

定性分析化學實驗

鍾越光編著

大中國圖書公司印行

定性分析化學實驗

鍾越光編譯

大中國圖書公司印行

編 輯 大 意

1. 本書之編輯係供高級工業職業學校及五年制工業專科學校定性分析化學實驗之用，此外亦可供大學理、工、農、醫諸系學生參考。
2. 本書所用之名詞術語概以部定化學命名原則為準，並附英文對照。
3. 本書內容共分十二章，第一章闡述定性分析化學實驗一般常識第二章至第七章為陽離子定性分析部份，第八章至第十二章為陰離子定性分析部份，其中陰離子之分析分為四屬進行，即第○屬至第三屬。
4. 本書取材精審，新穎，可收實際教學之效，其中所使用之儀器藥品均可購自市面或自行調配。
5. 使用本書時可參照本局所印行之「定性分析」有關分析化學之理論部份，俾使理論配合實驗，實驗印證理論。
6. 本書對於每屬族陰、陽離子分析步驟，實驗方法，實驗上易犯之錯誤與各屬成員特性試驗，預備試驗與確認試驗，均闡釋完密。
7. 本書講授時可視教學程序酌予刪減。

8. 編者學力有限疏漏錯誤之處，在所難免，尚祈諸先進不吝指正爲盼。

縣 尊 大 憲

定性分析化學實驗目錄

第一章	定性分析化學實驗一般常識	1
§1-1	儀器	1
§1-2	試藥	6
§1-3	操作	18
第二章	第一屬陽離子之定性分析	22
第三章	第二屬陽離子之定性分析	37
第四章	第三屬陽離子之定性分析	74
第五章	第四屬陽離子之定性分析	106
第六章	第五屬陽離子之定性分析	122
第七章	陽離子分析總括	131
第八章	第○屬陰離子之定性分析	123
第九章	第一屬陰離子之定性分析	146
第十章	第二屬陰離子之定性分析	160
第十一章	第三屬陰離子之定性分析	149
第十二章	陰離子分析總括	174

5. 觀察學力有高低強弱之別，茲所舉凡，尚祈諸君不吝指正焉

A、陽離子之反應.....	185
B、陰離子之反應.....	198
C、溶解性.....	206
D、溶解度數據.....	208
E、國際原子量表.....	209
F、對數表.....	210
G、元素之週期表.....	212
H、金屬之電化學系列.....	213

.....	章三第
.....	章四第
.....	章五第
.....	章六第
.....	章七第
.....	章八第
.....	章九第
.....	章十第
.....	章十一第
.....	章十二第

定性分析化學實驗

第一章

定性分析化學實驗一般常識

§1.1 實驗儀器

每組（人）實驗時所需儀器表

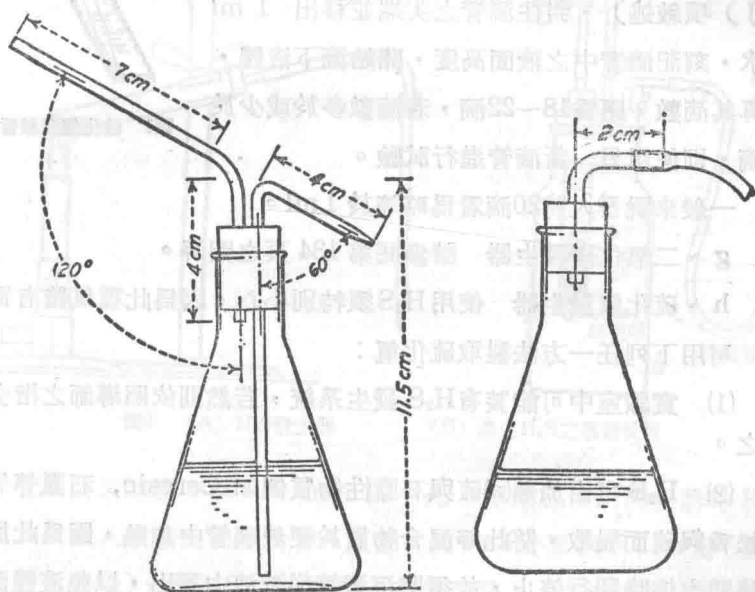
物 名	數 量
燒杯, pyrex, 50ml	2
燒杯, pyrex, 100ml	2
燒杯, pyrex, 200ml	2
瓶子, 旋蓋 12-15ml	60
醫用滴管	6
本生燈焰	1
micro burner	1
蒸發皿, 瓷製115ml	2
鉛盤	1
三角架	1
濾紙, No. 1, 4.25cm	1盒
燒瓶 flask, Erlenmeyer 125ml	1

