

始



定性分析表

国立国会図書館

QUALITATIVE ANALYSIS  
— TABLES —

定性分析表

47  
238

47-238



# 定性分析表

工學士 緒方三郎 編

大正九年



## 序

元來分析上の實驗操作を記したる分析書中所載の表類は實驗室に携帯するを要し實驗中絶へず參照せざるへからざるものなれば頁數多き書冊中之れを求むるの不便甚しきを憂ひ曩に分析表を印刷に附し學生及び一般希望者の參考に供したりしか實際使用するに及んで携帯に不便にして然かも保存に便ならざるを知り同表に増補改刷を加へ改めて一小冊子となし携帯と通覽に便ならしめ以て學生及び一般希望者に頒つこととなせり。

本書は定性分析を行ふに當り必ず參照せざるへからざるものは悉く蒐集網羅せり尙ほ附録として分離操作の別法をも記載し實驗上比較對照に便ならしめんことに勉めたり。

本書に採録したる分析書は主としてニュース氏分析書及びセクストン氏定性分析書に據れり。

： 大正九年五月

編 者 識

## 目次

金属基豫備試験.....	1
A. 可検品が溶液なるとき.....	1
B. 可検品が固体なるとき.....	3
金属基検出に用ふる溶液.....	9
A. 金属及び合金.....	9
B. 金属又は合金にあらずして有機物を含有 せざるもの.....	9
C. 金属又は合金にあらずして有機物を含有 するもの.....	11
D. 水及び酸類に溶解せざる化合物.....	12
溶液の処理法.....	18
金属基検出第一表 第一類金属検出表.....	19
金属基検出第二表 第二類甲金属検出表.....	20
金属基検出第三表 第二類乙金属検出表.....	22
金属基検出第四表 第三類甲金属検出表.....	24
金属基検出第五表 第三類乙金属検出表.....	26
金属基検出第六表 第四類金属検出表.....	28
金属基検出第七表 第五類金属検出表.....	29

金屬分析一般表	.....	30
金屬基檢出第八表	第一類金屬分離表	..... 32
金屬基檢出第九表	第二類甲金屬分離表	..... 33
	( $Am_2S_2$ に不溶解の部)	..... 33
金屬基檢出第十表	第二類乙金屬分離表	..... 34
	( $Am_2S_2$ に溶解せし部)	..... 34
金屬基檢出第十一表	第三類甲金屬分離表	..... 35
	(磷酸鹽存在せきるとき)	..... 35
金屬基檢出第十二表	第三類甲金屬分離表	..... 36
	(磷酸鹽存在するとき)	..... 36
金屬基檢出第十三表	第三類乙金屬分離表	..... 37
金屬基檢出第十四表	第三類(甲乙)金屬分離表	..... 38
	(磷酸鹽存在せきるとき)	..... 38
金屬基檢出第十五表	第三類(甲乙)金屬分離表	..... 40
	(磷酸鹽存在するとき)	..... 40
金屬基檢出第十六表	第四類金屬分離表	..... 42
金屬基檢出第十七表	第五類金屬分離表	..... 43
酸基豫備試験	.....	44
酸基檢出に用ふる溶液	.....	46
酸基檢出第一表	..... 用意したる溶液を HCl にて	

	酸性となしたるもの	..... 48
酸基檢出第二表	..... 用意したる溶液を $HNO_3$ にて酸性となしたるもの	..... 49
酸基檢出第三表	..... 用意したる溶液を HA にて酸性となしたるもの	..... 50
酸基檢出第四表	..... 以上三表に掲けたる以外の酸基檢出表	..... 51

附 録

第一表	一般分類表	..... 54
	第一表分類表に就ての注意	..... 56
第二表	HCl 沈澱の試験	..... 57
第三表	$H_2S$ 沈澱の試験(第一部)	..... 58
第四表	$H_2S$ 沈澱の試験(第二部) 第一法	..... 60
	第二法	..... 61
	第三法	..... 62
	第四法	..... 63
第五表	$AmHo$ 沈澱の試験	.....
	( $H_3PO_4$ 及び $H_2O$ 存在せず) 第一法	..... 64
	第二法	..... 65
第六表	$AmHo$ 沈澱の試験( $H_2O$ 存在す)	..... 65

第七表... AmH <sub>2</sub> O 沈澱の試験(H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 存在す)第一法.....	66
.....第二法.....	67
第八表... Am <sub>2</sub> S 沈澱の試験.....	68
第九表... Am <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 沈澱の試験...第一法.....	69
.....第二法.....	69
第十表... Am <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 沈澱を分離したる濾液の試験...	70
第十一表... H <sub>3</sub> AsO <sub>4</sub> を還元せしむるためH <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> を加へ生したる沈澱の試験.....	71
酸類の試験.....	72
無機酸類の試験.....	73
有機酸類の試験.....	77
分析用薬品調製法及夾雑物検出法.....	82
溶解度表.....	102

## 凡 例

複雑なる化学符号の代りに次の略符号を用ふ。例へは (NH)<sub>4</sub> の代りに Am<sub>3</sub> 及び H<sub>3</sub>O<sub>6</sub> 或は (HO)<sub>6</sub> の代りに H<sub>3</sub>O<sub>6</sub> を用ふるか如し。

金属基アンモニウム(Ammonium, NH <sub>4</sub> )	Am
醋酸(Acetic acid, CH <sub>3</sub> ·CO <sub>2</sub> H)	HA
安息香酸(Benzoic acid, C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ·CO <sub>2</sub> H)	HB
枸橼酸[Citric acid, C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (OH)(CO <sub>2</sub> H) <sub>3</sub> ]	H <sub>3</sub> Ci
フェリシアン酸[Ferrieyanic acid, H <sub>6</sub> Fe <sub>2</sub> (CN) <sub>12</sub> ]	H <sub>3</sub> Cf <sub>y</sub>
フェロシアン酸[Ferrocyanic acid, H <sub>4</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> ]	H <sub>4</sub> Cf <sub>y</sub>
蟻酸(Formic acid, HCO <sub>2</sub> H)	HF
没食子酸[Gallie acid, C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (OH) <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H]	HGa
シアン化水素酸[Hydrocyanic acid, HCN]	HCy
林檎酸[Malic acid, C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> ·OH(CO <sub>2</sub> H) <sub>2</sub> ]	H <sub>2</sub> Ma
蓍酸[Oxalic acid, (CO <sub>2</sub> H) <sub>2</sub> ]	H <sub>2</sub> O
サリチール酸[Salicylic acid, C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> ·OH·CO <sub>2</sub> H]	HSy
琥珀酸[Succinic acid, C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> (CO <sub>2</sub> H) <sub>2</sub> ]	H <sub>2</sub> Su
硫シアン酸[Sulphocyanic acid, HCNS]	HCyS
タンニン酸[Tannic acid, C <sub>12</sub> H <sub>10</sub> O <sub>7</sub> ·CO <sub>2</sub> H]	HTn

酒石酸[Tartaric acid,  $C_2H_2(OH)_2(CO_2H)_2$ ]  $H_2T$

尚ほ  $K_3FeCy_6$ ,  $FeCl_3$ ,  $As_2O_3$  を  $K_6(FeCy_6)_2$ ,  $Fe_2Cl_6$  及び  
 $As_4O_6$  の代りに用ふることあり。



## 金屬基豫備試驗

簡單なる實驗に依て比較的識別し易き物質を豫知するときは分析上無益の勞を省くこと極めて多し故に一般分析に先ち豫備試驗を施すを常とす。

### A. 可檢品か溶液なるとき

1. 原溶液の一部を取りて色、臭氣及び試験紙に對する反應等を検査すへし。之れに依て  $NH_3$ ,  $SO_2$ ,  $H_2S$  及び遊離状態に於ける  $Cl_2$ ,  $Br_2$ ,  $I_2$  等は容易に認識することを得へし。又溶液の一部を徐徐に蒸發して發散する所の瓦斯及び残留する所の固體(若し存在するときは)を観察するか如きは分析上得る所尠なからざるへし。

2. 原溶液中性なるときは是れ中性物質の溶液なるか或は水のみなるへし故に其一部を取り徐徐に蒸發して(湯煎上にて蒸發するを可とす)溶解したる物質の存否及び多寡を検査し最後に残留せる物質を灼熱して有機物の存否を検査すへし。

3. 原溶液酸性なるときは遊離酸或は酸性反應を呈する鹽類(例へは  $NaHSO_4$ ,  $CuSO_4$  等)の存在を推定



することを得へし、而して普通の酸及び酸基は簡単なる実験に依りて容易に豫知することを得へし。

4. 原溶液アルカリ性なるときは遊離アルカリ或はアルカリ性反応を呈する鹽類(例へは  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{S}$ ,  $\text{KCy}$ ,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  等)の存在を推定することを得へし、而して斯の如き溶液に  $\text{HCl}$  を加へ徐徐に熱するときは屢  $\text{CO}_2$ ,  $\text{HCy}$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{SO}_2$  等の瓦斯を發散し或は第一類金屬の鹽化鹽類、及び其他種種の金屬を沈澱することあり。今其主なる沈澱物を擧ぐれば

- (a) 苛性アルカリ溶液より ....  $\text{PbSO}_4$ ,  $\text{PbCl}_2$ ,  $\text{H}_2\text{SiO}_3$
- (b)  $\text{Am}_2\text{S}_{1+x}$  或は  $\text{NaHo}$  溶液等より .....  
.....  $\text{As}_2\text{S}_3$ ,  $\text{Sb}_2\text{S}_3$ ,  $\text{SnS}_2$ ,  $\text{SnS}$ ,  $\text{S}$
- (c)  $\text{KCy}$  或は  $\text{AmHo}$  溶液より .....  $\text{AgCl}$ ,  $\text{AgBr}$ ,  $\text{AgI}$ ,
- (d) 水硝子溶液より .....  $\text{H}_2\text{SiO}_3$

此等の沈澱は其外觀と乾式反應とに依りて容易に識別することを得へし、尙ほ濕式反應に依るも亦其鑑識決して困難なるに非ず、例へは (b) の如きは第二類金屬分離表に據るを得べく、又 (c) の銀鹽類の如きは  $\text{H}_2\text{SO}_4$  及び  $\text{Zn}$  に依りて  $\text{Ag}$  を遊離せしめ  $\text{Zn}$  鹽類の溶液に變せしむることを得べく、 $\text{PbSO}_4$  の如き

は  $\bar{\text{AmT}}$  又は  $\bar{\text{AmA}}$  に依りて溶液に變せしむることを得べきか故に普通の方法に依りて容易に分析せらる、又珪酸は酸と共に蒸發せしむれば不溶解性の白色粉末に變し少量の酸及び水を加へ熱して後  $\text{SiO}_2$  を濾別し其濾液を分析に供すへし。

### B. 可檢品か固體なるとき

先づ外觀の金屬的なるや或は非金屬的なるや又結晶性なるや或は無定形なるや等に注意し次に金屬乃至合金ならざるか如き場合には以下の實驗を施すへし。

此試験は乾式法に據る、即ち固體粉末を熱し生ずる所の反應に依りて可檢品を簡単に識別するにあり。

此方法は精密なる分析に適せされとも一般に簡単にして種種の金屬或は酸基存在の概略を豫知することを得へし。然れとも數多の物質を含蓄するものにありては固より確實に其存否を斷定すること能はず故に假令確證し得べき反應を得さるとも之れを以て直に其物の存否を決すへからず、更に濕式試験をなし其結果に照して之れを斷定すへし。

1. 焰色反應 清淨なる白金線を強  $\text{HCl}$  にて濕

したる後之れに少量の固體粉末を附着せしめブレンデン燈の外焰に挿入すれば、

淡紫色	.....K
黄色	.....Na
青白色	.....As, Sb, Pb
綠色	.....Cu, BHO <sub>2</sub>
黄赤色	.....Ca
深紅色	.....Sr
黄綠色	.....Ba

時時強 HCl にて白金線及び附着物を濕して試験す。

2. 硼砂球反應 清淨なる白金線環上に硼砂球を作り少量の可檢品を附着せしめ吹管にて酸化焰又は還元焰を以て熱し球の着色を試験す。

酸化焰	還元焰	
赤褐色(熱)淡黄色(冷)	淡綠色	.....Fe
赤褐色	灰色(不透明)	.....Ni
青色	青色	.....Co
綠色	赤色(不透明)	.....Cu
綠色	綠色	.....Cr

紫赤色 ..... 無色 ..... Mn

又白金板上にて Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 及び KNO<sub>3</sub> の混合粉末と共に熔融せしむるときは、

黄色塊(Na<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>) ..... Cr  
 綠色塊(Na<sub>2</sub>MnO<sub>4</sub>) ..... Mn

### 3. 木炭窩中に於ける吹管反應

(a) 可檢品のみを木炭窩中にて吹管に依り還元焰を以て熱すれば、

熔融して漸次木炭中に吸収せらる .....  
 ..... Na, K  
 激しき燃焼を起す ..... MnO<sub>2</sub>, MnClO<sub>2</sub> 等  
 残留物白色不熔融にして強熱の際發光す  
 ..... Al, Zn, Ba, Sr, Ca, Mg

此残留物を Co(NO<sub>2</sub>)<sub>2</sub> の溶液にて濕し再び強熱するとき、

青色 ..... Al  
 綠色 ..... Zn  
 淡紅色 ..... Mg

残留物着色するか又は金屬球を含有するときは(b)の如く試験すへし。

- (b) 可檢品を  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  及び少量の  $\text{KCy}$  の混合粉末と共に吹管に依り還元焰を以て熱すれば
- 金屬球…………… Cu, Ag
- 金屬球及び黄色の鑛被… Pb(展性), Bi(脆性)
- 金屬球及び白色の鑛被… Sn(展性), Sb(脆性)
- 灰黑色金屬塊…………… Fe, Ni, Co(以上磁性)
- 黄色の鑛被(熱)白色の鑛被(冷)……………
- 之れを  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  の溶液にて濕し熱すれば
- 綠色…………… Zn
- 赤褐色の鑛被…………… Cd
- 白色の鑛被(熱するときは白煙を發し蒜様の臭氣を放つ)…………… As
- 強熱の際發光する殘留物…………… Al, Mg
- 此殘留物を  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  の溶液にて濕し再び強熱するときは
- 青色…………… Al
- 淡紅色…………… Mg
- 熔融後肉紅色塊に凝固す……………  $\text{M}_2\text{SO}_4, \text{M}_2\text{SO}$  等

\* 鑛被とは吹管還元焰に依りて生ずる金屬蒸氣の酸化して可檢品上又は木炭に堆積したるものなり。

(此熔塊を銀貨の上に取り水にて濕す時は黒褐色の班點を生ず) (略符 M = 金屬)

4. 一端を熔閉したる硝子管中にて熱すれば
- (a) 水蒸氣を發し凝縮す…………… 濕氣, 結晶水, …………… 水酸化物
- 水滴の試験紙に對する反應
- 酸性反應…………… 酸性鹽類
- アルカリ性反應…………… アンモニウム鹽類
- (b) 炭化(屢炭化と同時に焦氣を有する瓦斯を發す)…………… 有機物
- (c) 昇華物を生ず
- 黄色……………  $\text{As}_2\text{S}_3, \text{HgI}_2, \text{S}$
- 摩擦すれば赤色に變ず…………… HgI
- 黒色(摩擦すれば赤色に變ず)…………… HgS
- 白色……………  $\text{As}_2\text{O}_3, \text{AmCl}, \text{HgCl}, \text{HgCl}_2, \text{HgNH}_2\text{Cl},$   
…………… HgBr.
- 白色又は白滴(Hg)…………… Hg, HgO
- 黒鏡(As)……………  $\text{As}_2(\text{As}_2\text{O}_3 + \text{C})$
- 黄色乃至赤褐色滴(S)…………… S
- 黒色結晶(熱に依て紫色の瓦斯を發す)…………… I

(d) 熔融するもの(冷却後凝固す).....

