# 成果報告書

作品名稱：微型化定性分析實驗之可行性探討－以陽離子分析為例

# 目　錄


摘要 ‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥ 2

壹、研究動機 ‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥ 2

貳、研究目的 ‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥ 2

參、研究設備及器材 ‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥ 2

肆、研究過程或方法 ‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥ 3

伍、研究結果 ‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥ 8

陸、討論 ‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥ 11

柒、結論 ‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥ 12

捌、參考資料及其他 ‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥‥ 12

# 摘要

高二分析化學實驗課是高職生的必修課程，其中陽離子分析實驗包含 Group Ⅰ～Ⅴ，共二十四個金屬離子，我們需瞭解各屬陽離子之分離及檢驗方法，因此分離試樣時，先加入屬試劑（表三），使某些離子與試樣溶液分離，再將各個離子加入確認試劑使其沉澱，並利用其沉澱物判斷。

本實驗嘗試使用微型離心機，進行微型離心管和傳統離心管之比較，並將化學藥品用量降低，各以 0.05ml（1 滴）、0.1ml（2 滴）和課本取量 1ml（每種離子約 4～7 滴）來檢測陽離子，實驗結果可知，減量後仍產生足量沉澱物，以供後續確認實驗所用，因此本方法確實可行；使用此方法減量操作，試藥最多可減量 85%，並不影響實驗結果且有明顯反應。

# 壹、 研究動機

高二上學期的分析化學實驗課（實驗三～實驗九），是用傳統的系統化學分析來探討無機離子的存在，透過陰陽離子及其他化合物之反應特性，了解其分離及鑑定方法（定性分析），而陰陽離子分析的實驗過程中，使用的藥品皆含有許多重金屬及酸鹼廢液，這些廢液的處理是化學實驗室面臨的重大問題。

「綠色化學」的精神在於使用化學物質時，能減少廢棄物之產生，若能改良實驗流程，減少藥品用量，則能達到環保減廢之目的。

# 貳、 研究目的

一、找出減少定性分析實驗產生廢液之方法
二、嘗試減少藥品使用量，觀察沉澱物之多寡，確認實驗之可行性
三、比較微型化實驗與傳統分析之差異

# 參、 研究設備及器材

一、實驗器材

表一　器材

| | | | |
|---|---|---|---|
| 微型離心機 | 傳統離心機 | 微型離心管 | 離心管 |
| 燒杯 | 吸量管 | 滴定瓶 | 玻棒 |
| 擋風板 | 三腳架 | 石綿心網 | 本生燈 |
| 試管夾 | 表玻璃 | 粗秤天平 | 震盪器 |
| 超音波震盪器 | 試管架 | 石蕊試紙 | 蒸發皿 |

圖一　微型離心機與微型試管、傳統離心機與離心試管

二、實驗藥品

表二　藥品

| | | | |
|---|---|---|---|
| 硝酸亞汞 $Hg_2(NO_3)_2$ | 硝酸銀 $AgNO_3$ | 硝酸鉛 $Pb(NO_3)_2$ | 硝酸汞 $Hg(NO_3)_2$ |
| 硝酸銅 $Cu(NO_3)_2$ | 硝酸鎘 $Cd(NO_3)_2$ | 硝酸鉍 $Bi(NO_3)_3$ | 氯化銻 $SbCl_3$ |
| 氯化錫 $SnCl_4$ | 硝酸鋁 $Al(NO_3)_3$ | 硝酸鉻 $Cr(NO_3)_3$ | 硝酸鋅 $Zn(NO_3)_2$ |
| 硝酸錳 $Mn(NO_3)_2$ | 硝酸鐵 $Fe(NO_3)_3$ | 硝酸鈷 $Co(NO_3)_2$ | 硝酸鎳 $Ni(NO_3)_2$ |
| 硝酸鈣 $Ca(NO_3)_2$ | 硝酸鍶 $Sr(NO_3)_2$ | 硝酸鋇 $Ba(NO_3)_2$ | 硝酸鎂 $Mg(NO_3)_2$ |
| 硝酸鈉 $NaNO_3$ | 硝酸鉀 $KNO_3$ | 硝酸銨 $NH_4NO_3$ | 濃鹽酸 HCl |
| 濃硝酸 $HNO_3$ | 濃氨水 $NH_{3(aq)}$ | 濃醋酸 $CH_3COOH$ | 3M HCl |
| 3M $HNO_3$ | 1M $K_2CrO_4$ | 3M $NH_{3(aq)}$ | 5% $CH_3CSNH_2$（TAA） |
| 飽和 $NH_4Cl$ | 3M KOH | 1M $SnCl_2$ | 固體$(NH_4)_2SO_4$ |
| 6M $CH_3COOH$ | 3M $CH_3COONH_4$ | $NaHSnO_2$ | 3M $CH_3COOH$ |
| 0.1M $K_4Fe(CN)_6$ | 固體 $Na_2S_2O_4$ | 0.5M $AgNO_3$ | 2M $CH_3COONa$ |
| 鐵釘 | 飽和 $HgCl_2$ | 0.25M $(NH_4)_2C_2O_4$ | 鋁試劑 |
| 1M $Ba(CH_3COO)_2$ | 固體 $NaBiO_3$ | 3M $NH_4SCN$ | 固體 NaF |
| $NH_4SCN$(酒精溶液) | 二甲基乙二醛二肟 | 0.05M $(NH_4)_2HPO_4$ | 2M $(NH_4)_2CO_3$ |
| 1M $(NH_4)_2SO_4$ | 鎂試劑 | $NaCo(NO_2)_6$ | 石蕊試紙 |

# 肆、 研究過程或方法

一、 陽離子系統化學分析

定性分析通常將陽離子分為五屬，分屬是利用各屬離子對某一沉澱劑之溶解度來將陽離子分離。在分離陽離子後，在溶液中加入各屬屬試劑，使其屬沉澱，並加入沉澱劑將離子分離，進而利用確認試劑使離子沉澱。

