



國立中正大學

*National Chung Cheng University*



積極創新 修德澤人



114-2

實驗三、第一組陽離子定性分析

115.05.03 ~ 115.05.09 (預估操作時間：2 小時)

# 一、目的

- 學習常見陽離子之分離與鑑定技術，以瞭解物質沉澱、溶解與錯離子生成等平衡關係。



## 二、原理

### (一)、陽離子的定性分析一般分為三個階段

#### 沉澱分離

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

#### 選擇性地溶解分離

將各類組中的陽離子沉澱選擇性地溶解分離

#### 鑑定個別陽離子

## (二)、陽離子依其鹽類溶解度的不同， 分成下列五類組：

- 第一組陽離子 ( $\text{Ag}^+$ 、 $\text{Hg}_2^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ ，不溶性氯化物)
- 第二組陽離子 ( $\text{Hg}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Bi}^{3+}$ 、 $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{As}^{3+}$ 、 $\text{Sb}^{3+}$ 、 $\text{Sn}^{4+}$ ，酸性溶液中的不溶性硫化物)
- 第三組陽離子 ( $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ ，鹼性溶液中的不溶性硫化物或氫氧化物)
- 第四組陽離子 ( $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Sr}^{2+}$ 、 $\text{Ba}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ ，碳酸鹽沉澱)
- 第五組陽離子 ( $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ ，皆可溶)

\* 本實驗僅練習第一組陽離子之分析。

### (三)、第一組陽離子 $\text{Ag}^+$ 、 $\text{Hg}_2^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 的性質

- 第一組陽離子在酸性中會形成不溶性氯化物，與後面幾組的陽離子分離。
- 再利用其氯化物溶解度積 ( $K_{sp}$ ) 的不同，以及錯離子的生成，分別鑑定第一組陽離子。
- \* 本實驗氯化物對身體有害，大量暴露可能會導致死亡或重大持續性傷害。操作本實驗請謹守實驗室安全規範，以確保安全。
- \* 本次實驗中硝酸銀具有光敏性，且若接觸皮膚會使皮膚呈現短時間變黑，因此務必小心使用。

# 三、儀器與材料

## 儀器

各組器材櫃

助教提供

電磁加熱攪拌器

離心管 (3 支)

100 mL 燒杯 (1 個)

離心機

試管 (5 支)

滴管

玻棒

藍色石蕊試紙

陽離子標準溶液 (10 mg 陽離子/mL)

$\text{Hg}_2^{2+}$ \* : 硝酸亞汞( $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

$\text{Ag}^{+}$ \*\* : 硝酸銀( $\text{AgNO}_3$ )

$\text{Pb}^{2+}$ \*\* : 硝酸鉛( $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ )

試劑

6.0 M 鹽酸\*\*\* ( $\text{HCl}$ )

0.5 M 鉻酸鉀\*\* ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ )

6.0 M 醋酸\*\*\*\* ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )

6.0 M 硝酸\*\*\*\* ( $\text{HNO}_3$ )

15.0 M 濃氨水\*\* ( $\text{NH}_3$ )

參考資料：<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>

- \* : 毒性
- \* : 脫水性
- \* : 易燃
- \* : 腐蝕性

# 四、實驗步驟

陽離子溶液

2 滴  $\text{Hg}_2^{2+}$ ，2 滴  $\text{Ag}^+$ ，3 滴  $\text{Pb}^{2+}$

步驟 1-1 加入  $\text{HCl}_{(\text{aq})}$

沉澱 1-1  $\text{Hg}_2\text{Cl}_{2(\text{s})}$ ，  
 $\text{AgCl}_{(\text{s})}$ ， $\text{PbCl}_{2(\text{s})}$

溶液 1-1

加 1 滴 6.0 M  $\text{HCl}$   
及 10 滴水清洗沉  
澱，離心分離

再加 1 滴 6.0 M  
 $\text{HCl}$  檢查沉澱  
是否完全

沉澱 1-1

溶液

否

是

步驟 1-2

加 5 滴水，並在 70 ~ 80°C 水浴中加熱

重複  
步驟 1-1

暫保留  
於試管

沉澱 1-2



溶液 1-2



加入濃氨水

步驟 1-4

步驟 1-3

加入  $\text{HOAc}_{(aq)}$   
&  $\text{K}_2\text{CrO}_{4(aq)}$

沉澱 1-3



溶液 1-3



(黃色沉澱)

步驟 1-5

加入  $\text{HNO}_{3(aq)}$



(白色沉澱)

