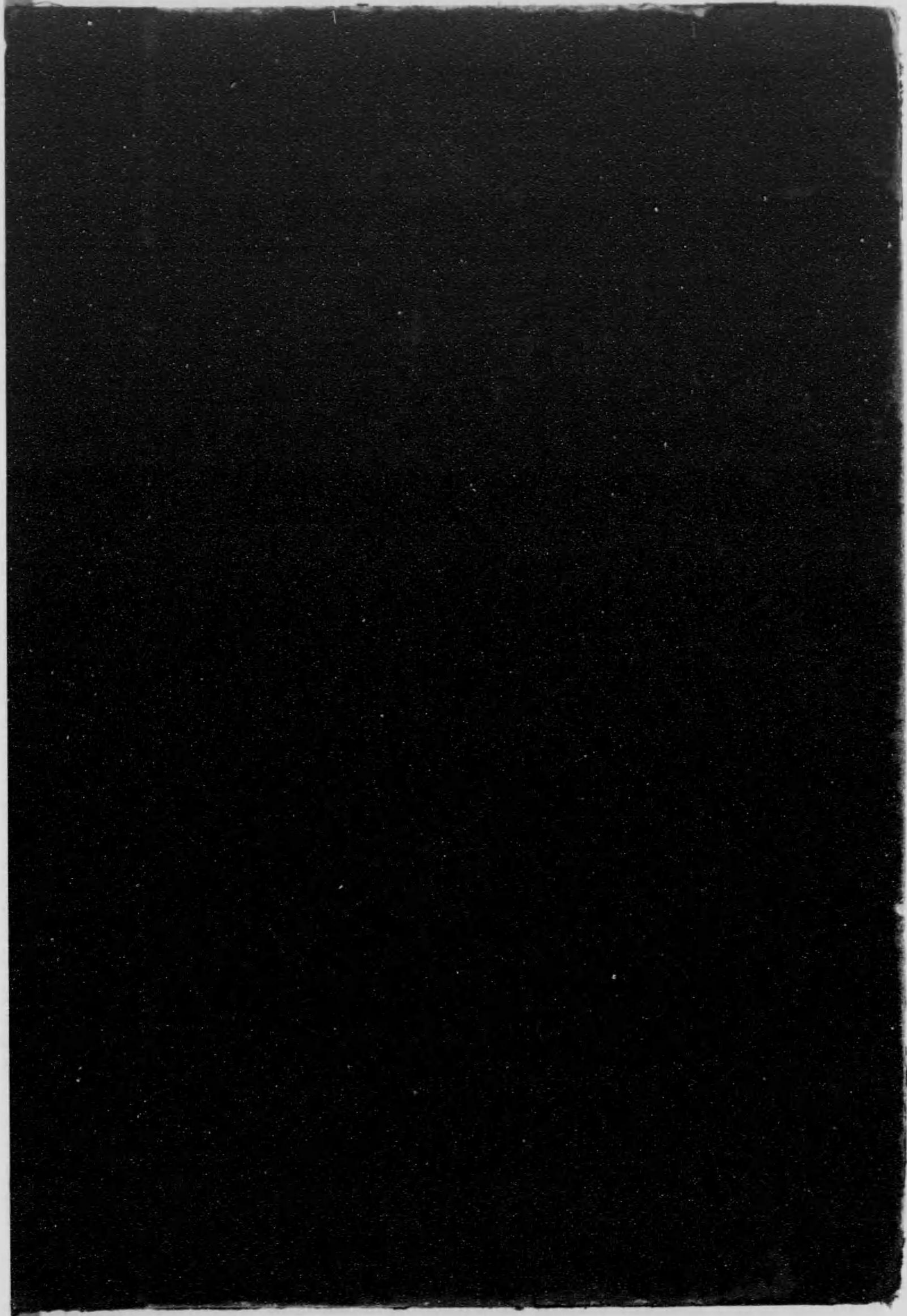
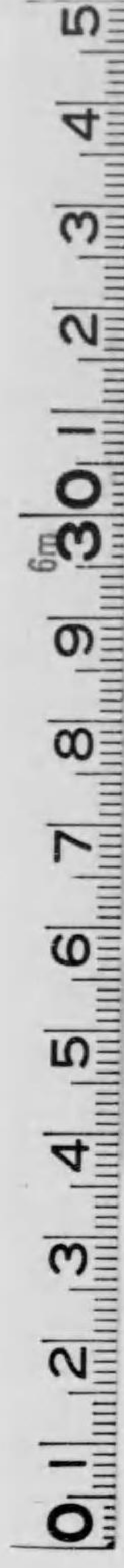




始



47
508

定性分析

化學

牧野鑑造著

67
805

定性分析表



理學士

牧野鑑造着

大正

3. 8. 21

内交

47-508



定性分析

分析ヲナスニ要スル藥品ヲ試薬 (reagent) ト云フ或ル試薬ハ多クノいおんニ共通ノ反應ヲ與フコレニヨリいおんヲ分類ス斯ノ如キ試薬ヲ分類試薬 (group reagent) ト云フ

鹽類酸類及あるかりヲ含ムガ水ニ溶解スルヤ二種ノいおんニ分裂セラルルハ陽性いおんニシテハ陰性いおんナリ定性分析ノ基礎ハ實ニコノいおんノ種々ノ試薬ニ對スル特性反應ニ在リ

陽性いおん

普通遭遇スル陽性いおんヲ分類試薬ニヨリ五類ニ分ツ

第一類 Ag^+ ; Hg_2^{2+} ; Pb^{2+}

分類試薬ハ稀 HCl ニシテ不溶性鹽化物ヲ生ズ

第二類 (甲) Pb^{2+} ; Hg^{2+} ; Bi^{3+} ; Cd^{2+} ; Cu^{2+} (綠色),

(乙) As^{3+} 及 As^{5+} ; Sn^{2+} 及 Sn^{4+} ; Sb^{3+} .

分類試薬ハ稀 HCl ヲ含ム微酸性溶液ニ於ケル H_2S ニシテ不溶性硫化物ヲ生ズ而シテ(甲)ノ硫化物ハ $(NH_4)_2S_{1+x}$ (黄色)ニ不溶性ナレドモ(乙)ノ硫化物ハ $(NH_4)_2S_{1+x}$ ノ溫液ニ溶解シテちお鹽類トナル

第三類 (甲) Fe^{3+} (黄色); Cr^{3+} (綠色); Al^{3+}

分類試薬ハ NH_4Cl ヲ含ム溶液ニ於ケル NH_4OH ニシテ不溶性水酸化物ヲ生ズ

第三類 (乙) Co^{2+} (淡紅色); Ni^{2+} (青色); Mn^{2+} (淡櫻色); Zn^{2+} .