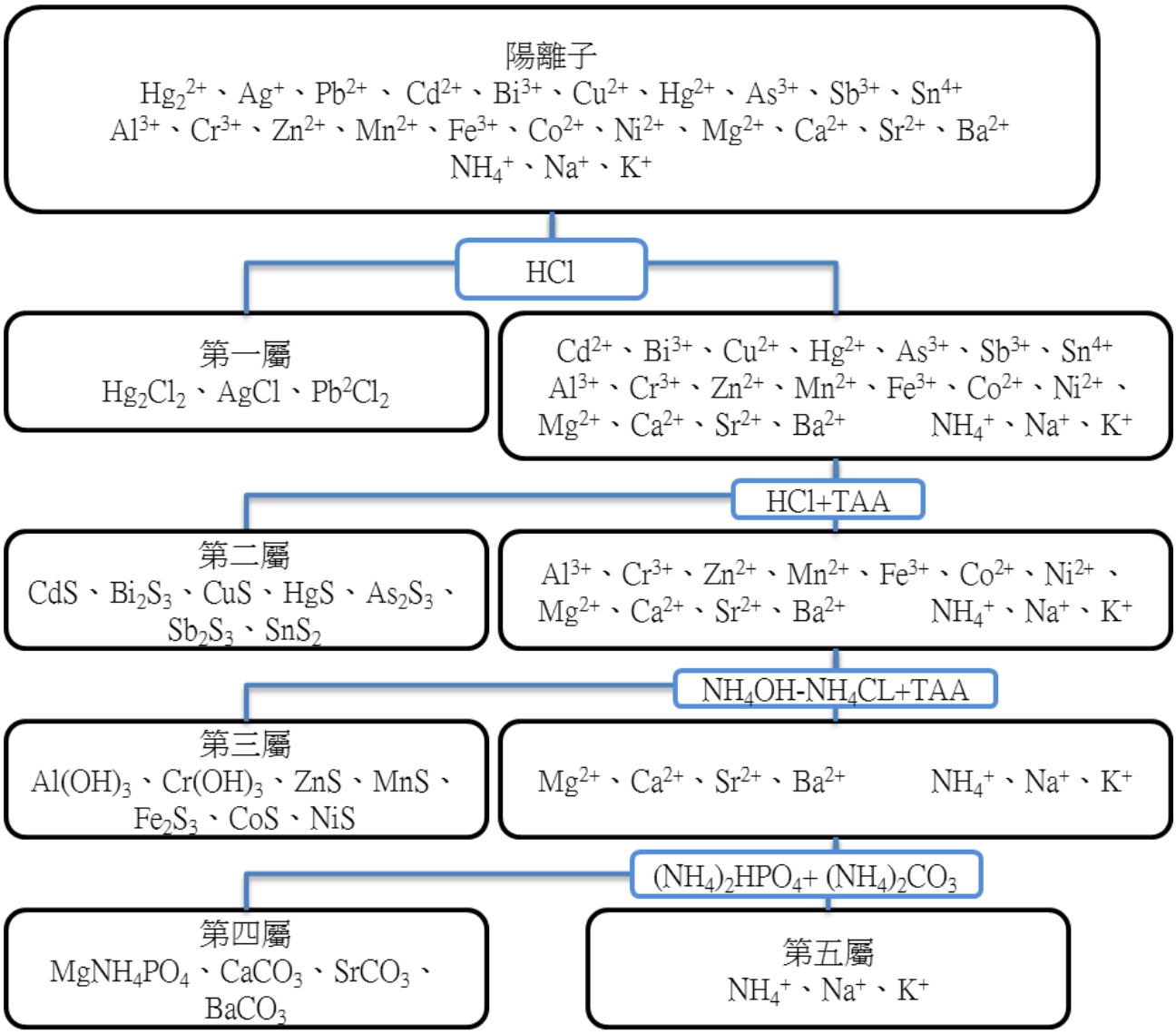
第一屬陽離子稱為氯化氫屬，是因其屬試劑為氯化氫，使離子生成氯化物沉澱；第二屬陽離子稱為酸性硫化氫屬，是因離子在酸性下與硫代乙醯胺會產生硫化氫，而產生硫化物沉澱；第三屬陽離子稱為鹼性硫化氫屬，是因離子在鹼性下與硫代乙醯胺會產生硫化氫，而產生硫化物沉澱；第四屬陽離子稱為碳酸銨屬，是因離子與碳酸銨生成碳酸鹽沉澱；第五屬陽離子因可與離子反應之化合物較少，而稱為可溶屬。

二、 各屬陽離子與其屬試劑

表三　各屬陽離子與其屬試劑

| 陽離子 | | 離子 | 屬試劑 |
|---|---|---|---|
| I | | $Hg_2^{2+}$、$Ag^+$、$Pb^{2+}$ | HCl |
| II | A | $Cd^{2+}$、$Bi^{3+}$、$Cu^{2+}$、$Hg^{2+}$、$Pb^{2+}$ | $H_2S$、HCl+TAA |
| | B | $As^{3+}$、$Sb^{3+}$、$Sn^{4+}$ | |
| III | A | $Al^{3+}$、$Cr^{3+}$、$Zn^{2+}$ | $NH_4OH$-$NH_4Cl$+TAA |
| | B | $Mn^{2+}$、$Fe^{3+}$、$Co^{2+}$、$Ni^{2+}$ | |
| IV | | $Mg^{2+}$、$Ca^{2+}$、$Sr^{2+}$、$Ba^{2+}$ | $(NH_4)_2CO_3$+$(NH_4)_2HPO_4$ |
| V | | $NH_4^+$、$Na^+$、$K^+$ | |