.....NaX, CaX<sub>2</sub>, AgX, PbCrO<sub>4</sub>等

(略符 X=Cl, Br, I)

(e) 変色するもの

熱時                  冷後

黄色.....白色.....ZnO

黄褐色.....淡黄色.....SnO<sub>2</sub>

赤褐色.....黄色.....PbO, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

黒褐色.....赤褐色.....Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

橙赤色.....黄色.....PbCrO<sub>4</sub>

(f) 瓦斯を發す

O<sub>2</sub>.....餘燼點火す.....XO<sub>2</sub>, NO<sub>2</sub>, HgO等

N<sub>2</sub>O.....(同上).....AmNO<sub>3</sub>

NO<sub>2</sub>.....特臭.....赤褐色.....酸性反應.....NO<sub>2</sub>

SO<sub>2</sub>.....特臭.....無色.....酸性反應.....SO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub>

CO<sub>2</sub>.....起泡.....無色.....石灰水白濁.....CO<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>等

Cy<sub>2</sub>.....無色.....紫色焰を放ちて燃焼す.....Cy

H<sub>2</sub>S.....特臭.....醋酸鉛紙を黒色に變す.....S

NH<sub>3</sub>.....特臭.....アルカリ性反應.....Am

X(=Cl, Br, I).....特臭.....特色.....X

## 金屬基檢出に用ふる溶液

### A. 金屬及び合金

強 HNO<sub>3</sub> を以て煮沸し熱湯を加へて稀釋し濾過したる後濾液は溶液處理法 C に依て處理し若し不溶解の殘滓あれば次の金屬ならん。

1. 金屬性のものなれば Au 或は Pt なり。之れを王水にて煮沸し HCl を加へて蒸發し其溶液を二分し其一部に FeSO<sub>4</sub> の溶液を加ふれば Au の沈澱を生し他の一部に KCl の溶液を加ふれば Pt の沈澱を生す。

2. 白色にして金屬性ならざるものなれば Sb 或は Sn (酸化鹽として) なり。此沈澱を能く水洗し H<sub>2</sub>S の強溶液にて煮沸し、

(a) 悉く溶解すれば Sb なり(溶液に H<sub>2</sub>S を通すれば橙色の沈澱を生す)。

(b) 不溶解物殘留すれば Sn なり(乾式反應にて確定す)。

### B. 金屬又は合金にあらずして有機物を含有せざるもの

1. 可検品の粉末少量を水を以て煮沸し
  - (a) 可検品全く溶解すれば更に餘量の可検品を水にて煮沸し其溶液を溶液処理法 A に従て處理すへし。
  - (b) 不溶解物残留すれば之を濾別し數滴の濾液を白金板上にて蒸發し多量の残留物あれば餘量の可検品を水にて處理し其濾液を溶液処理法 A に従て處理すへし若し蒸發したるとき残留物少量なれば次の項に進むへし
2. 水に溶解せざる部分(或は全く水に溶解せざるときは可検品の少量)を強 HCl を以て煮沸し(若し瓦斯を發すれば注意すへし).
  - (a) 可検品全く溶解すれば更に餘量の可検品を強 HCl にて煮沸し其溶液を溶液処理法 B に従て處理すへし。若し珪酸存在すれば溶液を蒸發乾固し強 HCl を加へて温め水を加へて稀釋し珪酸を濾別し而して其濾液を溶液処理法 B に従て處理すへし。
  - (b) 不溶解物残留すれば水を加へて稀釋し再び煮沸して尙ほ不溶解の残留物あれば次の

項に進むへし。

3. 水に溶解せざる他の部分(或は全く強 HCl に溶解せざるときは可検品の少量)を強 HNO<sub>3</sub> にて煮沸し。
  - (a) 可検品全く溶解すれば更に餘量の可検品を同様に處理し蒸發乾固し濾別して溶液処理法 C に従て處理すへし。
  - (b) 不溶解物残留すれば之れを王水にて煮沸し溶解すれば溶液を 3.(a) の如く處理し溶解せざるときは後項 D に従て處理すへし。

### C. 金屬又は合金にあらずして有機物を含有するもの

可検品の性質に従ひ水にて處理するか灼熱するか或は強 HCl (此際少量の KClO<sub>3</sub> 加へて) 又は KClO<sub>3</sub> と強 HNO<sub>3</sub> にて徐徐に熱して有機物を除去するを要す。靑素の化合物は強 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> にて熱すれば容易に分解せられ而して過剰の酸を除去するため煮沸すへし。

有機物全く分解せられたるときは之れを湯煎上にて蒸發乾固し HCl を添加し温めて稀釋す。残滓

残留すれば之れを濾過すへし。

(1) 濾液…… $\text{H}_2\text{S}$  を通し常法に従ひ金属基の検出を行ふ。

(2) 残滓…… $\text{AgCl}$ ,  $\text{PbCl}_2$  及び  $\text{BiSO}_4$  の如き酸類に不溶解なる夾雑物なるへし。之れを多量の水と共に煮沸し濾過して洗滌す。

A 濾液…… $\text{Pb}$  の試験すへし。

B 残滓…… $\text{AmHo}$  にて処理し濾過す。

a 濾液……過剰の  $\text{HNO}_3$  を加へ。

白色沈澱 =  $\text{Ag}$ 。吹管火焰にて確定す。

b 残滓……酸類に不溶解なるものとして処理すへし。

#### D. 水及び酸類に溶解せざる化合物

水及び酸類に溶解せざる化合物は比較的少數にして分析上普通遭遇すへき不溶解性物質は大要次の如し。

(a)  $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{SrSO}_4$ ,  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{PbSO}_4$

前三者は  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  と共に熔融せしめたる後其熔塊を水にて浸出せしめ残留物を濾別し其濾液に於て酸基を検出し残留物を  $\text{HA}$  に溶解せ

しめて金属基を検出す。

$\text{PbSO}_4$  は初め  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  の溶液と共に煮沸して残留物と濾液とに分離したる後上記の方法に依り検出すへし。

(b) 珪石及び多数の天然珪酸鹽類

長石 (Feldspar) 及び硝子の如き  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  及び  $\text{K}_2\text{SiO}_3$  等を含む珪酸鹽類も亦之れに屬す。

燐鹽球實驗或は熔融劑と共に熔融せしめ  $\text{SiF}_4$  を發生せしむる實驗等に依りて分析す。

(c)  $\text{CaF}_2$  及び他の天然弗化鹽類

強  $\text{H}_2\text{SO}_4$  と共に熱すれば  $\text{HF}$  又は  $\text{SiF}_4$  を發生し金属は硫酸鹽に變す。

(d)  $\text{AgCl}$  ( $\text{AgBr}$ ,  $\text{AgI}$ ,  $\text{AgCy}$ ,  $\text{Ag}_3\text{FeCy}_6$ ,  $\text{Ag}_3\text{FeCy}_6$ )

$\text{AgCl}$  以外の不溶解性銀鹽類は王水に依て多少分解せられ又は酸化せられて鹽化鹽類に變するか故に此等の酸基を検出せんとせば未だ王水又は強  $\text{HCl}$  を以て処理せざる部分を苛性アルカリと共に煮沸して  $\text{AgCy}$  以下の銀鹽類を分解せしめ又苛性アルカリに依て殆んど作用せられざる  $\text{AgCl}$ ,  $\text{AgBr}$ , 及び  $\text{AgI}$  は  $\text{H}_2\text{SO}_4$  と粒狀亞

鉛に依て分解せしめたる後各溶液より検出するを便とす。Agは前の実験法に依てAg<sub>2</sub>Oとなり後の実験法に依てAgとなりて残留す。

(e) SnO<sub>2</sub> (錫石). KCyと共に熔融せしむればSnを遊離す。

Fe<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O (クロム鐵礦) 熔融劑と共に熔融せしむ。

灼熱したる Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 強 HCl と共に長く煮沸すれば多少溶解するか故に其溶液にて多少検出し得へきも普通熔融劑と共に熔融せしめ實驗に供す。

(f) 或る燐酸鹽類, 砒酸鹽類, 砒化鐵, 及び硫化鐵  
乾式反應及び熔融法等に依りて分析す。

(g) 硫黃, 炭素

乾式反應或は苛性アルカリに依る分解等にて分析す。

以上不溶解性物質中硫黃及び炭素は其外觀及び豫備試験等に依りて容易に検出せらる, 而して硫黃は之れを熱して揮發せしむるか或はCS<sub>2</sub>に溶解せしめて分離せしむることを得へく, 又炭素は少量の

KNO<sub>3</sub>と共に熱するときは激しき燃焼を起すことに依りて検出し且つ容易に除去することを得へし。

多数の不溶解性化合物は熔融劑(即ちK<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>+Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>の混合粉末にして硫酸鹽及び鹽化鹽類を含有せざるものを用ふへし)と共に熔融せしめて溶解性化合物に變化せしむることを得るもAg及びPb等の化合物の如き還元せられ易き金屬存在するときは遊離金屬のために白金器破損せらるるの懼あるか故に磁製坩堝(此の場合に於て磁製坩堝はアルカリ炭酸鹽類と化合して少量のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>及びSiO<sub>2</sub>を可檢品中に混入せしむることあり)を用ふるか或は全く此等の鹽類を除去したる後白金製小皿又は坩堝中にて熔融せしむることを要す。AgClを除去するには之れをKC<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の溶液に溶解せしむるか粒狀亞鉛にて金屬銀に還元せしめ能く洗滌して鹽化亞鉛を除き金屬銀をHNO<sub>3</sub>に溶解せしむ。PbSO<sub>4</sub>は之れをAmAの強溶液に溶解せしめて除去することを得へし。

(此溶液にて鉛及び硫酸を検出す)。

白金製坩堝中にて熔融を行ふには乾きたる可檢品の粉末を少量のKNO<sub>3</sub>及び四乃至五倍量の熔融劑

と混し灼熱熔融せしめ全く起泡を生せざるに至るを待ち冷水に坩堝を接せしめて急速に冷却せしむれば熔塊著しく収縮して坩堝と分離せしむることを得へし而して其熔塊を水にて處理し溶解充分なるとき残留物を濾別すへし。今其濾液の一部を取り HCl を加へて酸性となし蒸發乾固して再び強 HCl にて濕し更に水を加へて温めたる後  $\text{SiO}_2$  の遊離するや否やを檢查し其濾液を以て豫想せらるべき酸基即ち硫酸、珪酸、弗化水素酸、クロム酸、砒酸、磷酸、鹽酸等の可檢液とし他の一部を以て Cl 等の檢出に供すへし。

水に溶解せざる残留物は温湯を以て能く洗滌し其最終洗液がアルカリ反應を呈せざるに至り HCl に溶解せしめて金屬基檢出の可檢液に供す(此際若し著しき起泡を生ずれば之れ不溶解性炭酸鹽を生ずる金屬存在するの徴なり)。

以上の方法に依りて得られたる可檢液が Na 及び K の檢出に適せざることは言を待たず故に若し不溶解性珪酸鹽類中に含有する Na 又は K を檢出せんと欲するときは普通の熔融劑の代りに可檢品と等

量の  $\text{AmCl}$  及び八倍量の  $\text{CaCO}_3$  を以て熔融すへし特殊の場合に於て以上述べたる熔融劑の代りに  $\text{HKSO}_4$  を用ふることもあり。此法はチタン鐵礦の如き Ti を含有する礦物を熔融せしむるときに應用せらる。



### 溶液の処理法

A	B	C
水溶液の処理	鹽酸溶液の處理	硝酸溶液の處理
分類試薬を逐順に注加して検査すへし。	先づ蒸發して其量を減少し(約30c. c.に至らしむ)強HCl數滴を加へ再び蒸發し更に水を加ふへし。 *若し白色沈澱残留すれば之れを濾過し第八表に従て検査すへし而して分類試薬を加ふるにはH <sub>2</sub> Sより始むへし。 *若し此沈澱結晶性にあらずして徐徐に沈降すればBi, Sb, 或はSnの存在することあるへし。斯る場合にはHClの數滴を加へて此沈澱を溶解せしめ少しく温め其溶液にH <sub>2</sub> Sを通すへし。	其溶液を蒸發して殆んど乾固するに至らしめHClを加へ再び蒸發してを水加ふへし。 若しHCl及HNO <sub>3</sub> の兩溶液を有すれば之れを混和し殆んど乾固するに至るまで蒸發しHClを加へ再び蒸發して水を加へ一般表に従て検査しH <sub>2</sub> Sより始むへし。 若しAg, Pb, 或はHgが硝酸溶液中に存在するときは此等金屬の鹽化鹽類は水を以て處理するも溶解せずして残留すへし。 此不溶解の部は第八表に従て検査せざるへからず。

### 金屬基檢出第一表 第一類金屬檢出表

第一類金屬中唯一の金屬を含むときは次の表によりて之れを檢出することを得へし

操 作	反 應		
	Pb.	Ag.	Hg'.
液體のとき			
(1) HClを加へ:	白色沈澱。 沸騰水に溶解すれどもAmHoには溶解又は變色せず。	白色凝乳狀沈澱。 沸騰水に不溶解なるも容易にAmHoに溶解す。	白色沈澱。 沸騰水に溶解せずAmHoにも不溶解にして黑色に變す。
(2) 極めて稀薄のAmHoを加へ:	白色沈澱。 其過剰に溶解せず。	褐色沈澱。 容易に其過剰に溶解す。	黑色沈澱。 其過剰に溶解せず。
(3) K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> を加へ:	黄色沈澱。	赤褐色沈澱。	赤色沈澱。
固體のとき			
(4) 木炭上にNa <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> と共に還元熔にて熔融す:	柔かき白色の金屬粒及び木炭上に黄色の鑛被を生ず。紙上に擦り着くれば黑色の汚點を生ず。	柔かき白色の金屬粒を生し紙上に汚點を生せず又木炭上に鑛被をも生せず。	金屬粒を生せず。Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> と共に燃焼管中にて熱し確定すへし。

金屬基檢出第二表 第二類甲金

第二類甲金屬中唯一の金屬を含むときは

操 作	反	
	Hg.	Pb.
液體のとき (1) H <sub>2</sub> Sを通す るか或は H <sub>2</sub> S水を加 へ:	黑色沈澱. 濾過して水洗し煮沸強 HNO <sub>3</sub> に溶解又は變化を 生せず. 原溶液を銅片にて確定せ よ.	黑色沈澱. 強HNO <sub>3</sub> にて煮沸するも溶 解せずして白色のPbSO <sub>4</sub> に 變ず.
(2) H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> を加 へ:	—————	白色沈澱.
(3) AmHoを加 へ:	普通白色沈澱. 過剰に溶解せず.	白色沈澱. 過剰に溶解せず.
固體のとき (4) Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> と 共に木炭上 に還元焰に て熱す:	————— 燃燒管中にて確定せ よ.	木炭上黄色の鑛被を生 し柔かき白色の金屬 粒を生ず.

屬 檢 出 表

次の表によりて之れを檢出することを得へし

應		
Bi.	Cu.	Cd.
黑色沈澱. 強HNO <sub>3</sub> にて煮沸すれ は無色の液となりて溶解 す.	黑色沈澱. 強HNO <sub>3</sub> にて煮沸すれ は青色の液となりて溶解 す. 稀H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> にて煮沸する も溶解せず.	黄色沈澱. 強 HNO <sub>3</sub> 或は 稀 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> にて煮沸すれ は溶解す.
白色沈澱. 過剰に不溶解. 稀HClに 溶解せしめ水を加へて確 定せよ.	青色沈澱. 容易に過剰に溶解して深 青色の液を生ず.	白色沈澱. 容易に過剰に溶解す.
橙赤色の鑛被を生し 白色脆弱なる金屬 粒を生ず.	鑛被を生せずして赤 色の金屬塊を生ず.	褐色の鑛被を生し 金屬粒を生せず.

金屬基檢出第三表 第二類乙金  
第二類乙金屬中唯一の金屬を含むときは

操 作	反
	As.
<u>液體のとき</u>	
(1) HCl酸性溶液にH <sub>2</sub> Sを通して熱すへし。若し沈澱を生せされは煮沸して再びH <sub>2</sub> Sを通すへし:	黄色沈澱。 強HClにて煮沸するも溶解せず。 砒酸化合物は煮沸したる溶液に於て、亞砒酸化合物は冷溶液に於て此沈澱を生ず。
(2) 白金板及びHClと亞鉛:	AsH <sub>3</sub> を發し白金板上に班點を生せず。
(3) Zn及びHCl:	AsH <sub>3</sub> の瓦斯を發す。 此瓦斯をAgNO <sub>3</sub> の溶液に通すればAgの黑色沈澱を生し、H <sub>3</sub> AsO <sub>3</sub> は溶解して溶液中に残留す。此溶液に稀AmHOを加ふればAg <sub>3</sub> AsO <sub>3</sub> の黄色沈澱を生ず。
<u>固體のとき</u>	
(4) Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 及びKCyと共に木炭上に於て還元焰を以て熱すれば:	金屬粒を生せず。 大蒜の臭氣を發す。 燃燒管にて確定せよ。

屬 檢 出 表

次の表によりて檢することを得へし

應	
Sb.	Sn.
橙赤色沈澱。 強HClにて煮沸すれば溶解す。	第一錫鹽類は褐色、第二錫鹽類は黄色の沈澱を生ず。 何れも強HClにて煮沸すれば溶解す。
白金板上にSbの黑色班點を生ず。	白金板上に班點を生せず。 黑色となりて亞鉛に附着す。
SbH <sub>3</sub> の瓦斯を發す。 此瓦斯をAgNO <sub>3</sub> 溶液に通すればAg <sub>3</sub> Sbの沈澱を生し之れをH <sub>2</sub> Tの溶液に溶解せしめHClにて酸性となしH <sub>2</sub> Sを通すれば橙赤色のSb <sub>2</sub> S <sub>3</sub> を沈澱す。	Snは黑色となりてZnに附着す。 之れを煮沸HClに溶解せしめHgCl <sub>2</sub> の溶液を加ふれば白色沈澱を生ず。
脆弱なる金屬粒及び白色の鑛被を生ず。	柔かき金屬粒及び淡き白色の鑛被を生ず。

金屬基檢出第四表 第三類甲金

第三類甲金屬中唯一の金屬を含むときは

操 作	反	
	Cr.	Al.
液體のとき		
(1) AmHo を加へ:	淡綠色膠狀の沈澱. 空氣中にて變色せず.	白色膠狀の沈澱.
(2) KHO を加へ:	淡綠色の沈澱. 冷 KHO の過剰に溶解す. 之れに水を加へて稀釋し煮沸すれば再び沈澱す.	白色膠狀の沈澱. 容易に KHO の過剰水を加へて稀釋し沈澱を生せず.
(3) KCyS と二三滴の HCl を加へ:	—	—
固體のとき		
(4) 白金板上に $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 及び $\text{KNO}_3$ と共に熔融す:	冷却すれば黄色の熔塊を生ず. 之れを HA に溶解せしめ $\text{PbA}_2$ を加ふれば黄色沈澱を生ず.	—
(5) 木炭上に於て熱す:	—	$\text{Co}(\text{NO}_2)_2$ 溶液にて激しく熱すれば青色の塊を生ず.
(6) 硼砂球にて熔融す:	還元焰及び酸化焰にてても綠色を呈す.	—

屬 檢 出 表

次の表によりて之れを檢出することを得へし

	應	
	Fe <sup>'''</sup>	Fe <sup>''</sup>
に溶解す. 沸するも沈	赤褐色膠狀の沈澱. 赤褐色膠狀の沈澱. KHO の過剰に溶解せず.	淡黒綠色の沈澱. 空氣中にては直に褐色に變ず. AmHo と同様の沈澱. KHO の過剰に溶解せず.
—	赤血色の液を生し $\text{HgCl}_2$ 溶液を加ふれば褪色す.	Fe <sup>'''</sup> が現存するにあらざれば變色せず.
—	冷却すれば暗褐色の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ と白色の $\text{Na}_2\text{CO}_3$ を残留す.	Fe <sup>'''</sup> に同じ.
濕し再び美麗なるす.	還元焰を以て $\text{Na}_2\text{CO}_3$ と共に熱すれば灰色の磁性を有する塊を生ず.	Fe <sup>'''</sup> に同じ.
—	酸化焰にて赤黄色還元焰にては綠色を呈す.	Fe <sup>'''</sup> に同じ.

