

2012/9/27

マイクロスケール実験テキスト

# Qualitative estimate of metal ions

中央大学工学部応用化学科  
分光化学システム研究室

# 実験の目的

- ◆ 実験Ⅱの結果を踏まえ、3から4種類の陽イオンを混合した未知試料に含まれるイオンを同定する。

# 実験器具・試薬

器具	試薬類
1. 100mLビーカー	1. イオン交換水
2. ねじ口試験管	2. 3M HCl
3. 遠心分離機	3. 3M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
4. スポイト	4. Conc. HNO <sub>3</sub>
5. スパチュラ	5. 3M アンモニア水
6. 10mLビーカー	6. 6M NaOH
7. 10mLメスシリンダー	7. 3M NH <sub>4</sub> Cl
	8. 1M NH <sub>4</sub> SCN
	9. 0.1M K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]
	10. 0.1M K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>
	11. 1%ジメチルグリオキシムーエタノール溶液
	12. NaBiO <sub>3</sub>

# 補足

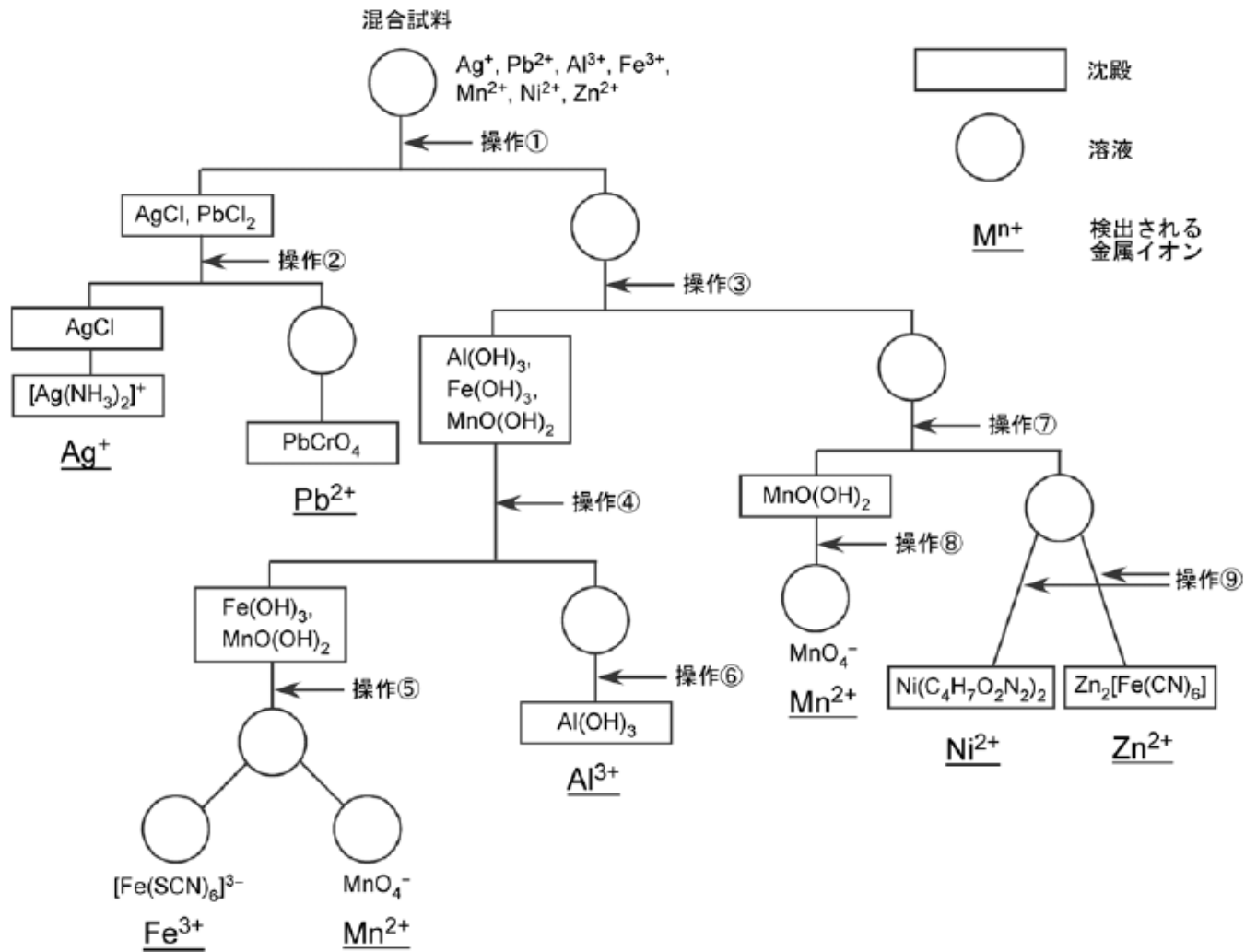
～10月26日 全操作に関する変更点～