分類試薬ハ第三類(甲)ノ分類試薬ヲ含ム溶液ニ於ケル $(NH_4)_2S$ (無色)ニシテ不溶性硫化物ヲ生ズ

第四類 Ba^{2+} ; Sr^{2+} ; Ca^{2+} .

分類試薬ハ NH_4Cl , NH_4OH ヲ含ム溶液ニ於ケル $(NH_4)_2CO_3$ ニシテ不溶性炭酸鹽ヲ生ズ

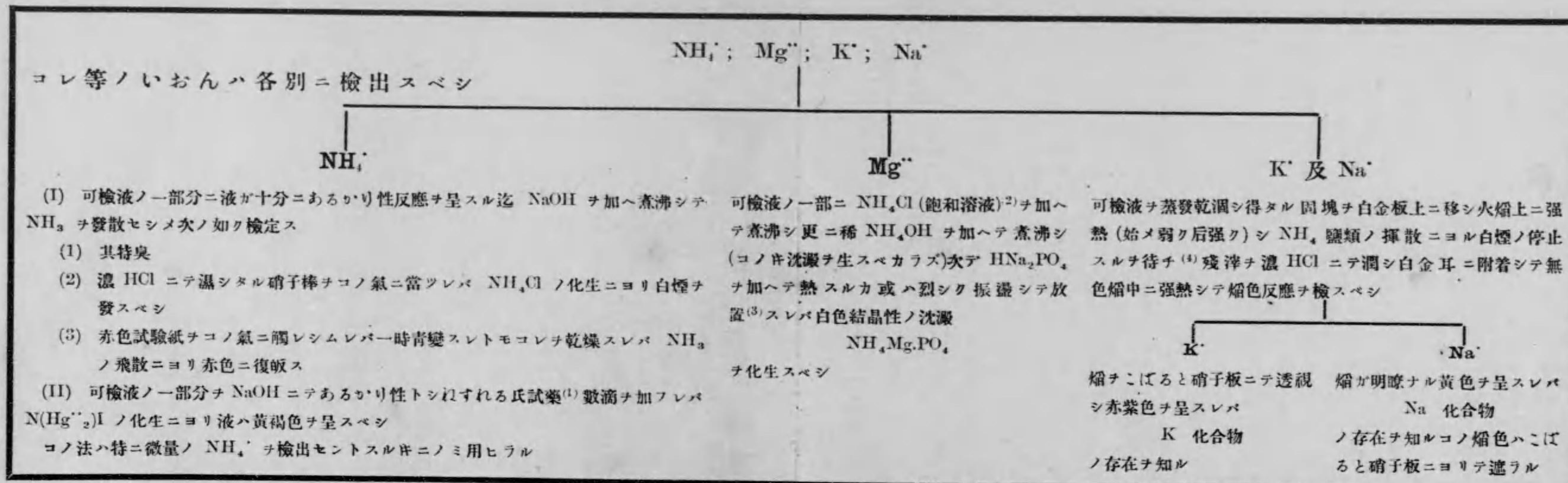
第五類 NH_4^+ ; Mg^{2+} ; K^+ ; Na^+ .

上記分類試薬ニヨリ不溶性化合物ヲ生ゼズ

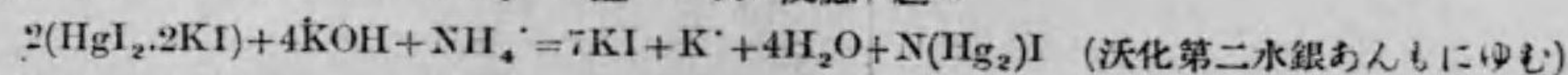
注意 いおんノ部ニ特ニ其色ヲ記入セザルモノハ皆無色ナリト知ルベシ

第五類陽性のおん (NH₄⁺; Mg²⁺; K⁺; Na⁺) の検出法

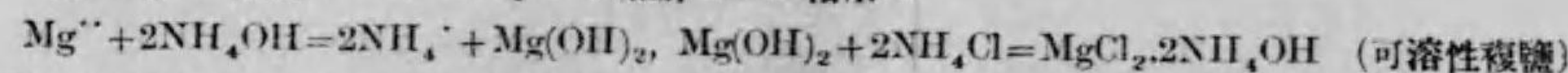
第五表



注意 (1) 得する氏試薬ハ HgCl₂ ノ溶液ニ KI ナ加ヘ一旦化生セル HgI₂ (赤色沈澱) ガ冷ト溶解シ終ル迄 KI ナ加ヘ (少シク不足量ニ) テ生スル可溶性複鹽 (HgI₂·2KI) ニ多量ノ KOH 又ハ NaOH ナ加ヘあるかり性ヲ呈セシメタルモノニシテ NH₄⁺ ニ逢ヘハ次ノ反應ヲ起ス



(2) Mg²⁺ ハ NH₄OH ニ逢フテ Mg(OH)₂ ナ沈澱スルモ NH₄Cl ト煮沸スレバ溶解ス



(3) Mg²⁺ 微量ナルトキハ長時間(廿四時)放置スルカ又ハ試験管ノ内壁ヲ液ニ沿フテ輕ク摩擦スルキ始メテ結晶ヲ析出スベシ

(4) Mg²⁺ ノ存在ハ焰色反應ニ影響スルコトナキモ NH₄⁺ ハコレヲ妨グルヲ以テ十分ニ除去セザル可カラズ

(5) 白金耳ニテ焰色反應ヲ檢スルニハ先ツ可檢體ヲ附着シテ焰ノ最下部ニテ徐熱シ漸次外焰ノ強熱部ニ持來スベシ若シ初メヨリ強熱スレバ可檢體ハ皆別離スベシ

第四類陽性いおん (Ba²⁺; Sr²⁺; Ca²⁺) を第五類陽性いおんヨリ分離シ且コレヲ檢出スル法

可檢液 = NH₄Cl (飽和溶液) 及稀 NH₄OH を加へて煮沸シ⁽¹⁾ (沈澱ヲ生ズベカラズ直チニ (NH₄)₂CO₃ を炭酸鹽ノ沈澱ヲ完成スル迄加へて十分ニ振盪シ (猶ホ必要ナレバ微温シ⁽²⁾) 濾別スベシ沈澱ハ第四類金屬ノ炭酸鹽ニシテ第五類陽性いおんハ濾液中ニ入ル