金屬基檢出第五表 第三類乙金

第三類乙金屬中唯一の金屬を含むときは

操 作	反	
	Zn.	Mn.
<p><u>液體のとき</u></p> <p>(1) <math>Am_2S</math> を加ふる か或は <math>AmCl</math> 及び <math>AmHo</math> を過剰に 加へ <math>H_2S</math> 水を加ふ:</p> <p>(2) <math>KHo</math> を加へ:</p> <p>(3) <math>KCy</math> 溶液を加へ: 此操作は (1) に於 て黑色沈澱を生し たる時に限り試む へし.</p>	<p>白色沈澱. 冷稀 <math>HCl</math> に溶解すれ と <math>HAc</math> に溶解せず.</p> <p>白色沈澱. <math>KHo</math> の過剰に溶解 す.</p>	<p>肉紅色沈澱. 冷稀 <math>HCl</math> 及び <math>HAc</math> に 溶解す.</p> <p>白色沈澱. 徐徐に褐色に變ず. <math>KHo</math> に溶解せず.</p>
<p><u>固體のとき</u></p> <p>(4) 木炭上に <math>Na_2CO_3</math> と共に還元焰にて 熔融す:</p> <p>(5) 硼砂球:</p>	<p>白色の鑛被. <math>Co(NO_3)_2</math> 溶液にて 濕し酸化焰にて熱す れば綠色に變ず.</p>	<p>灰色の粉末を生 す.</p> <p>酸化焰……紫赤色 還元焰……無色</p>

Zn.—物質のみを  $Co(NO_3)_2$  の溶液にて濕し激  
しく熱するも綠色に變ず.

屬 檢 出 表

次の表によりて之れを檢出することを得へし

應	
Ni.	Co.
<p>黑色沈澱. <math>Am_2S_2</math> にて煮沸すれば暗褐色の液と なりて溶解す. 冷稀 <math>HCl</math> 及び <math>HAc</math> には不溶解なり.</p> <p>綠色沈澱. <math>KHo</math> に溶解せず.</p> <p>微かなる酸性溶液に稍過剰の <math>KCy</math> 溶液を加へ暫時煮沸し て <math>Br</math> 水及び過剰の <math>NaHo</math> 溶 液を加へ煮沸すれば黑色の 沈澱を生す.</p>	<p>黑色沈澱. <math>Am_2S_2</math> にて煮沸するも溶解せず 又冷稀 <math>HCl</math> 及び <math>HAc</math> にも不溶解な り.</p> <p>青色沈澱. <math>KHo</math> に溶解せず.</p> <p>微かなる酸性溶液に稍過剰 の <math>KCy</math> 溶液を加へ暫時煮 沸して <math>Br</math> 水及び過剰の <math>NaHo</math> 溶液を加へ煮沸す るも沈澱を生せず.</p>
<p>灰色にして磁性を有する粉末 を生す.</p> <p>酸化焰……赤褐色 還元焰……灰色(不透明)</p>	<p>灰色にして磁性を有する粉 末を生す.</p> <p>酸化焰還元焰とも青色.</p>

Mn.—物質を白金板上に於て  $Na_2CO_3$  及び  $KNO_3$  と共  
に酸化焰にて熔融するときは青綠色の塊を生す.

金屬基檢出第六表 第四類金屬檢出表

第四類金屬中唯一の金屬を含むときは次の表によりて之れを檢出することを得へし

操 作	Ba.	Sr.	Ca.
(1) 焰色反應:	青綠色.	深紅色. 青色硝子を以て之れを透視すれば尙ほ深紅色を現はす.	黄赤色. 青色硝子を以て之れを透視するも赤色を現はさす.
(2) $\text{CaSO}_4$ を冷溶液に加ふ:	直に沈澱を生ず.	暫時の後或は煮沸すれば直に沈澱を生ず.	煮沸するも沈澱を生ぜず.
(3) $\text{K}_2\text{CrO}_4$ をHAを加へたる後に加ふ:	淡黄色沈澱.	——	——
(4) $\text{H}_2\text{SiF}_6$ を加ふ:	白色沈澱.	——	——)
(5) $\text{H}_2\text{SO}_4$ を過剰に加へて煮沸す.	$\text{BaSO}_4$ となりて全く沈澱す.	$\text{SrSO}_4$ となりて全く沈澱す.	$\text{CaSO}_4$ となりて幾分か沈澱す.

金屬基檢出第七表 第五類金屬檢出表

第五類の金屬Mg,K,Na, $\text{NH}_4$ を含むときは次の表によりて之れを檢出することを得へし

操 作	觀 察	推 定
1. $\text{AmCl}$ , $\text{AmHo}$ , 及 $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ を加へ振盪し直に沈澱を生ぜされは静置し置くへし:	(1) 白色沈澱を生ずれば (2) 沈澱を生ぜされは	Mg存在す. Mg存在せず.
2. 白金線を溶液中に浸しブンセン燈火焰中に挿入すれば:	(1) 黄色の火焰を放つ. 之れを青色硝子にて透視すれば赤紫色を現はす. (2) 淡紫色の焰を放ち青色硝子にて透視し赤紫色を現はす.	Na或は又 K 存在す. K存在す. K存在するも Na存在せず.
3. $\text{KHo}$ の溶液と共に煮沸し $\text{NH}_3$ の臭氣を發するや, 姜黄紙或は強HClに對する反應を試みよ:	(1) $\text{NH}_3$ の臭氣を發するか, 姜黄紙か褐色に變するか, 強HClに對し白煙を生ずれば: (2) $\text{NH}_3$ の臭氣を發せず姜黄紙或は強HClに反應を呈せされは:	$\text{NH}_4$ 存在す. $\text{NH}_4$ 存在せず.

## 金 屬 分

可検品の溶液に稀HCl二三滴を加へ若し沈澱を生ずれば更

<b>沈澱</b> (第一類) 此部には PbCl <sub>2</sub> , AgCl, Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> , Pb, Ag, Hg, 存在す。	<p style="text-align: center;"><b>濾液</b>—之れを少しく温め時々振盪しつつH<sub>2</sub>S水を加へて稀釋し更にH<sub>2</sub>Sを通し若し沈澱を</p> <p><b>沈澱(第二類)</b>—此部には (甲) PbS, HgS, Bi<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, CuS, CdS. (乙) Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, SnS, SnS<sub>2</sub>となりて Pb, Hg, Bi, Cu, Cd, Sb, Sn, As 存在す。之れを充分水にて洗ひ(酸性反應を呈せざる迄)少量の水と共に試験管に移し Am<sub>2</sub>S<sub>2</sub>を加へ温めて濾別すへし。</p> <p><b>濾液</b>—之れを蒸發皿に分間煮沸すへし若し不溶水にて稀釋し濾別すへし沈澱を生ずれば磷酸鹽存在を生せざるに至るまで加</p> <p><b>沈澱(第三類甲)</b>— (A) 磷酸鹽存在せざる時。—此部には Al, Cr, Fe は水酸化鹽となりて存在す。第十表(35頁)により分離すへし。 (B) 磷酸鹽存在するとき。—此部には以上の水酸化鹽類の外に第三類第四類の金屬又は Mg の磷酸鹽存在す。第十二表(36頁)によりて分離すへし。</p>	
<b>第八表</b> (32頁) によりて分離すへし。	<p><b>殘滓</b>—此部には第二類甲の金屬硫化鹽となりて存在す。</p> <p><b>第九表</b> (33頁) によりて分離すへし。</p>	<p><b>溶液</b>—此部には第二類乙の金屬チヲ酸鹽となりて存在す。</p> <p><b>第十表</b> (34頁) によりて分離すへし。</p>

## 析 一 般 表

に過剰のHClを加へ少しく温め冷却したる後濾別すへし。

を充分通して濾別すへし。其濾液の少量を取り二三倍の生ずれば全濾液を同様に稀釋してH<sub>2</sub>Sを通すへし。

移し煮沸してH<sub>2</sub>Sを全く驅除し更に強HNO<sub>3</sub>二三滴を加へ數解物あればSiO<sub>2</sub>なるか故に蒸發乾固して強HCl一二滴を加へし。(此濾液の一部を取りAm<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>の溶液を加へ煮沸し黄色の在す)。全濾液に過剰のAmClを加へ煮沸しAmHoを最早沈澱へ更に二三分間煮沸し冷却せざる内に濾別すへし。

**濾液**—之れにH<sub>2</sub>Sを通し(或はAm<sub>2</sub>Sを加へ)少しく温めて濾別すへし。

<b>沈澱</b> (第三類乙) — 此部には MnS, ZnS, CoS, NiS となりて Mn, Zn, Co, Ni, 存在す。 <b>第十三表</b> (37頁) によりて分離すへし。	<p><b>濾液</b>—H<sub>2</sub>Sを驅除するため煮沸し(Am<sub>2</sub>Sを用ひたるときは煮沸する前少量のHClを加ふへし) AmHoを加へてアルカリ性となし而してAm<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>の溶液を加へ温めて濾別すへし(決して煮沸すへからず)。</p> <p><b>沈澱</b> (第四類) — 此部には Ba, Sr, Ca 炭酸鹽となりて存在す。 <b>第十六表</b> (42頁) によりて分離すへし。</p>	<p><b>濾液</b>—<b>第十七表</b> (43頁) によりて K, Na, Mg, NH<sub>4</sub> の試験をなすへし。</p>
--	---	---

金基屬檢出第八表

第一類金屬分離表

此沈澱はPbCl<sub>2</sub>, AgCl 及び Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>を含む。之れを冷水にて充分洗ひ次に水にて煮沸して直に濾別すへし。

濾液	残 滓	
冷却すれ 針狀の結晶 を生す。是 れPbCl <sub>2</sub> な り。 尙ほ KI の 溶液を加へ PbI <sub>2</sub> の沈澱 を生するや 否やを検す へし。	猶濾紙上に在る間に少量の AmHo を注加し濾液を集め	
	沈 澱	残 滓
	HNO <sub>3</sub> を加 へ白色の沈澱 (AgCl)を生し 此沈澱をよく 洗ひ日光に曝 し黒色に變す るや否やを検 すへし。	若し黒色なれば NH <sub>2</sub> Hg <sub>2</sub> Cl を 生したるためなり。 之れを少量の王水に溶解せし め煮沸して鹽素を除去し次に NaHo 溶液にて中和し HCl にて 酸性となし銅片を入れ白色の包 被を生するや否やを見て水銀の 存在を検すへし。
Pb.	Ag.	Hg.

金屬基檢出第九表

第二類甲金屬分離表

(Am<sub>2</sub>S<sub>2</sub> に不溶解の部)

此残滓を充分水洗して出來得るだけ少量の水と共に磁製皿中に移し之れに殆んど等量の強 HNO<sub>3</sub> を加へ赤烟の生せざるに至るまで煮沸し水を加へて稀釋し次で稀 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 數滴を加へ冷却したる後濾別すへし。

沈 澱		濾 液	
Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·2HgS (白色), HgS (黒色), PbSO <sub>4</sub> (白色). 之れを能く水洗し AmA の溶液と共に暫時煮沸し て濾別すへし。		(Bi, Cu, Cd の硝酸鹽なり) 此濾液に過剰の AmHo を 加へ煮沸して濾別すへし。	
残 滓	濾 液	沈 澱	濾 液
之れを少量の 王水に溶解せし め暫時煮沸して 鹽素を除去し次 に NaHo にて中 和し HCl にて酸 性となし之れに 磨きたる銅片を 入るれば銀白色 の Hg 其面を被 包す。	之れに K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> の溶液を 加へ黄色 PbCrO <sub>4</sub> を生すれ は Pb の 存在する ことを知 るなり。	(Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O) 此濾液か青色なれ 之れを極 めて少量の HCl に溶解 せしめ其溶 液を多量の 水中に滴下 し白色の沈 澱 (BiOCl) を生すれば Bi の存在を 知るなり。	此濾液か青色なれ は Cu の存在するこ とを知る。之れに青 色のなくなるまで KC <sub>2</sub> O <sub>7</sub> の溶液を加へて H <sub>2</sub> S を通し黄色の沈 澱を生すれば Cd の 存在することを 知るなり。 (若し銅なきとき 即ち濾液か青色を呈 せざるときは直に H <sub>2</sub> S を通すへし)。
Hg.	Pb.	Bi.	Cu. Cd.



金屬基檢出第十表

第二類乙金屬分離表

( $Am_2S_3$ に溶解せし部)

之れに稀 HClを加へて硫化鹽を完全に沈澱せしめ若し白濁を生ずれば硫黃の分離せるにより此部に屬する金屬存在せざるなり。若し黄色、橙色、又は黑色の沈澱を生ずれば濾別し(濾液は不要)沈澱を水洗して少量の強 HClを加へ煮沸して  $H_2S$ の出さるに至り稀釋して濾別すへし。

殘 滓	濾 液
<p>若し黄色なれば As の存在を示す。之れを少量の <math>KClO_3</math>の結晶と強 HCl とに溶解せしめ暫時煮沸して鹽素を除去し <math>NaHO</math>溶液及び粒狀亞鉛を加へ温むれば <math>AsH_3</math>の瓦斯を發す。</p> <p><math>AgNO_3</math>の溶液にて濕したる紙片を此瓦斯に觸れしむれば黑色の斑點を生ず。</p> <p>此法をFleitmann's test と云ふ。</p> <p style="text-align: center;"><b>As.</b></p>	<p>此濾液に白金板と粒狀亞鉛とを入れ若し白金板上に黑色の斑點を生ずれば Sb 存在するかためなり。若し Sn 存在するときは同時に黑色の物質を生ず。之れを取り強 HClにて煮沸し濾過して其濾液を <math>HgCl_2</math>の溶液にて Sn の試験をなすへし。</p> <p style="text-align: center;"><b>Sb. Sn.</b></p>

金屬基檢出第十一表

第三類甲金屬分離表

(酸磷鹽存在せざる時)

此沈澱は  $AlHO_3$ ,  $CrHO_3$ , 及び  $FeHO_3$ を含む。之れを能く水洗し成るべく少量の水と共に試験管に移し少許の  $Na_2O_2$ を加へ少しく煮沸して濾別すへし。

濾 液	殘 滓
<p>此濾液中には Cr は <math>Na_2CrO_4</math>, Al は <math>Al_2O_3 \cdot 3Na_2O</math>となりて存在す。前者は黄色にして後者は無色なり。</p> <p>此溶液を二分し</p> <p>(1) 一部を <math>H\bar{A}</math>にて酸性となし之れに <math>Pb\bar{A}_2</math>の溶液を加へ Cr を檢出す。</p> <p style="text-align: center;"><b>Cr.</b></p> <p>(2) 他の部分は稀 HClにて酸性となし之れに <math>AmHO</math>を加へ白色の沈澱を生ずれば Al の存在を示すものなり。</p> <p style="text-align: center;"><b>Al.</b></p>	<p>此中には Fe は <math>FeHO_3</math>となりて存在す。</p> <p>之れを少量の稀 HCl に溶解せしめ <math>KCyS</math>の溶液を加へ Fe を檢出すへし。若し溶液が赤色に變ずれば Fe の存在を示すものなり。</p> <p style="text-align: center;"><b>Fe.</b></p>

金屬基檢出第十二表

第三類甲金屬分離表

(磷酸鹽存在するとき)

此場合には沈澱を能く水洗し少量の稀 HCl に溶解せしめ固體  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  を加へて殆んど中和したる後  $\text{NaA}$  の溶液及  $\text{HA}$  を加へ暫時煮沸して濾別すへし。

沈 澱		濾 液	
<p>此沈澱は <math>\text{Al}_2(\text{PO}_4)_3</math>, <math>\text{Cr}_2(\text{PO}_4)_3</math>, <math>\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_2</math> にして <math>\text{Na}_2\text{O}_2</math> を加へて温むれば <math>\text{Al}_2(\text{PO}_4)_3</math> は生ずるところの <math>\text{NaHo}</math> に溶解し <math>\text{Cr}_2(\text{PO}_4)_3</math> は <math>\text{Na}_2\text{CrO}_4</math> となりて溶解し <math>\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_2</math> は不溶解の儘残留す故に之を濾別し。</p>		<p>之れに <math>\text{FeCl}_3</math> の溶液を徐徐に注加して沈澱の最早生ぜざるに至り數分間煮沸して濾過すへし。</p>	
濾 液	殘 滓	濾 液	沈 澱
<p>之れを二分し一方は HCl にて中和し <math>\text{AmHo}</math> を加へ白色沈澱を生ずれば <math>\text{Al}(\text{PO}_4)_2</math> の再び沈澱したるものにして Al の存在を示す。 他の一方は <math>\text{HA}</math> にて酸性となし <math>\text{BaCl}_2</math> の溶液を加へ黄色沈澱を生ずれば Cr の存在を示す。</p>	<p>水洗したる後稀 HCl に溶解せしめ <math>\text{KCys}</math> の溶液を加へて Fe を檢出すへし。</p>	<p>此濾液中には第三類乙及第四類の金屬並に Mg を鹽化鹽として含有す。即ち Zn, Mn, Co, Ni, Ba, Sr, Cr, Mg なり。一般表及第十三表第十六表、第十七表により試験すへし。</p>	<p>此沈澱中には最初可檢品中に含有し居りたる磷酸全部を磷酸鐵として含有し其他鹽基性磷酸鐵を含む。 何れも不用物なるにより棄つへし。</p>

金屬基檢出第十三表

第三類乙金屬分離表

此沈澱は  $\text{ZnS}$ ,  $\text{MnS}$ ,  $\text{NiS}$ , 及び  $\text{CoS}$  を含む。之れをよく水洗し冷き稀 HCl に溶解せしめて濾別すへし。

殘 滓		濾 液	
<p>硼砂球にて Co の試験をなすへし。殘滓を少量の強 HCl 及び <math>\text{KClO}_3</math> とに溶解せしめ鹽素瓦斯の臭氣のなくなるまで煮沸し或は蒸發乾固し水を加へて稀釋し稍過剰の <math>\text{NaHo}</math> の溶液を加へ次で <math>\text{KCys}</math> の溶液を徐徐に滴加し(初め生ずる沈澱の溶解するまで)煮沸したる後之れに等量の <math>\text{NaClO}</math> を加へ再び煮沸するときは黒褐色沈澱 <math>\text{Ni}_2\text{O}_3</math> を生ず。 之れを濾別し</p>		<p><math>\text{H}_2\text{S}</math> の瓦斯の出さるに至るまで煮沸し <math>\text{NaHo}</math> の濃溶液を過剰に加へ沈澱を生ずれば Mn なり。之れを硼砂球にて確定せよ。(酸化焰にては紫赤色にして還元焰にては無色なり)。 之れを濾別し其濾液に <math>\text{H}_2\text{S}</math> を通すれば <math>\text{ZnS}</math> を沈澱す。之れを木炭上に取り <math>\text{Co}(\text{NO}_3)_2</math> 溶液一滴を加へ吹管にて吹くときは青色を呈すへし。</p>	
沈 澱	濾 液	沈 澱	濾 液
<p>硼砂球にて確定すへし。(赤褐色)</p>	<p>蒸發乾固して硼砂球にて確定すへし。(青色)</p>		
Ni.	Co.	Mn.	Zn.