三、陽離子分屬流程圖




圖二　陽離子分屬流程圖

四、第一屬陽離子分離流程

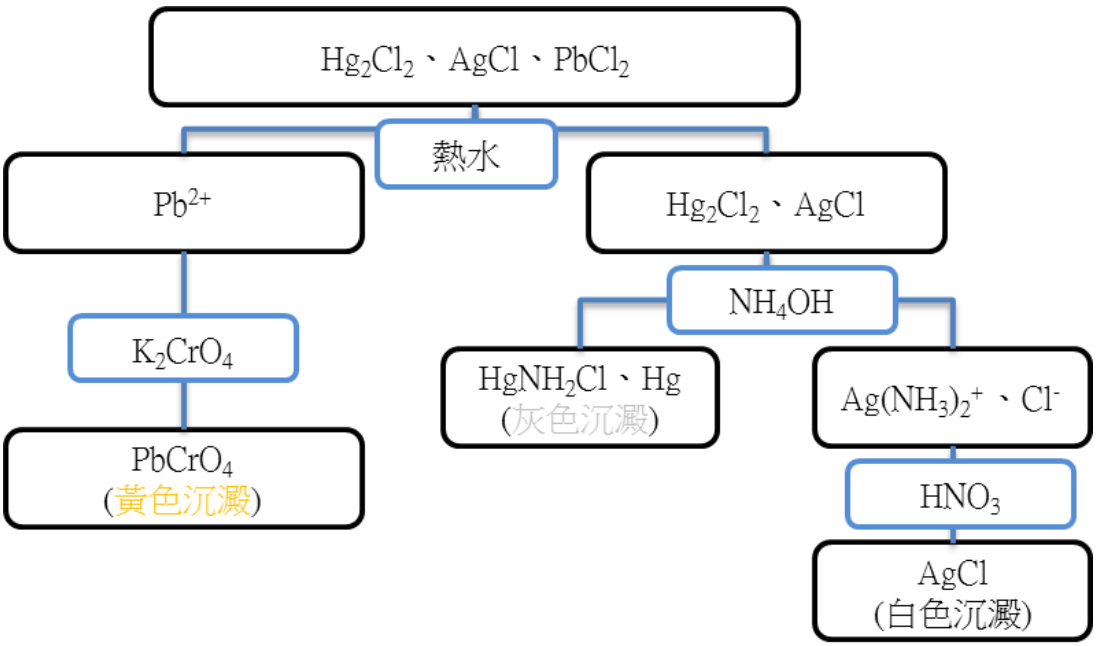
第一屬陽離子包含 $Hg_2^{2+}$、$Ag^+$、$Pb^{2+}$三種離子，會與 3 M $HCl_{(aq)}$ 產生氯化物沉澱。

$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$ (白色沉澱) $Ksp = 1.8\times10^{-10}$

