樣中含氯 0.15 公斤),以混凝土密度 2200 kg/m³ 換算出氯離子的重量百分率不到 0.01%,因此,利用重量分析法所得到的沉澱量很少,實驗誤差很大。而現今在業界有專門海砂屋鑑定儀器,可準確測知含氯量。

APPENDIX

附錄

原子量表 溶度積表 週期表

原子量表

| 原子序 | 中文名稱 | 英文名稱 | 元素符號 | 音 | 讀音 | 原子量 |
|-----|------|------------|------|-------------------|----|--------------|
| 1 | 氫 | hydrogen | Н | くーム | 輕 | 1.008 |
| 2 | 氦 | helium | He | 厂历、 | 亥 | 4.002602 |
| 3 | 鋰 | lithium | Li | カー ˇ | 里 | 6.94 |
| 4 | 鈹 | beryllium | Ве | ター / | 皮 | 9.0121831 |
| 5 | 硼 | boron | В | タム / | 朋 | 10.81 |
| 6 | 碳 | carbon | С | 太号 \ | 炭 | 12.011 |
| 7 | 氮 | nitrogen | N | 勿号 \ | 淡 | 14.007 |
| 8 | 氧 | oxygen | 0 | 一九ˇ | 養 | 15.999 |
| 9 | 氟 | fluorine | F | ロメ / | 弗 | 18.998403163 |
| 10 | 氖 | neon | Ne | 35° | 乃 | 20.1797 |
| 11 | 鈉 | sodium | Na | 3Y \ | 納 | 22.98976928 |
| 12 | 鎂 | magnesium | Mg | Π\° | 美 | 24.305 |
| 13 | 鋁 | aluminium | Al | カロ ˇ | 呂 | 26.9815384 |
| 14 | 矽 | silicon | Si | T一、 | タ | 28.085 |
| 15 | 磷 | phosphorus | Р | カーワ / | 鄰 | 30.973761998 |
| 16 | 硫 | sulfur | S | カーヌ / | 流 | 32.06 |
| 17 | 氯 | chlorine | CI | カロ ヽ | 緑 | 35.45 |
| 18 | 氬 | argon | Ar | -Y · | 亞 | 39.948 |
| 19 | 鉀 | potassium | K | Ч−Y ° | 甲 | 39.0983 |
| 20 | 鈣 | calcium | Ca | (() 5 () | 丐 | 40.078 |
| 21 | 鈧 | scandium | Sc | 万尤 、 | 亢 | 44.955908 |
| 22 | 鈦 | titanium | Ti | 去 历 \ | 太 | 47.867 |
| 23 | 釠 | vanadium | V | 匚马 / | 凡 | 50.9415 |
| 24 | 鉻 | chromium | Cr | ((さ) | 各 | 51.9961 |
| 25 | 錳 | manganese | Mn | ΠLˇ | 猛 | 54.938043 |
| 26 | 鐵 | iron | Fe | 右一せ [*] | 帖 | 55.845 |
| 27 | 鈷 | cobalt | Co | << × | 姑 | 58.933194 |
| 28 | 鎳 | nickel | Ni | 3ーせ 、 | 臬 | 58.6934 |
| 29 | 銅 | copper | Cu | ムメ ム / | 同 | 63.546 |
| 30 | 鋅 | zinc | Zn | Tーワ | 辛 | 65.38 |
| 31 | 鎵 | gallium | Ga | 4-Y | 家 | 69.723 |
| 32 | 鍺 | germanium | Ge | 出さ * | 者 | 72.630 |
| 33 | 砷 | arsenic | As | アワ | 申 | 74.921595 |
| 34 | 硒 | selenium | Se | T- | 西 | 78.971 |
| 35 | 溴 | bromine | Br | Tースヽ | 嗅 | 79.904 |
| 36 | 氪 | krypton | Kr | でさ 、 | 克 | 83.798 |
| 37 | 銣 | rubidium | Rb | OX / | 如 | 85.4678 |
| 38 | 鍶 | strontium | Sr | 4 | 思 | 87.62 |
| 39 | 釔 | yttrium | Y | _ · | Z | 88.90584 |
| 40 | 鋯 | zirconium | Zr | ((幺) | 告 | 91.224 |