金屬基檢出第十四表

第三類(甲乙)金屬分離表 (別法)

第二類の金屬を  $H_2S$  にて沈澱せしめ其濾液を一般表に  
 まで  $AmHo$  を加へ次て充分沈澱し了るまで  $Am_2S$  を加へ  
 此沈澱は  $AlHo_3$  (白色),  $CrHo_3$  (灰綠色),  $FeS$  (黑色),  $CoS$   
 之れを二三滴の  $Am_2S$  を含有する温水にて洗ひたる後

殘滓. a. $CoS, NiS$ ( $FeS$ 及び $S$ の痕跡).		濾液. 一 に分ち (a) を加へて 或は第二鐵 (b) 之れ 酸化せしめ 後 $BaCO_3$
殘滓を 硼砂球に て試験す へし. 酸化焰 還元焰共 に青色な れは $Co$ 或は $Ni$ 存在す. 酸化焰 にて赤褐 色, 還元 焰にて灰 色となれ は $Ni$ 存在 し $Co$ は存 在せず.	若し $Co$ 存在すれば殘滓を少量 の王水に溶解し水を加へて稀釋し $AmHo$ の過剰を加へて濾別す. 沈澱 濾液. — $CoCl_2, NiCl_2$ , 及び $Am$ 赤褐色な 鹽類なり. 蒸發乾固して $Am$ 褐色なれ 鹽類を除き殘滓を極めて少量 の王水に溶解し少量に至るま て蒸發して $KNO_3$ の溶液を加 へ強酸性となるまで $HA$ を加 へ數時間靜置して濾別す. 沈澱 濾液. — $NiCl_2$ . 黄褐色な アルカリ性とな るまで $AmHo$ を加 へ淡綠色の沈澱を 生ずれば $NiHo_2$ と なりて $Ni$ 存在す. 硼砂球にて確定 すへし.	殘滓. b. 及び $BaCO_3$ の $HCl$ に溶解し 剩を加へ $Ba$ 液に $NaHo$ の 煮沸して濾別 濾液 $Na_3AlO_3$ . $AmCl$ を加 へ煮沸して 白色沈澱 =A

(磷酸鹽存在せるとき)

從て處理し次に約二倍量の  $AmCl$ , 及びアルカリ性となる  
 時時振盪しつつ煮沸して濾別すへし.  
 (黑色),  $NiS$  (黑色),  $MnS$  (肉色),  $ZnS$  (白色), を含む.  
 冷稀  $HCl$  に溶解せしめて濾別す.

$AlCl_3, CrCl_3, FeCl_2, MnCl_2$ , 及び  $ZnCl_2$  を含む. 之れを a, b,  
 少量の  $HNO_3$  を加へ  $Fe$  を酸化せしめ水にて稀釋し  $KCy$   
 $Fe$  を檢すへし. (若し  $Fe$  存在すれば原溶液に就き第一  
 なるかを檢査すへし.

を煮沸して  $H_2S$  を驅除し少量の  $HNO_3$  を加へ煮沸して  $Fe$  を  
 蒸發するか又は  $NaHo$  を加へて過剰の酸を除き冷却したる  
 乳狀液を加へ  $CO_2$  を發し了るまでよく混和して濾別す.

$FeHo_3, AlHo_3, CrHo_3$ , 及  
 過剰を含む. 之れを稀  
 煮沸して稀  $H_2SO_4$  の過  
 剰を沈澱せしめ濾別し濾  
 過剰を加へ二三分間  
 濾別す.

濾液. —  $MnCl_2, ZnCl_2, BaCl_2$  なり.  
 稀  $H_2SO_4$  を過剰に加へ  $Ba$  を沈澱  
 せしめて濾別し濾液に  $NaHo$  の過  
 剰を加へ温めて濾別す.

沈澱. c.  $MnHo_2$ .

白色なれとも  
 直に黒變す.

硼砂球にて酸  
 化焰を以て熱す  
 れは紫紅色とな  
 り還元焰にては  
 無色 =  $Mn$ .

濾液. d.  $Na_2ZnO_2$ .

$H_2S$  を通すれば  
 白色の  $ZnS$  を沈澱  
 す. 之れを木炭上  
 に取り  $Co(NO_3)_2$   
 一滴を加へ吹管に  
 て吹くときは青色  
 を呈す =  $Zn$ .

殘滓. —  $FeHo_3$ , 及び  
 $CrHo_3$ .  $HCl$  に溶解し  
 $Na_2O_2$  を加へ起泡の止  
 むまで煮沸し  $HA$  にて  
 酸性となし  $PbA_2$  を加  
 へ黄色沈澱 =  $Cr$ .

金屬基檢出第十五表

第三類(甲乙)金屬分離表 (別法)

第二類の金屬をH<sub>2</sub>Sにて沈澱せしめ其濾液を一般表に  
 までAmHoを加へ次て充分沈澱し了るまでAm<sub>2</sub>Sを加へ  
 此沈澱は AlHo<sub>3</sub>, CrHo<sub>3</sub>, CoS, NiS, FeS, MnS, ZnS,  
 Ba<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, Sr<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>,  
 此沈澱を二三滴のAm<sub>2</sub>Sを含有する温水にて洗ひたる

残滓 CoS, NiS, (FeS) 第十四表 n. に従つて 處理す へし。	濾液.—AlCl <sub>3</sub> , CrCl <sub>3</sub> , FeCl <sub>2</sub> , MnCl <sub>2</sub> , ZnCl <sub>2</sub> , BaCl <sub>2</sub> , SrCl <sub>2</sub> , 此を煮沸して H <sub>2</sub> S を驅除し二三滴の HNO <sub>3</sub> を加へ	
	(a) 凡そ溶液の四分の一を取り少量に至るまで煮沸して稀 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> を加へ温めて濾別す。	(b) 數滴の溶液を取り水にて稀溶液に就き第一或は第二鐵なは其溶液一部を時計皿上に取加へて酸の過剰を中和し水に加へ振盪してCO <sub>2</sub> の發生なき
	沈澱.—BaSO <sub>4</sub> , SrSO <sub>4</sub> , 及少量のCaSO <sub>4</sub> . 温水にて洗ひNa <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> と混和し溶融して炭酸鹽類に變し第十六表に従て分析すへし。	濾液.—等量或は三倍量の酒精を加へ之れによりて白色沈澱を生すればCaSO <sub>4</sub> なり。第十六表に従て分析すへし。
	沈澱.—FeHo <sub>3</sub> , AlHo <sub>3</sub> , CrHo <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> 及ひ BaCO <sub>3</sub> . 第十四表 b. の如く處理せよ。Fe及ひBaは必要なし。	濾液.—MnCl <sub>2</sub> , 稀HClを加へ煮全く沈澱し了るま 沈澱.—MnS, ZnS. 稀HClに溶解せし物あればCoS, NiS, 如く處理す) 煮沸剩のAmHoを加へ 沈澱.—MnHo <sub>2</sub> . 第十四表 c. に従て處理すへし。

(燐酸鹽存在するとき)

從て處理し次に約二倍量の AmCl, 及ひアルカリ性となる時時振盪しつつ煮沸して濾別すへし。

Al<sub>2</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>,  
 MgNH<sub>4</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.

後冷稀HClに溶解せしめて濾別す。

CaCl<sub>2</sub>, MgCl<sub>2</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

煮沸して Fe を酸化せしめ。

釋し KCyS にて Fe を檢すへし。若し Fe 存在すれば原るかを檢すへし。(c) 殘液に徐徐に FeCl<sub>3</sub> を加へ(其程度り AmHo を加へ褐色沈澱を生し初むるまで) Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> をて稀釋し清澄なる溶液に BaCO<sub>3</sub> の乳狀液を少しく過剰にに至らしめ靜置し上澄液を無色ならしめ濾別す。

ZnCl<sub>2</sub>, BaCl<sub>2</sub>, SrCl<sub>2</sub>, CaCl<sub>2</sub>, MgCl<sub>2</sub>.

沸してCO<sub>2</sub>を驅除したる後AmHoを加へ弱アルカリ性となして Am<sub>2</sub>S を加へて濾別す。

之れをよく水洗してめ(若し黑色不溶解なり。第十四表 a. のして H<sub>2</sub>S を驅除し過温めて濾別す。

濾液.—Na<sub>2</sub>ZnO<sub>2</sub>.  
 第十四表 d. に従て處理すへし。

濾液.—BaCl<sub>2</sub>, SrCl<sub>2</sub>, CaCl<sub>2</sub>, MgCl<sub>2</sub>.  
 少しく温めて Am<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 及ひ Am<sub>2</sub>O を加へて濾別す。

沈澱.—BaCO<sub>3</sub>, SrCO<sub>3</sub>, CaCO<sub>3</sub>.

既に檢査しあれば必要なし。

濾液.—MgCl<sub>2</sub>.  
 少量に至るまで蒸發しAmHo及ひNa<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>を加へ白色結晶性の沈澱 =Mg.

金屬基檢出第十六表

第四類金屬分離表

此沈澱は  $BaCO_3$ ,  $SrCO_3$ , 及び  $CaCO_3$  を含む。  
 之れを能く水洗し少量の温き稀  $HAc$  に溶解せしめ  
 其溶液に  $K_2CrO_4$  の溶液を加へ温めて濾別すへし。

沈 澱	濾 液	
$BaCrO_4$ (黄色)	之れに $Am_2SO_4$ の濃溶液を加へ暫時煮沸して 濾別すへし。	
之れを白 金線に付し て焰色試験 を行へは緑 色を呈すへ し。	沈 澱	濾 液
Ba.	$SrSO_4$ (白色) 此沈澱を充分水洗し て焰色試験を行へは深 紅色を呈すへし。	之れに $Am_2O$ を加ふ れば白色の沈澱 $CaO$ を生す。尙ほ焰色試験 を行へは黄赤色を呈す へし。
	Sr.	Ca.

金屬基檢出第十七表

第五類金屬分離表

第四類の金屬を除きし後に残留する溶液中には次  
の金屬を含有す。

Mg.	K.	Na.
(1) 此溶液を1.と3.との比に分ち其少量の部に $AmCl$ 及び $AmHo$ を加へ更に $Na_2HPO_4$ の溶液を加へて 白色結晶性の沈澱 $[(NH_4)MgPO_4]$ を生ずれば <b>Mg</b> の存 在するを示す。 (2) 次に溶液の多量の部を取り蒸發乾固して白金線にて 焰色試験を行ふへし。然るときは <b>K</b> は紫色、 <b>Na</b> は濃黄 色を呈すへし。尤も <b>K</b> 及び <b>Na</b> の兩者同時に存在する ときは肉眼にては唯黄色を認め得るのみなり。此場合 には青色硝子板を透して之れを見若し紅紫色を認むる ときは <b>K</b> の存在を示すものとす。尙ほ濕式反應に於て 亞硝酸コバルト・ソヂウム溶液を以て確定せよ。		
アンモニウム $NH_4$		
之れを檢出するには可檢品の溶液に $NaHo$ の溶液を加 へて熱すれば $NH_3$ の瓦斯を發す。臭氣又は試験紙にて認 むることを得るなり。尙ほネスラー溶液を以て確定する も可なり。		

## 酸基豫備試験

既に金属基の試験を了りたるときは溶解度表(102頁)に照して其可検品中には如何なる酸基が存在するやを豫察することを得へし。若し可検品が水に溶解すれば已に確定したる金属と化合して水に溶解せざる鹽類を生ずる酸基の如きは試験するを要せざるなり。硝子管中に可検品を熱することに依て數種の酸基を検出し得べきことは前表既に揚げたるか如し。然れとも酸基の一般豫備試験としては通常濕式反應に據るへし。

### 1. 固體に稀 $H_2SO_4$ 又は稀 $HCl$ を加へ試験管中にて温むれば

$HCy$ ……起 泡 ……特 臭 ……( $Am_2S_{1+x}$  に依り  $AmCyS$  を生成す) ……  $Cy, \overline{Cfy}$   
 $CO_2$  ……起 泡 ……石 灰 水 白 濁 ……  $CO_3$   
 $SO_2$  ……特 臭 ……酸 性 反 應 ……  $K_2Cr_2O_7$  紙 を 緑 色 に 變 ず ……  $SO_3, S_2O_3$   
 $H_2S$  ……特 臭 ……醋 酸 鉛 紙 を 黒 色 に 變 ず ……  $S$   
 $N_2O_3$  ……特 臭 ……赤 褐 色 ……酸 性 反 應 ……  $NO_2$

$Cl$  ……特 臭 ……緑 黄 色 ……漂 白 性 ……  $OCl$   
 2 固體に強  $H_2SO_4$  を加へ試験管中にて熱すれば  
 $HCl$  ……發 煙 性 ……酸 性 反 應 ……  $Cl$   
 $SiF_4$  ……發 煙 性 ……水 滴 凝 固 ……  $SiO_2 + F$   
 $Br_2$  ……赤 褐 色 ……惡 臭 ……漂 白 性 ……  $Br$   
 $I_2$  ……紫 色 ……澱 粉 紙 を 青 色 に 變 ず (時 に  $SO_2$  又 は  $H_2S$  を 伴 ふ) ……  $I, I_2$   
 $ClO_2$  ……黄 色 ……爆 發 性 ……  $ClO_3$   
 $CrO_2Cl_2$  ……黄 褐 色 ……  $Cr_2O_7 + MCl$   
 $NO_2$  ……特 臭 ……赤 褐 色 ……酸 性 反 應 ……  $NO_2, NO_3$   
 $SO_2 + S$  ……  $S, SCy$   
 $SO_2$  ……  $SO_3, S_2O_3, M, 有 機 物$   
 $CO_2 (CO + CO_2)$  ……石 灰 水 白 濁 (青 色 焰) ……  $CO_3, C_2O_4$   
 $O_2$  ……  $Cr_2O_7, CrO$   
 $HA$  ……酢 臭 ……  $MA$   
 $CO$  ……  $MCy_2, MF$   
 $H_2Su, HB$  ……昇 華 物 ……刺 戟 性 蒸 氣 ……  $M_2 \overline{Su}, MB$   
 $C$  ……焦 臭 ……炭 化 ……  $M_2 \overline{T}, M_3 \overline{Cl}, 有 機 物$   
 (略符  $M = 金 屬$ )

## 酸基検出に用ふる溶液

如何なる酸基か存在するかを試験せんとするには其溶液か如何にして製せられたるかを注意すること最も肝要なり。

一般の規則としては酸かアルカリ性鹽類の形状にあらされは検出すること難し故に總てアルカリ性鹽類に變せしむることを必要とす。之れを完全になすには次の方法に依るへし。

1. 若し可検品か水に溶解して其溶液か中性なるか又はアルカリ性なれば其儘試験に供すへし。
2. 若し可検品か水に溶解して其溶液か酸性なるときは丁度アルカリ性になるまでNaHoの溶液を加へて煮沸すへし。

若し此際沈澱を生ずれば濾過して其濾液のみを試験に供すへし。

3. 若し可検品の一部或は全く水に溶解せされは少量のNaHo溶液を以て煮沸し水を加へて稀釋し濾過して其濾液のみを試験に供すへし。  
注意 若しAl, Zn, Sb, Sn, Pb或は他の金屬にして

其水酸化鹽類か NaHo 溶液の過剰に溶解する如きものあるときは第二第三の場合に於てNaHoの代りにNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>の溶液を用ふへし。

又酸基を完全に検出せんとするには多量の溶液を要するか故に特に多量に用意するを要す。

## 酸 基 検 出 法

酸基検出第一表

用意したる溶液をHCLにて酸性となしたるもの

試 薬	反 應	酸 基
(1) BaCl <sub>2</sub> .....	白色の沈澱を生しHNO <sub>3</sub> にて煮沸するも溶解せず.	硫酸鹽
(2) FeCl <sub>3</sub> .....	青色の沈澱を生しアルカリを加ふれば溶解す. 若し赤色の溶液を生すれば	フェルロ青化〔鹽〕 硫酸鹽
(3) FeSO <sub>4</sub> .....	青色の沈澱を生しアルカリを加ふれば溶解す. 若し褐色を呈し之れを熱すれば瓦斯を發す.	フェルリ青化〔鹽〕 亞硝酸鹽
(4) 鹽素水.....	數滴を加へ少量のCS <sub>2</sub> を注加し振盪して CS <sub>2</sub> が紫色となれば CS <sub>2</sub> が橙色となれば	沃化鹽 臭化鹽
(5) 黄色試験紙	溶液に浸して乾燥せしむれば紅色に變し其紅色の部にアルカリ一滴を加へ綠色に變すれば	硼酸鹽
(6) 蒸發乾固..	白色の殘滓を生し如何なる酸にも溶解せず.	珪酸鹽

