

## 常用離子的點滴試驗

**目的** 本實驗是利用點滴的方式加入各種試劑，或形成錯合離子，或形成各種不同顏色的沉澱物，或產生特殊氣體，以鑑定試液中可能含有的離子。

**原理** 分析化學主要分為兩大類；定量和定性分析，定量分析乃為了決定樣品中所含某特定化合物（或離子）的準確含量，而定性分析則僅是測試樣品中含有那些離子而已。從事定性分析實驗，有許多不同方法，其中最簡單的，也是本實驗所要做的，便是針對樣品中的每一種離子，分別加入特定的試劑，藉觀察兩者的特殊反應以確定該離子的存在。這種方法需要做一系列的「點滴試驗」（spot tests）。每一種離子一個單獨實驗，點滴試驗分析法的最大困難處，特別是在複雜的混合離子試液中，常常其中一離子會干擾另一種離子的測試，儘管如此，所幸仍有許多離子，在適當條件下，藉點滴試驗仍可加以鑑定。

在本實驗我們將利用「點滴試驗」法分析下列七種離子：



分析方法乃利用簡單的酸鹼中和，沉澱法，錯合離子形成，或氧化還原反應進行。每次測試必須同時觀察究竟是屬於何種反應，並用淨離子反應式表達。

**器材** 10 mL 量筒，50 mL 燒杯，250 mL 燒杯，試管及試管架，攪拌棒，滴管，水浴鍋

**藥品** 6 M HCl，1 M  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ，0.5 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ，6 M  $\text{HNO}_3$ ，1 M  $\text{BaCl}_2$ ，0.5 M  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ，6 M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ，0.5 M  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ ，0.5 M  $\text{KSCN}$ ，0.1 M  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ，0.5 M  $\text{NaCl}$ ，0.1 M  $\text{AgNO}_3$ ，3 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，2 M  $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ ，6 M  $\text{NaOH}$ ，0.5 M  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ，未知溶液，紅色石蕊試紙(灰色字部份不做)

### 注意事項：

本實驗中各種陰離子濃度若在 0.02 M 以上，則易被鑑定。若濃度太稀時，可用水浴法加熱，以加速反應，小心觀察結果。

## 實驗步驟

### 1. $\text{CO}_3^{2-}$ 之試驗

取 0.5 mL (≡滴管 10 滴) 1 M  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  為已知試樣，小心加入 0.5 mL 6 M  $\text{HCl}$ ，會立刻冒出無色無味的  $\text{CO}_2$  氣泡，證明  $\text{CO}_3^{2-}$  的存在。若濃度太稀時，用水浴法加熱，將可增加  $\text{CO}_2$  氣泡冒出來，本試驗中使用的鹽酸可使用其他種類的酸替代。

### 2. $\text{SO}_4^{2-}$ 之試驗

取 0.5 mL 0.5 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  為已知試樣，加入 0.5 mL 6 M  $\text{HCl}$ ，並加入 3 滴 1 M  $\text{BaCl}_2$ ，形成細粒的  $\text{BaSO}_4$  白色沉澱，證明  $\text{SO}_4^{2-}$  的存在。

### 3. $\text{PO}_4^{3-}$ 之試驗

加 0.5 mL 6 M  $\text{HNO}_3$  於 0.5 mL 0.5 M  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  中為已知試樣，並加入 0.5 mL 0.25 M  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 。攪拌均勻，會形成十二鉬磷酸銨 (ammonium phosphomolybdate,  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$ ) 黃色沉澱，證明  $\text{PO}_4^{3-}$  的存在。濃度太稀時，用沸水浴加熱數分鐘，可加速沉澱形成。

### 4. $\text{SCN}^-$ 之試驗

取 0.5 mL 0.5 M  $\text{KSCN}$  為已知試樣，加入 0.5 mL 6 M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ，並加入 1~2 滴 0.1 M  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ，會產生血紅色  $[\text{FeSCN}]^{2+}$ ，證明  $\text{SCN}^-$  的存在。

### 5. $\text{Cl}^-$ 之試驗

取 0.5 mL 0.5 M  $\text{NaCl}$  為已知試樣，加入 0.5 mL 6 M  $\text{HNO}_3$ ，並加入 2~3 滴 0.1 M  $\text{AgNO}_3$ ，生成白色的  $\text{AgCl}$  沉澱，證明  $\text{Cl}^-$  的存在。若  $\text{SCN}^-$  亦存在，則也會產生白色的  $\text{AgSCN}$  沉澱而干擾  $\text{Cl}^-$  之試驗。如試液含  $\text{SCN}^-$ ，則取 0.5 mL 待測溶液，置入 50 mL 燒杯中，加入 0.5 mL 6 M  $\text{HNO}_3$ ，在沸水浴加熱使蒸發至原體積之 1/2，如此可將  $\text{SCN}^-$  氧化，去除干擾。然後再加 0.5 mL 6 M  $\text{HNO}_3$  及 2~3 滴  $\text{AgNO}_3$ ，並觀察白色的  $\text{AgCl}$  沉澱生成，以證明  $\text{Cl}^-$  存在。

### 6. $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$ ( $\text{OAc}^-$ ) 之測試

取 0.5 mL 2 M  $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$  ( $\text{NaOAc}$ ) 為已知試樣，加入 0.5 mL 3 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，混合均勻，在沸水浴加熱此試管 30 秒，會產生特有醋酸味，以手摻聞確認醋酸根存在。若醋酸根離子溶液太稀薄時，此溶液在酸化前，小心用沸水浴加熱濃縮至快乾，再重新操作。