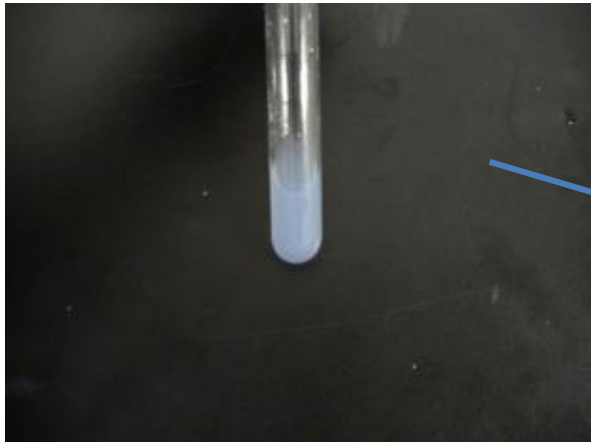
1. 遠心分離の操作に関して、遠心分離機の仕様書を見たのですが、0～3000rpm となっており、ダイヤルの目盛りは目安としか書いていませんでした。同じシリーズの回転数が固定されている遠心分離機の回転数が周波数により異なるので同じメモリで可変式の遠心分離器の回転数を一概に言えないのだと思われます。
2. また、遠心分離の際に回転数は目盛7、遠心時間は3分程度で十分とのことなのでこれらに関する手順を書き換えました。
3. 上澄み液の移し替えの際には実験1で作ったパスツールピペットを用いるようです。
4. 溶液を量りとるときに駒込ピペットだとメモリがおおざっぱすぎるということで、1 mLのメスピペットを用いることにしました。

# 補足

～実験のフローチャート～

(以下の操作①～⑨は次ページ以降の操作①～⑨に対応しています)





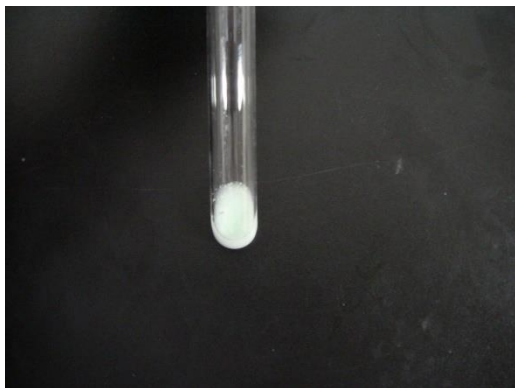
# 実験手順 その1-1(未知試料B: $\text{Ag}^+$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ )

## ●操作①

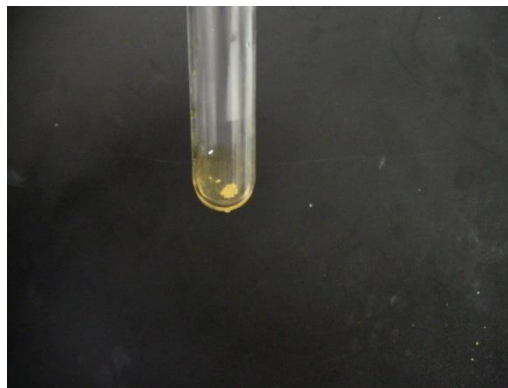
1. 未知試料Bを1.0 mLねじ口試験管にとった
2. 3.0M HClを0.3 mL加えたところ、白色沈殿が生成した(Fig.1)
3. 遠心分離器のSpeedを7に設定し、3分間遠心分離を行った