酸基検出第二表

用意したる溶液をHNO<sub>3</sub>にて酸性となしたるもの

試 薬	反 應	酸 基
(1) AgNO <sub>3</sub> .....	白色の沈澱を生しHNO <sub>3</sub> にて煮沸すれば溶解す又稀AmHo(1:20)にも溶解す.	青化鹽
(2) .....	白色の沈澱を生し稀AmHoに溶解すれともHNO <sub>3</sub> にて煮沸するも溶解せず.	鹽化鹽
(3) .....	帶黄白色の沈澱を生し煮沸HNO <sub>3</sub> 又は稀AmHoにも溶解せず然れとも強AmHoに溶解す.	臭化鹽
(4) .....	黄色の沈澱を生し強AmHo又は煮沸HNO <sub>3</sub> にも溶解せず.	沃化鹽
(5) Am <sub>2</sub> MoO <sub>4</sub> ...	熱して黄色の沈澱を生すれば	磷酸鹽



酸基検出第三表

用意したる溶液をH $\bar{A}$ にて酸性となしたるもの

試薬	反 應	酸 基
(1) CaCl <sub>2</sub> ……	白色沈澱を生し HCl に溶解す。(用意したる溶液に H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> と MnO <sub>2</sub> を加へ熱すれば CO <sub>2</sub> の瓦斯を發す之れを石灰水中に通すれば白濁を生ず).	蓆酸鹽
(2) FeCl <sub>3</sub> ……	白色の沈澱を生すれば此沈澱を灼熱管中にて熱すれば砒素を生ず.	砒酸鹽
(3) Pb $\bar{A}$ <sub>2</sub> ……	黄色の沈澱を生すれば原溶液に AgNO <sub>3</sub> の溶液を加ふるときは赤色の沈澱を生ず.	クローム酸鹽

酸基検出第四表

以上三表に掲けたるより以外の酸基は總括して試験を行ふこと能はず各個特別に之れを行はざるへからず其酸基は大略次の如し

酸 基	反 應
硝酸鹽……………	可檢品の水溶液に殆んど等量の強 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> を加へ能く振り外部より水にて冷却したる後少量の FeSO <sub>4</sub> 溶液を静に加ふれば其液二層をなし其中間に褐色の環を生ずるを見るへし.
弗化鹽……………	乾燥せる試験管に少量の可檢品を入れ其四乃至五倍量の強 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> を加へ熱すれば HF の瓦斯を發す. 水にて濕したる硝子棒を此瓦斯に觸れしむれば腐蝕せらるるを見るへし.
炭酸鹽……………	少量の可檢品に水を加へ能く煮沸したる後 HCl を加ふれば瓦斯を發す. 此際細き硝子管の先端に少量の石灰水を取り試験管中に挿入して瓦斯に觸れしめ暫時にして引上げ石灰水の濁濁せらるるを見るへし.
次亞鹽素酸鹽…	原溶液を NaHo 溶液にて弱アルカリ性となし煮沸して濾過し其濾液に藍液一滴を

酸 基	反 應
塩素酸鹽……………	加へHClにて酸性となすときは其藍色は脱色せらる。 原溶液をNaHo溶液にて弱アルカリ性となし煮沸して濾過し其濾液に藍液一滴を加へHClにて酸性となすも脱色せられず。之れにH <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> を加ふれば脱色す。
亞硫酸鹽……………	原溶液をH <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> にて酸性となすときはSO <sub>2</sub> の瓦斯を發す。又原溶液にK <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> の溶液を加へてHClを加ふれば綠色を呈す。
醋酸鹽……………	水溶液にHClを加へ煮沸すれば酢の臭を發す。又水溶液中に中性FeCl <sub>3</sub> 溶液を加ふれば赤色を呈し其赤色はHgCl <sub>2</sub> の溶液を加ふるも脱色せられず。
硫黃……………	可檢品を過剰のHClと共に熱すればH <sub>2</sub> Sの瓦斯を發す。PbA <sub>2</sub> の溶液にて濕したる紙片を此瓦斯に觸れしむれば黑色となる。
<p>以上の外種種なる酸基は豫備試験にて發見せらるるものの外は大抵普通の可檢品中に存在せざるものなり依て之れを略す。故に豫備試験の際其檢出を誤らざる様能く注意せざるへからず。</p>	

## 附 録

一 表 分 類

溶液に數滴のHClを添加せよ。若し沈澱を生ずれば尙ほ

沈澱 AgCl, Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> , Pb を含有 すへ し。	1. 濾液.—若し可檢品をHNO <sub>3</sub> に溶解したるとき或は 剩のHClを加へ之れを少量に至るまで蒸發したる後 若し多量の遊離酸存在するときは溶液中尙ほ強酸 溶液か全く飽和せらるるまでH <sub>2</sub> Sを通し濾過したる	濾液.—煮沸してH <sub>2</sub> Sを驅 存在の疑あれば蒸發乾固し殘 溶解の殘滓あればSiO <sub>2</sub> なり。 AmCl 及びAmHoを加へたる
	2. 沈澱.—之れを試験 管中に洗ひ出し Am <sub>2</sub> S <sub>2</sub> を加へ温め (煮沸すへからず)濾 別して洗滌すへし。	濾液.—過 剩のHClを加 へ a. 沈澱白色な れはSなるか 故不要なり。 b. 沈澱着色す れはAs <sub>2</sub> S <sub>3</sub> , Sb <sub>2</sub> S <sub>3</sub> , SnSなる へし。第四表 により試験す へし。
第二 表によ り試験 すへ し。	沈澱 PbS, CuS, Bi <sub>2</sub> S <sub>3</sub> , HgS, CdS を 含 む。	濾液.—無色の Am <sub>2</sub> S を加ふるか又は H <sub>2</sub> Sを通し温めて濾別すへし。
第三表 により 試験す へし。	沈澱 PbS, CuS, Bi <sub>2</sub> S <sub>3</sub> , HgS, CdS を 含 む。	濾液.—(若しNi存在のため 暗色を呈すれば 過剰のHAを 加へ濾過して沈澱は Am <sub>2</sub> S の 部に加へ濾液にAmHoの過剰 を加ふへし)。 AmCO <sub>3</sub> を加へ温めて濾別し。
	第八 表によ り試験 をなす へし。	沈 澱 BaCO <sub>3</sub> , SrCO <sub>3</sub> , CaCO <sub>3</sub> を含む。 第九表により 試験すへし。
	濾 液 Mg, K, Na, NH <sub>4</sub> , を含む。第十表 により試験すへ し。	

表

HClを加へよく振盪せる後(但し温むへからず)濾別すへし。

豫備試験に於てHNO<sub>3</sub>或はHClO<sub>3</sub>の存在を認めたるときは過  
稀釋すへし。

の存在に注意しつつAmHoを以て幾分か中和せしめ而して後  
後沈澱を水にて充分洗滌すへし。

除したる後少量のHNO<sub>3</sub>を加へ再び煮沸すへし。若しSiO<sub>2</sub>  
滓を強HClにて濕し温めて稀釋し煮沸して濾過すへし。不

後數分間煮沸して濾過すへし。

並に砒酸及び磷酸の  
となりて以上の金屬

を行はさるへからず  
Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>を加へ煮沸  
過剰を加へCO<sub>2</sub>か全  
てCaCl<sub>2</sub>を加へ白色

其溶液をa,b.に分ち  
黄色の沈澱を生ずれ  
(b) 磷酸及び砒酸存  
在すれば 第九表によ  
り試験すへし。

沈澱  
ZnS,  
MnS,  
CoS,  
NiSを  
含む。

第八  
表によ  
り試験  
をなす  
へし。

濾液.—(若しNi存在のため  
暗色を呈すれば 過剰のHAを  
加へ濾過して沈澱は Am<sub>2</sub>S の  
部に加へ濾液にAmHoの過剰  
を加ふへし)。  
AmCO<sub>3</sub>を加へ温めて濾別し。

沈 澱  
BaCO<sub>3</sub>, SrCO<sub>3</sub>,  
CaCO<sub>3</sub> を含む。  
第九表により  
試験すへし。

### 分類表に就ての注意

1.  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  の現存するときは  $\text{Ag}$  は  $\text{HCl}$  に依て沈澱せられず故に其場合には  $\text{H}_2\text{S}$  の沈澱中に検出せらる。
2. 豫備試験に於て  $\text{As}$  を検出したるときは  $\text{H}_2\text{S}$  を通する前  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を加へ  $\text{SO}_2$  の臭氣を發せざるに至るまで煮沸すへし。若し  $\text{As}$  が  $\text{H}_3\text{AsO}_3$  となりて現存するとき  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を加へされは  $\text{H}_2\text{S}$  によりて沈澱を生せざるなり。若し白色沈澱を生ずれば  $\text{H}_2\text{SO}_4$  が酸化せられて  $\text{H}_2\text{SO}_5$  となり  $\text{Ba}$ ,  $\text{Sr}$ ,  $\text{Ca}$  を硫酸鹽として沈澱したるならん故に之れを濾過し其沈澱は第十一表(71頁)によりて試験すへし。
3.  $\text{H}_2\text{S}$  は  $\text{FeCl}_3$  或は他の鹽類の還元によりて  $\text{S}$  の沈澱を生ずることあり。若し黄色の溶液が綠色に變し  $\text{S}$  の沈澱を生ずることあればクロム酸の存在するを知るなり。
4.  $\text{CuS}$  は微に  $\text{Am}_2\text{S}_3$  に溶解し酸を加へて沈澱せらるることあり故に褐色を呈することあるも試験上妨くることなし。
5. 激しく熱したるため  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  が變分か不溶解物となりて殘存することあり其場合に於ては殘滓を強  $\text{HCl}$  にて煮沸し濾過して濾液は原濾液に加ふへし。
6. 時に少量の  $\text{Mn}$  が同時に沈澱することあり其場合に於ては  $\text{KNO}_3$  及び  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  の球を製して試験をなすへし。
7. 若し暗色なるときは  $\text{Ni}$  が  $\text{NiS}$  となりて  $\text{Am}_2\text{S}_3$  に溶解したるかためなり。

### 第二表

#### HCL 沈澱の試験

沈澱を試験管中に洗ひ取り稍多量の水を加へ煮沸すへし。濾過して沸騰水にて洗滌すへし。

濾液	沈澱	
a, b, c の三部に分ち	濾紙上に強 $\text{AmHo}$ を注加し濾液を集め	
a. $\text{H}_2\text{SO}_4$ を加へ 白色沈澱 = $\text{Pb}$ .	濾液—過剰の $\text{HNO}_3$ を加へ 白色沈澱 = $\text{Ag}$ . 確定—濾過し乾燥せる後木炭上に $\text{Na}_2\text{CO}_3$ と共に熔融す。	沈澱— 黑色 = $\text{Hg}^*$ 確定—乾燥せしめ $\text{Na}_2\text{CO}_3$ と $\text{KCy}$ とに混和し熔閉管中にて熱す。 水銀鏡を生ず = $\text{Hg}$ .
b. $\text{K}_2\text{CrO}_4$ を加へ 黄色沈澱 = $\text{Pb}$ .		
c. 冷却せしめ $\text{PbCl}_2$ の結晶を分離す = $\text{Pb}$ .		

\* 白色殘滓なれば沸騰水に溶解せさりし  $\text{PbCl}_2$  ならん不要なり。

第三表

H<sub>2</sub>S 沈澱の試験(第一部)

(Am<sub>2</sub>S<sub>2</sub>に不溶解なるH<sub>2</sub>S沈澱の試験)

全くHCl性のなくなるまで沈澱を洗ひ之れを蒸發皿に移し強HNO<sub>3</sub>を加へ静かに温め數滴のH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>を加へ稀釋して濾過すへし。

残 滓		濾 液	
再ハ蒸發皿に洗ひ出し強HAを加へ丁度アルカリ性となるまでAmHoを加へ煮沸せる後濾過すへし。		過剰のAmHoを加へ煮沸せる後濾過すへし。	
残滓—若し黒色なればHgの存在なるへし。王水に溶解せしめ過剰の酸を蒸發し稀釋して數部に分ち(1)銅片を加へ灰色の附着物=Hg。(2)SnCl <sub>2</sub> を加へ灰色に變する白色沈澱=Hg。	濾液—過剰のHAを加へて後K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> を加へ黄色沈澱=Pb。注意—若しPbか第一類にて確定せられたるときは此處にて檢出するの必要なし故に此部を棄つへし。	沈澱—白色BiOCl。HClに溶解せしめ殆んど乾固するまで蒸發し多量の水中に滴注してBiOClの白色沈澱=Bi。確定—濾過し乾燥せしめ乾式法によりBiの試験をなすへし。	濾液—若し青色なればCu存在す。A,B,Cの何れかに從ひCdの試験をなすへし。若し無色なればCu存在せず。Am <sub>2</sub> Sの一滴を加へ黄色沈澱=Cd。

A. 青色の溶液に其青色が消失するまでKCyを加へ次てAm<sub>2</sub>Sの一滴を加ふ。黄色沈澱=Cd。

B. 青色溶液をHClにて酸性となしH<sub>2</sub>Sを通し濾過して洗滌す。沈澱を濾紙上にて温き稀H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>を以て處理す。

残滓—温きHNO <sub>3</sub> に溶解せしめ過剰のAmHoを加へ次てHAの過剰及びK <sub>2</sub> Cy <sub>2</sub> を加ふ。褐色沈澱=Cu。	濾液—H <sub>2</sub> Sを煮沸驅除しAmHo及び一滴のAm <sub>2</sub> Sを加ふ。黄色沈澱=Cd。
--	---

C. 青色溶液を蒸發乾固しAm鹽類か全く揮發するまで灼熱し残滓をAm<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>の溶液を以て處理したる後濾過しCuの痕跡か悉く除去せらるるまで洗滌すへし。

沈澱—HClに溶解せしめAmHo及び一滴のAm <sub>2</sub> Sを加ふ。黄色沈澱=Cd。	濾液—過剰のHAを加へK <sub>2</sub> Cy <sub>2</sub> にてCuの試験をなす。
--	---

第四表

H<sub>2</sub>S 沈澱の試験(第二部)

第一法

Am<sub>2</sub>S<sub>2</sub> 溶液を酸性となし依て得たる沈澱をビーカー中に洗ひ出し固體 Am<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> を加へ之れが溶解するまで攪拌し(温むへからず)而して濾別すへし。

濾液.—HCl を加へ As <sub>2</sub> S <sub>3</sub> の黄色沈澱 = As.	残滓.—残滓を乾燥し AmNO <sub>3</sub> を混し之れを更に AmNO <sub>3</sub> を熔融したる坩堝中に投し熔融せしむ。熔融作用了りたる時之れを冷却せしめ H <sub>2</sub> T 溶液を以て處理して濾別すへし。	
確定.—之れを王水に溶解し過剰の AmHo 次に苦土合劑を加へ攪拌す白色沈澱 = As.	濾液.—H <sub>2</sub> S を通し橙色沈澱 = Sb.	沈澱.—木炭上に KCy 及び Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> と共に熔融し Sn の小球を得れば = Sn.

第二法

硫化鹽を温き強 HCl を以て處理し温む。

残滓	濾液	
As <sub>2</sub> S <sub>3</sub> . 王水に溶解し以上指示せる如く苦土合劑にて確定す。	稍稀釋し白金皿へ取り亞鉛の小片を加へ白金板に黒色の附着物を生ずれば Sb 存在す。 濾過し洗滌し亞鉛に附着せる黒色の物質を濾紙中に擦り落すへし。 白金板上の附着物を強 HCl にて處理し H <sub>2</sub> T の結晶を加へ稀釋して H <sub>2</sub> S を通し橙色沈澱 = Sb.	
	濾紙上の残滓は HCl にて處理し	濾液.—HgCl <sub>2</sub> を加へ白色又は灰色沈澱 = Sn. 残滓.—亞鉛中に混雜せる Pb なり。 棄却すへし。

### 第三法

硫化鹽を出來得るだけ少量の王水に溶解し小さき水素發生装置に加ふ。發生せる瓦斯をAgNO<sub>3</sub>の溶液に通す。

其装置よりZnを取り出し附着物を濾紙上に撥き落し溶液は濾過して浮遊物を除去す。残滓をHClに溶解しHgCl <sub>2</sub> を以てSnを確定すへし。	硝酸銀溶液を濾過し	
	濾液.—尙ほAgNO <sub>3</sub> を加へよく注意しつつ稀AmHoを以て中和し黄色沈澱=As.	残滓.—H <sub>2</sub> Tの強溶液を以て煮沸し濾過しHClを加へH <sub>2</sub> Sを通す 橙色沈澱=Sb. 残滓は銀なるか故に試験の必要なし。

### 第四法

#### 金及び白金存在の疑あるとき

As, Sb 及び Sn は第三法により試験すへし。

若しAu又はPt存在するときはZnより分離せる附着物をHClを以て處理せる場合に残存せる残滓中に存在す。

之れを蒸發皿中にて王水にて溶解し。少量に至るまで蒸發しAmCl溶液を加へ再び少量に至るまで蒸發す。稍多量のアルコールを加へ攪拌して數時間放置す。若しPt存在すれば黄色結晶性の沈澱を生ずへし。之れを濾過し。

沈澱.— 赤熱すれば海綿狀となりてPt残留す。	溶液.— 湯煎上にて全くアルコールを蒸發し稀釋しFeSO <sub>4</sub> を加へ温むれば細粉末の黑色沈澱を生ず=Au. SnCl <sub>2</sub> にて確定せよ。
----------------------------	---

第五表

**AmHo 沈澱の試験**  
( $H_3PO_4$  及び  $H_2O$  存在せず)

**第一法**

$Na_2CO_3$  及び  $KNO_3$  球に依り Mn を試験せよ。  
沈澱を水を用ひすして蒸發皿に取り  $KClO_3$  の數結晶を加へ次に強  $HNO_3$  を加へて煮沸し若し溶液が先きに綠色なれば鮮黄に變するまで絶へず  $KClO_3$  の結晶を加へつつ煮沸すへし。然る後過剰の AmHo を加へ煮沸す。

濾液	殘滓	
過剰の HA 次に $PbA_2$ を加へ黄色沈澱 = Cr. 又は $H_2SO_4$ 及びアルコールを加へ煮沸し溶液綠色に變すれば = Cr.	HCl に溶解し、過剰の NaHo を加へ煮沸して濾過すへし。	
	液—過剰の HCl 次に AmHo の過剰を加へ煮沸し白色沈澱 = Al. 乾式法によりて確定せよ。	殘滓—HCl に溶解し $K_2C_2O_4$ を加へ青色沈澱 = Fe. Fe が第一或は第二鐵として存在するや否やに關しては原溶液につき試験すへし。