第 四 表

沈 澱 (BaCO₃ (白色); SrCO₃ (白色); CaCO₃ (白色))

濾紙上ニ水洗シ稀 H₂C₂O₄ ニ溶解シコレニ K₂CrO₄⁽³⁾ を滴々注加シ BaCrO₄ ノ沈澱ヲ完成セシメ徐カニ温メテ濾別スベシ

<p style="text-align: center;">沈 澱 BaCrO₄ (黄色)</p> <p>水洗後少量ノ水ヲ用テ試験管ニ分取シ K₂CO₃ ト共ニ煮沸スレバ BaCO₃ (白色) トナルコノ不溶性沈澱ヲ濾別シ (濾液ハ廢棄スベシ) 水洗后稀 HCl ニ溶解シ⁽⁴⁾ SrSO₄ ノ飽和溶液ヲ加フレバ液ハ BaSO₄ (白色) ノ化生ニヨリ混濁ス加熱后静置スレバ沈降スベシ。沈澱ハ温湯ニテ頻々洗滌シ濃 HCl ニテ潤ホシ白金耳ニ附着シテ無色燐ニ強熱スレバ燐ニ淡綠色ヲ附與スベシ</p>	<p style="text-align: center;">濾 液 Sr²⁺; Ca²⁺ を含ム</p> <p>濾液ヲ二分シ Sr²⁺; Ca²⁺ を各別ニ檢定スベシ</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> <p style="text-align: center;">Sr²⁺</p> <p>一部ニ CaSO₄ ノ飽和溶液 (少量ノ稀 H₂SO₄ ニテ酸性トシ) を加へ加温放置スレバ SrSO₄ (白色) を沈澱ス。沈澱ハ無色燐ニ深紅色ヲ附スベシ</p> </td> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> <p style="text-align: center;">Ca²⁺</p> <p>一部ニ (NH₄)₂SO₄ ノ飽和溶液ヲ加へ⁽⁵⁾ 少時煮沸シ濾別シ透明濾液ニ (沈澱ハ SrSO₄) (NH₄)₂C₂O₄ を加フレバ CaC₂O₄ (白色) を沈澱ス。沈澱ハ燐ニ帶黄赤色ヲ附スベシ</p> </td> </tr> </table>	<p style="text-align: center;">Sr²⁺</p> <p>一部ニ CaSO₄ ノ飽和溶液 (少量ノ稀 H₂SO₄ ニテ酸性トシ) を加へ加温放置スレバ SrSO₄ (白色) を沈澱ス。沈澱ハ無色燐ニ深紅色ヲ附スベシ</p>	<p style="text-align: center;">Ca²⁺</p> <p>一部ニ (NH₄)₂SO₄ ノ飽和溶液ヲ加へ⁽⁵⁾ 少時煮沸シ濾別シ透明濾液ニ (沈澱ハ SrSO₄) (NH₄)₂C₂O₄ を加フレバ CaC₂O₄ (白色) を沈澱ス。沈澱ハ燐ニ帶黄赤色ヲ附スベシ</p>
<p style="text-align: center;">Sr²⁺</p> <p>一部ニ CaSO₄ ノ飽和溶液 (少量ノ稀 H₂SO₄ ニテ酸性トシ) を加へ加温放置スレバ SrSO₄ (白色) を沈澱ス。沈澱ハ無色燐ニ深紅色ヲ附スベシ</p>	<p style="text-align: center;">Ca²⁺</p> <p>一部ニ (NH₄)₂SO₄ ノ飽和溶液ヲ加へ⁽⁵⁾ 少時煮沸シ濾別シ透明濾液ニ (沈澱ハ SrSO₄) (NH₄)₂C₂O₄ を加フレバ CaC₂O₄ (白色) を沈澱ス。沈澱ハ燐ニ帶黄赤色ヲ附スベシ</p>		

- 注意**
- (1) NH₄Cl を加フルハ混在スル Mg²⁺ を先ツ可溶液復讐トシ (NH₄)₂CO₃ を注加ニヨリ mMgCO₃·nMg(OH)₂ ノ沈澱ヲ生スルヲ妨クル爲メナリ故ニ稀 NH₄OH ノ存在ニ於テ Mg(OH)₂ ノ沈澱ヲ化生スベカラズ
 - (2) コノ溶液ヲ煮沸スベカラズ煮沸ニヨリ一旦化生セル炭酸鹽ノ沈澱ハ更ニ共存スル NH₄Cl ニ作用シテ溶解スルニ至ルベシ

$$\text{BaCO}_3 + 2\text{NH}_4\text{Cl} = \text{BaCl}_2 + \text{CO}_2 + 2\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$$
 一般ニ沈澱ハ形成ノ當時ニ於テハ其粒子輕小ニメ容易ニ濾紙ヲ通過スレバ煮沸ニヨリ相集團シテ粗大トナリ濾過ヲ容易ナラシム。微温シテ十分ニ振盪混和スルモ稍同一ノ好果ヲ呈スベシ故ニ振盪ハ凡テノ場合ニ於テ極メテ必要ナル處置ナリト知ルベシ
 - (3) 試ミニ一滴ノ K₂CrO₄ を加へ加温振盪シテ混濁ヲ生スルヲ認ムレバ更ラニ K₂CrO₄ を注加スベク若シ混濁セザレバ其注加ヲ留メ直チニ次ノ所理ニ移ルベシ
 - (4) コノ溶液ガ多少混濁スルヲアラバ煮沸シテ后同一濾器上ニ反覆濾過シテ清澄液ヲ得テ次ノ處理ニ移ルベシ
 - (5) Ca²⁺ ハ (NH₄)₂SO₄ ニ逢フテ一且 CaSO₄ (不溶性體) を生スルモ更ニ多量ノ生澱劑ニ溶解スベシ