燒瓶 flask, Erlenmeyer 50ml	1
漏斗, 直徑65-mm	1
漏斗, 直徑30-mm	2
玻璃棒 10Z 直徑3-mm	1
玻璃管 $\frac{1}{2}$ OZ 直徑4-mm	1
刻度錐瓶, 15ml	1
石蕊試紙, 藍色	
石蕊試紙, 紅色	
火柴	1 盒
試管刷	1
鈷玻璃, 5×5 cm	1
玻璃, 5×5 cm	2
橡皮管, $\frac{3}{16} \times \frac{3}{64}$ in	1 呎
橡皮管, $\frac{1}{4} \times \frac{1}{16}$ in	5 呎
橡皮管, $\frac{3}{16} \times \frac{3}{64}$ in	3 呎
肥皂	1
舌壓子, monel metal or nickel	1
海綿	1
試管夾	1
試管架	1
試管, Pyrex 10×75 mm	24
試管, Pyrex 15×125 mm	6
溫度計, $0-110^{\circ}\text{C}$	1
布巾	2
鍍玻璃, 5 cm	2
水浴器	1
鐵絲網, 10×10 cm	1

1. 特殊儀器之裝置 定性分析實驗除了使用一般化學儀器之外，有時候還須裝置某些特殊儀器。

a、冷水洗滌燒瓶 使用一個 125 毫升 (milliliter ml) 之 Erlenmeyer 燒瓶 (註：若使用小燒瓶則不必使用橡皮塞以連接噴嘴末端)。

b、熱水洗滌燒瓶 使用一個 50 毫升之 Erlenmeyer 燒瓶，以小塊棉布纏於瓶頸用塞子固定之。



洗滌燒瓶 (熱或冷水) 硫化氫沉澱燒瓶

c、硫化氫沉澱燒瓶 使用一個 50-ml 之 Erlenmeyer 燒瓶以單孔橡皮塞塞緊，孔中插入彎曲直角的玻璃管 (彎處為 2cm)。

d、硫化氫沉澱管 以 5-毫米之玻璃管製成 1 噴嘴，其長度約為 10cm (注意，此管僅作為硫化氫通入之 4 毫升試管之用)。若溶液體積過大，則使用硫化氫沉澱管。

e、攪棒(Stirring rods) 攪棒可用2-毫米之玻璃棒(10cm, 8cm或6cm之長度)或封於3毫米玻璃管中之鉑絲,不可將鉑絲置於熱鹼類或王水中。

f、滴管(Pipettes or dropping tubes) 應使用每毫升可產生20滴之滴管。為達到此目的,以蒸餾水充於3毫升之刻度滴管(其製法將於(J)項敘述),封住滴管之尖端並移出1ml之水,刻記滴管中之液面高度,開始滴下液體,計算其滴數,應為18~22滴,若滴數多於或少於20滴,則使用另一新滴管進行試驗。



圖1 硫化氫沉澱管

一般來說吾人將20滴看為略等於1ml。

g、二氧化碳發生器 請參閱第134頁之圖解。

h、硫化氫發生器 使用 H_2S 須特別小心,因為此種氣體有毒。可用下列任一方法製取硫化氫:

(1) 實驗室中可能裝有 H_2S 發生系統,若然則依照導師之指引使用之。

(2) H_2S 可由加熱(a)硫與石臘性物質例如 Ceresin, 石臘等等或(b)松香與硫而製取,將此等混合物置於硬玻璃管中加熱,因為此反應在移開火焰時即行停止,故須將沉澱管從溶液中移出,以免液體倒流入發生器中。

(3) 最近比較理想的產生 H_2S 方法是利用一種稱為 thio acetamide CH_3CSNH_2 的有機化合物製取的,在酸或鹼溶液之水沸點時,此化合物迅速與水反應產生 H_2S 。



在室溫時此水解反應極為緩慢。

(4) H_2S 氣體可由硫化亞鐵與鹽酸產生，所用的儀器裝置如下：

使用一個 250ml 的寬口瓶，以橡皮塞塞緊，在橡皮塞上穿三個孔，其中一個足以插入一枝 20ml 的試管，另一孔插入 6-mm 的玻璃管，玻璃管 S 為垂直形，R 為直角形（彎處為 5 cm）以一個附有玻璃管的單孔塞子塞於試管上，並用短橡皮管與 S 管相連，以 C 夾子夾持此橡皮管。