$Hg_2^{2+} + 2Cl^- \rightarrow Hg_2Cl_2$ (白色沉澱) $Ksp = 1.3\times10^{-18}$

$Pb^{2+} + 2Cl^- \rightarrow PbCl_2$ (白色沉澱) $Ksp = 1.6\times10^{-5}$

從上述方程式可知，$Hg_2^{2+}$、$Ag^+$、$Pb^{2+}$三種離子所形成之氯化物溶解度很小，可與其他屬的陽離子分離。

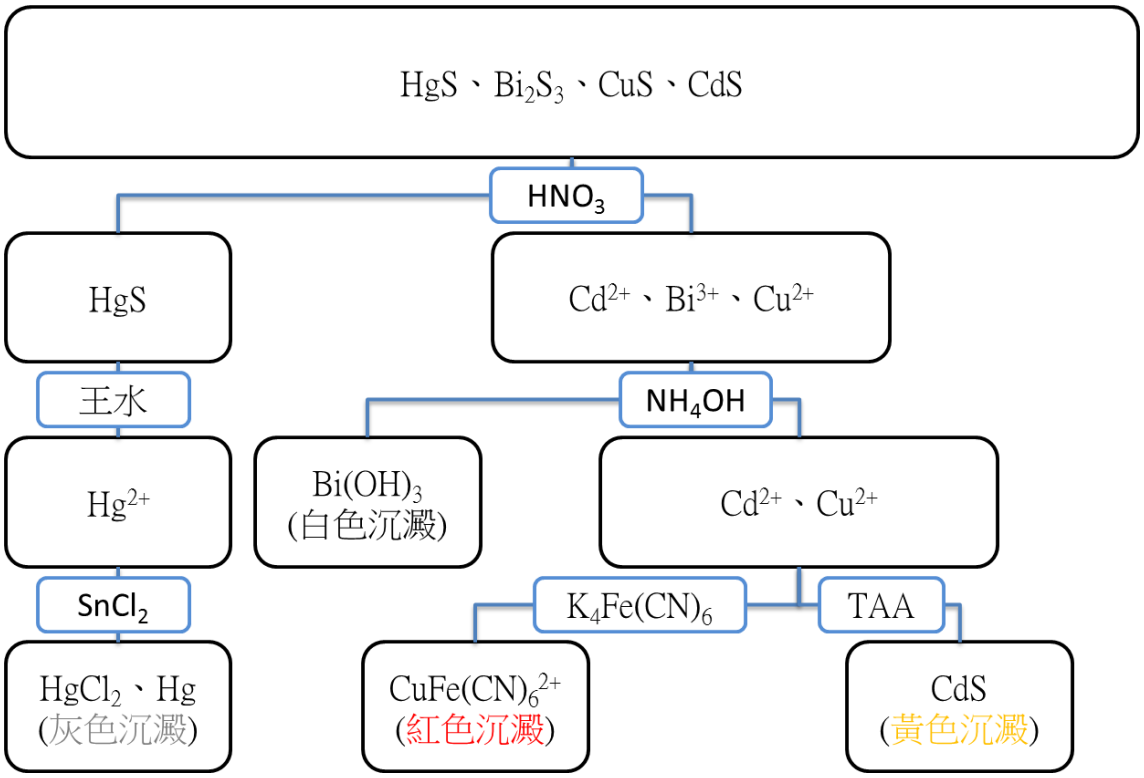



圖三　第一屬陽離子分離流程

五、第二屬陽離子分離流程

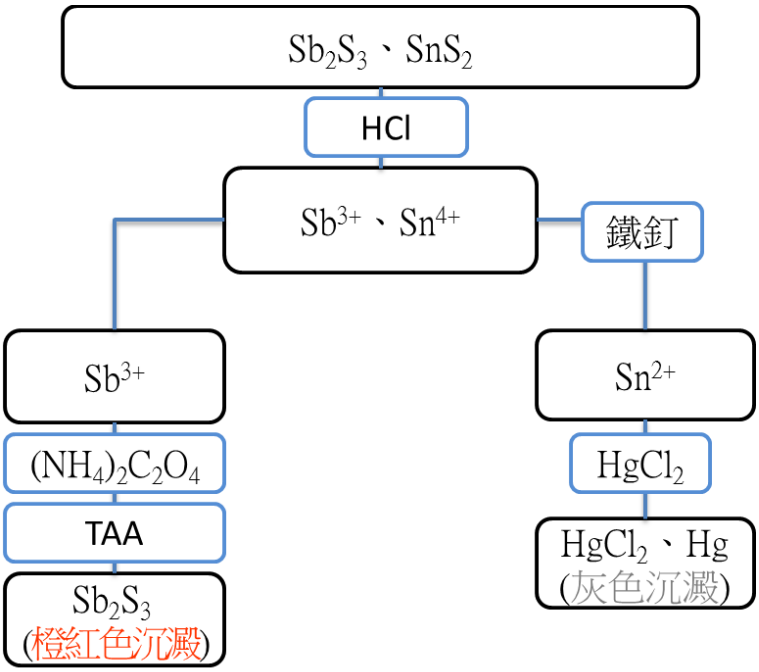
(一)、 第二屬陽離子包含 $Cd^{2+}$、$Bi^{3+}$、$Cu^{2+}$、$Hg^{2+}$、$Pb^{2+}$、$As^{3+}$、$Sb^{3+}$、$Sn^{4+}$，在酸性下與硫代乙醯胺（TAA）會產生硫化氫，而產生硫化物沉澱，在其硫化物的混合沉澱中加入 KOH，有些沉澱會溶解，因此可分為兩副屬（IIA 屬及 IIB 屬）。