| 41 42 43 44 45 46 47 48 | 部 | niobium molybdenum technetium ruthenium rhodium palladium | Nb Mo Tc Ru Rh | 3-/ | 尼 目 塔 | 92.90637 95.95 |
|--|------------------|---|----------------------------|------------------|-------------|-------------------|
| 43 44 45 46 47 | | technetium ruthenium rhodium | Tc Ru | 去Yˇ | | |
| 44 45 46 47 | 舒 銠 鈀 銀 | ruthenium rhodium | Ru | | 塔 | [07]* |
| 45 46 47 | 銠 | rhodium | | 11 4 | | [97]* |
| 46 47 | 鈀銀 | | Rh | 为一幺 ˇ | 了 | 101.07 |
| 47 | 銀 | palladium | | 为幺 ˇ | 老 | 102.90549 |
| | | | Pd | 5Υ | 巴 | 106.42 |
| 48 | <u> </u> | silver | Ag | ーケィ | 吟 | 107.8682 |
| | 鎘 | cadmium | Cd | ((さ / | 隔 | 112.414 |
| 49 | 銦 | indium | In | ーり | 因 | 114.818 |
| 50 | 錫 | tin | Sn | T-/ | 席 | 118.710 |
| 51 | 銻 | antimony | Sb | ムー ヽ | 替 | 121.760 |
| 52 | 碲 | tellurium | Te | カー ヽ | 帝 | 127.60 |
| 53 | 碘 | iodine | I | 为一马 [、] | 典 | 126.90447 |
| 54 | 氙 | xenon | Xe | T一马 | 仙 | 131.293 |
| 55 | 銫 | caesium | Cs | ムさ、 | 色 | 132.90545196 |
| 56 | 鋇 | barium | Ва | ク て、 | 貝 | 137.327 |
| 57 | 鑭 | lanthanum | La | 为马 / | 闌 | 138.90547 |
| 58 | 鈰 | cerium | Ce | アヽ | 市 | 140.116 |
| 59 | 鐠 | praseodymium | Pr | 幺× ˇ | 普 | 140.90766 |
| 60 | 釹 | neodymium | Nd | 3U° | 女 | 144.242 |
| 61 | 鉅 | promethium | Pm | タで [×] | | [145] |
| 62 | 釤 | samarium | Sm | 尸马 | 杉 | 150.36 |
| 63 | 銪 | europium | Eu | ーヌ゛ | 有 | 151.964 |
| 64 | 釓 | gadolinium | Gd | << Y ✓ | 軋 | 157.25 |
| 65 | 錻 | terbium | Tb | 去さ 、 | 特 | 158.925354 |
| 66 | 鏑 | dysprosium | Dy | 分一 | 滴 | 162.500 |
| 67 | 鈥 | holmium | Но | 厂XZ 、 | 火 | 164.930328 |
| 68 | 鉺 | erbium | Er | 儿ˇ | 耳 | 167.259 |
| 69 | 銩 | thulium | Tm | カーヌ | 丢 | 168.934218 |
| 70 | 鐿 | ytterbium | Yb | - \ | 意 | 173.045 |
| 71 | 鎦 | lutetium | Lu | カーヌィ | 留 | 174.9668 |
| 72 | 鈴 | hafnium | Hf | ΓY | 哈 | 178.49 |
| 73 | 鉭 | tantalum | Та | 为马、 | 旦 | 180.94788 |
| 74 | 鎢 | tungsten | W | Х | 鳥 | 183.84 |
| 75 | 錸 | rhenium | Re | 为历 / | 來 | 186.207 |
| 76 | 鋨 | osmium | Os | さィ | 娥 | 190.23 |
| 77 | 銥 | iridium | lr | _ | 衣 | 192.217 |
| 78 | 鉑 | platinum | Pt | ク で / | 伯 | 195.084 |
| 79 | 金 | gold | Au | リーケ | 今 | 196.966570 |
| 80 | 汞 | mercury 最長的同位素之質量數作 | Hg | ベメ ム゛ | 拱 | 200.592 |