第三類(甲)陽性いおん(Fe⁺⁺⁺; Cr⁺⁺⁺; Al⁺⁺⁺)ヲ第三類(乙)第四類第五類陽性いおんヨリ分離シ且コレヲ檢出スル法

可檢液ニ數滴ノ濃 HNO₃ ヲ加ヘ數分間煮沸シ⁽¹⁾ NH₄Cl (飽和溶液)⁽²⁾ ヲ加ヘテ煮沸シ更ニ稀 NH₄OH ヲ沈澱ヲ完成スル迄滴加シ(決シテ多量ヲ加フベカラズ)再ビ煮沸⁽³⁾シテ過剩ノおんもにあヲ驅逐シ殆ンド NH₃ 臭ナキニ至リ速カニ濾別スベシ沈澱ハ第三類(甲)ノ水酸化物ニシテ第三類(乙)以下ノ陽性いおんハ濾液中ニ入ル

第 三 (甲) 表

沈 澱 (Fe ₂ (OH) ₆ (赤褐色); Cr ₂ (OH) ₆ (緑紫色); Al ₂ (OH) ₆ (無色))	
濾紙上ニ水洗シ少量ノ水ニテ試験管ニ移シ少量ノ Na ₂ O ₂ (酸化劑)ヲ加ヘ少時煮沸シ(泡沸終息スル迄)冷后 ⁽⁴⁾ 濾別スベシ	
沈 澱 Fe ₂ (OH) ₆ (暗褐色)	濾 液 CrO ₄ ^{''} (黄色); Al ₂ O ₃ ^{vi} (無色)ヲ含ム
水洗后少量ノ熱稀 HCl ニ溶解シ二分シテ次ノ如ク檢定スベシ	液ヲ二分シ次ノ如ク檢定ス
(1) 一分ニ K ₄ Fe(CN) ₆ ヲ加フレバ青 ⁽¹⁾ ヲ化生ス $2Fe_2Cl_6 + 3K_4Fe(CN)_6 = 12KCl + Fe_3(Fe(CN)_6)_2$ (濃藍色沈澱)	Cr ⁺⁺⁺ :— 一分ヲ稀 H ₂ C ₂ H ₃ O ₂ ニテ微酸性トシ Pb(C ₂ H ₃ O ₂) ₂ ヲ加フレバ PbCrO ₄ (黄色)ヲ沈澱ス。H ₂ C ₂ H ₃ O ₂ ニハ不溶ナレトモ HNO ₃ , HCl ニハ容易ニ溶解スベシ
(2) 一分ニ KCNS ヲ加フレバ Fe ₂ (CNS) ₆ ノ化生ニヨリ濃血赤色ヲ呈ス $Fe_2Cl_6 + 6KCNS = 6KCl + Fe_2(CNS)_6$ (有色溶液)	Al ⁺⁺⁺ :— 一分ヲ多量ノ NH ₄ Cl ト共ニ煮沸スレバ白色膠狀ノ Al ₂ (OH) ₆ ヲ化生スベシ $Na_6Al_2O_6 + 6NH_4Cl + 6H_2O = 6NaCl + 6NH_4OH + Al_2(OH)_6$

- 注意 (1) HNO₃ ト煮沸スルハ Fe⁺⁺ (淡青色)ヲ酸化シテ Fe⁺⁺⁺ (黄色)トスル爲ナリ故ニ豫メ可檢液ノ一部分ニ K₃Fe(CN)₆ ヲ滴加シテ一ムふる青, Fe₃(Fe(CN)₆)₂ ノ化生ニヨル濃青色ヲ呈セザルニシテ Fe⁺⁺ ナキノ證ナレバコノ處理ヲ省略スベシ猶煮沸後 Fe⁺⁺ ナキヲ確認シテ次ノ處理ニ移ルベシ。
- (2) 多量ノ NH₄Cl ヲ用ユルハ NH₄OH ノ添加ニヨリ第三類(乙)金屬及 Mg ノ水酸化物トシテ沈澱スルヲ避クル爲メナリ(第五表注意(2)ニ同シ)次テ NH₄OH ノ使用ヲ限定スルハ Mn⁺⁺ (第三類(乙)ニ屬ス)ハ NH₄Cl ノ存在ニ於テ NH₄OH ニヨリ可溶性複鹽ヲ化生スルモ其おんもにあ溶液ハ速カニ空氣中ノ酸素ヲ吸收シテ褐色不溶性ノ Mn₂O₃·H₂O ヲ化生スルガ故ニコレヲ防止セシメガ爲メナリコノ注意ヲ拂フモ猶酸化ノ恐レアリ故ニ急速濾別スベシ
- (3) Al₂(OH)₆ ハ多少 NH₄OH ニ溶解スレバ煮沸スレバ熱時不溶性トナル。Cr₂(OH)₆ モ亦多少コノ生澱劑ニ溶解スレバ煮沸ニヨリ H₂O ヲ失ヒ CrO(OH)₄ ニ變シ全ク不溶性トナル。コノ際 Fe₂(OH)₆ モ亦若干分子ノ H₂O ヲ放出ス。
- (4) Na₂O₂ + 2H₂O = 2NaOH + H₂O₂; H₂O₂ = H₂O + O; Cr₂(OH)₆ + 3O + 4NaOH = 2Na₂CrO₄ + 5H₂O.
 コノ化生スル NaOH (熱溶液)ハ濾紙ヲ犯ス故ニ冷后濾過スルヲ要ス

第三類(乙)陽性いおん (Co²⁺; Ni²⁺; Mn²⁺; Zn²⁺) ヲ第四類第五類陽性 いおんヨリ分離シ且コレヲ檢出スル法

可檢液ニ NH₄Cl (飽和)及少量ノ NH₄OH ヲ加ヘ煮沸シテ殆ンド NH₃ 臭ナキニ至ラシメ次デ (NH₄)₂S (無色)⁽¹⁾ヲ液ガ煮沸ニヨリ明カニ H₂S 臭ヲ呈スル迄注加シ(甚ダシキ過剰ヲ避クベシ)沈澱ヲ完成セシメ十分ニ煮沸シ(但シ H₂S 臭ヲ失フ迄煮沸スベカラズ)テ速カニ濾別スベシ沈澱ハ第三類(乙)ノ硫化物ヨリナリ第四第五類ノ陽性いおんハ濾液中ニ入ル(濾液ニ (NH₄)₂S ヲ滴加放置スルモ沈澱ヲ生ズベカラズ)