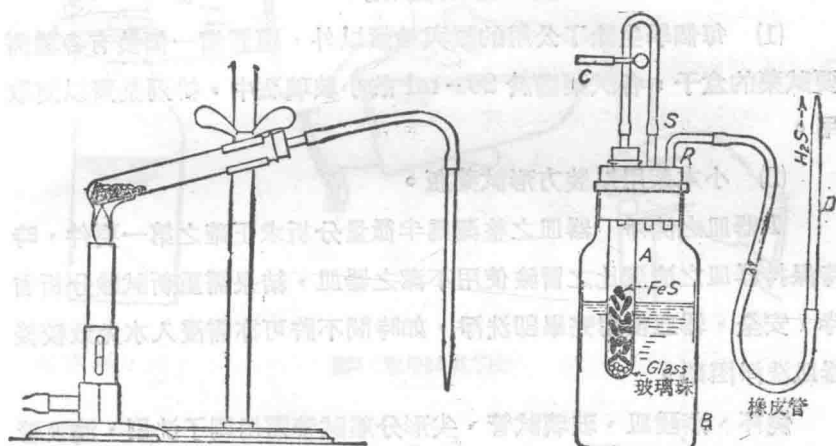


圖2 (A) H_2S 發生器

(B) 產生 H_2S 之儀器裝置

管 A 的末端應穿以 1.5-2mm 的小孔，以便在使用發生器時 HCl 之流入，置入數顆玻璃珠於管 A 底部，使 FeS 不致與 HCl 接觸（在未使用發生器時），置入 3 或 4 克 FeS 於玻璃珠上，並加入稀 HCl 於 B 瓶中，以 C 夾子插入管 A，管 D 為經製成噴嘴形尖端之 4 ml 試管與直角形之 4 ml 管子相連。

不使用時，應將管 D 置於盛水之試管中，以吸收可能產生的 H_2S ，應注意保持管 D 清潔；否則被檢驗的溶液會受到污染。

操作時，放開 C 夾，如此可降低管 A 的壓力，而使 HCl 流入管 A 與 FeS 相接觸，其反應如下：



H_2S 氣體由管 A 頂部流入 B 瓶經過管 D 而逸出。

夾緊 C 夾子時即可使 H_2S 停止放出，因為如此則 H_2S 貯積於管 A，所生的壓力使 HCl 無法再進入而生反應。

i、試藥盒或試藥架 由於各實驗室的習慣不同，對於試藥的分配或許有些差別，其中較普遍的方法是：

(1) 每個學生除了公用的酸與鹼類以外，應置備一個裝有各種需要試藥的盒子，各試藥盛於 20-ml 的小玻璃瓶中，排列整齊以便取用。

(2) 小木架用以裝方形試藥瓶。

1. 器皿之洗淨 器皿之整潔為半微量分析求正確之第一要件，時時保持器皿之清潔比之冒險使用不潔之器皿，結果需重新試驗分析省時，安全，器皿使用完畢即洗淨，如時間不許可亦需浸入水免致較後器皿洗淨困難。

燒杯、蒸發皿、玻璃試管、尖形分離試管需用刷子洗刷，滴吸管類之器皿洗潔比較困難，橡皮套球取下後以水沖洗，以特殊羽毛洗刷管內，用肥皂、清潔劑幫助洗淨；緊密附着之金屬氧化物，可用 HCl 或 $\text{HCl} + \text{HNO}_3$ 洗淨。硫化物或其他可氧化之化合物用熱硝酸或 Clean Solution ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{SO}_4$) 浸洗，器皿經清水充分洗潔後，最後再用蒸餾水沖洗，倒置於清潔之紙或布巾上掠乾之。

§1.2 試藥

1. 試藥之處理 應有規則地排列試藥以便取用，每當使用完畢應將瓶子放回原位，因為在分析試驗時最應注意保持清潔，故不應將試藥瓶之塞子隨意置於桌上，而應使用手指夾持之，如下圖所示。

試藥瓶除使用時應隨時蓋緊，不應直接將試藥灌入強酸或強鹼或

另一瓶熱的試藥中，應養成將試藥沿瓶子邊緣灌入之習慣，定量的試藥應使用刻度瓶，刻度試管或滴管量取。

除指明外應使用較稀薄的酸類與鹼類，通常均使用 $6n\text{NaOH}$ ， $6n\text{NH}_4\text{OH}$ ， $6n\text{HCl}$ ， $6n\text{HNO}_3$ ， $6n\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ 與 $18n\text{H}_2\text{SO}_4$ 等溶液。

