

第一組陽離子定性分析

- 國立臺灣大學化學系，大學普通化學實驗，第十二版，國立臺灣大學出版中心：台北，民國九十七年。
- 版權所有，若需轉載請先徵得同意；疏漏之處，敬請指正。
- 臺大化學系普化教學組陳妍秀助教，2007 年 2 月 10 日。

一、目的：學習第一組陽離子的分離及鑑定技術，以了解物質沉澱、溶解與錯離子生成等平衡關係。

二、學習技能：第一組陽離子系統分離、鑑定，離心機操作，及石蕊試紙的使用。

三、原理：

在現代化的分析儀器如原子吸收光譜分析儀等尚未發展成熟之前，利用一些簡單的試劑與基本儀器，應用沉澱、溶解與形成錯合物等化學平衡原理就能進行金屬陽離子的分離與鑑定工作。

陽離子的定性分析一般分為三個階段：

- (1) 依據陽離子的溶解特性依序加入適當的試劑使之沉澱分離為五大類組。
- (2) 將各類組中的陽離子沉澱選擇性地溶解分離。
- (3) 鑑定個別陽離子存在。

此實驗即為分析會與 $\text{HCl}_{(\text{aq})}$ 生成不溶性氯化物沉澱的第一組陽離子。

四、儀器與材料：離心機、離心管(5 支)、玻璃棒、燒杯、試管、滴管、石蕊試紙、試管夾、試管震盪器。

五、藥品：

(一) 陽離子標準溶液

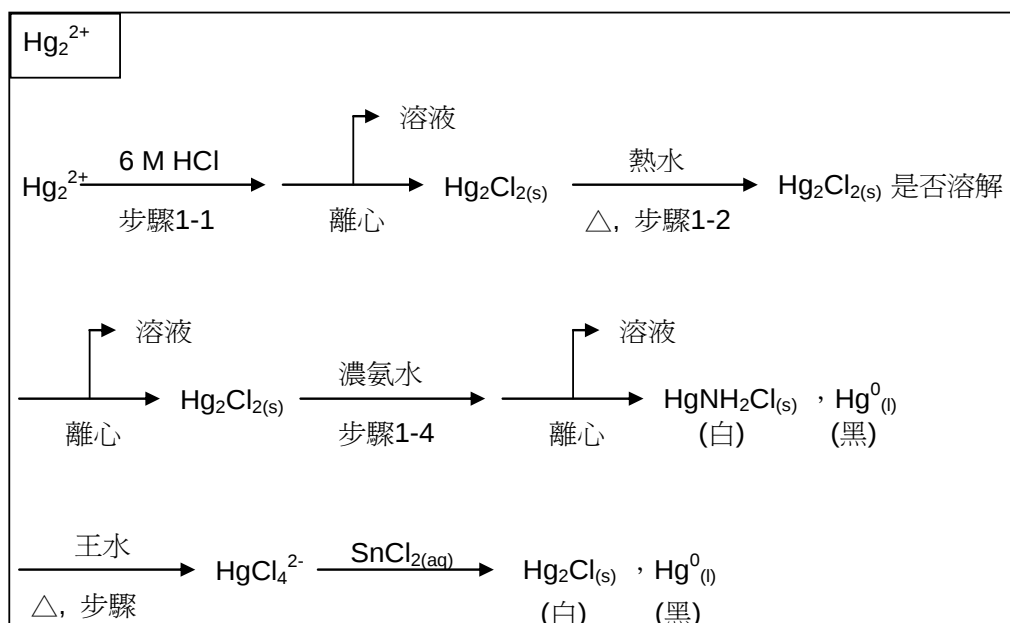
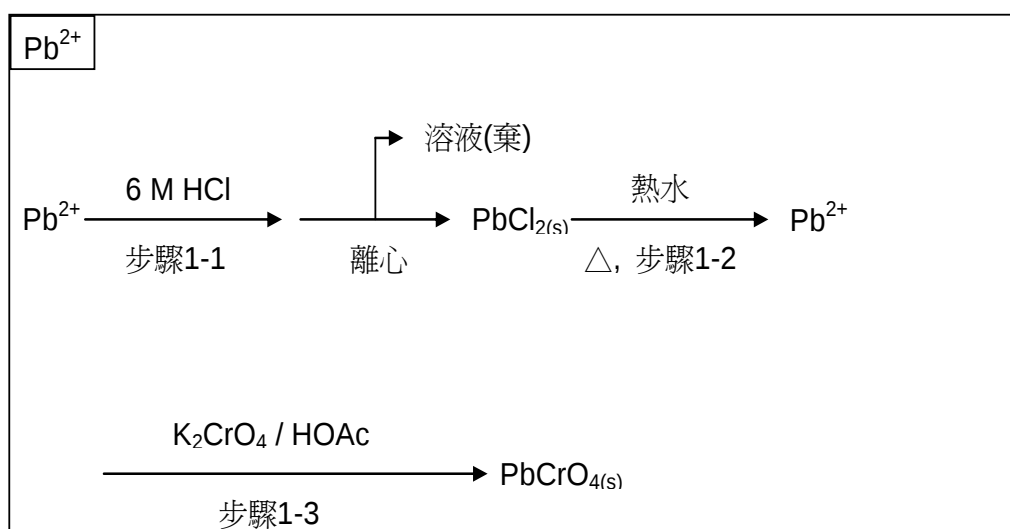
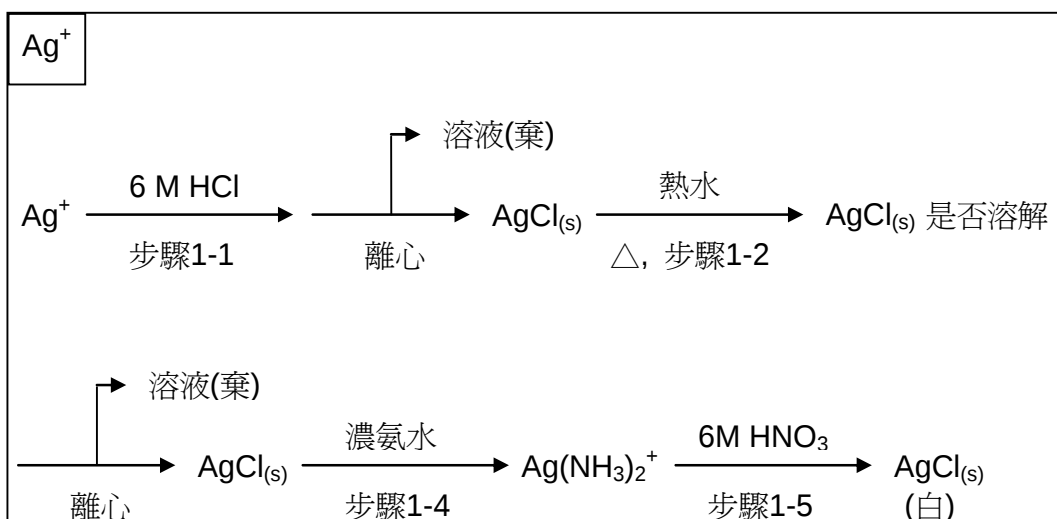
Ag^+ ：硝酸銀(silver nitrate, AgNO_3)、 Hg_2^{2+} ：硝酸亞汞(mercury(I) nitrate, $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、 Pb^{2+} (lead(II) nitrate, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$)