(二)、 IIA 屬分離流程




圖四　第二屬陽離子 IIA 屬分離流程

(二)、 IIB 屬分離流程

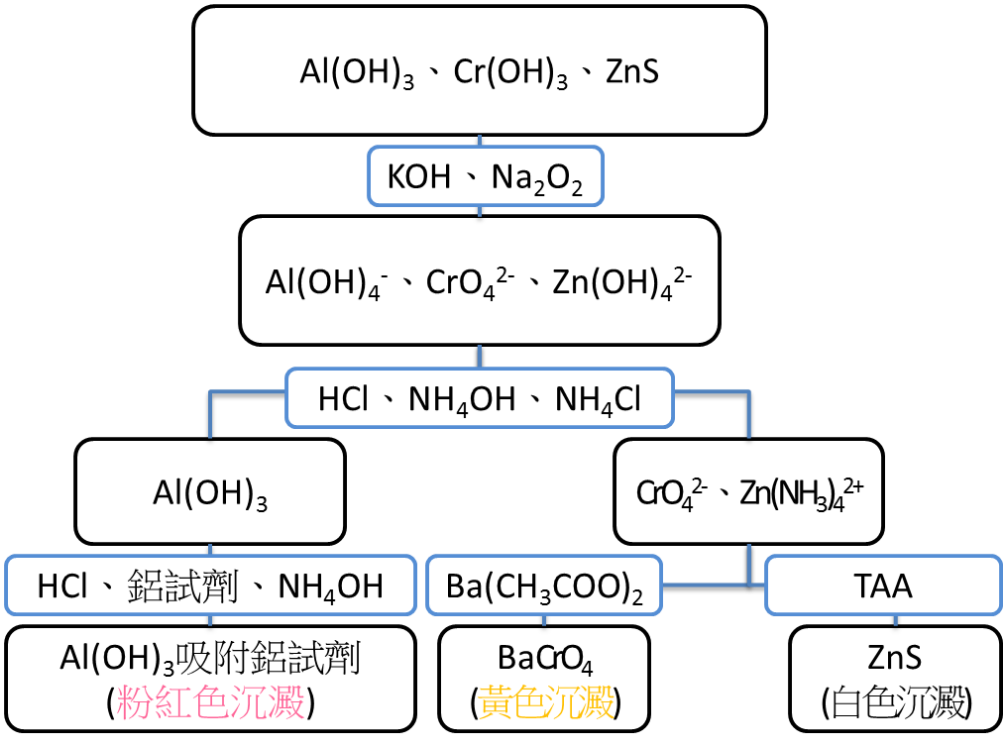



圖五　第二屬陽離子 IIB 屬分離流程

六、第三屬陽離子分離流程

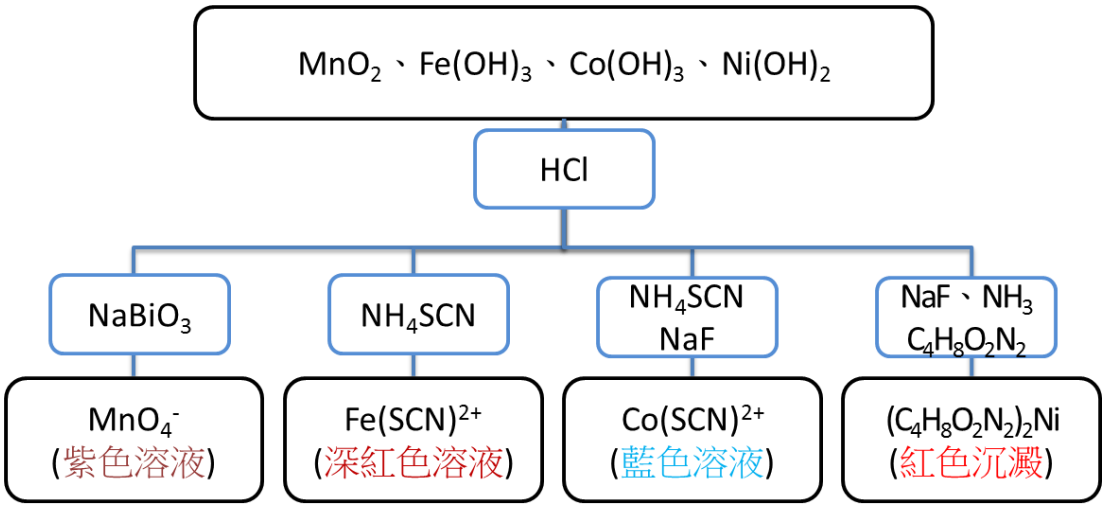
(一)、 第三屬陽離子在鹼性下與硫代乙醯胺會產生硫化氫，而產生硫化物沉澱，在其硫化物的混合沉澱中先加酸溶解，再加入 KOH 及 $Na_2O_2$，因此可分為兩副屬（IIIA 屬及 IIIB 屬）。