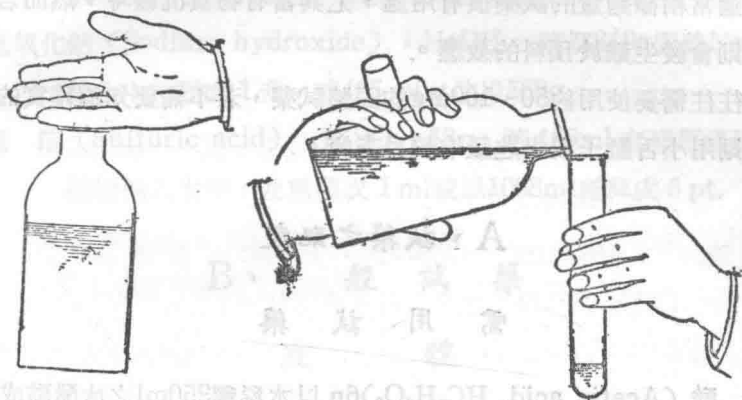


圖3 取用試藥方法

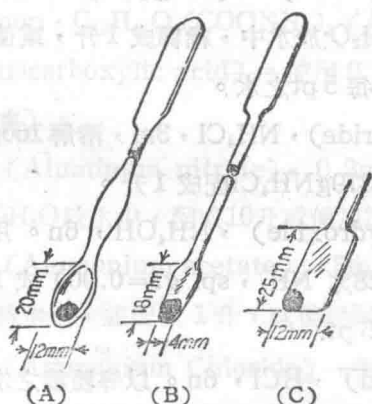


圖4 (A) 瓷製湯匙

(B) Monel metal 舌壓子

(C) 瓷製舌壓子

2. 溶液之分類 試藥若含有懸浮物質應濾過清淨，除了硫酸、硝酸與鹽酸及氫氧化鈉，氫氧化鋁等濃溶液外，可用離心法或濾過法處

理之，若雜質浮於試藥上則可用傾注法清理。

3. 試藥的使用量 進行半微量分析時，所使用的溶液不可超過 3 ~ 4 滴，爲了達到完全的反應，可使用稍微過量的試藥，通常 1 ~ 6 滴已足。

通常稍微過量的試藥很有用處，尤其當有物質沉澱時，然而若太過量則會發生難於預料的效應。

往往需要使用約 50 ~ 100mg 的固體試藥，若不需要知道確實的用量，則用小舌壓子或湯匙量取較爲方便。

A、試藥之配製

需用試藥

醋酸 (Acetic acid, $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$) 6n 以水稀釋 350ml 之冰醋酸成 1 升，或稀釋 830ml 之冰醋酸成 5 品脫 (Pints, pt)。

碳酸銨 (Ammonium Carbonate), $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, 1.5m, 溶解 171g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 於水中，稀釋成 1 升，或使用 405g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 對每 5 pt 之水。

氯化銨 (Ammonium chloride), NH_4Cl , 3m, 溶解 160g NH_4Cl 於水中，配成 1 升或 379g NH_4Cl 配成 1 升。

氫氧化銨 (Ammonium hydroxide), NH_4OH , 6n。用水稀釋 400ml 商用濃氨水 (28% NH_3 , sp. gr = 0.90) 成 1 升，或稀釋 944ml 之氨水成 5 pt。

鹽酸 (Hydrochloric acid), HCl , 6n。以等體積之水稀釋商用濃 HCl (sp. gr = 1.19, 37% HCl)。

硝酸 (Nitric acid), HNO_3 , 6n。用水稀釋 380ml 之商用濃硝酸 (69% HNO_3 , sp. gr = 1.42) 成 1 升或 897ml 或 5 pt。

重鉻酸鉀 (potassium dichromate), $K_2Cr_2O_7$ 。溶解 147g $K_2Cr_2O_7$ 於水中，並稀釋成 1 升，或溶解 347g $K_2Cr_2O_7$ 於水而稀釋成 5 pt.

硝酸銀 (Silver nitrate), $AgNO_3$, 1m, 溶解 170g 固體 $AgNO_3$ 於水中，並稀釋成 1 升或對每 5-pint 瓶使用 402g。

氫氧化鈉 (Sodium hydroxide), $NaOH$ 。溶解 240g 固體 $NaOH$ 於水中，配成 1 升，或每 5-pint 使用 568g。

硫酸 (Sulfuric acid), H_2SO_4 , 18n, 將 465ml 之商用濃硫酸緩慢倒入水中，並稀釋成 1 ml 或以 1098ml 稀釋成 5 pt.

B、一般試藥

液體

醋酸，冰醋酸

乙醇 (ethyl alcohol), C_2H_5OH 之 95% 溶液。

* Aluminon, $C_{10}H_{11}O_8(COONH_4)_3$ (Ammonium Salt of Aurintricarboxylic acid)。使用 0.1% 水溶液 (0.1g 在 100ml 水)。

* 硝酸鋁 (Aluminum nitrate), 0.3m, 溶解 113g $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 於水中，配成 10 升或使用 280g 配成 5 pt.