(二) 試劑

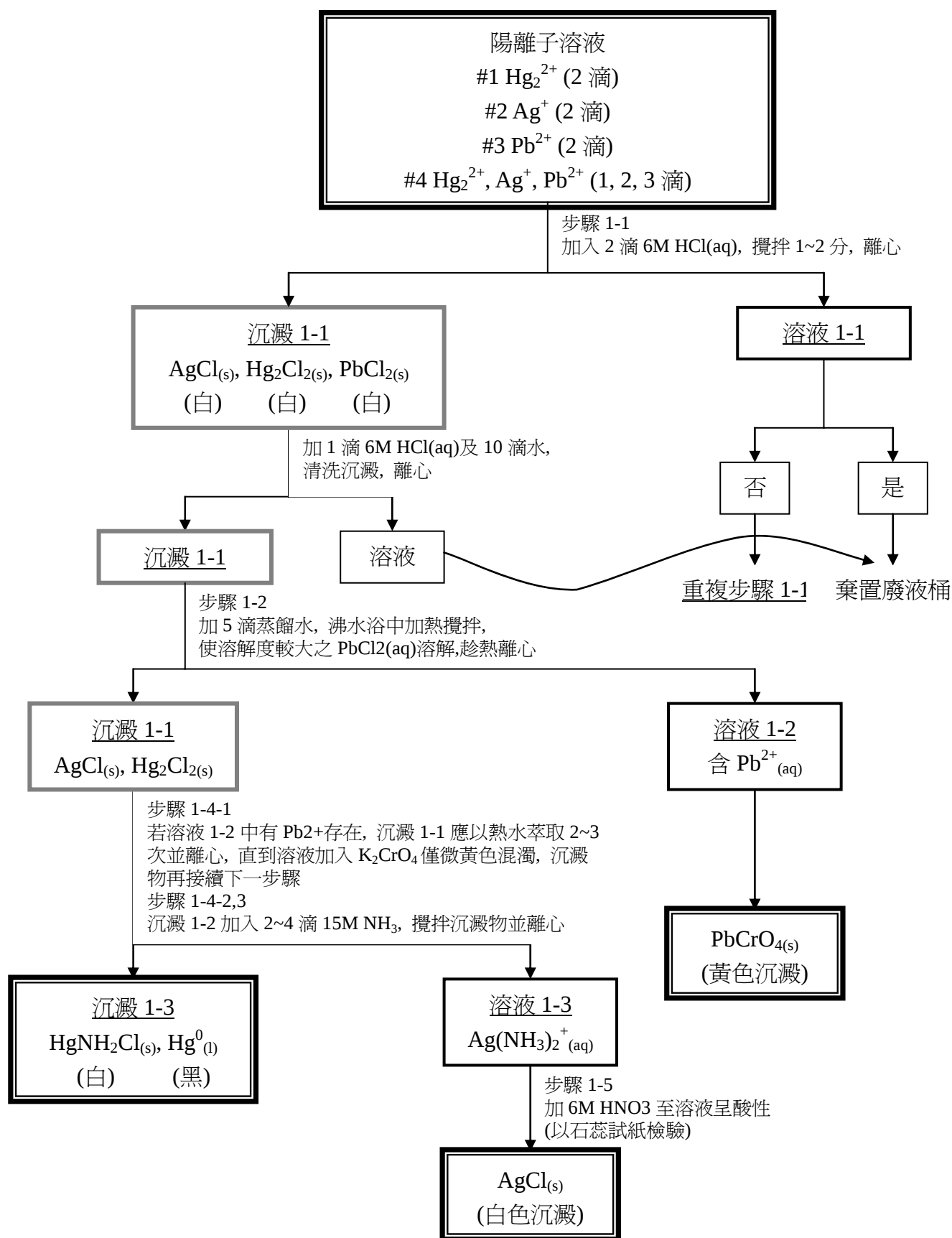
6 M 鹽酸 (hydrochloric acid, HCl)、0.5 M 鉻酸鉀(potassium chromate, K_2CrO_4)、6 M 醋酸(acetic acid, CH_3COOH)、6 M 氨水(ammonia water, $\text{NH}_3(\text{aq})$)、濃氨水(ammonia water, 15 M $\text{NH}_3(\text{aq})$)、0.2 M 氯化亞錫試劑(tin(II) chloride, SnCl_2 in 3 M HCl)。