(二)、 IIIA 屬分離流程



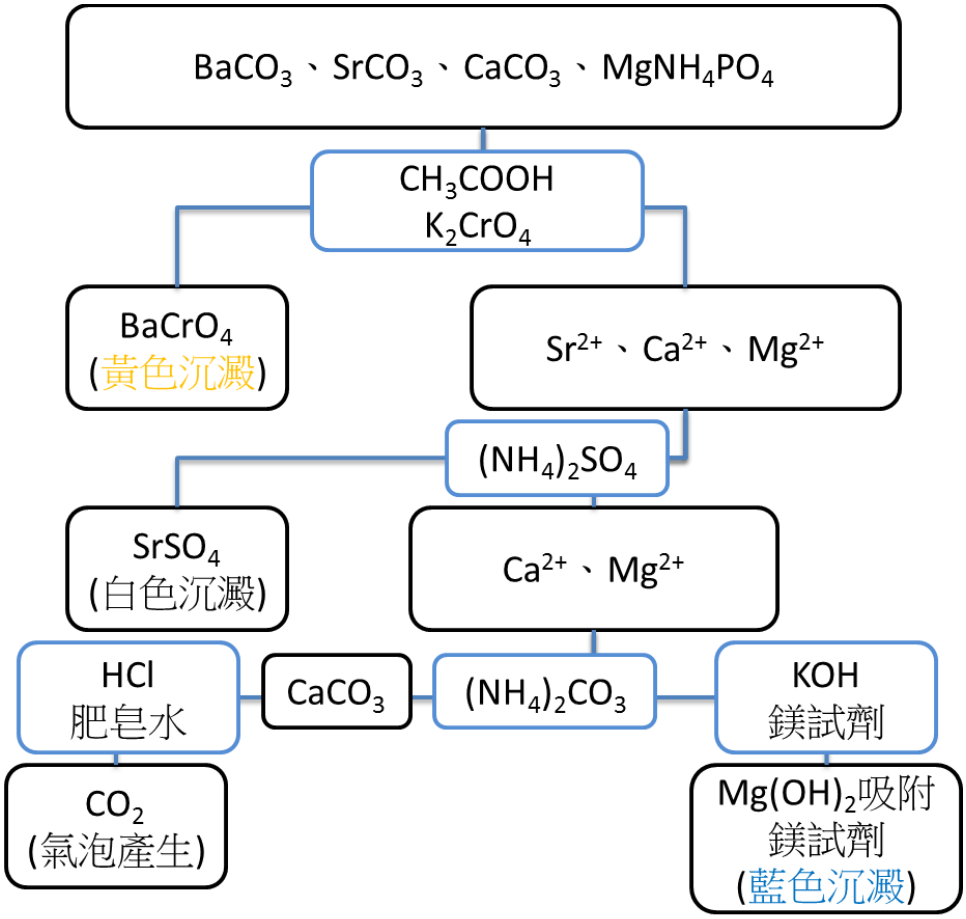

圖六　第三屬陽離子 IIIA 屬分離流程

(三)、 IIIB 屬分離流程



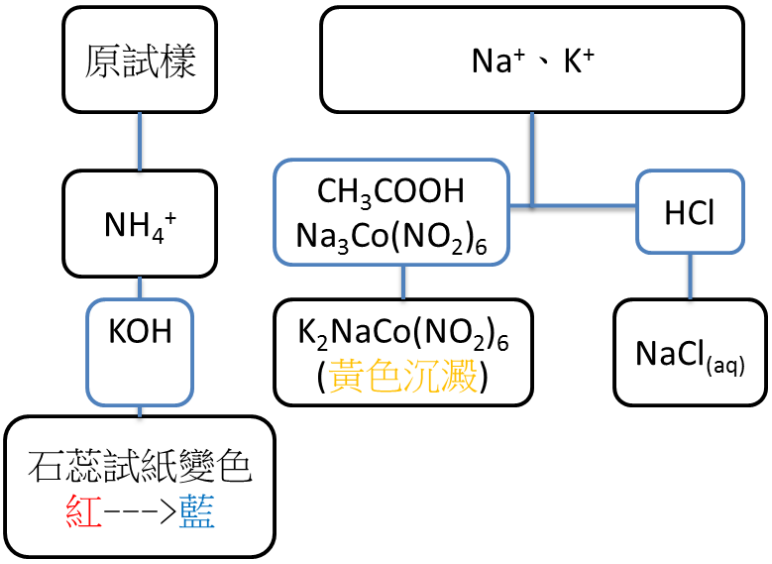

圖七　第三屬陽離子 IIIB 屬分離流程

七、第四屬陽離子分離流程




圖八　第四屬陽離子分離流程

八、第五屬陽離子分離流程

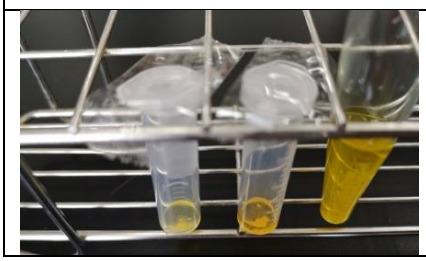
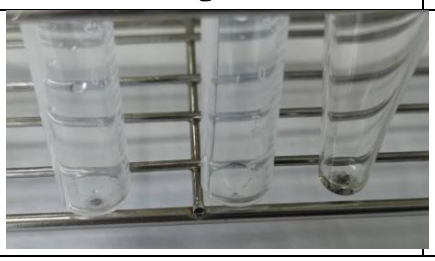
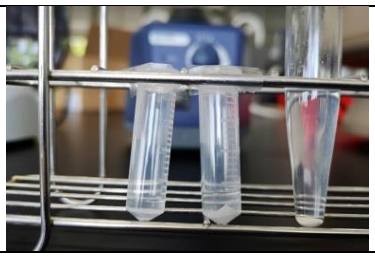



圖九　第五屬陽離子分離流程

# 伍、 研究結果

一、第一屬陽離子

表四　第一屬陽離子（$Pb^{2+}$、$Hg_2^{2+}$、$Ag^+$）

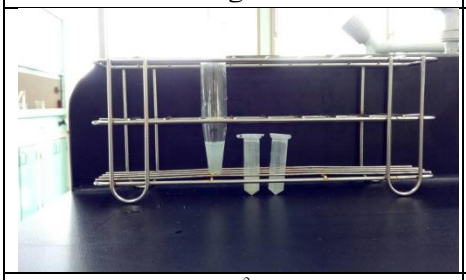
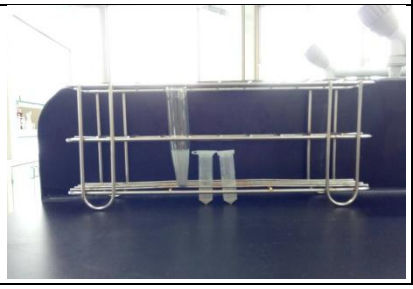
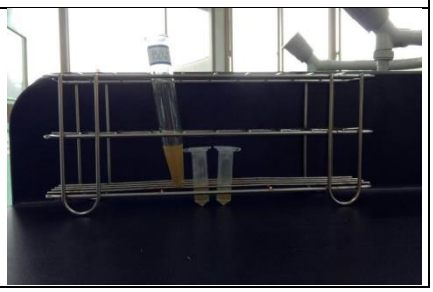
| $Pb^{2+}$ | $Hg_2^{2+}$ | $Ag^+$ |
|---|---|---|
|  |  |  |

第一屬陽離子實驗結果，若將 $Pb^{2+}$、$Hg_2^{2+}$、$Ag^+$之試樣體積減至 0.05ml 及 0.1ml，其離子也能與屬試劑以及確認試劑反應。鉛離子因其 Ksp 較其他氯化物大，所以沉澱量較少，上層液之鉻酸根顏色較深，較不易觀察沉澱物之顏色。

沉澱物(氯化亞汞及氯化銀)在滴入濃氨水時，可從沉澱物觀察到灰黑色物質，因此可判斷有汞、氧化汞、氯化胺基汞之生成；上層液含有銀氨錯離子，加入硝酸後形成氯化銀白色沉澱，可判斷有銀離子存在。

二、第二屬陽離子

表五　第二屬陽離子（$Hg^{2+}$、$Bi^{3+}$、$Cu^{2+}$、$Cd^{2+}$、$Sn^{4+}$、$Sb^{3+}$）

| $Hg^{2+}$ | $Bi^{3+}$ | $Cu^{2+}$ |
|---|---|---|
|  | | |
| $Cd^{2+}$ | $Sn^{4+}$ | $Sb^{3+}$ |
| |  |  |