第 三 (乙) 表

沈 澱 (CoS (黒色); NiS (黒色); MnS (肉色); ZnS (白色))							
水洗后稀 HCl ト共ニ十分能ク振盪シ濾別スベシ(決シテ煮沸スベカラズ)							
沈 澱 CoS; NiS.	濾 液 MnCl ₂ ; ZnCl ₂ ヲ含ム						
<p>Co²⁺ ノ檢出. 沈澱ヲ硼砂球子ニテ吹管燐(内外燐何レニテモ同シ)ヲ以テ強熱熔融スルキハ特有ノ藍青色ヲ呈スベシ</p> <p>Ni²⁺ ノ檢出. 沈澱ヲ少量ノ王水ト煮沸溶解シ(NiCl₂) 過剰ノ酸ヲ煮沸飛散セシメ少量ノ水ニテ稀釋シ NaOH ニテ殆ンド中和シ KCN ヲ一且化生シタル Ni(CN)₂⁽²⁾ カ溶解スル迄滴加シ一度煮沸シ次テ HCl₂H₃O₂ ヲ滴加シテ微酸性トシ再ヒ煮沸シテ HCN ヲ驅逐シ冷后 Br 水ヲ液カ黄褐色ヲ固執スル迄加ヘ NaOH ニテあるかり性トスレバ Ni₂(OH)₆ ノ化生ニヨリ黒色沈澱ヲ生ズベシコノ沈澱ヲ濾別水洗シテ硼砂球子ニテ外燐ヲ以テ熱スレバ特有ノ赤褐色ヲ呈スベシ(内燐ナレバ灰色ヲ呈スベシコレ還元 Ni ノ爲メナリ)</p>	<p>煮沸シテ H₂S ヲ驅逐シ NaOH ヲ液ガ十分ニあるかり性ヲ呈スル迄注加シ少時煮沸シ冷后濾別スベシ</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">沈 澱</th> <th style="text-align: center;">濾 液</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">Mn(OH)₂ (白色)</td> <td style="text-align: center;">ZnO₂^{''} (無色)ヲ含ム</td> </tr> <tr> <td style="vertical-align: top;"> (1) 水洗シテ后硼砂球子ニテ外燐ヲ以テ驗スレバ特有ノ淡紫色ヲ呈ス(内燐ナレバ無色) (2) 沈澱ヲ稀 HNO₃ ニ溶解シ Pb₃O₄ (又ハ PbO₂) ヲ加ヘテ煮沸シ冷スレバ MnO₄['] ノ化生ニヨリ上清液ハ紫赤色ヲ呈スベシ </td> <td style="vertical-align: top;"> HCl₂H₃O₂ ニテ微酸性トシ H₂S ヲ通スレバ ZnS (白色)ヲ沈澱スコレヲ濾別水洗シ少量ノ Na₂CO₃ ト混シテ白金耳ニ附着シテ吹管燐(外燐)ニテ強熱スレバ ZnO ノ化生ニヨリ熱時黄色ヲ呈スベシ </td> </tr> </tbody> </table>	沈 澱	濾 液	Mn(OH) ₂ (白色)	ZnO ₂ ^{''} (無色)ヲ含ム	(1) 水洗シテ后硼砂球子ニテ外燐ヲ以テ驗スレバ特有ノ淡紫色ヲ呈ス(内燐ナレバ無色) (2) 沈澱ヲ稀 HNO ₃ ニ溶解シ Pb ₃ O ₄ (又ハ PbO ₂) ヲ加ヘテ煮沸シ冷スレバ MnO ₄ ['] ノ化生ニヨリ上清液ハ紫赤色ヲ呈スベシ	HCl ₂ H ₃ O ₂ ニテ微酸性トシ H ₂ S ヲ通スレバ ZnS (白色)ヲ沈澱スコレヲ濾別水洗シ少量ノ Na ₂ CO ₃ ト混シテ白金耳ニ附着シテ吹管燐(外燐)ニテ強熱スレバ ZnO ノ化生ニヨリ熱時黄色ヲ呈スベシ
沈 澱	濾 液						
Mn(OH) ₂ (白色)	ZnO ₂ ^{''} (無色)ヲ含ム						
(1) 水洗シテ后硼砂球子ニテ外燐ヲ以テ驗スレバ特有ノ淡紫色ヲ呈ス(内燐ナレバ無色) (2) 沈澱ヲ稀 HNO ₃ ニ溶解シ Pb ₃ O ₄ (又ハ PbO ₂) ヲ加ヘテ煮沸シ冷スレバ MnO ₄ ['] ノ化生ニヨリ上清液ハ紫赤色ヲ呈スベシ	HCl ₂ H ₃ O ₂ ニテ微酸性トシ H ₂ S ヲ通スレバ ZnS (白色)ヲ沈澱スコレヲ濾別水洗シ少量ノ Na ₂ CO ₃ ト混シテ白金耳ニ附着シテ吹管燐(外燐)ニテ強熱スレバ ZnO ノ化生ニヨリ熱時黄色ヲ呈スベシ						

注意 (1) (NH₄)₂S_{1+x} (黄色)又ハ H₂S ヲ代用スルモ同シ但シ NiS ハ多少(NH₄)₂S 特ニ (NH₄)₂S_{1+x} 及 NH₄OH ニ溶解シテ褐色溶液ヲ作り濾液中ニ入ルベシ故ニ (NH₄)₂S 又ハ (NH₄)₂S_{1+x} ヲ用ユルトキハ常ニ NH₄OH ノ過剰ヲ避ケザル可カラズコレニ反シテ MnS, ZnS ハ酸性液ニハ溶解スルヲ以テ H₂S ヲ用ユルトキハ僅メ少量ノ NH₄OH ヲ添加シ液ヲシテ常ニ微弱ナルあるかり性ヲ保有セシムルコトニ注意スベシ又 NiS ハ空氣中ノ酸素ニヨリ酸化セラレテ NiSO₄ トナリ溶解ス故ニ液ハ常ニ明カニ H₂S 臭ヲ保有セザル可カラス

(2) Ni(CN)₂ ハ KCy ヲ過剰ニ加フルトキハ K₂Ni(CN)₄ (可溶性複鹽)トナルコレ Br 加苛性あるかり性ヲ加フレバ Ni₂(OH)₆ ヲ沈澱スベシ

$$2K_2Ni(CN)_4 + 4KOH + Pr_2 + 2H_2O = 6KCy + 2KBr + 2HCN + Ni_2(OH)_6$$
 (黒褐色沈澱)