### 7. $\text{NH}_4^+$ 之測試 (灰色字部份不做)

取 0.5 mL 0.5 M  $\text{NH}_4\text{Cl}$  為已知試樣，加入 0.5 mL 6 M  $\text{NaOH}$ ，在沸水浴加熱此試管 30 秒，會產生特殊氨臭味，以手摻聞，即可證明  $\text{NH}_4^+$  存在。若欲做更靈敏的測試，取 0.5 mL 樣品液，置入小燒杯中，取一溼潤的紅色石蕊試紙沾於錶玻璃上，再將錶玻璃覆蓋於燒杯之上，緩緩加熱，讓蒸氣碰到錶玻

璃凝結。小心操作，石蕊試紙勿接觸到 NaOH 或 NH<sub>4</sub>Cl 溶液。當氨蒸氣產生時，紅色石蕊試紙快速的變藍色，證明 NH<sub>4</sub><sup>+</sup>的存在。

8. 分析未知溶液 (不做)

取未知液，記下編號，按照助教的要求，操作未知液的離子試驗，觀察、判斷並紀錄結果。

9. 實驗結束，將確定結果的試管依編號的次序在試管架上排好，拍照上傳，經老師檢查後，溶液倒入廢液桶。

10. 裝未知的樣品瓶，請確實刷洗乾淨(包括瓶蓋)並以蒸餾水潤洗後，交給助教。

11. 以上的實驗步驟，參閱如下表：

編號	離子	離子來源	加入藥品	反應結果
1	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	1 M Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0.5 mL	6 M HCl 0.5 mL	CO <sub>2</sub> (g) 無色無味
2	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.5 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.5 mL	6 M HCl 0.5 mL & 1 M BaCl <sub>2</sub> 3 滴	BaSO <sub>4</sub> (s) 白色 ppt
3	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	0.5 M Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> 0.5 mL	6 M HNO <sub>3</sub> 0.5 mL & 0.25 M(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> MoO <sub>4</sub> 0.5 mL	(NH <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> · 12MoO <sub>3</sub> 黃色 ppt
4	SCN <sup>-</sup>	0.5 M KSCN 0.5 mL	6 M HOAc 0.5 mL & 0.1 M Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 1 滴	[FeSCN] <sup>2+</sup> 血紅色
5	Cl <sup>-</sup>	0.5 M NaCl 0.5 mL	6 M HNO <sub>3</sub> 0.5 mL & 0.1 M AgNO <sub>3</sub> 2 滴	AgCl 白色 ppt
6	OAc <sup>-</sup>	2 M NaOAc 0.5 mL	3 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.5 mL & 熱水浴加熱 30sec	醋酸味 (以手搦聞)
7	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	0.5 M NH <sub>4</sub> Cl 0.5 mL	6 M NaOH 0.5 mL	氨臭味
			熱水浴加熱 30sec	(以手搦聞)

# 常用離子的點滴試驗

## 實驗報告

組別: \_\_\_\_\_ 組員簽名: \_\_\_\_\_

結果 (網底的空格為觀察或記錄之數據)

### 1. 觀察現象和分析記錄

本實驗的分析方法乃利用簡單的化學反應進行，分為：

- 錯合離子形成
- 氧化還原反應進行
- 酸鹼中和
- 沉澱法

離子	結果的觀察 (原試液)	化學反應種類 (以 a~d 表示)	淨離子的平衡反應式
$\text{CO}_3^{2-}$			
$\text{SO}_4^{2-}$			
$\text{PO}_4^{3-}$			$\text{HPO}_4^{2-} + \text{NH}_4^+ + \text{MoO}_4^{2-} + \text{H}^+ \rightarrow (\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{MoO}_3 + \text{H}_2\text{O}$
$\text{SCN}^-$			
$\text{Cl}^-$			
$\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$			
$\text{NH}_4^+$			

2. 未知溶液編號： \_\_\_\_\_ (若沒做未知，則不必填寫)

未知溶液含： \_\_\_\_\_ 離子

## 問題

1. 分辨本實驗的離子，下列七種不同的溶液，根據每一試驗觀察的結果，寫出正確的離子名稱。
  - a. 加入 6 M  $\text{HNO}_3$  與 0.1 M  $\text{AgNO}_3$ ，則產生白色沉澱。 \_\_\_\_\_
  - b. 加入 6 M  $\text{NaOH}$ ，溶液產生特殊味蒸氣。 \_\_\_\_\_
  - c. 加入 6 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，則產生特殊味蒸氣。 \_\_\_\_\_
  - d. 加入 6 M  $\text{HNO}_3$ ，則產生氣泡。 \_\_\_\_\_
  - e. 加入 6 M  $\text{HOAc}$  與 0.1 M  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ，溶液顏色變化。 \_\_\_\_\_
  - f. 加入 6 M  $\text{HNO}_3$  與 1 M  $\text{BaCl}_2$  溶液，產生白色沉澱。 \_\_\_\_\_
  - g. 加入 6 M  $\text{HNO}_3$  與 0.5 M  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ ，則產生黃色沉澱。 \_\_\_\_\_
2. 分辨本實驗的離子：根據共同具有下列四種試驗觀察的性質，寫出未知溶液含一種或多種離子的名稱，並敘述理由。
  - a. 加 6 M  $\text{HNO}_3$ ，無反應(包括無顏色改變、無特殊味蒸氣或沉澱產生)。
  - b. 加 0.1 M  $\text{AgNO}_3$  到上述溶液，無反應。
  - c. 加 1 M  $\text{BaCl}_2$  到 a 溶液中，產生白色沉澱。
  - d. 加 0.5 M  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  到 a 溶液中，產生黃色沉澱。

離子	答案	理由
確定存在的離子		
確定不存在的離子		
不確定的離子		

討論紀錄 (可另外使用報告紙書寫)

---

---