第二屬陽離子實驗，在酸性下與硫代乙醯胺（TAA）會產生硫化氫，而產生硫化物沉澱，加入硝酸有黑色沉澱物未溶解，可確認為 HgS。

鉍離子在分離時，加入氨水會產生氫氧化鉍白色沉澱物，因此此實驗我們將原實驗的流程更改成以氫氧化鉍為最終沉澱物，將原實驗之亞錫酸氫鈉去除，避免多餘之廢液產生。

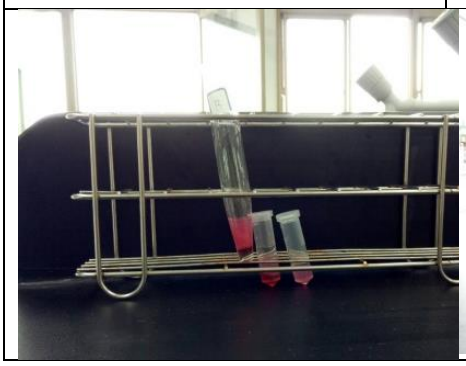
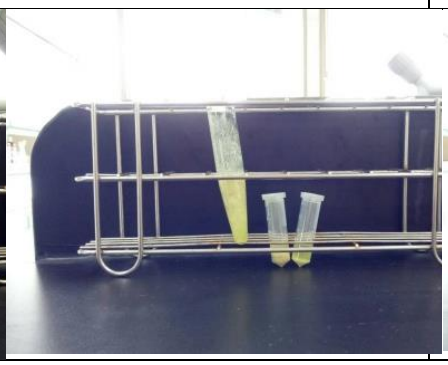
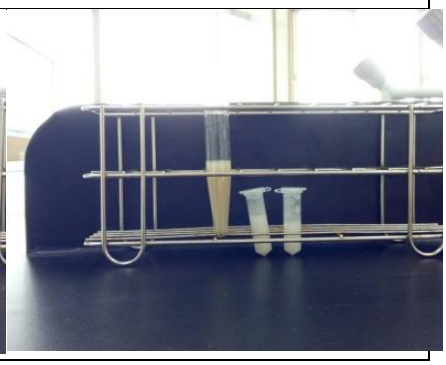
銅離子在實驗中，因濃度低較無法從原溶液中判斷是否含有銅離子，但在加入黃血鹽時則有明顯之紅色沉澱物。

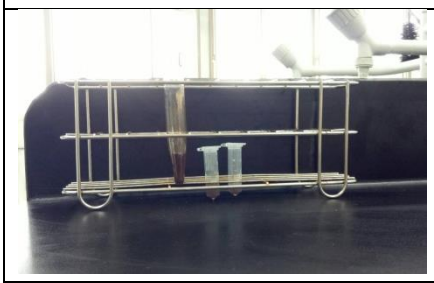
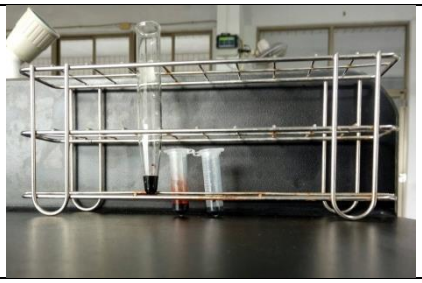
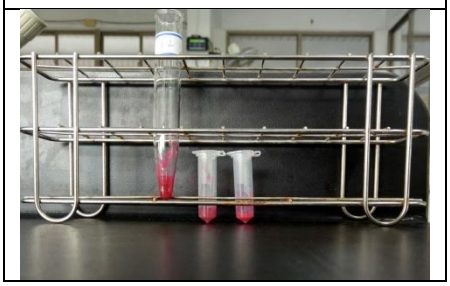
鎘離子在實驗中，可觀察到有明顯黃色沉澱。

銻離子在實驗中，第二屬的屬試劑是 TAA(加熱會產生 $H_2S$)，所以銻離子與硫離子反應產生三硫化二銻 (橘色沉澱)。

三、第三屬陽離子

表六　第三屬陽離子（$Al^{3+}$、$Cr^{3+}$、$Zn^{2+}$、$Mn^{2+}$、$Fe^{3+}$、$Co^{2+}$、$Ni^{2+}$）

| $Al^{3+}$ | $Cr^{3+}$ | $Zn^{2+}$ |
|---|---|---|
|  |  |  |

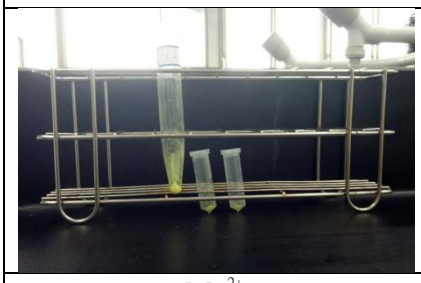
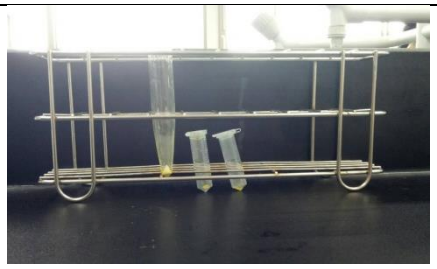
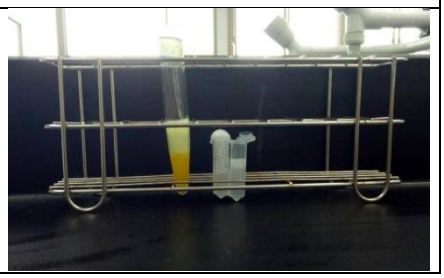
| $Mn^{2+}$ | $Fe^{3+}$ | $Co^{2+}$ |
| --- | --- | --- |
|  |  | |
| $Ni^{2+}$ | | |
|  | | |

從第三屬陽離子的實驗可知，鋁離子在滴入鋁試劑時，因為可與鋁試劑反應的氫氧化鋁較少，從沉澱物中因過多鋁試劑使溶液顏色較粉紅，但仍可看見明顯沉澱物。鉻離子在滴入氨水時生成氫氧化鉻，並加入過氧化納使鉻由三價氧化成六價，並可加入含鋇之鹽類溶液，使其產生黃色鉻酸鋇。鋅離子在鹼性情況下可與 TAA 反應產生硫化鋅，因反應顏色與速度較快且明顯，因此其較容易判斷。

錳離子在分離時有電子的得失，需加入鉍酸鈉使錳離子由二價氧化為七價，而產生錳酸根為紫色。鐵離子在滴入硫氰化銨，會生成明顯之紅色硫氰酸鐵錯離子，會干擾鈷離子之判斷，需加入氟化鈉遮蔽鐵離子，再加入硫氰化銨的酒精溶液，呈現藍色環。鎳離子再加入二甲基乙二醛二肟之前需先加入氟化鈉，因鐵離子會干擾鎳離子判斷，其反應會生成粉紅之沉澱物。