蓆酸及不揮發有機酸いおんノ檢出除去及燐酸いおんノ檢出分離

第三類(甲)陽性いおんヲ其水酸化物トシテ分離スル爲メニ NH_4Cl 及 NH_4OH ヲ加フルトキ若シ可檢液ガ PO_4^{3-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ヲ含ムトキハ其水酸化物ト共ニ第三類 第四類金屬及 Mg ノ燐酸鹽 蓆酸鹽ヲ沈澱スベク又不揮發性有機酸いおんヲ含ムトキハ其水酸化物ノ析出ヲ妨ク故ニ少シク其分析法ヲ變更セザルベカラズ。

(I) $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ノ檢出

可檢液ノ一小部分ニ Na_2CO_3 ヲ加ヘ強あるかり性トシ煮沸スレバ $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ハ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ トシテ溶存スベシ故ニ沈澱ヲ濾去シ濾液ニ $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ ヲ加ヘテ酸性トシ煮沸シテ CO_2 ヲ驅逐シ CaCl_2 ヲ加フレバ CaC_2O_4 (白色)ヲ沈澱スベシ

(II) 不揮發性有機酸いおんノ檢出

可檢液ノ一部ヲ蒸發乾涸シ灼熱スレバ砂糖ヲ灼クガ如キ所謂かろめる臭ヲ發スベシ

(III) PO_4^{3-} ノ檢出

可檢液ノ一部ニ $(\text{NH}_4)_2\text{M}_6\text{O}_4$ ノ稀 HNO_3 溶液 ($(\text{NH}_4)_2\text{M}_6\text{O}_4$ ハ少量ノ稀薄あんもにあト煮沸スレバ溶解スベシコレニ稀 HNO_3 (1:4 約 100 倍量ヲ加ヘテ強酸性トセルモノヲ用ヒテ可ナリ)ヲ加ヘフレバ始メ液ハ黄色ヲ呈スベシコヽニ於テコレヲ加熱スレバ結晶質ノ $12\text{M}_6\text{O}_3(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (黄色)ヲ沈澱スベシ

以上ノ反應ニヨリ若シ有機酸いおんノ存在ヲ認ムレバ全部ノ可檢液ヲ蒸發乾涸シ更ラニ灼熱分解シ ($\text{CaC}_2\text{O}_4 = \text{CaO} + \text{CO} + \text{CO}_2$, $\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ (酒石酸なとりゆむ)+
50 = $\text{Na}_2\text{CO}_3 + 3\text{CO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$; $2\text{K}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ (枸椽酸かりゆむ)+210 = $6\text{K}_2\text{CO}_3 + 6\text{CO}_2 + 5\text{H}_2\text{O}$) 冷後其殘滓ニ數滴ノ濃 HCl ヲ加ヘ少量ノ水ニテ浸出濾過シ(コノトキ不溶性物ヲ殘留スレバ SiO_3^{2-} ノ分解ニヨリ成生セラレタル SiO_2 ナリ廢棄スベシ)濾液ニ數滴ノ濃 HNO_3 ヲ加ヘテ煮沸シ Fe^{2+} ヲ完全ニ Fe^{3+} ニ酸化セシメ NH_4Cl , NH_4OH ヲ加ヘテ煮沸シテ後濾別スベシ

沈澱ハ $\left\{ \begin{array}{l} \text{可檢液ガ } \text{PO}_4^{3-} \text{ ヲ含マサル片ハ第三(甲)表} \\ \text{可檢液カ } \text{PO}_4^{3-} \text{ ヲ含ム片ハ 第三(丙)表} \end{array} \right\}$ ニヨリ檢出スベシ

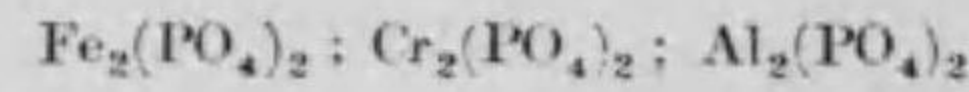
若シ又有有機酸いおんヲ含マサル片ハ可檢液中ノ Fe^{2+} ヲ Fe^{3+} ニ酸化シテ後 NH_4Cl , NH_4OH ヲ加ヘテ煮沸シ生ズル沈澱ヲ第三(丙)表ニヨリ檢出スベシ

第 三 (丙) 表

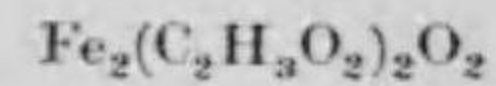
沈 澱 ((Fe₂(OH)₆; Cr₂(OH)₆; Al₂(OH)₆ 及第三第四類金屬及 Mg ノ磷酸鹽)

最少量ノ稀 HCl ニ溶解シ Na₂CO₃ ニテ中和シ煮沸後少量ノ Na₂C₂H₃O₂ 及 H₂C₂H₃O₂ (分類試薬)¹⁾ヲ加ヘ稀釋煮沸シテ後濾別スベシ

沈 澱



及



少量ノ水ニテ試験管ニ移シ Na₂O₂ ヲ加ヘテ煮沸シ
爾後水酸化物ノ時ト同シク取扱ヒ

第三(甲)表

ニヨリ檢出スベシ

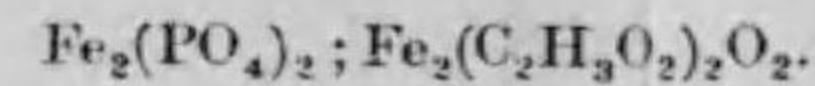
濾 液 (赤色ヲ呈スベカラズ)

少量ヲ分取シ Fe₂Cl₆ ヲ加ヘテ沈澱 (Fe₂(PO₄)₂) ヲ生ズルヤ否ヲ檢スベシ

若シ Fe₂Cl₆ ノ添加ニヨリ沈澱ヲ生ズ液ガ單ニ赤色ヲ呈スルノミナレバ PO₄^{'''} ハ濾液中ニ存在セザルヲ證スルモノナレバ濾液ノ全
部ヲ直チニ次ノ濾液ノ條下ニ從ヒ處理スベシ