**第二法**

沈澱を稀 HCl に溶解せしめ (a) 及び (b) に分ち  
(a)  $K_2C_2O_4$  を加へ 青色沈澱 = Fe  
(b) KHo の過剰を加へ暫時煮沸して濾別す。

濾液—明かに酸性を呈するまで HCl を加へ而してアルカリ性になるまで AmHo を加へ煮沸す。 白色沈澱 = Al. $Co(NO_3)_2$ 溶液にて乾式法により確定せよ。	沈澱—乾燥して $Na_2CO_3$ 及び $KNO_3$ と共に混和し白金皿中にて熔融し熔塊を水にて處理し濾過す。濾液 (若し Cr 多量に存在すれば黄色) に HA 及び $PbA_2$ を加へ黄色沈澱 = Cr.
--	---

第六表

**AmHo 沈澱の試験**  
( $H_2O$  存在す)

此沈澱は蓆酸鹽として Ba, Sr, 及び Ca を含むへし。

沈澱を乾燥し白金板上又は白金皿中にて赤熱し出來得るだけ少量の HCl に溶解せしめ過剰の AmHo を加へ煮沸し濾過せる後其濾液を AmHo の沈澱を濾過して得たる原濾液に混し沈澱は若し  $H_3PO_4$  存在せされは第五表により試験をなし若し存在すれば第七表によりて試験をなすへし。



第七表

AmHo 沈澱の試験

(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 存在す)

此沈澱は第三類甲の金属に加ふるに磷酸鹽として Ba, Sr, Ca, Mg, Mn を含有すへし。

第一法

此沈澱を温強 HCl に溶解せしむ。KClO<sub>3</sub> の結晶を加へ煮沸して稀釋す。

- (1) 溶液の一部をK<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>にてFeの試験をなすへし。
- (2) 若し Fe が存在せざるか又は少量のみ存在するときは FeCl<sub>3</sub>を加へAmHoにて殆んど中和すへし。此をなす最善の方法は沈澱を生し初むるまで AmHoを加へ次に此沈澱か再び溶解するまで最も稀薄のHClを添加すへし。次に稍過剰に AmA<sub>2</sub>を加へ煮沸す。

<p>沈澱— 水酸化鹽類及び磷酸鹽類としよて Fe, Al, Crを含有す。第五表により試験すへし。 H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>は作用せられず。 (沈澱は水酸化第二鐵の褐色を呈せざるへからず然らされは鐵の存在過少なり)。</p>	<p>溶液— 常法に従ひ Mn, Ba, Sr, Ca, Mg を試験するか或は前に AmHo の沈澱より分離せる濾液に混すへし。</p>
--	---

第二法

AmHo の沈澱を強 HNO<sub>3</sub> に溶解せしめ其溶液に細斷せる金属錫を加へ作用了りて錫が全くメタ錫酸に變したるとき濾過して洗滌すへし。

沈澱	濾液	
總ての 磷と共に 5SnO <sub>2</sub> 5H <sub>2</sub> O よりなる へし。	過剰のAmHoを加へ煮沸して濾過すへし。	
	沈澱— 第五表 により試 験すへ し。	濾液— Mn, Ba, Sr, Ca, Mg を 試験するか或は前に AmHo の沈澱 より分離せる濾液に混すへし。

第八表

**Am<sub>2</sub>S 沈澱の試験**

沈澱をビーカーに移し KClO<sub>3</sub> の結晶を少しく加へて強 HCl に溶解せしめ Cl の臭氣のなくなるまで煮沸し過剰の NaHo を加へ煮沸して冷却せしめ之れを濾過して洗滌すへし。

沈 澱		濾液
出来得るだけ少量の温稀 HCl に溶解せしめ AmHo にて殆んど中和し Am A を稍多量に加へ H <sub>2</sub> S にて飽和し濾過して洗滌すへし。		Zn を含 むへし。 Am <sub>2</sub> S の 数滴を加 へ 白色沈澱 = Zn. 吹管試 験に依て 確定す。
沈澱— 硼砂球にて Co の試験をなすへし。Co 存在せされは沈澱は NiS なり。硼砂球にて確定せよ。 若し Co 存在すれば其沈澱を王水に溶解し煮沸して過剰の酸を除き Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> の強溶液にて殆んど中和し KCy を加へ沈澱せる青化鹽類か再び溶解するまで尙 KCy を加へ NaHo の過剰及び Br 水を加へて濾過すへし。	濾液— Mn. Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> の過剰を加へ煮沸して濾過し乾式法にて Mn の確定をなすへし。	
沈澱— 黑色水酸化ニッケルより成る。 硼砂球にて確定すへし。 Ni.	濾液— コバルチ青化ソヂウムよ りなる蒸發して硼砂球にて確定すへし。 Co.	

第九表

**Am<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 沈澱の試験**

**第一法**

沈澱を HCl に溶解せしめ之れに Am<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> を加へ數分間煮沸し濾過して洗滌すへし。

沈 澱		濾液
試験管に取り K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 二分と K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 一分とを加へ煮沸し冷却せざる内に濾過す。		AmHo の過剰を加へ次て Am <sub>2</sub> O を加へ白色沈澱 = Ca.
残滓— BaSO <sub>4</sub> なり。焰色試験にて確定すへし。	濾液— 蒸發乾固し残滓にて Sr の焰色試験を行ふへし。	

**第二法**

沈澱を HCl に溶解せしめ之れを蒸發乾固し残滓をアルコールにて處理し濾過すへし。

沈 澱	濾 液	
BaCl <sub>2</sub> なり 水に溶解せしめ H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> を加へ 白色沈澱 = Ba.	アルコールを蒸發驅除し AmHo 及び Am <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> を加へ濾過す(此濾液は不要). 沈澱— HNO <sub>3</sub> に溶解せしめ蒸發乾固し残滓をアルコールにて處理し濾過すへし。	
	残滓— Sr(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> なり。焰色試験にて確定すへし。	濾液— アルコールを蒸發驅除し AmHo 及び Am <sub>2</sub> O を加へ白色沈澱 = Ca.

第十表

$\text{Am}_2\text{CO}_3$  沈澱を分離したる濾液の試験

濾液をA. B. に分ち

A	B
<p><math>\text{Na}_2\text{HPO}_4</math> を加へて振盪す 白色沈澱 =Mg.</p>	<p>蒸發乾固し Am 鹽類を驅除するため灼熱し焰色試験にて Na 及び K の試験をなすへし。 若し Mg 存在せされは残滓を數滴の HCl に溶解せしめ之れに <math>\text{PtCl}_4</math> 及びアルコールを加ふへし。黄色沈澱=K。 若し Mg 存在すれば之れを除かざるへからず。残滓を水に溶解せしめ <math>\text{H}_2\text{O}</math> の結晶を少しく加へ蒸發乾固して灼熱すへし。水を加へて温め濾過し再び蒸發乾固して HCl 數滴を加へ <math>\text{PtCl}_4</math> にて K の試験をなすへし。</p>

第十一表

$\text{H}_3\text{AsO}_4$  を還元せしむるため  $\text{H}_2\text{SO}_4$

を加へ生したる沈澱の試験

沈澱を蒸發皿に取り少量の強HA及び  $\text{AmHo}$  を加へ煮沸して濾過すへし

濾液	沈澱
<p>過剰の HA 及び <math>\text{K}_2\text{CrO}_4</math> を加へ黄色沈澱 =Pb.</p>	<p>乾燥し白金皿中にて熔融剤を加へ熔融せしめ水を加へて煮沸し濾過して洗滌すへし。残留する炭酸鹽類を稀 HCl に溶解せしめ第九表により Ba, Sr, Ca の試験をなすへし。</p>

## 酸類の試験

### 溶 液

A. 水に溶解する物質.—可検品を水に溶解せしめ  $\text{HNO}_3$  を稍過剰に加へ發するところの瓦斯か全く驅除せらるるまで温むへし.

B. 水に不溶解にして  $\text{HNO}_3$  に溶解する物質.—可検品を稀  $\text{HNO}_3$  溶解せしめ瓦斯か全く驅除せらるるまで温むへし.

C.  $\text{H}_2\text{O}$  或は  $\text{HNO}_3$  に溶解せざる物質.—少量の可検品を凡そ其四倍量の  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  と混和し静かに熔融せしめ水にて處理して濾過すへし. 濾液に稍過剰の  $\text{HNO}_3$  を加へ瓦斯か全く驅逐せらるるまで温むへし. 若し  $\text{SiO}_2$  現存する疑あれば蒸發乾固し  $\text{HNO}_3$  にて處理し白色不溶解のものあれば  $\text{SiO}_2$  なり. 是れを濾過すへし.

可検品の幾分にてても溶劑の何れかに溶解すれば之れを濾過して各別に試験すへし而して不溶の殘滓は之れを熔融せしむへし. (若し金屬基試験のとき  $\text{H}_2\text{CrO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{AsO}_4$ , 或は  $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$  を認めたる時は溶液

を  $\text{H}_2\text{S}$  にて飽和せしめ沈澱を濾別し濾液は煮沸して  $\text{H}_2\text{S}$  を驅除せしむへし).

### 無機酸類の試験

1.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .—酸性溶液の一部を取り ( $\text{H}_2\text{S}$  にて金屬を分離する前を可とす)之れに  $\text{BaCl}_2$  を加ふへし或は若し  $\text{Hg}'$ ,  $\text{Ag}$ ,  $\text{Pb}$  現存すれば  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  にて檢出すへし.  $\text{BaSO}_4$  の白色沈澱 =  $\text{H}_2\text{SO}_4$  なり.

確定.—可検品の一部を  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  と混和し木炭上に於て還元焰にて熔融すれば硫酸鹽は還元せられて硫化鹽となるへし. 其熔塊の小片を銀板上に取り一滴の水にて濕すときは  $\text{Ag}_2\text{S}$  の黑色斑點を生すへし依て可検品中硫酸鹽の存在を示すものなり.

2.  $\text{H}_3\text{PO}_4$  は既に檢出せられたるならん. 若し金屬試験中之れを檢出せざる時は溶液の一部に ( $\text{H}_2\text{AsO}_4$  等存在すれば其等を除きたる後)  $\text{Am}_2\text{MoO}_4$  を加へ煮沸して黄色沈澱 =  $\text{H}_3\text{PO}_4$ .

3.  $\text{HCl}$ ,  $\text{HBr}$ ,  $\text{HI}$ .—溶液の一部に  $\text{AgNO}_3$  を加へ白色沈澱 =  $\text{HCl}$ ,  $\text{HBr}$ ,  $\text{HI}$ .

(a) 少量の可検品を  $\text{MnO}_2$  と混和し  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を加

へ熱すへし。

堇色の蒸氣を發す = HI, 及び恐らくは又 HCl  
及び HBr.

赤色 = HBr, 恐らくは又 HCl.

HI はなし.

黄色瓦斯 = HCl. HBr, 及び HI を含まず.

(b) HI, 或は HBr, 及び HCl も存在するとせば  
可檢品の一部を  $K_2Cr_2O_7$  と混和し磁製坩堝にて熔  
融すれば I を發す. 熔塊を小形のレトルトに取  
り強  $H_2SO_4$  を加へて蒸餾すへし. 若し褐色の蒸  
氣を發すれば HBr 或は HCl 現存す. 其赤色蒸氣  
を AmHo に通して凝縮せしむ.

(1) AmHo 溶液着色せされは HCl 存在せず.

HBr の試験.—  $HA^-$  にて酸性となし  $CS_2$  及びニト  
ロ硫酸 (nitro-sulphuric acid) 一滴を加へて振盪す.

$CS_2$  褐色となれば = HBr.

(2) AmHo 黄色となれば HCl 及び HBr 存在すへ  
し.

(a) 前述の如く HBr の試験をなすへし.

(b) HCl の試験.— 過剰の  $H_2SO_4$  及びアルコ-

ルを加へ煮沸し若し溶液が綠色に變すれば  
HCl 存在す.

4.  $HBO_3$ .— (a) 可檢品を白金線に取り強  $H_2SO_4$  にて  
濕し焰色試験を行へば綠色を呈すへし. (b) 可檢品  
を蒸發皿に取り強  $H_2SO_4$  にて濕し少量のアルコール  
を加へ點火すれば綠色の焰を發して燃焼す. (c) 可  
檢品の溶液を HCl にて酸性となし其溶液を以て姜  
黄紙を濕し乾燥すれば姜黄紙は赤褐色に變す.

5.  $H_2SiO_4$ .— 若し可檢品を溶解するとき檢出し  
能はされは其溶液の一部を蒸發乾固し  $HNO_3$  にて  
處理し白色不溶解の残滓あれば  $SiO_2$  なり. 燐鹽球  
にて確定せよ.

6. HF.— 可檢品を鉛皿に取り強  $H_2SO_4$  にて濕し  
之れを熱すれば HF の瓦斯を發す. 硝子板上にバ  
ラフィン蠟を載せ少しく熱すれば蠟は融解して板  
上に擴がるへし. 之れを冷し小刀の尖端にて蠟の  
上に文字を刻み其板面を HF の瓦斯に曝すときは  
硝子板を侵し他の部分は蠟にて覆はるる爲め變化  
せずに残るへし.

7.  $HNO_3$ .— 硝酸鹽類は總て水に溶解するか故

に水溶液を以て検出することを得へし。水溶液に殆んど等量の強  $H_2SO_4$  を加へ之れを冷却して更に  $FeSO_4$  溶液を静かに加ふれば二液兩層の間に暗褐色の輪を生ずるを見るへし。

若し Ba, Sr, Ca, 或は Pb 現存するときは  $Na_2CO_3$  を加へて煮沸して濾別し其濾液を HCl にて酸性となし前述の如く  $HNO_3$  の試験をなすへし。

8.  $HClO_3$ —可検品に強  $H_2SO_4$  の過剰及び藍液を加へ煮沸すれば藍液褪色せらる。(濃厚なる酸類は鹽素酸を分解し従て漂白せしむ) *Indigo Solving*  
7 1A2222

9.  $H_2S_2O_8$ —酸類にて処理すれば  $SO_2$  を發するに依て認知す。

10.  $H_2S_2O_7$ —酸類にて処理すれば  $SO_2$  を發し S の沈澱を生ずるに依て認知す。

11.  $HClO_4$ —酸類を加ふれば Cl を發するに依て認知す。

12.  $H_2CO_3$ —酸類にて処理すれば  $CO_2$  を發するに依て認知す。

13.  $HNO_2$ —酸類にて処理すれば硝煙(nitrous fumes) を發するに依て認知す。

14.  $H_2S$ —溶解性硫化鹽類の場合に於ては酸類にて処理すれば  $H_2S$  の瓦斯を發し不溶解性鹽類の場合に於ては  $HNO_3$  を以て処理すれば S を遊離するに依て認知せらる。

15. 金屬基試験に於て As を検出したるときは (a) 原溶液を  $HNO_3$  を以て中和し之れに硝酸銀アンモニウム (Ammonio-Silver Nitrate) 溶液を加へ黄色沈澱  $Ag_3AsO_4$  を生ずれば  $H_3AsO_4$  存在す。(b) 原溶液に  $AmHo$  を過剰に加へ而して苦土合劑を加へて烈しく振盪すれば  $MgNH_4AsO_4 \cdot 6H_2O$  の白色結晶性の沈澱を生ず。是れ  $H_3AsO_4$  の存在を示すなり。

### 有機酸類の試験

若し可検品が水に溶解するときは其水溶液に就き試験紙の反應を試むへし。若し酸性なればアルカリ性となるまで  $Na_2CO_3$  を加へ若し沈澱を生ずれば之れを濾別し濾液が丁度酸性となるまで  $HNO_3$  を加へて  $CO_2$  が全く除去せらるるまで煮沸すへし。

若し水溶液がアルカリ性なれば稍酸性反應を呈するまで  $HNO_3$  を加へ  $CO_2$  が全く驅除せらるるまで

煮沸すへし。若し可検品が水に溶解せざるときは可検品の一部を  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  の強溶液を以て暫時煮沸し而して濾別すへし。其溶液を  $\text{HNO}_3$  にて酸性となし  $\text{CO}_2$  が全く驅除せらるるまで煮沸すへし。

然る後何れの場合に於ける溶液にても丁度中性となるまで極めて稀薄の  $\text{AmHo}$  を滴注すへし。若し誤てアルカリ性となしたるときは溶液が中性となるまで數分間煮沸すへし。其溶液を數部に分ち

### A の部

明かに酸性反應を呈するまで  $\text{HA}$  の一二滴を加へ次に  $\text{CaCl}_2$  を加へ振盪して濾別すへし。

沈澱— $\text{CaO}$ 。確定—(a)容易に稀薄の無機酸に溶解す。(b)乾燥して注意しつつ熱すれば  $\text{CaO}$  は  $\text{CaCO}_3$  となり  $\text{HCl}$  を加ふれば  $\text{CO}_2$  を發す。

濾液—明かにアルカリ反應を呈するまで石灰水を加へ激しく振盪すへし。

沈澱— $\text{CaT}$ 。此沈澱は冷  $\text{KHo}$  に溶解し煮沸すれば再び析出す。

濾液—濾液に對する凡そ二倍量のアルコール

を加へ温めて濾別すへし。

濾液—不用なり。

沈澱— $\text{H}_3\text{Cl}$ ,  $\text{H}_2\text{Ma}$ ,  $\text{H}_2\text{Su}$ 。  $\text{HCl}$  に溶解し  $\text{AmHo}$  を稍過剰に加へて煮沸す。

沈澱— $\text{Ca}_3\text{Cl}_2$ 。  $\text{AmCl}$  に溶解して確定せよ。

濾液—アルコールを加へ濾別して殘滓を  $\text{HNO}_3$  に溶解せしめ湯煎上にて蒸發乾固す。  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液を過剰に加へ煮沸して濾過す。  $\text{HCl}$  にて中和(丁度)し熱して  $\text{CaSO}_4$  を加ふ。白色沈澱 =  $\text{HMa}$ 。

### B の部

若し  $\text{H}_3\text{Cl}$  を検出したるときはアルカリ反應を呈するまで石灰水を加へ然る後  $\text{CaCl}_2$  を加へ暫時煮沸して濾別すへし。濾液を  $\text{HCl}$  にて丁度中和せしむ。

若し  $\text{H}_3\text{Cl}$  を検出せざるときは直に次の如く行ふへし。

中性  $\text{FeCl}_3$  を加へ振盪すへし。必要なれば濾過す。

濾液—赤色 =  $\text{HF}$  或は  $\text{HA}$ 。 堇色 =  $\text{HSy}$ 。

黒色 =  $\text{HTn}$ ,  $\text{HGa}$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{HA}$ 。

又  $\text{HSy}$  を含むことあるへし。

沈澱—ビーカーに移し強  $\text{AmHo}$  にて処理し濾液を少量になるまで蒸發してA, Bに分ち

(A)  $\text{HCl}$  を加へ 白色沈澱 =  $\text{HB}$ .