^{*}部分元素不穩定,取半衰期最長的同位素之質量數作爲原子量,以[]表示。

原子量表

| 原子序 | 中文名稱 | 英文名稱 | 元素符號 | 音 | 讀音 | 原子量 |
|-----|------|---------------|------|---------------|----------|-----------|
| 81 | 鉈 | thallium | TI | 去Y | 他 | 204.38 |
| 82 | 鉛 | lead | Pb | くー弓 | 干 | 207.2 |
| 83 | 鉍 | bismuth | Bi | ケー、 | 业 | 208.98040 |
| 84 | 釙 | polonium | Ро | 夕ごへ | 破 | [209] |
| 85 | 砈 | astatine | At | さ、 | 厄 | [210] |
| 86 | 氡 | radon | Rn | カメム | 冬 | [222] |
| 87 | 鍅 | francium | Fr | ĽΥ˙ | 法 | [223] |
| 88 | 鐳 | radium | Ra | カ乀 / | 雷 | [226] |
| 89 | 鉚 | actinium | Ac | Υ | 冏 | [227] |
| 90 | 鉒 | thorium | Th | 去ס | 土 | 232.0377 |
| 91 | 鏷 | protactinium | Pa | タメ / | 僕 | 231.03588 |
| 92 | 鈾 | uranium | U | ーヌヽ | 又 | 238.02891 |
| 93 | 錼 | neptunium | Np | 355、 | 奈 | [237] |
| 94 | 鈽 | plutonium | Pu | クメ ヽ | 布 | [244] |
| 95 | 鋂 | americium | Am | ロスィ | 梅 | [243] |
| 96 | 鋦 | curium | Cm | 447 | 局 | [247] |
| 97 | 鉳 | berkelium | Bk | 夕乀 × | 北 | [247] |
| 98 | 鉲 | californium | Cf | 5Y× | + | [251] |
| 99 | 鑀 | einsteinium | Es | 历 、 | 愛 | [252] |
| 100 | 鐨 | fermium | Fm | に 入 ヽ | 費 | [257] |
| 101 | 鍆 | mendelevium | Md | Πケィ | 門 | [258] |
| 102 | 鍩 | nobelium | No | ろメご \ | 諾 | [259] |
| 103 | 鏳 | lawrencium | Lr | 为幺 / | 勞 | [262] |
| 104 | 鑪 | rutherfordium | Rf | カメ / | 盧 | [267] |
| 105 | 釷 | dubnium | Db | カメ ヽ | 杜 | [270] |
| 106 | 遶 | seaborgium | Sg | T- * | 喜 | [269] |
| 107 | 鈹 | bohrium | Bh | 夕ご | 波 | [270] |
| 108 | 鏍 | hassium | Hs | 厂乀 | 黑 | [270] |
| 109 | 窭 | meitnerium | Mt | 口牙丶 | 麥 | [278] |
| 110 | 鐽 | darmstadtium | Ds | 勿丫 ✓ | 達 | [281] |
| 111 | 錀 | roentgenium | Rg | カメワィ | 龠 | [281] |
| 112 | 鎶 | copernicium | Cn | ((さ | 哥 | [285] |
| 114 | 鈇 | flerovium | FI | ロメ | 夫 | [286] |
| 116 | 鉝 | livermorium | Lv | カー ヽ | <u> </u> | [289] |
| 113 | 鉨 | nihonium | Nh | 3- ° | 你 | [289] |
| 115 | 鏌 | moscovium | Мс | пг 🗸 | 莫 | [293] |
| 117 | 石田 | tennessine | Ts | 七一 号 / | 田 | [293] |
| 118 | 鿫 | oganesson | Og | 幺、 | 澳 | [294] |

