

1. 目的

6種類の金属陽イオン(Ag^+ 、 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+})のうち、いくつかを含む溶液を系統的に分析して、陽イオンの分離と確認を試みる。

2. 使用器具

洗浄瓶 1	ビーカー(100mL) 1	三脚 1
試験管 2	ビーカー(200mL) 1	金網 1
遠心管 10	試験管ばさみ 1	バーナー 1
攪拌棒 1	蒸発皿 1	遠心分離器(コクサン H-11NA型、最高 4000rpm)
こまごめピペット 2	試験管立て 1	

3. 使用薬品

希塩酸(6mol/L-HCl)	水酸化ナトリウム水溶液(1mol/L-NaOH)
アンモニア水(6mol/L)	チオシアン酸アンモニウム(0.1mol/L- NH_4SCN)
希硝酸(6mol/L- HNO_3)	硫化アンモニウム($(\text{NH}_4)_2\text{S}$)

4. 実験方法

(ア) 一般操作(下記の操作については(イ)では最適に行うものとし説明は省いている)

① 反応

遠心管に試料溶液を入れる。その遠心管に試薬を1滴ずつ加え、加える度によくかき混ぜる。沈殿が生じたら遠心分離をして、溶液を透明にしてから更に試薬を1滴加える。溶液が濁らなければ反応は完結している。

② 沈殿の分離と洗浄

沈殿が生じたら遠心分離器を用いて沈殿と溶液を分離する。遠心分離器に試料の入った遠心管を入れる。その反対側に同量の水を入れた遠心管を入れバランスをとる。タイマーを1分程度に設定し、3000rpm程度の回転数になるようにスイッチを入れる。

遠心分離した上澄液はこまごめピペットで吸い上げ、別の容器に移す。

遠心管に残った沈殿は、一度蒸留水を加えて洗浄する。その後、遠心分離器に入れて遠心分離する。上澄液を捨てて、残りの沈殿を生じた沈殿とする。

③ pHの確認

溶液を攪拌棒につけて、pH試験紙に染み込ませることでしらべる。試験紙の色の程度とケースについているサンプルを比べておおよそのpHの値を特定する。

④ 炎色反応

蒸発皿に塩酸(6mol/L)を出す。白金線をその塩酸で洗い、ブンゼンバーナーの外炎にかざす。何度か繰り返し、炎に色がつかなくなったら、試料溶液を付けて、ブンゼンバーナーの外炎にかざし、その時の炎の色を確認する。

(イ) 分離操作

10個の遠心管を①、②、③～⑩と呼ぶことにした。

①に未知試料(48)を2cmほどとった。

塩酸(6mol/L)を1滴加えた。

沈殿が生じたので遠心分離器にかけた。 $(\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{AgCl} \downarrow)$

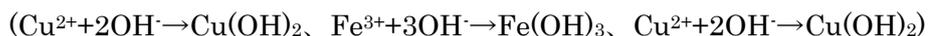
上澄みを②に移した。

①にアンモニア水(6mol/L)を加えて沈殿を溶かした。

希硝酸(6mol/L)を加えたところ、白色沈殿が生じた。よって、試料内に Ag^+ が存在することが確認された。

②に水酸化ナトリウム水溶液(1mol/L)を強アルカリになるまで加えた。(90 滴、pH:11)

沈殿が生じていたので、遠心分離器にかけた。②の上澄みを取って③に移した。



②にアンモニア水(6mol/L)を加えた。

沈殿が生じていたので、遠心分離器にかけた。

上澄みを④に移した。この上澄みは青藍色に呈色していた。よって、 Cu^{2+} が試料内に存在することが確認された。 $(\text{Cu}(\text{OH})_2+4\text{NH}_3\rightarrow[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}+2(\text{OH})^{-})$

②の沈殿に塩酸(6mol/L)を加えて溶かした。

②の溶液の半分を⑤に移した。

②の溶液にチオシアン酸アンモニウムを 3 滴加えたところ、血赤色の溶液となった。よって、試料内に Fe^{3+} が存在することが確認された。 $(\text{Fe}^{3+}+n\text{SCN}^{-}\rightarrow[\text{Fe}(\text{SCN})_n]^{3-n})$

⑤の溶液の炎色反応を確認したところ、橙色の炎色が確認された。よって、試料内に Ca^{2+} が存在することが確認された。

③に塩酸(6mol/L)を加えたところ、何の沈殿も生じていなかった。だが、そのまま更に塩酸(6mol/L)を加え、その後、アンモニア水(6mol/L)を加えて pH を 9 にした。

ここでも何の沈殿も確認されなかったが、一応遠心分離器にかけた。

だが、何の沈殿も確認されなかった。よって、試料内に Al^{3+} の存在は確認されなかった。

③の溶液を半分⑥に移した。硫化アンモニウムを加えて 3 分間湯浴にかけたが何の沈殿も生じなかった。よって、試料内に Zn^{2+} の存在は確認されなかった。

(ウ) 結果

以上の分析の結果、確認できた金属イオンを○、確認できなかったものを×とすると、その結果は以下の表のようになった。

検液番号	Ag^{+}	Cu^{2+}	Fe^{3+}	Al^{3+}	Zn^{2+}	Ca^{2+}
48	○	○	○	×	×	○

5. 考察

実験の結果、確認できた金属イオンは Ag^{+} 、 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} となった。一方確認されなかったものは Al^{3+} 、 Zn^{2+} だった。担当教員に結果を報告したところ、正解だと言われたので、今回の定性分析の実験は上手くいったと言える。

実験手順で気になったのは、上澄み液 2 に塩酸(6mol/L)を加えた時点でいくら入れても沈殿が生じなかった場合、そこから先の実験を打ち切ってもいいのかということだ。万が一の可能性も考え今回は実験を続行したが、心のどこかで実験を打ち切っても良いのではないかと思う自分がいた。

6. 反省・感想

さて、実験中にいくつか気になることがあった。

1つ目は、理由は分からないがテキストに水酸化ナトリウム水溶液(6mol/L)とあったにも関わらず、実験台に準備されていた溶液のラベルには水酸化ナトリウム水溶液(1mol/L)となっていたことである。周りでもそのような声が上がっていたのでこの条件で実験をするものと認識したが、濃度が 6 倍も異なると同じ量を入れるのに 6 倍も加えなければならないので、余計な時間と手間がかかるのではないかと。

次は、溶液瓶についていたピペットのようなものについてだ。滴数を数える項目があったので、数えていたが、物によって 1 滴の大きさが極端に異なっていた。へたをすると 1 滴あたりの溶液の量が 4 倍程度異なるのではという気がした。先が割れているのかとも思ったが、そういう仕様なのだと思うことにした。