若シ Fe₂Cl₆ ノ添加ニヨリ沈澱ヲ生ズルヲ認ムレバ濾液ノ全部ニ Fe₂Cl₆ ヲ加ヘテ沈澱ヲ²⁾化生セシメ液ガ靜置ニヨリ少シク
赤色ヲ呈スルニ至リテ稀釋煮沸シ (液ガ赤色ヲ呈セザル迄) 濾別スベシ

沈 澱

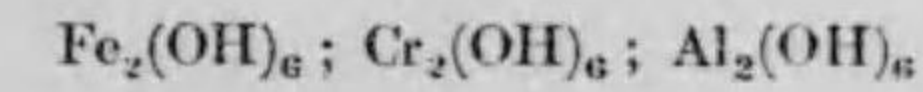


廢棄スベシ

濾 液

NH₄Cl 及 NH₄OH ヲ加ヘテ煮沸シ濾別スベシ

沈 澱



第三(甲)表

ニヨリ檢出スベシ

濾 液

第三(乙)・第四・第五表

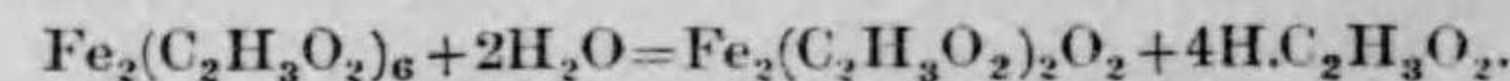
ニヨリ檢出スベシ

注意 (1) 第三類(甲)金屬ノ磷酸鹽ハ H₂C₂H₃O₂ ニ溶解セズ他ハ溶解ス又分類試薬ヲ加ヘタルトキ

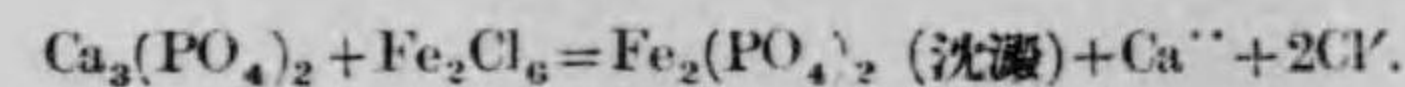
(i) 沈澱ヲ生セザレバ可檢液ハ第三類(甲)陽性イオンヲ含マズ

(ii) 液ガ赤色ヲ呈スレバ Fe₂(C₂H₃O₂)₆ ノ存在ヲ示ス即チコノモノ H₂C₂H₃O₂ ニ溶ケテ赤色ヲ呈スルナリ。コノ時ハ第三類(甲)陽性イオント結合スベキ PO₄^{'''} ノ最早ヤ殘存セザルヲ示ス

(iii) 赤色液ヲ煮沸スレバ色ヲ失フベシ之レ Fe₂(C₂H₃O₂)₆ ガ加水分解シテ不溶性鹽基性鹽トナル爲メナリ



(2) 若シ第三類(乙)以下金屬ノ磷酸鹽ヲ含ムキハ Fe₂Cl₆ ノ添加ニヨリ (H₂C₂H₃O₂ ノ存在ニ於テ) 複分解ヲ起シ PO₄^{'''} ハ全部 Fe^{'''} ト結合シテ沈澱シ陽性イオンハ Cl['] ト併立シテ溶存スベシ



第貳類陽性いおん ((甲) $Pb^{2+}; Hg^{2+}; Bi^{3+}; Cu^{2+}; Cd^{2+}; Sn^{2+}; Sn^{4+}$; (乙) $As^{3+}; As^{5+}; Sb^{3+}; Sb^{5+}; Sn^{2+}; Sn^{4+}$) ナ第三類以下ノ陽性 いおんヨリ分離シ且コレヲ檢出スル法

可檢液ヲ稀 HCl ニテ酸性トシ(コノトキ沈澱ヲ生ズレバ $PbCl_2$ ナリ)濾別シテ別ニ檢定スベシ又可檢液ガ甚シク酸性ヲ呈スレバ稀釋シテ酸性ヲ弱メテ後 HCl
ヲ添加スベシ)微溫シテ H_2S ヲ飽和スル迄充分ニ通ズベシ⁽¹⁾然ルトキハ

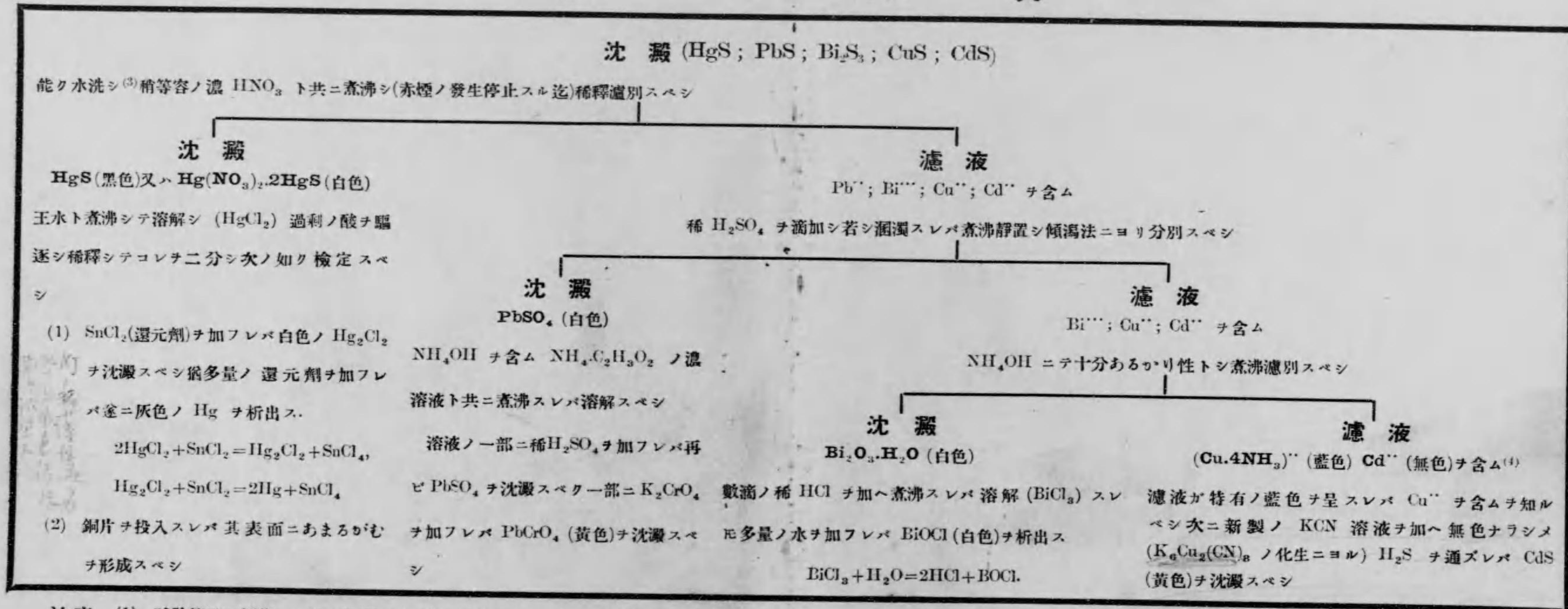
(甲) PbS (黑色); HgS (黑色); Bi_2S_3 (黑色); CuS (黑色); CdS (黄色),