溶度積表 …

| 化合物學名 | 化學式 | K _{SP} (25°C) |
|-------------------------------------|-----------------------------------|-------------------------|
| 氫氧化鋁 (aluminum hydroxide) | Al(OH) ₃ | 3 × 10 ⁻³⁴ |
| 碳酸鋇 (barium carbonate) | BaCO ₃ | 5.0 × 10 ⁻⁹ |
| 鉻酸鋇 (barium chromate) | BaCrO ₄ | 2.1 × 10 ⁻¹⁰ |
| 草酸鋇 (barium oxalate) | BaC ₂ O ₄ | 1 × 10 ⁻⁶ |
| 硫酸鋇 (barium sulfate) | BaSO ₄ | 1.1 × 10 ⁻¹⁰ |
| 氫氧化鎘 (cadmium hydroxide) | Cd(OH) ₂ | 4.5×10^{-15} |
| 硫化鎘 (cadmium sulfide) | CdS | 1 × 10 ⁻²⁷ |
| 碳酸鈣 (calcium carbonate) | CaCO ₃ | 4.5 × 10 ⁻⁹ |
| 氟化鈣 (calcium fluoride) | CaF ₂ | 3.9 × 10 ⁻¹¹ |
| 氫氧化鈣 (calcium hydroxide) | Ca (OH) ₂ | 6.5 × 10 ⁻⁶ |
| 硫酸鈣 (calcium sulfate) | CaSO ₄ | 2.4 × 10 ⁻⁵ |
| 碳酸亞鈷 (cobalt(II) carbonate) | CoCO ₃ | 1.0 × 10 ⁻¹⁰ |
| 氫氧化亞鈷 (cobalt(II) hydroxide) | Co(OH) ₂ | 1.3 × 10 ⁻¹⁵ |
| 氫氧化銅 (cobalt(II) hydroxide) | Cu(OH) ₂ | 4.8 × 10 ⁻²⁰ |
| 硫化銅 (copper(II) sulfide) | CuS | 8 × 10 ⁻³⁷ |
| 氫氧化亞鐵 (iron(II) hydroxide) | Fe(OH) ₂ | 4.1 × 10 ⁻¹⁵ |
| 硫化亞鐵 (iron(II) sulfide) | FeS | 8 × 10 ⁻¹⁹ |
| 氫氧化鐵 (iron(III) hydroxide) | Fe(OH)₃ | 2 × 10 ⁻³⁹ |
| 碳酸鉛 (lead carbonate) | PbCO ₃ | 7.4×10^{-14} |
| 氯化鉛 (lead chloride) | PbCl ₂ | 1.7 × 10 ⁻⁵ |
| 鉻酸鉛 (lead chromate) | PbCrO ₄ | 3 × 10 ⁻¹³ |
| 碘化鉛 (lead iodide) | Pbl ₂ | 7.9 × 10 ⁻⁹ |
| 草酸鉛 (lead oxalate) | PbC ₂ O ₄ | 8.5 × 10 ⁻⁹ |
| 硫酸鉛 (lead sulfate) | PbSO ₄ | 1.6 × 10 ⁻⁸ |
| 硫化鉛 (lead sulfide) | PbS | 3 × 10 ⁻²⁸ |
| 硫酸銨鎂 (magnesium ammonium phosphate) | MgNH ₄ PO ₄ | 3 × 10 ⁻¹³ |
| 碳酸鎂 (magnesium carbonate) | MgCO ₃ | 3.5 × 10 ⁻⁸ |
| 氫氧化鎂 (magnesium hydroxide) | Mg(OH) ₂ | 7.1×10^{-12} |
| 氫氧化亞錳 (manganese hydroxide) | Mn(OH) ₂ | 2 × 10 ⁻¹³ |
| 氯化亞汞 (mercury(I) chloride) | Hg ₂ Cl ₂ | 1.2 × 10 ⁻¹⁸ |
| 硫化汞 (mercury(II) sulfide) | HgS | 2 × 10 ⁻⁵³ |
| 碳酸鎳 (nickel carbonate) | NiCO₃ | 1.3 × 10 ⁻⁷ |
| 氫氧化鎳 (nickel hydroxide) | Ni(OH) ₂ | 6 × 10 ⁻¹⁶ |
| 砷酸銀 (silver arsenate) | Ag ₃ AsO ₄ | 6 × 10 ⁻²³ |
| 溴化銀 (silver bromide) | AgBr | 5.0×10^{-13} |
| 碳酸銀 (silver carbonate) | Ag ₂ CO ₃ | 8.1 × 10 ⁻¹² |
| 氯化銀 (silver chloride) | AgCl | 1.8×10^{-10} |
| 鉻酸銀 (silver chromate) | Ag ₂ CrO ₄ | 1.2 × 10 ⁻¹² |

