

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 Na_2CO_3 ，0.5 M Na_2SO_4 ，6 M HNO_3 ，1 M BaCl_2 ，0.5 M Na_2HPO_4 ，6 M CH_3COOH ，0.5 M $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ ，0.5 M KSCN ，0.1 M $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ，0.5 M NaCl ，0.1 M AgNO_3 ，3 M H_2SO_4 ，2 M $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ ，6 M NaOH ，0.5 M NH_4Cl ，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. CO_3^{2-} 之試驗

取 0.5 mL (≡滴管 10 滴) 1 M Na_2CO_3 為已知試樣，小心加入 0.5 mL 6 M HCl ，會立刻冒出無色無味的 CO_2 氣泡，證明 CO_3^{2-} 的存在。若濃度太稀時，用水浴法加熱，將可增加 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. SO_4^{2-} 之試驗

取 0.5 mL 0.5 M Na_2SO_4 為已知試樣，加入 0.5 mL 6 M HCl ，並加入 3 滴 1 M BaCl_2 ，形成細粒的 BaSO_4 白色沉澱，證明 SO_4^{2-} 的存在。

3. PO_4^{3-} 之試驗

加 0.5 mL 6 M HNO_3 於 0.5 mL 0.5 M Na_2HPO_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 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. SCN^- 之試驗

取 0.5 mL 0.5 M KSCN 為已知試樣，加入 0.5 mL 6 M CH_3COOH ，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 SCN^- 的存在。

5. Cl^- 之試驗

取 0.5 mL 0.5 M NaCl 為已知試樣，加入 0.5 mL 6 M HNO_3 ，並加入 2~3 滴 0.1 M AgNO_3 ，生成白色的 AgCl 沉澱，證明 Cl^- 的存在。若 SCN^- 亦存在，則也會產生白色的 AgSCN 沉澱而干擾 Cl^- 之試驗。如試液含 SCN^- ，則取 0.5 mL 待測溶液，置入 50 mL 燒杯中，加入 0.5 mL 6 M HNO_3 ，在沸水浴加熱使蒸發至原體積之 1/2，如此可將 SCN^- 氧化，去除干擾。然後再加 0.5 mL 6 M HNO_3 及 2~3 滴 AgNO_3 ，並觀察白色的 AgCl 沉澱生成，以證明 Cl^- 存在。

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

取 0.5 mL 2 M $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ (NaOAc) 為已知試樣，加入 0.5 mL 3 M H_2SO_4 ，混合均勻，在沸水浴加熱此試管 30 秒，會產生特有醋酸味，以手摀聞確認醋酸根存在。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. NH_4^+ 之測試 (灰色字部份不做)

取 0.5 mL 0.5 M NH_4Cl 為已知試樣，加入 0.5 mL 6 M NaOH ，在沸水浴加熱此試管 30 秒，會產生特殊氨臭味，以手摀聞，即可證明 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 NH₄Cl 溶液。當氨蒸氣產生時，紅色石蕊試紙快速的變藍色，證明 NH₄⁺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 ₃ ²⁻	1 M Na ₂ CO ₃ 0.5 mL	6 M HCl 0.5 mL	CO ₂ (g) 無色無味
2	SO ₄ ²⁻	0.5 M Na ₂ SO ₄ 0.5 mL	6 M HCl 0.5 mL & 1 M BaCl ₂ 3 滴	BaSO ₄ (s) 白色 ppt
3	PO ₄ ³⁻	0.5 M Na ₂ HPO ₄ 0.5 mL	6 M HNO ₃ 0.5 mL & 0.25 M(NH ₄) ₂ MoO ₄ 0.5 mL	(NH ₄) ₃ PO ₄ · 12MoO ₃ 黃色 ppt
4	SCN ⁻	0.5 M KSCN 0.5 mL	6 M HOAc 0.5 mL & 0.1 M Fe(NO ₃) ₃ 1 滴	[FeSCN] ²⁺ 血紅色
5	Cl ⁻	0.5 M NaCl 0.5 mL	6 M HNO ₃ 0.5 mL & 0.1 M AgNO ₃ 2 滴	AgCl 白色 ppt
6	OAc ⁻	2 M NaOAc 0.5 mL	3 M H ₂ SO ₄ 0.5 mL & 熱水浴加熱 30sec	醋酸味 (以手搦聞)
7	NH ₄ ⁺	0.5 M NH ₄ 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：

- a. 錯合離子形成
- b. 氧化還原反應進行
- c. 酸鹼中和
- d. 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
CO_3^{2-}			
SO_4^{2-}			
PO_4^{3-}			$\text{HPO}_4^{2-} + \text{NH}_4^+ + \text{MoO}_4^{2-} + \text{H}^+ \rightarrow (\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{MoO}_3 + \text{H}_2\text{O}$
SCN^-			
Cl^-			
$\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$			
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 HNO_3 與 0.1 M AgNO_3 ，則產生白色沉澱。 _____
 - b. 加入 6 M NaOH ，溶液產生特殊味蒸氣。 _____
 - c. 加入 6 M H_2SO_4 ，則產生特殊味蒸氣。 _____
 - d. 加入 6 M HNO_3 ，則產生氣泡。 _____
 - e. 加入 6 M HOAc 與 0.1 M $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ，溶液顏色變化。 _____
 - f. 加入 6 M HNO_3 與 1 M BaCl_2 溶液，產生白色沉澱。 _____
 - g. 加入 6 M 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 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 AgNO_3 到上述溶液，無反應。
 - c. 加 1 M 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)