六、實驗步驟：

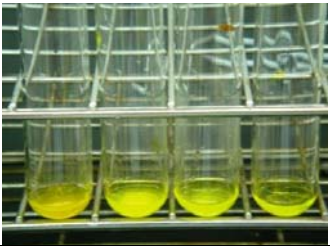
(一) 個別陽離子分析流程圖：



混合陽離子分析流程圖：



步驟			圖片示範
1-1	1	(1) 個別陽離子：取 Ag^+、Hg_2^{2+}、Pb^{2+} 陽離子的標準溶液各 2 滴，分別滴加於三支不同的離心管中。 (2) 已知混合陽離子：取 Hg_2^{2+}、Ag^+ 及 Pb^{2+} 的標準溶液各 1、2、3 滴，滴加於同一支離心管內。	
	2	加入一滴 6 M HCl 於離心管中，以玻棒攪拌 1~2 分鐘。若有沉澱生成，靜置待沉澱沉降後再加一滴 6 M HCl 觀察是否有白色沉澱產生。若有，則續滴至不再有新沉澱產生，離心。 註 1：PbCl_2 沉澱速度較慢，攪拌 1~2 分鐘可使沉澱完全。 註 2：滴加鹽酸須避免過量太多，以致氯化物溶解。 註 3：可使用試管振盪器使溶液混合均勻	 試管震盪器
	3	離心後將上層澄清液傾析至另一離心管(溶液 1-1)並滴加鹽酸測試是否沉澱完全。 註：離心機使用及傾析技巧請參考基礎化學實驗技能影片。	
	4	取 1 滴 6 M HCl 和 10 滴蒸餾水稀釋後，用此液清洗沉澱(沉澱 1-1)再離心，上層澄清液併入溶液 1-1。	
1-2		加 5 滴蒸餾水於沉澱 1-1，在沸水浴中加熱並攪拌數分鐘。迅速離心後將上層澄清液移至另一支試管(溶液 1-2)。 註：時間若過長致溶液冷卻，$\text{PbCl}_{2(s)}$ 又會沉澱析出。	

1-3		在溶液 1-2 中加入 1 滴 6 M CH_3COOH 及 1 滴 K_2CrO_4，如有黃色沉澱產生，表示有 Pb^{2+} 存在。 註：加 CH_3COOH 是為避免其他鉻酸鹽，如 CuCrO_4 或 $(\text{BiO})_2\text{CrO}_4$ 一起沉澱 $K_{\text{sp}}(\text{PbCrO}_4) = 2.8 \times 10^{-13}$ $K_{\text{sp}}(\text{CuCrO}_4): 3.6 \times 10^{-6}$。	
1-4	1	將沉澱 1-1 用熱水萃取數次，直到萃取液加入 K_2CrO_4 僅微微混濁，餘留之沉澱即為不含 Pb^{2+} 之沉澱 1-2。 註：若 Pb^{2+} 未完全移除，後影響下一檢測步驟。	
	2	在沉澱 1-2 中加入 2~4 滴濃氨水(15 M)，並用玻棒將沉澱攪散。離心後溶液移至另一支試管(溶液 1-3)，並觀察餘留沉澱(沉澱 1-3)的顏色。若觀察到有黑色沉澱產生 ($\text{HgNH}_2\text{Cl}_{(s)}$ 與 $\text{Hg}^0_{(l)}$ 之混合沈澱) 即表示有 Hg_2^{2+} 存在。 註：若 Pb^{2+} 未完全移除，加入氨水後會生成白色 $\text{Pb}(\text{OH})_{2(s)}$ 沈澱，影響檢測結果。	
1-5		滴加 6 M HNO_3 於溶液 1-3 並混合攪拌，至溶液呈酸性，觀察其變化。若有白色沉澱生成，表示有 Ag^+ 存在。 註：用玻棒沾此溶液點在石蕊試紙上，以測試其酸鹼性。	 藍色石蕊試紙呈紅色
1-6		所有廢液均含重金屬，需倒入指定回收桶。	