(B)  $\text{BaCl}_2$  及びアルコールを加へて振盪す.

白色結晶性沈澱 =  $\text{H}_2\text{Su}$ .

$\text{HSy}$ — $\text{FeCl}_3$  を加ふれば溶液濃堇色となるへし. 原溶液に  $\text{HNO}_3$  を加へ煮沸して  $\text{PbA}_2$  を加へ而して後  $\text{AmHo}$  の過剰を加ふれば黄色の嵩はりたる沈澱を生ず.

$\text{HTn}$ — $\text{FeCl}_3$  を加ふればタンニン酸第二鐵の暗藍色の沈澱を生ず. 吐酒石を加ふれば白色膠狀の沈澱を生ず.

$\text{HGa}$ — $\text{FeCl}_3$  を加ふれば溶液濃藍色となるへし.

吐酒石は沈澱を生せず.

$\text{H}_2\text{U}$ — $\text{H}_2\text{U}$  を時計皿上にて強  $\text{HNO}_3$  に溶解せしめ湯煎上にて殆んど乾固するまで蒸發し  $\text{AmHo}$  一滴を加ふれば鮮明なる紫色を生ず.

蟻酸及び醋酸— 可檢品に稀  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を加へレトルト中にて蒸餾し (a) 蒸餾液を  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  にて中和し  $\text{AgNO}_3$  を加へ温むれば  $\text{AgF}$  の白色沈澱を生し  $\text{Ag}$  の

分離に依り黒色に變す.

(b) 蒸餾液にアルコールを加へ更に等量の  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を加へて温むれば醋酸エーテルを發す.

シアン酸類—  $\text{HCy}$ — $\text{FeSO}_4$  及び  $\text{FeCl}_3$  を加へ更に過剰の  $\text{KHo}$  を加へ煮沸して更に稀  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を加ふれば Prussian blue の沈澱を生ず.

$\text{H}_2\text{Cfy}$ — $\text{FeCl}_3$  を加ふれば Prussian blue を生し酸類 ( $\text{H}_2\text{O}$  を除く) に不溶解にして  $\text{KHo}$  に依て分解せられ  $\text{FeHo}_3$  の沈澱を生ず.

$\text{H}_2\text{Cfy}$ — $\text{FeSO}_4$  を加ふれば Turnbull's blue の濃青色沈澱を生し酸類に不溶解にして  $\text{KHo}$  に依て分解せらる.

$\text{HCSy}$ —(a)  $\text{FeCl}_3$  を加ふるも沈澱を生せずして赤色に變す. (b)  $\text{HCl}$  を加へ更に  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  及び  $\text{CuSO}_4$  を加ふれば白色沈澱を生ず.



## 分析用薬品調製法及夾雜物検出法

試薬 (Reagent) は分析術上最も必要なるものなるか故に法に従て製することは勿論充分純粋なるものを用ふへし。其夾雜物の如きは常に注意して試験をなすへし。

### 1. 醋酸 (Acetic Acid, $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ )

普通の醋酸 'Acid Acet. Fort'. (比重 1.04 にして 33% の醋酸を含むもの) 70c.c. を 100c.c. に至るまで水を加へて稀釋したるものなり。

純良なる醋酸 'Glacial Acetic Acid' (比重 1.065 にして 84% の醋酸を含むもの) は  $10^\circ\text{C}$ . ( $50^\circ\text{F}$ .) に於て固體なり。若し之れを用ふるときは其 18c.c. を 100c.c. に稀釋したるものを用ふ。

凡そ 5c.c. の  $\text{HA}$  か  $\text{AmHo}$ (5.) の 5c.c. を中和し得るや否やを試み置くへし。此酸は屢鹽化鹽及び硫酸鹽を含むことあるも其等酸類の痕跡は分析上敢て差支なし。

(a) 少量の  $\text{HA}$  を時計皿上に取り蒸發するも殘滓を留むへからず。

(b) 少量の  $\text{HA}$  に三四滴の稀  $\text{HNO}_3$  を加へ更に  $\text{AgNO}_3$  の溶液一滴を加へて若し白濁を生ずれば鹽化鹽存在す。

(c) 少量の  $\text{HA}$  に  $\text{BaCl}_2$  の溶液一滴を加へ白濁を生ずれば硫酸鹽存在す。

### 2. 醋酸アンモニウム [Ammonium Acetate, $(\text{NH}_4)(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)$ ]

$\text{HA}$  を  $\text{AmHo}$  にて中和せしめ而して稍酸性を呈するまで  $\text{HA}$  の一二滴を加ふへし。

### 3. 炭酸アンモニウム [Ammonium Carbonate, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ]

純粹の  $\text{Am}_2\text{CO}_3$  17 grms. を 75c.c. の蒸餾水に溶解せしめ 15c.c. の  $\text{AmHo}$  を加へ 100c.c. に至るまで水を加へたるものなり。  $\text{AmHo}$  は比重 0.96 のものを用ふ若し強  $\text{AmHo}$  (比重 0.88) を用ふるときは 15c.c. の代りに 5c.c. を用ふへし。

此鹽類は  $\text{AmCl}$ ,  $\text{Am}_2\text{SO}_4$  及び鹽化鐵を含むことあり。若し  $\text{Am}_2\text{SO}_4$  或は鹽化鐵を含むときは不適當に付他の鹽類を用ふへし。

(a) 少片を白金板上にて熱すれば悉く昇華して

残滓を留むへからす。

(b) 少量の溶液を試験管に取り之れに  $\text{Am}_2\text{S}$  一滴を加へ溶液か着色(暗)するか或は黒色の沈澱を生ずれば恐らくは鐵か存在するならん。

(c) 他の溶液を稀  $\text{HNO}_3$  を以て酸性となし(即ち徐徐に稀  $\text{HNO}_3$  を滴注し最早泡沫を生せされは其一滴を青色試験紙上に取り明かに赤色に變ずれば止む)而して  $\text{BaCl}_2$  の溶液一滴を加へ若し白濁を生ずれば硫酸鹽存在するならん。

(d) 他の溶液を(c)の如く稀  $\text{HNO}_3$  を以て酸性となし之れに  $\text{AgNO}_3$  の溶液一滴を加へ若し白濁を生ずれば鹽化鹽存在するならん。

#### 4. 鹽化アンモニウム (Ammonium chloride, $\text{NH}_4\text{Cl}$ )

純粹の  $\text{AmCl}$  10.7 grms. を 80c.c. の水に溶解せしめ 100c.c. に至るまで水を加へたるものなり。

此鹽類は  $\text{Am}_2\text{SO}_4$  及び鹽化鐵を含むことあり。 $\text{Am}_2\text{CO}_3$  の如く試験をなすへし(實驗(d)を除き)。若し不純物を含むときは  $\text{AmHo}$  を製するに用ふる外不適當なり。此等の不純物は再結晶法に依りて除く

ことを得へし。

#### 5. 水酸化アンモニウム (Ammonium Hydrate, $\text{NH}_4\text{HO}$ )

50c.c. の  $\text{AmHo}$  (比重 0.96 即ち 100c.c. に 7 grms. の  $\text{AmHo}$  を含むもの)に 100cc. に至るまで水を加へて稀釋したるものなり。

若し強  $\text{AmHo}$  (比重 0.88) を用ふるときは其 20c.c. を 100c.c. に至るまで水を加へて稀釋すへし。

少量の溶液を取り 100° 以下にて蒸發するも残滓を留めず而して等量の石灰水を加ふるも沈澱を生ぜざるものとす。

#### 6. モリブデン酸アンモニウム (Ammonium Molybdate, $\text{NH}_4\text{HMO}_4$ )

6 grms. の此鹽類を 20c.c. の  $\text{AmHo}$  (比重 0.96) に靜かに溶解せしめ其溶液を攪拌しつつ徐徐に 60c.c. の稀  $\text{HNO}_3$  (強  $\text{HNO}_3$  に等量の水を加へたるもの) 中に加へ而して 100c.c. に至るまで水を加へたるものなり。燐モリブデン酸アンモニウムの痕跡折出するため少くとも一日放置したる後濾過すへし。此溶液を煮沸するも沈澱(モリブデン酸の)を生ぜざるだけ過剰の酸を含むものとす。

7. 蓼酸アンモニウム [(Ammonium Oxalate,  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )] 2.84 grms. の  $\text{Am}_2\text{O}$  を 60 c.c. の水に溶解せしめ 100 c.c. に至るまで水を加へたるものなり.

8. 硝酸銀アンモニウム (Ammonio-Silver Nitrate)  
 $\text{AgNO}_3$  の溶液に  $\text{AmHo}$  を滴注し生ずる沈澱か殆んど溶解するに至て止め之れを沈降せしめ濾過して用ふ.

9. 硫化アンモニウム (Ammonium Sulphide,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ )  
普通市場に販賣するものは其強度區區なれとも通例三倍の水にて稀釋して用ふ.

容易に之れを製することを得へし即ち 50 c.c. の  $\text{AmHo}$  (比重 0.95) に  $\text{H}_2\text{S}$  の瓦斯を通し飽和溶液を作り更に 50 c.c. の  $\text{AmHo}$  を加ふへし飽和溶液とは單純の溶解にして正に溶解し得べき量の被溶物體を溶有するものを云ふ. 此溶液は初め無色なれとも  $\text{Am}_2\text{S}_3$  を生して直に黄色となるへし. 黄色硫化アンモニウムは或る場合に於て分析上用ふることありとも若し硫黄の沈澱を生し再び無色となるときは不適當なり.  $\text{Am}_2\text{S}$  は硫酸鹽及びカルシウム鹽類

を含むことあり故に其少量を試験管に取り  $\text{BaCl}_2$  の溶液を以て硫酸の試験をなし他の少量を  $\text{Am}_2\text{O}$  の溶液を以てカルシウムの試験をなすへし. 何れに於ても沈澱を生せざるを可とす.

10. 王水 (Aqua Regia)

此酸は強  $\text{HCl}$  3. と強  $\text{HNO}_3$  1. の割合を以て混和したるものにして必要に應じ製して用ふるものとす.

11. 鹽化バリウム (Barium Chloride,  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

結晶  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  の 5 grms. を 80 c.c. の水に溶解せしめ 100 c.c. に至るまで水を加ふへし. 此鹽類の純粹なるかを試験するには次の如く行ふへし.

凡そ 5 c.c. の溶液を試験管に取り殆んど煮沸するに至るまで之れを熱し而して稍過剰の稀硫酸を加へ沈澱せる  $\text{BaSO}_4$  を濾別し濾液を清洗したる時計皿の上に取り蒸發乾固して毫も残滓を留むることあるへからず. 此鹽類は往往にして鉛を含むことあるか故に少量の溶液に  $\text{H}_2\text{S}$  を通し黑色に變ずるや否やを検すへし.

12. 鹽化カルシウム (Calcium Chloride,  $\text{CaCl}_2$ )

無水  $\text{CaCl}_2$  11.1 grms. (結晶性  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  のものなれば

22grms.)を80c.c.の水に溶解せしめ 100c.c.に至るまで水を加ふへし。此鹽類は屢鹽化第二鐵を含むこと加あり結晶法によりて精製せしむることを得へし。溶液は全く中性ならざるへからず而して $\text{Am}_2\text{S}$ を加ふるも沈澱を生ずへからず。

13. 水酸化カルシウム (Calcium Hydrate,  $\text{Ca}(\text{HO})_2$ )

5 grms. の生石灰を蒸發皿に入れ四五滴の水を加ふれば發熱して白色の細粉となるへし更に之れに水を加へ試薬瓶に移し凡そ 20c.c.の水を加へ時時振盪して翌日まで靜置して使用すへし。生石灰に水を加へ發熱せざるときは既に空氣中の水分並に炭酸瓦斯を吸収したるものなり故に斯の如き場合には生石灰の小塊を普通の爐火中に投し紅焼したる後乾燥したる砂中にて冷却して使用すへし。

14. 硫酸カルシウム (Calcium Sulphate,  $\text{CaSO}_4$ )

燒石膏 5grms. に 200c.c. の水を加へ時時振盪し一二日靜置し濾過して使用すへし。

15. 鹽素水 (Chlorine water)

試薬瓶に水を入れ之れに鹽素瓦斯を通し飽和溶液を作り使用すへし。

16. 硝酸コバルト (Cobalt Nitrate,  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )

結晶  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  の 7.25grms. を 40c.c. の水に溶解せしめ 10c.c. の水を加へたるものなり。

17. 亞硝酸コバルト・ソヂウム (Cobalt Sodium

Nitrite,  $\text{Co}(\text{NO}_2)_2 \cdot 2\text{NaNO}_2$ )

$\text{Co}(\text{NO}_2)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  の 28.6 grms. と氷醋酸 50c.c. を 500c.c. の水に溶解せしめ別に  $\text{NaNO}_2$  180 grms. を 500c.c. の水に溶解せしめ二液を混和して用ふ。

此試薬は光線に觸るれば分解するか故に着色罨中に貯ふへし。

18. 硫酸銅 (Copper Sulphate,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )

結晶  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  の 10.7grms. を 80c.c. の水に溶解せしめ 100c.c. 至るまで水を加へて稀釋したるものなり。

19. 鹽化第二鐵 (Ferric Chloride,  $\text{Fe}_2\text{Cl}_6$ )

純鐵線 2.25grms. を小形フラスクに取り稀  $\text{HCl}$  30c.c. を加へ熱して溶解せしむへし。其溶液を蒸發皿に移し其溶液が褐色に變するまで徐徐に數滴の強  $\text{HNO}_3$  を加へ更に之れを蒸發して餘分の酸を驅徐し 100c.c. に至るまで水を加へて濾過したるものなり。

20. 硫酸第一鐵(Ferrous Sulphate,  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )

純粹の結晶  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  5.5grms. を 60c.c. の水に溶解せしめ 5c.c. の稀  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を加へ而して 100c.c. に至るまで水を加へたるものなり。第一鐵鹽類は酸素を吸收して第二鹽類に變するか故に其溶液を長時間變化を生ぜずして貯ふることを得ず故に前に云へる如く  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を加へ置くか又は鐵線の小片を液中に加へ置くことによりて幾分か酸化を防ぐことを得へし。

$\text{FeSO}_4$  の代りに硫酸第一鐵アンモニウム (Ferrous Ammonium Sulphate,  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) を用ふ。此鹽類は  $\text{FeSO}_4$  に比し幾分か酸化し難きものにして其 8 grms. を 100c.c. の水に溶解したるものを用ひ酸を加ふるの必要なし。

21. 熔融劑 (Fusion Mixture)

無水  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  と無水  $\text{K}_2\text{CO}_3$  との等量を混和したるものを用ふ。或は  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  と  $\text{KCy}$  との等量を混和して用ふるも可なり。

22. 鹽酸 (Hydrochloric Acid,  $\text{HCl}$ )

比重 1.158 を有し無色澄明の液にして熱すれば少

しの残滓を留めずして悉く揮散す。此酸は硫酸鹽、鐵及び砒素を含むことあり故に分析用としては此等不純物を含まざるものを可とす。

(a) 少量の溶液を試験管に取り之れに三四倍の水を加へて稀釋し  $\text{BaCl}_2$  の溶液を以て硫酸鹽の試験をなすへし。

(b) 鐵の存在することは通例酸か黄色を呈することに依て認めらる。少量の酸を試験管に取り強  $\text{HNO}_3$  一滴を加へ二三分間煮沸し等量の水を加へ冷却するを俟て  $\text{KCyS}$  の溶液一滴を加へ若し赤色を生ずれば鐵の存在することを證す。

(c) 砒素は Reinsch 或は Marsh の法に依て試験すへし。

23. 稀鹽酸 (Hydrochloric Acid, dilute)

20 c.c. の強  $\text{HCl}$  に 100 c.c. に至るまで水を加へて稀釋したるものなり。

24. 硫化水素 (Hydrogen Sulphide,  $\text{H}_2\text{S}$ )

此試薬は分析上屢用ふるものなれとも分解し易きものなれば常に瓦斯状態にて用ふるを可とす。由て此瓦斯を容易に製し得る装置を要す。此瓦斯

は FeS に稀  $H_2SO_4$  又は稀 HCl を作用せしめて製するものなり。其装置は種種あれともキップ氏發生器を以て最も便利なりとす。FeS の小塊を中央の球に入れ上部の漏斗管より稀 HCl を注加するときは最下の球を充せし後次第に上騰して FeS に接し茲に  $H_2S$  の瓦斯を生ず而して此瓦斯は放出口より出て水を容れたる硝子罎内を通過し洗滌せられたる後外部に脱出すれとも若しコックを閉つるときは瓦斯の脱出を止め内部の瓦斯は次第に壓力を増し酸を壓して中央の管を通し最上の球に上騰すこれか爲め FeS は自然に酸と分離し瓦斯の發生を止むるに至る。

25. インヂゴ溶液 (Indigo Solution)