* 醋酸銨 (Ammonium acetate), 3m。溶解 231g 固體 $NH_4C_2H_3O_2$ 於水中，並配成 1 升，或使用 547g 配成 5 pt.

* 氯化銨 (Ammonium Chloride), 3m, 溶解 160g NH_4Cl 於水中，並稀釋成 1 升或使用 328g 配成 5 pint.

氫氧化銨 (Ammonium hydroxide), 15n, 使用商用濃氨水 (sp. gr = 0.90, 28% NH_3)。

- * 鉬酸銨 (Ammonium molybdate), 1n, 溶解72g固體 MoO_3 於 130ml水中, 並加入75ml之 15n NH_4OH , 攪拌迄全部固體溶解; 然後加入 240ml 濃硝酸 (sp. gr=1.42) 與 500ml之水, 靜置數日並過濾。
- * 草酸銨 (Ammonium oxalate), 10.3m, 每升溶液使用 40g 之 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 。
- 多硫化銨 (Ammonium polysulfide), 於600ml之商用 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 中加入600ml之濃 NH_4OH 與15g硫, 以水稀釋成 5 pt. 傾出澄清液以備使用。
- * 硫酸銨 (Ammonium sulfate), 0.25m, 溶解 33g 之固體 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 於水中, 並稀釋成 1 升。
- * Ammonium sulfocyanate. 1m. 溶解76g之固體 NH_4SCN 於水中並稀釋成 1 升。
- Amyl alcohol, $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}$, 購買現成者。
- 五氯化銻 (Antimony Chloride (penta)), 0.1m, 溶解 30g 之固體 SbCl_5 於水中加入足量之 HCl 與水配成 1 升, 或使用 70g 配成 5 pt 清淨溶液。
- * 三氯化銻 (Antimony Chloride (Tri)), 0.2m. 溶解40g之固體 SbCl_3 於水中並加入足量之 HCl 與水稀釋成 1 升, 或使用 90g 配成 5 pt。
- * 氯化亞砷 (Arsenious Chloride), 0.2m. 加足量之 HCl 於 17g As_2O_3 中以溶解之, 並使用水與 HCl 以配成 1 升, 清淨溶液或使用 90g 以配成 5 pt 之清淨溶液。
- * 醋酸銨 (Barium acetate), 0.3m. 溶解32g之 $\text{Ba}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 於水中並稀釋成 1 升或使用 205g 配成 5 pt。

- * 氫氧化鋇 (Barium hydroxide), 0.2n. 溶解32g $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 於1升溫水中, 或使用75g配成5-pint。
- * 硝酸鋇 (Barium nitrate), 0.3m. 溶解80g之固體 $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 於1升溫水中, 或使用200g配成5-pint.
- * 硝酸鉍 (Bismuth nitrate), 0.2m. 溶解100g固體 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 於水中, 並加入足量 HNO_3 與水配成1升, 或以220g配成5 pint清淨溶液。
- * Bromine water. 加Bromine 於水中迄溶液飽和, 使用此飽和溶液。
- * 硝酸鎘 (Cadmium nitrate), 1m. 溶解308g之 $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 於水中並稀釋成1升或使用730g配成5pint.
- * 醋酸鈣 (Calcium acetate), 0.5m. 溶解90 g $\text{Ca}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 於水中, 並稀釋成1升或使用200g配成5pint.
- * 氫氧化鈣 (Calcium hydroxide), 0.04n (飽和)。加3g CaO 於1升水中攪拌過濾; 或使用7g CaO 配成5pint.
- * 硝酸鈣 (Calcium nitrate), 0.5m. 溶解82g之 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 於小中稀釋成1升成使用194g配成5-pint.
- * 硫酸鈣 (Calcium sulfate) 飽和溶液。
- * 四氯化碳 (Carbon tetrachloride) CCl_4 , 購買現成者。
- * Chlorine water. 通氯氣入水中迄飽和使用其飽和溶液。
- * Chloroplatinic acid. 10%. 溶解1g $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 於9g之 H_2O 。
- * 硝酸鉻 (Chromium nitrate) 0.2m. 溶解80g $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 於水中並稀釋成1升, 或使用200g配成5pint.
- * 硝酸鈷 (Cobalt nitrate) 10.5m。溶解145g之 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 於水中並稀釋成1升, 或使用345g配成5pint.
- * 硝酸銅 (Copper nitrate) 10.5m. 溶解145g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$