四、第四屬陽離子

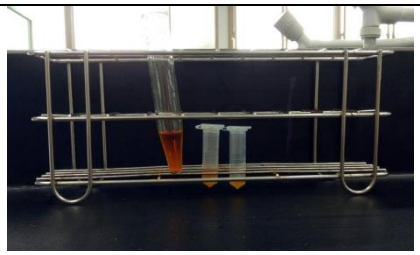
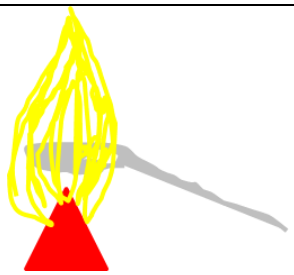
表七　第四屬陽離子（$Ba^{2+}$、$Sr^{2+}$、$Ca^{2+}$、$Mg^{2+}$）

| $Ba^{2+}$ | $Sr^{2+}$ | $Ca^{2+}$ |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
| $Mg^{2+}$ | | |
| | | |

從第四屬陽離子實驗可知，銀離子不一定要以焰色實驗來判斷有無該離子，在確認有無銀離子時，加入鉻酸鉀若有黃色沉澱物則表示有銀離子。鍶離子在滴入硫酸銨後即有白色硫酸鍶沉澱產生，必可確認有無鍶離子。鈣離子加入草酸銨會產生白色草酸鈣沉澱，或是加入碳酸銨生成碳酸鈣，再滴入肥皂水，並加入酸，有泡泡產生即可確認有鈣離子。鎂離子在滴入氨水時產生氫氧化鎂，並在沉澱物(氫氧化鎂)中加入鎂試劑即有鎂離子存在。

五、第五屬陽離子

表八　第五屬陽離子（$NH_4^+$、$K^+$、$Na^+$）

| $NH_4^+$ | $K^+$ | $Na^+$ |
|---|---|---|
| <br>（紅色石蕊試紙變藍） |  |  |

從第五屬陽離子實驗可知，銨根加入氫氧化鉀，並將其加熱且放置潮濕紅色石蕊試紙，則使紅色石蕊試紙變藍，由此可知有氨氣之產生。鉀離子在溶液中加入醋酸以及亞硝酸鈷鈉，則可產生黃色亞硝酸鈷鈉鉀沉澱物。鈉離子因其沉澱劑只有醋酸鈾醯鎂，然而此沉澱劑中含有鈾放射性元素，則在普通實驗室中無法取得，所以利用焰色實驗將鈉離子在火焰中燃燒形成黃色火焰，可確認鈉之有無。

# 陸、 討論

一、在第一屬陽離子中，若將試樣體積減少至 0.05ml、0.1ml，加入屬試劑後仍可使陽離子沉澱(第一屬陽離子之氯化物 Ksp 較小)。

二、在第二屬陽離子中，若將試樣體積減少至 0.05ml、0.1ml，第二屬陽離子因顏色較明顯，雖然沉澱物不多，還是能以沉澱物顏色判斷其離子，砷離子因含有毒性，學校不提供藥品，因此無法進行砷離子之分離及確認。

三、在第三屬陽離子中，若將試樣體積減少至 0.05ml、0.1ml，在滴入各個沉澱劑時，因為第三屬中含有鐵離子，較容易影響其他離子之判斷，所以需先將鐵離子以其他形式存在，避免影響其他離子觀察。

四、在第四屬陽離子中，若將試樣體積減少至 0.05ml、0.1ml，通常以焰色來判斷有哪些離子存在，因為將溶液量減少濃度降低，若以焰色判定，則較難判斷，而我們將離子以其他沉澱形式沉澱，則不須再利用焰色判斷。

五、第五屬陽離子實驗中，在加入試劑前先進行銨根確認。

六、高一所學習的普通化學Ⅱ第十二章中提到，微溶鹽或難溶鹽類在水中只有少量溶解成離子，此飽和溶液中未溶解的鹽和溶液中的離子會達成動態平衡，其離子濃度之係數冪次方乘積為一常數，為溶解度積常數(Ksp)。因此分析化學實驗課中，溶液中之陽離子，遇到特定的陰離子或分子時，會發生反應而沉澱，只要其離子濃度乘積大於 Ksp，則可產生沉澱物，以提供後續陽離子分離及確認。經過實驗後確實可行，且有明顯結果可供確認。

# 柒、 結論

一、此研究利用微型離心機、微型離心試管，進行分析化學實驗之陽離子分析試藥減量，以 0.05ml（1 滴）以及 0.1ml（2 滴）對照原實驗之 1ml（約 20 滴）；由傳統離心器材與微型化器材所產生的沉澱物以及廢液之比較（圖一），可從結果得知，確實可以減少藥品的使用量及廢液產生量。

二、實驗結果可知（表四～表八），減量後仍產生足量沉澱物，以供後續確認實驗所用，因此本方法確實可行。

三、使用此方法減量操作，試藥最多可減量 85%（1 滴試藥產生之廢液可減少約 85%，2 滴試藥所產生之廢液可減量約 71%），並不影響實驗結果且有明顯反應。

從實驗結果可知，改良實驗流程，將試樣減量與其屬試劑反應，其濃度積相對遠大於其 Ksp，因此皆有沉澱物生成，且有明顯結果可供確認。透過試樣減量的方法，可使廢液減少，因此達到「綠色化學」的精神。

# 捌、 參考資料及其他


一、分析化學 I。蔡永昌 江孟玲 編著。台科大圖書股份有限公司。

二、分析化學實驗 I。蔡永昌 江孟玲 編著。台科大圖書股份有限公司。

三、普通化學Ⅱ。蔡永昌　編著。台科大圖書股份有限公司。

四、分析化學 I 。黃潔瑩　傅芳馨　編著。全華圖書股份有限公司。

五、分析化學 I 。鄭新讚　編著。東大圖書公司。

六、維基百科。
網址：
https://zh.wikipedia.org/wiki/%E5%AE%9A%E6%80%A7%E6%97%A0%E6%9C%BA%E5%88%86%E6%9E%90