## ●操作②

1. 分離後の上澄み液を別のねじ口試験管に移し、沈殿の半分を別の試験管に移した
2. 試験管内の沈殿に3M  $\text{NH}_3$ を0.5 mL加えたところ、白色沈殿が溶解した
3. イオン交換水で調整した熱湯を準備し、試験管に残った沈殿に熱湯を0.5 mL加えたがすぐに冷めてしまったので湯せんした
4. これをspeed7で3分間遠心分離した
5. これに0.1M  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ を1滴滴下したが反応は見られなかった(Fig.2)



(Fig.1)

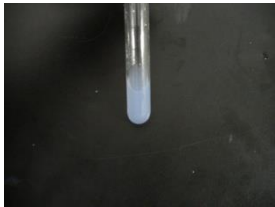


(Fig.2)

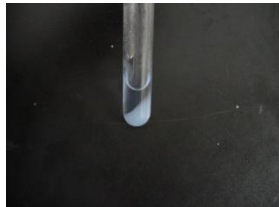
# 実験手順 その1-2(未知試料B: $\text{Ag}^+$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ )

## ●操作③

1. 操作①で分離した上澄みに3M  $\text{NH}_4\text{Cl}$ を0.7 mL加えた
2. これに3M  $\text{NH}_3$ を2.5 mL加えたところ、溶液が青紫になり、水色の沈殿が生成した(Fig.3)
3. 熱湯を準備してこの混合物を煮沸する代わりに湯せんした
4. 湯せんした後7分間かけて室温になるまで放冷した
5. 放冷後、Speed7の速さで3分間遠心分離を行った(Fig.4)
6.  $90^\circ\text{C}$ の湯を1.0 mL加えて再度speed7の速さで3分間遠心分離した(Fig.5, Fig.6)
7. この時に発生した上澄み液は手順5の上澄み液に混ぜた(Fig.7)



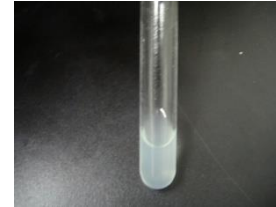
(Fig.3)



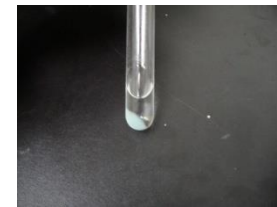
(Fig.4)



(Fig.5)



(Fig.6)



(Fig.7)



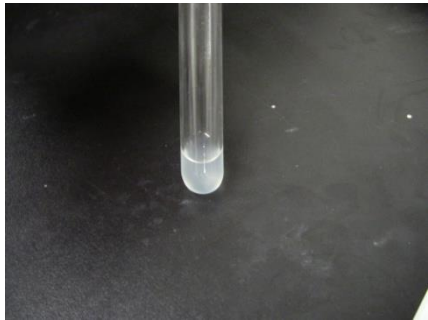
# 実験手順 その1-3(未知試料B: $\text{Ag}^+$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ )

## ●操作④

1. 操作③で分離した沈殿にイオン交換水を1.5 mL加えた
2. 6M NaOHを1.0 mL加えた(Fig.9)
3. Speed7で3分間遠心分離を行った

## ●操作⑤

1. この沈殿物に3M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ を1.5 mL加えた(Fig.10)
2. これを数分間湯浴したところ、沈殿物が溶解した
3. この溶液を2つに分け、片方に1M  $\text{NH}_4\text{SCN}$ を1滴滴下したが、溶液に変化は見られなかった(Fig.11)