溶度積表

| 化合物學名 | 化學式 | K _{SP} (25°C) |
|---------------------------|---------------------------------|-------------------------|
| 氰化銀 (silver cyanide) | AgCN | 2.2×10^{-16} |
| 碘化銀 (silver iodide) | AgI | 8.3×10^{-17} |
| 硫化銀 (silver sulfide) | Ag₂S | 8 × 10 ⁻⁵¹ |
| 碳酸鍶 (strontium carbonate) | SrCO ₃ | 9.3×10^{-10} |
| 草酸鍶 (strontium oxalate) | SrC ₂ O ₄ | 5 × 10 ⁻⁸ |
| 硫酸鍶 (strontium sulfate) | SrSO ₄ | 3.2×10^{-7} |
| 碳酸鋅 (zinc carbonate) | ZnCO ₃ | 1.0 × 10 ⁻¹⁰ |
| 氫氧化鋅 (zinc hydroxide) | Zn(OH) ₂ | 3.0×10^{-16} |
| 草酸鋅 (zinc oxalate) | ZnC ₂ O ₄ | 8 × 10 ⁻⁹ |
| 硫化鋅 (zinc sulfide) | ZnS | 2 × 10 ⁻²⁵ |

| | • • | • |
|--------|-----|---|
| 週期表 | • • | • |
| 人之六月七天 | • • | • |

| 18 VIIIA | 2 氯 He 4.003 | 凯 Ne 20.18 | 18 氫 Ar 39.95 | 36 氯 Kr 83.80 | 54 ii Xe 131.3 | ** 86 氢 Rn (222) | 李118 氫 0g (294) | | |
|----------------------|--|---------------------|-----------------------------|----------------------------------|------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------|---|--------------------------------------|
| | 17 VIIIA | 無 19.00 | 17 氯.Cl 35.45 | 35 漠 Br 79.90 | 53 锤 I 126.9 | ** 85 硕 At (210) | ☆ 117 翻 Ts (293) | 71 鎦 Lu 175.0 | ☆ 103 鎌 Lr (262) |
| | 16 VIA 8 | 章 0 16.00 | 16 新 S 32.06 | 34 | 52 帝 Te 127.6 | 李 84 | ☆116 | 70 鏡 Yb 173.0 | ₹ 102 網 No (259) |
| | 15 VA | 顺 14.01 | 15 霧 P 30.97 | 33 爾 As 74.92 | 51 箫 Sb 121.8 | 83 越 Bi 209.0 | ☆ 115 鎮 Mc (289) | 69 錶 Tm 168.9 | 李 101 翻 Md (258) |
| | 14 IVA | 蒙 C 12.01 | 14 码 Si 28.09 | 32 諸 Ge 72.63 | 50 錫 Sn 118.7 | 82 郐 Pb 207.2 | ★114 鉄 FI (289) | 68 鎮 Er 167.3 | ☆ 100 靅 Fm (257) |
| | 13 IIIA | 疆 B 10.81 | 13 錇 Al 26.98 | 31 該 Ga 69.72 | 49 途 In 114.8 | 81 錠 TI 204.4 | ☆ 113 舒 Nh (286) | 67 (数 Ho 164.9 | ☆ 99 藏 Es (252) |