5 grms. の發煙硫酸を取りインヂゴ粉末 1 grm. を絶へず振盪しつつ少しつつ加ふへし。二十四時間置したる後二十倍の水を加へ冷却して濾別してふ。

26. 醋酸鉛 (Lead Acetate,  $Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O$ )

5.5 grms. の  $PbA_2 \cdot 3H_2O$  を 80 c.c. の水に溶解し一二滴の  $HAc$  を加へ 100 c.c. に至るまで水を加へたるものなり。

27. 苦土合劑 (Magnesia Mixture)

$MgSO_4 \cdot 7H_2O$  の 10 grms. と AmCl の 10 grms. を 80 c.c. の水に溶解せしめ更に 40 c.c. の強 AmHo を加ふへし。之れを一晝夜放置し濾過して用ふへし。

28. 硫酸マグネシウム (Magnesium Sulphate,  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ )

5 grms. の  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  を 80 c.c. の水に溶解せしめ 100 c.c. に至るまで水を加へて稀釋したるものなり。

29. 鹽化第二水銀 (Mercuric Chloride,  $HgCl_2$ )

3.2 grms. の  $HgCl_2$  を 80 c.c. の水に溶解せしめ 100 c.c. に至るまで水を加へて稀釋したるものなり。

30. ネツスラー液 (Nessler's Solution)

5 grms. の KI を 18 c.c. の水に溶解せしめ之れに  $HgCl_2$  の冷飽和溶液を加へ沃化第二水銀の沈澱を生ずるを度とし更に 15 grms. の  $KHO$  を 30 c.c. の水に溶解したるものに加へ之れに 100 c.c. に至るまで水を加へて稀釋したるものなり。

31. 硝酸 (Nitric Acid,  $HNO_3$ )

此酸の比重は 1.3 にして往往酸化窒素及び硫酸鹽鹽化鹽等を含むことあり。

(a) 時計皿にて蒸發して悉く揮散し殘滓を留め  
さるものとす。

(b) 無色透明ならさるへからず。若し黄色なれ  
は酸化窒素を含むためなり。此酸を日光に曝すと  
きは多少黄色を呈すれとも分析用としては敢て差  
支なし。

(c) 少量に水を加へて稀釋し  $BaCl_2$  及び  $AgNO_3$  の  
溶液を以て各別に試験をなし何れも白濁を生すへ  
からず。

32. 稀硝酸(Nitric Acid, dilute)

20c.c. の強  $HNO_3$  を 100c.c. に至るまで水を加へて稀  
釋したるものなり。

33. ニトロ硫酸 (Nitro-Sulphuric Acid)

小形フラスクに強  $H_2SO_4$  を容れ之れに銅片と強  
 $HNO_3$  を加ふれば  $NO$  を遊離して  $H_2SO_4$  に溶解す。  
 $NO$  が全く發生せざるに至るまで熱すへし。

34. 蓐酸 (Oxalic Acid,  $C_2H_2O_4$ )

10 grms. の  $H_2O$  を 100 c.c. の水にて溶解して用ふ。  
夾雜物は Fe, K, Na, Ca 等なり。

35. 鹽化白金 (Platinum Perchloride,  $PtCl_4$ )

3.2 grms. の  $PtCl_4$  を 50c.c. の水に溶解したるものなり。

36. クローム酸ポタツシウム (Potassium  
chromate  $K_2CrO_4$ )

4grms. の  $K_2CrO_4$  を 80c.c. の水に溶し 100c.c. に至るま  
て水を加へたるものなり。此の代りに  $K_2Cr_2O_7$  の  
結晶 6 grms を用ひても可なり。

37. 赤色血滴鹽 (Potassium Ferricyanide,  $K_3FeCy_6$ )

赤色血滴鹽 6.6grms. を 80c.c. の水に溶し 100c.c. に至る  
まで水を加へたるものなり。此溶液は一二月を  
経れば黄色血滴鹽を含むことあり。  $FeCl_3$  の溶液を  
加ふるも青色の沈澱を生せずして唯褐色に變する  
を可とす。

38. 黄色血滴鹽 (Potassium Ferrocyanide,  $K_4FeCy_6$ )

黄色血滴鹽 8.4 grms. を 80c.c. の水に溶し 100c.c. に至  
るまで水を加へたるものなり。時として赤色血滴  
鹽か不純物として存在することあり故に  $AgNO_3$  の  
溶液一滴を加へて試験をなすへし。若し赤血鹽存  
在すれば白色沈澱の代りに赤褐色の沈澱を生す。  
此不純物は再結晶法に依りて容易に精製せらる。

39. 水酸化ポタツシウム (Potassium Hydrate,  $KHO$ )

11 grms.の $\text{KH}_2\text{O}$ をフラスコに入れ80c.c.の水を加へ炭酸瓦斯の吸収を防ぐため時計皿にてフラスコの蓋をなし煮沸して溶解せしめ冷却するを俟て目盛シリンダーに移し100c.c.に至るまで水を加へて稀釋し直に有栓罎に移し置くへし。純粹の $\text{KH}_2\text{O}$ の溶液を得ることは甚だ困難にして其溶液は硝子を襲ひ而して空氣中より炭酸瓦斯を吸収するか故に時々少しつつ新らしき溶液を製するか或は實驗に必要なものを製し使用するを可とす。若し罎底に沈澱物を生したるときは傾瀉法又は濾過して他の器にに移すへし。

普通の不純物は炭酸鹽、アルミン酸類、珪酸鹽、鹽化鹽、及び硫酸鹽とす。初めの三の酸類の痕跡は主に長時間放置したる溶液中に發見せらる。炭酸鹽は空氣中の炭酸瓦斯を吸収して生じ、アルミン酸及び珪酸鹽は硝子に作用して生ずるものとす。

(a) 少量の溶液を取り青色試験紙か明かに赤色を呈するまで稀 $\text{HNO}_3$ を滴注し少しも起泡を生ぜされは炭酸鹽存在せざるなり。

(b) (a)に於て酸性となしたる溶液少量を取り

$\text{BaCl}_2$ の溶液一滴を加へ硫酸鹽の試験をなすへし。

(c) (a)の酸性溶液少量を他の試験管に取り

$\text{AgNO}_3$ の溶液一滴を加へ鹽化鹽の試験をなすへし。

(d)  $\text{KH}_2\text{O}$ の溶液少量に等量の $\text{AmCl}$ の溶液を加へ煮沸して暫時の後膠狀にして半透明の沈澱を生ずればアルミン酸或は珪酸鹽存在するならん。

#### 40. 沃化ポタツシウム (Potassium Iodide, KI)

3.3 grms.のKIを80c.c.の水に溶解せしめ100c.c.に至るまで水を加へたるものなり。此鹽類は時に沃素酸ポタツシウムを含むことあり故に無色にして明かに立方體の結晶なるものを撰ふへし。又其溶液は一二滴の稀 $\text{H}_2\text{SO}_4$ を加ふるも直ちに黄色に變せるものならざるへからす。

#### 41. 硫青酸ポタツシウム (Potassium Thiocyanate, KCyS)

2 grms.のKCySを80c.c.の水に溶解せしめ100c.c.に至るまで水を加へて稀釋したるものなり。

#### 42. 硝酸銀 (Silver Nitrate, $\text{AgNO}_3$ )

3.4 grms.の $\text{AgNO}_3$ を80c.c.の水に溶解せしめ100c.c.に至るまで水を加へて稀釋したるものなり。



43. 醋酸ナトリウム (Sodium Acetate,  $\text{Na}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)$ .

$3\text{H}_2\text{O}$ ]

$\text{Na}\bar{\text{A}}$  の 10grms. を 100c.c. の水に溶解したるものを用ふ。夾雑物として有機物を含むへからず。

44. 硼砂 (Sodium Biborate,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )

普通 Borax と稱し結晶硼砂を灼熱し結晶水を逐出したる後粉末となして使用す。

45. 炭酸ナトリウム (Sodium Carbonate,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

結晶  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  の 28.6 grms. を 80c.c. の水に溶解せしめ 100 c.c. に至るまで水を加へて稀釋したるものなり(無水鹽類なれば 10 grms. を用ふ)。

此鹽類は  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  及び  $\text{NaCl}$  を含むことあり而して分析用には此等不純物を含まざるを可とす。

此溶液に起泡の生ずるまで稀  $\text{HNO}_3$  を加へ温めて二酸化炭素を全く驅除し其溶液を二分し一方に  $\text{BaCl}_2$  の溶液一滴を加へて硫酸鹽の試験をなし、他の一方に  $\text{AgNO}_3$  の溶液一滴を加へて鹽化鹽の試験をなすへし。何れに於ても沈澱を生ずへからず。

46. 酸性磷酸ナトリウム (Sodium-Hydrogen Phosphate,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ )

此鹽類の 7.2grms. を 50c.c. の水に溶解せしめ 100c.c. に至るまで水を加へて稀釋したるものなり。此鹽類は鹽化鹽、及び炭酸鹽を含むことあり。此等不純物は  $\text{KHo}$  の項に述へし如く試験をなすへし。

47. 酸性酒石酸ナトリウム (Sodium-Hydrogen Tartarate,  $\text{NaH} \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ )

此鹽類 3.8grms. を 80c.c. の水に溶解せしめ 100c.c. に至るまで水を加へて稀釋したるものなり。此溶液は長く貯ふることを得ず直に菌類の發生を認むへし故に其少量に  $\text{KHo}$  の溶液一滴を加へ殆んど直に結晶性の沈澱を生ぜされは棄つへし。

48. 次亜鹽素酸ナトリウム (Sodium Hypochlorite,  $\text{NaClO} + \text{NaCl}$ )

漂白粉 (Bleaching powder,  $\text{CaOCl}_2$ ) 10grms. を 100c.c. の水に溶解し之れに沈澱を生ずるまで  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  の飽和溶液を加へ静置して上澄液を取りて用ふへし。

49. 鹽化第一錫 (Stannous Chloride,  $\text{SnCl}_2$ )

3 grms. の純錫箔を 10c.c. の強  $\text{HCl}$  に溶解せしめ 50c.c. に至るまで水を加へて之れを稀釋し少量の粒狀錫を加へ置くへし。

$\text{SnCl}_2$  は  $\text{SnCl}_4$  に變するの恐れあるを以て常に金屬錫の小片を加へ置くへし。又若し濁濁を生ずれば 2-3c.c. の強  $\text{HCl}$  を加ふへし。

#### 50. 澱粉液 (Solution of Starch)

1gram. の澱粉に 4-5c.c. の水を加へよく之れを混和し 100c.c. の沸騰水中に徐徐に滴下し絶へず振盪しつつ之れを煮沸すへし而して稍冷却したるとき濾過し全く冷却せざるまでは之れを使用すへからず。

此溶液を長く置くときは澱粉は徐徐にデキストリンに變し遊離沃素に依て深青色に變せずして褐紫色となる然れとも其溶液の約  $\frac{1}{20}$  量の醋酸を加へ置くときは少なくとも六ヶ月間は變化を生せずして貯ふることを得へし。

#### 51. 硫酸 (Sulphuric Acid, $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

此酸の比重は 1.845 にして鉛、砒素、及び硝酸鹽を含むことあり。分析用としては此等不純物を含まざるを可とす。

(a) 蒸發皿に數滴を取り蒸發して殘滓を留めざるものとす。此際  $\text{H}_2\text{SO}_4$  の重き白煙を吸入せざる様注意すへし。

(b) 此酸二三滴を 2-3c.c. の水を以て稀釋し若し白濁を生ずれば鉛の存在を示す。

(c) 少量の酸を試験管に取り之れに  $\text{FeSO}_4$  の溶液を靜に注加して二液層となすに其接觸界に褐色の環を生ずれば硝酸鹽存在す。

(d) 砒素は Marsh 法に依て試験すへし。

#### 52. 稀硫酸 (Sulphuric Acid, dilute)

60c.c. の水に 11c.c. の強  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を絶へず攪拌しつつ滴注すれば激しく發熱するか故に冷却するを俟て 100c.c. に至るまで水を加ふへし。此際白色の沈澱 ( $\text{PbSO}_4$ ) を生ずれば其上澄液のみを他の器に移し使用すへし。

#### 58. 酒石酸 [Tartaric Acid, $\text{C}_2\text{H}_2(\text{OH})_2(\text{CO}_2\text{H})_2$ ]

此酸は無色の結晶にして容易に水に溶解す。不純物として  $\text{Ca}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  を含むことあり。酒石酸を其三倍量の水に溶解して用ふ尤も必要のとき新に製するを可とす。



正 誤 表

頁	行	誤	正
凡例 1.	2.	$\overset{\circ}{\text{H}}_3\text{O}_6$	$\overset{\circ}{\text{H}}_6\text{O}_6$
本文 3.	1.	$\overline{\text{AmT}}$	$\text{Am}\overline{\text{T}}$
	1.	$\overline{\text{AmA}}$	$\text{Am}\overline{\text{A}}$
38.	13.	〜後 $\text{BaCO}_3$	後 $\text{BaCO}_3$ の
59.	10.	$\overline{\text{Am}_2\text{CO}_3}$	$\text{Am}_2\overline{\text{CO}_3}$
72.	7.	稀 $\text{HNO}_3$ 溶解	稀 $\text{HNO}_3$ に溶解
76.	11.	$\text{H}_2\overset{\circ}{\text{S}}_3\text{O}_3$	$\text{H}_2\text{SO}_3$
88.	3.	加あ $\overset{\circ}{\text{b}}$	あ $\overset{\circ}{\text{b}}$
93.	2.	$\overset{\circ}{\text{g}}\text{orms.}$	$\text{grms.}$
95.	5.	$\text{K}_2\overset{\circ}{\text{c}}\text{r}_2\text{O}_7$	$\text{K}_2\overset{\circ}{\text{C}}\text{r}_2\text{O}_7$
101.	13.	5 $\overset{\circ}{8}$ .	5 $\overset{\circ}{3}$ .

不許複製

大正九年九月廿八日印刷  
大正九年九月三十日發行

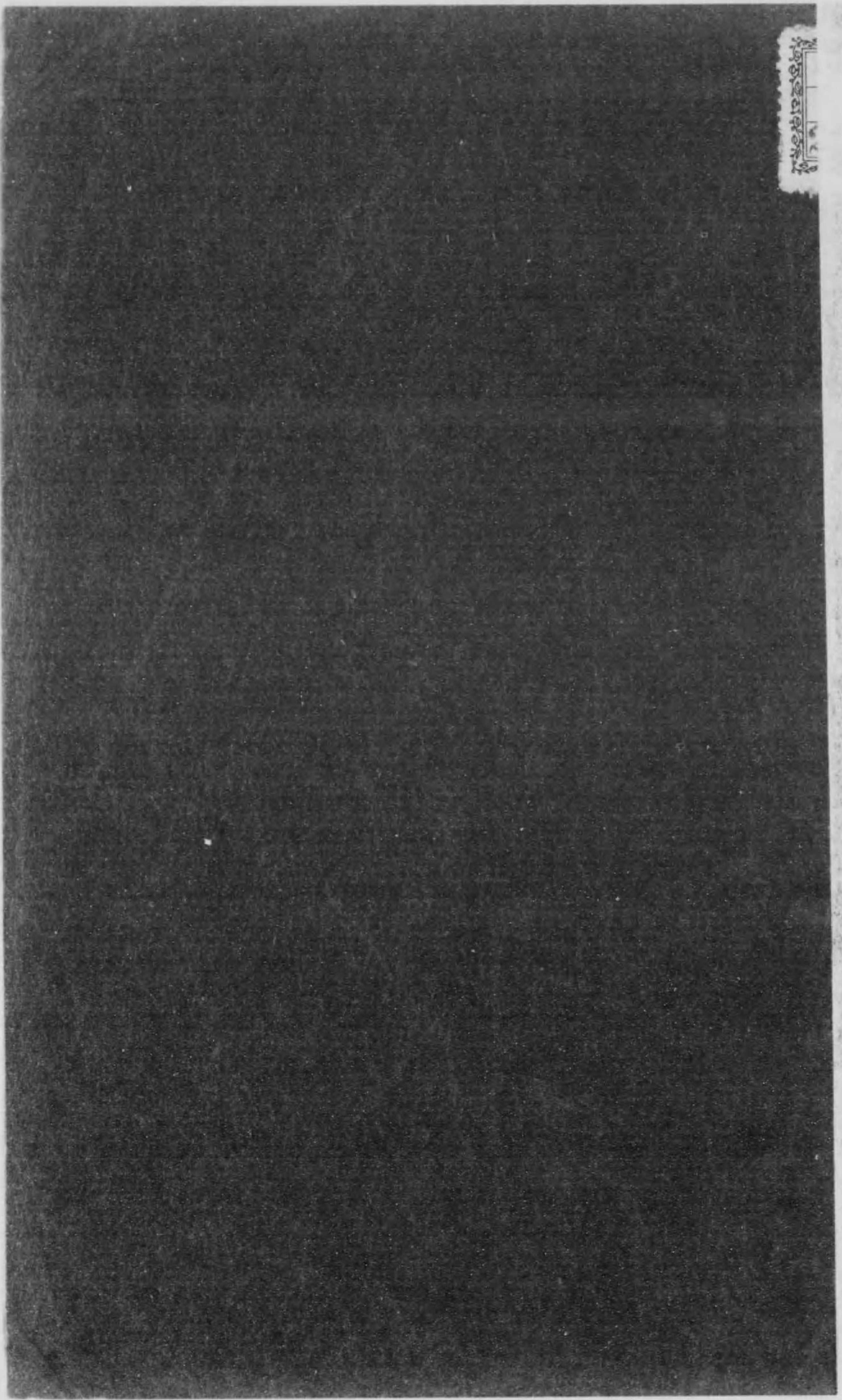
著者兼發行 緒方三郎  
東京府豊多摩郡大久保町  
大字西大久保四百五十六番地

印刷者 谷敏鹿  
東京市芝區源助町二十番地

印刷所 大國印刷株式會社  
東京市芝區南佐久間町一ノ三

販賣所 岩出眞一商店  
東京市芝區濱松町四丁目八番地  
電話芝 { 一四二番  
二九四〇番  
振替口座 東京 六〇〇四番

定價 金壹圓八拾錢



117 11



47

238

終