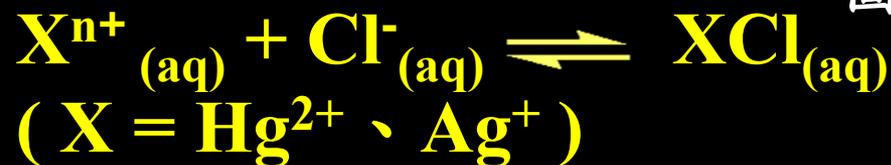
# 步驟 1-1

1. 加入一滴  $6.0 \text{ M HCl}_{(\text{aq})}$  於離心管中，並均勻搖晃 1~2 分鐘。如果有沉澱生成，靜置待沉澱沉降後再加一滴  $6.0 \text{ M HCl}_{(\text{aq})}$  測試沉澱是否完全。繼續滴加至不再有新沉澱生成。

註 1： $\text{PbCl}_2$  沉澱速度較慢，搖晃可使沉澱完全。

註 2：滴加鹽酸須避免過多，以致氯化物溶解。

2. 離心後將上層澄清液傾析至另一試管 (溶液 1-1)。



圖一、靜置使  $\text{PbCl}_2$  沉澱



## 步驟 1-2

3. 加 5 滴去離子水於**沉澱 1-1**，在沸水 70 ~ 80°C 中加熱並攪拌5分鐘。
  4. 迅速離心後將上層澄清液移至另一支試管 (**溶液 1-2**)。
- 註：若時間過長使溶液冷卻， $\text{PbCl}_2$  會沉澱析出。

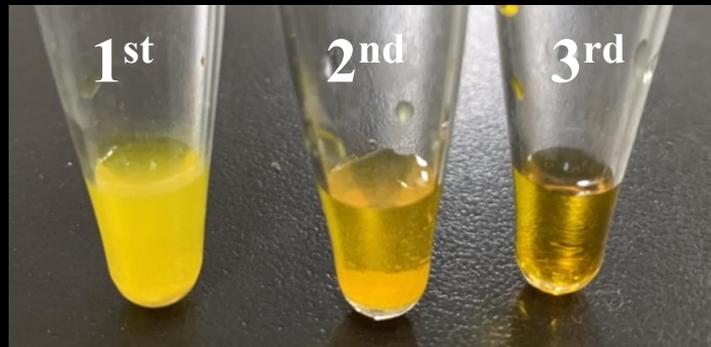


## 步驟 1-3

5. 在**溶液 1-2** 中加入 1 滴 6.0 M  $\text{CH}_3\text{COOH}_{(\text{aq})}$  以及 4 滴的  $\text{K}_2\text{CrO}_{4(\text{aq})}$ ，如有黃色沉澱產生，表示有  $\text{Pb}^{2+}$  存在。

註：加入  $\text{CH}_3\text{COOH}_{(\text{aq})}$  是為了避免其他鉻酸鹽一起沉澱。

6. 如**溶液 1-2** 中有  $\text{Pb}^{2+}$  存在，繼續用熱去離子水萃取**沉澱 1-1**，直至萃取液加入  $\text{K}_2\text{CrO}_{4(\text{aq})}$  後僅微微混濁。



圖二、第三次萃取後  
液體澄清許多

## 步驟 1-4

7. 在不含  $\text{Pb}^{2+}$  的沉澱 (沉澱 1-2) 中加入 4 滴 15.0 M 濃氨水，並搖晃離心管將沉澱攪散。

註：若  $\text{Pb}^{2+}$  未完全移除，會影響到檢測結果。

8. 離心後將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。



圖三、有黑色沉澱 ( $\text{HgNH}_2\text{Cl}_{(s)}$  與  
 $\text{Hg}^0_{(l)}$  之混和沉澱) 產生代表有  $\text{Hg}_2^{2+}$   
存在



## 步驟 1-5

9. 加 6.0 M  $\text{HNO}_{3(\text{aq})}$  至溶液 1-3 中，使溶液呈酸性，觀察其變化。若有白色沉澱生成，表示有  $\text{Ag}^+$  存在。