| | 過渡金屬 内過渡元素 待確認性質 固態、液態、氣態、未知 問長的同位素之質量數 | 12 IIB | 30 辞 Zn 65.38 | 48 鑄 Cd 112.4 | 80 示 Hg 200.6 | 李 112 語 Cn (285) | 66 爺 Dy 162.5 | ☆ 98 餘 Cf (251) | |
| ##: ## | | 11 13 | 29 ଈ Cu 63.55 | 47 銀 Ag 107.9 | 79 金 Au 197.0 | ★111 鰤 Rg (281) | 65 煎 Tb 158.9 | ☆ 97 欽 Bk (247) | |
| 過渡金屬 內過渡元 待確認性 | | 10 VIIIB | 28 鎮 Ni 58.69 | 46 部 Pd 106.4 | 78 錇 Pt 195.1 | ★ 110 鍵 Ds (281) | 64 €L Gd 157.3 | 李 96 鎬 Cm (247) | |
| | 主族金屬 ● 待確認性質標準狀態下之狀態:固態、液態、氣態、未9表示具有放射性()表示元素中半衰期最長的同位素之質量數 | | 9 VIIIB | 27 鉱 古 Co 58.93 | 45 詫 Rh 102.9 | 77 該 Ir 192.2 | ☆ 109 靉 Mt (278) | 63 銷 Eu 152.0 | 李 95 鎮 Am (243) |
| 類金屬 非金屬 上族金属 | | | 8 VIIIB | 26 鐵 Fe 55.85 | 44 <u>ま</u> 3 Ru 101.1 | 76 鉄 Os 190.2 | 李 108 鎮 Hs (270) | 62 | ♣ 94 銃 Pu (244) |
| | | | 7 VIIB | 25 鉱 Mn 54.94 | ** 43 禁 Tc (97) | 75 鍊 Re 186.2 | ☆ 107 該 Bh (270) | 李 61 金 Pm (145) | ☆ 93 錼 Np (237) |
| 版 | 原子 | 6 VIB | 24 豁 Cr 52.00 | 42 舗 Mo 95.95 | 74 鏡 W 183.8 | ★106 讀 Sg (269) | 60 <u>欽</u> Nd 144.2 | ₹ 92 部 U 238.0 | |
| | 1.008-一原 | s VB | 23 凱、V 50.94 | 41 說 Nb 92.91 | 73 錇 Ta 180.9 | ** 105 計 Db (270) | 59 譜 Pr 140.9 | ₹ 91 該 Pa 231.0 | |
| | 元素名稱一一氫1.0 | | 4 IVB | 22 鉱 Ti 47.87 | 40 銷 Zr 91.22 | 72 鈴 Hf 178.5 | 李 104 鎮 Rf (267) | 58 | ☆ 90 金土 Th 232.0 |
| | | | 3 IIIB | 21 銃 Sc 44.96 | 39 至 Y 88.91 | 57-71 緩 | 89-103 灣 湯 湯 湯 | 57 3票 La 138.9 | ☆ 89 蓟 Ac (227) |
| | 2 IIA | 鈹 Be 9.012 | 12 美美 Mg 24.31 | 20 鈣 Ca 40.08 | 38 調 Sr 87.62 | 56 鎮 Ba 137.3 | ☆88 讀 Ra (226) | 躐 元 ※ 素 | 劉元张素 |
| 1 IA | 1 無 1.008 3 | 建 Li 6.940 | 11(s) 鈉 Na 22.99 | 19 韓 K 39.10 | 37 颤 Rb 85.47 | 55 鏈 Cs 132.9 | ☆87 鍅 Fr (223) | | |

筆記頁 NOTE