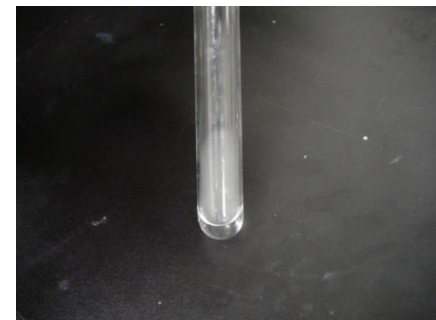
(Fig.8)



(Fig.9)



(Fig.10)



(Fig.11)

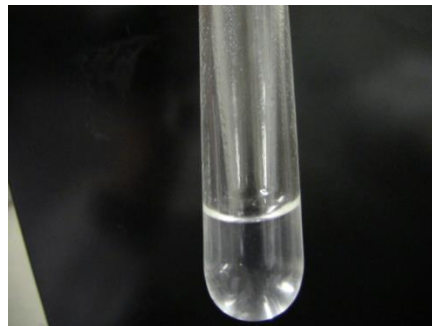
# 実験手順 その1-4(未知試料B: $\text{Ag}^+$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ )

## ●操作⑥

- 手順3で分離した上澄み液のうち0.6 mLを別のねじ口試験管にとり、これにリトマス試験紙で確認しながら3M HClを0.1 mLずつ、合計0.7 mL加えて、溶液を塩酸酸性にしたところ、途中で白色沈殿が生成し、さらに加えると溶解した
- 手順4の溶液に3M  $\text{NH}_4\text{Cl}$ を0.3 mL加えた
- リトマス試験紙で確認しながらこの溶液に3M  $\text{NH}_3$ を0.1 mLずつ0.9 mL加えたところ、中性になった時に表面にゲル状化合物が付着した(Fig.12)

## ●操作⑦

- 操作③で分離した残りの上澄み液に6M NaOHを0.5 mL加えたが反応は見られなかったので、操作⑧は省略した



(Fig.12)



(Fig.12)拡大図

# 実験手順 その1-5(未知試料B: $\text{Ag}^+$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ )

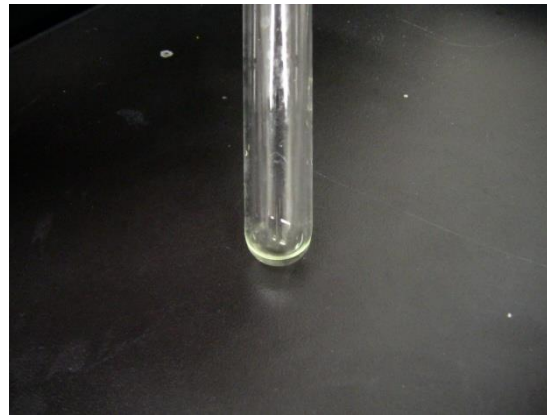
## ●操作⑨

1. 操作⑦の上澄み液を0.3 mLずつ別々の試験管にとり、片方に1%ジメチルグリオキシムを1滴滴下したところ、赤紫色の溶液と沈殿が生成した(Fig.13)
2. もう一方の上澄み液に0.1 M  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  を1滴加え(Fig.14) 6M NaOHを2滴加えたところ、溶液が黄色く濁った(Fig.15)

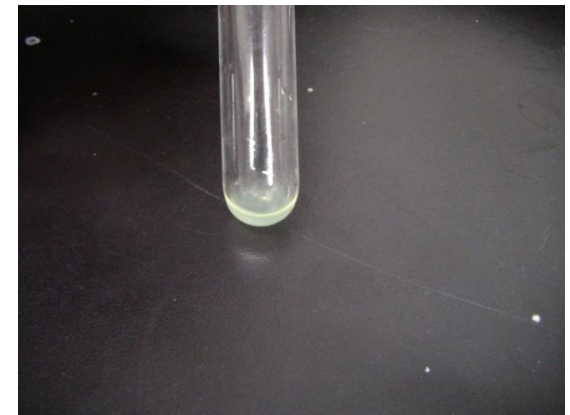
この結果、未知試料溶液中にはAg, Al, Niが含まれていることがわかる



(Fig.13)



(Fig.14)



(Fig.15)