註：加入酸後須將溶液混合均勻，並用石蕊試紙測試其酸鹼性。



圖四、藍色石蕊試紙成紅色

## 步驟 1-6

10. 實驗結束，保留所有分離鑑定沉澱結果與實驗紀錄一起給助教查核。
11. 廢液含有重金屬，應倒入指定重金屬廢液回收桶清洗所用玻璃器材並刷除離心管上所貼標籤。

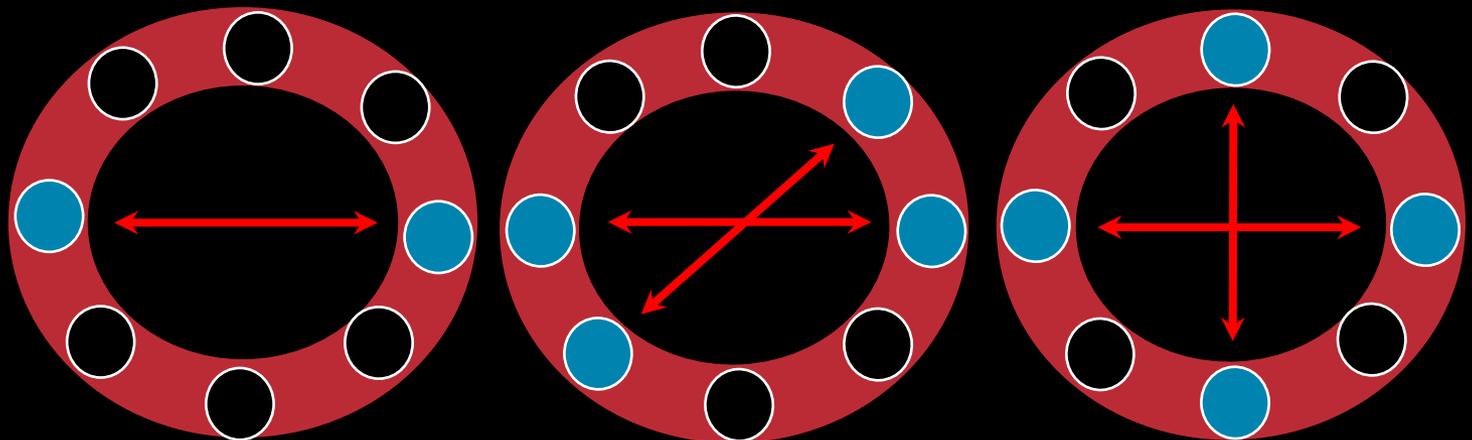
# 離心機使用介紹



1. 開啟電源，確認離心機為靜止狀態，再按下閥門開關，打開離心機蓋子。**注意!! 電源未開啟時，離心機蓋子無法開啟。**
2. 使用離心機前，先逐一檢查離心機內的套管是否完好，如果腐蝕損壞，或者是有不明物體在套管裡面，則必須先清理乾淨或者更換。



3. 將待分離試樣置於離心管中。離心機中成對的離心管必需保持**等重**，並且以**對角線**方式放置；若離心管的數量不成對，則需要另取一支離心管，裝入約等量的水再放置於對角線的位置，以免造成離心時因力量不平衡而使離心管破裂或旋轉軸受損。



4. 蓋上離心機蓋子時，需確認蓋子蓋妥，才可以啟動電源開關。
5. 先轉動離心機時間開關至 **5 分鐘**，再轉動轉速開關。轉動轉速開關時，先以慢速 (**150 rpm**) 啟動 **15 秒**後，使旋轉軸達到轉動平衡，確定沒有異樣雜音之後，再將轉速增大至約 **300 rpm** 即可。
6. 離心過程中若有雜音或震動等異常狀況出現，必須馬上將轉速調至零，關閉電源並通知助教。
7. 離心完成時，將轉速調至零，等待離心機停止旋轉。
8. 離心分離後，可以使用傾析法將上層溶液傾析，或是使用滴管將上層溶液吸出，分離固體與液體。

# 五、注意事項

1. 本實驗產生有毒酸煙 (氯氣)，所有加熱操作均需在排煙櫃中進行。
2. 本實驗之金屬陽離子中，含汞廢液須單獨回收，不可混入一般廢液。
3. 實驗進行中，務必要穿著實驗衣，並戴護目鏡、手套和口罩。
4. 本實驗中所有藥品皆具毒性及一定的危險性，因此在操作本實驗時請謹守實驗室安全規範及助教指示，以確保安全。
5. 所有藥品及實驗器具皆不能帶出實驗室

# 六、實驗結果

	6.0 M HCl	沸水	0.5 M K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> (aq) 6 M HOAc	濃氨水	6.0 M HNO <sub>3</sub>
沉澱顏色					
溶液顏色					
主要產物 化學式					

1. 在步驟 1-3 中是先加  $\text{CH}_3\text{COOH}_{(\text{aq})}$  再加  $\text{K}_2\text{CrO}_{4(\text{s})}$  沉澱出  $\text{PbCrO}_{4(\text{s})}$ ，若不小心把順序顛倒（先加了  $\text{K}_2\text{CrO}_{4(\text{s})}$  再加  $\text{CH}_3\text{COOH}_{(\text{aq})}$ ），請問會造成什麼影響？

2. 請問為何在步驟1-4中加入濃氨水會使 $\text{AgCl}_{(s)}$  溶解，而在步驟1-5中加入硝酸後會使 $\text{AgCl}_{(s)}$  產生沉澱？請說明原因並寫出相關反應式。

3. 請問在取陽離子標準溶液的步驟中，為何 $\text{Pb}^{2+}$ 標準溶液的取量需要比較多？而不是取相同的體積

4. (a) 請利用離子積公式算出飽和AgCl溶液中 $[Ag^+]$ 濃度為多少？(b)以及 AgCl 在 0.1 M HCl溶液的 $[Ag^+]$ 濃度？

# 國立中正大學化學暨生物化學系

教材製作：莊佳滢 助教

教材編修：蕭世楷 助教

指導老師：于淑君 教授

製作日期：115.02.09