(乙) As_2S_3 (黄色); As_2S_5 (黄色); Sb_2S_3 (赤黄色); Sb_2S_5 (橙赤色); SnS (暗褐色); SnS_2 (黄色)

ヲ S ト共ニ沈澱シ第三類以下ノ陽性いおんハ濾液中ニ入ルベシ⁽²⁾

沈澱ハ水洗後試験管ニ移シ $(NH_4)_2S_{1+x}$ (黄色)ヲ加ヘ $40^\circ-45^\circ$ ニ溫メ振盪シ濾別スベシ然ルトキハ(甲)ノ硫化物ハ不溶ナレドモ(乙)ノ硫化物ハ溶解シテちを
鹽類ヲ化生スベシコレヲ濾別シ沈澱ハ第二(甲)表濾液ハ第二(乙)表ニヨリ檢定スベシ

第 二 (甲) 表



- 注意** (1) 試験管口ヲ拇指ニテ覆ヒ振盪スルキ既ニ飽和ニ達スレバ氣體内部ヨリ壓出スベク未飽和ナレバ空氣壓入スベシ
(2) 濾液ヲ稀釋シ H_2S ナ通ジ再ビ沈澱ヲ生ズレバ更ラニ飽和スル迄通シ前ノ沈澱ノ上ニ注加濾別スベシ
(3) 洗液ガ青色試験管ヲ赤變セザルヲ度トスベシ洗滌不十分ナレバ残留スル HCl ガ次ニ添加スル HNO_3 ト共ニ王水トナリ Hg ノ一部ヲ溶解スベシ
(4) 若シ濾液ガ無色ナレバ Cu^{2+} ナ含マズ然ルキハ直チニ H_2S ナ通ジテ CdS ノ沈澱ヲ化生セシムベシ

第 二 (乙) 表

(NH₄)₂S_{1+x} (黄色)ノ温浸溶液ハ (NH₄)₃AsS₄; (NH₄)₃SbS₄; (NH₄)₂SnS₂⁽¹⁾ ナ含ム稀釋シテ多量ノ稀 HCl ナ加ヘ振盪スレバ

As₂S₅ (黄色); Sb₂S₅ (橙赤色); SnS₂ (黄色)

ヲ S ト共ニ析出ス。コレヲ濾別水洗シ(濾液ハ廢棄スベシ)少量ノ濃 HCl ト煮沸シ H₂S ナ驅逐シ濾別スベシ

沈 澱

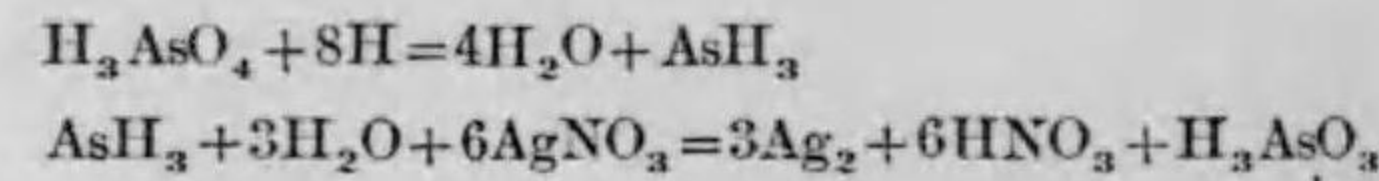
As₂S₅; S

濾 液

SbCl₃, SnCl₄ ナ含ム

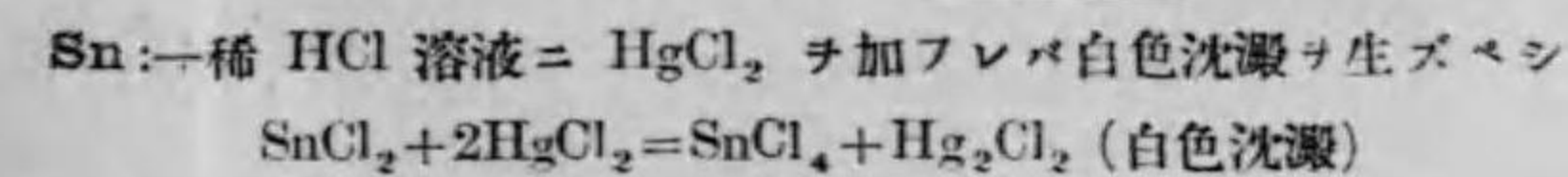
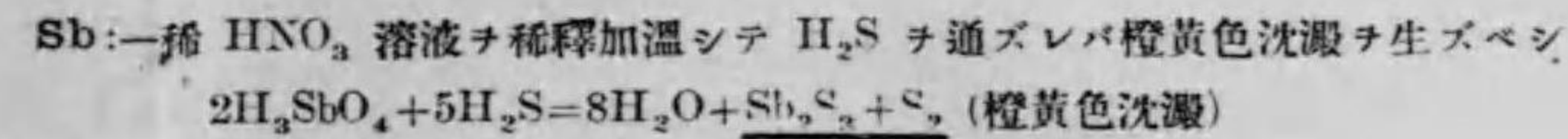
王水ト共ニ煮沸溶解シ (H₃AsO₄) 過剰ノ酸ヲ驅逐シ (S 塊ヲ残留スルヲアリ廢棄スベシ)稀釋二分シテ次ノ如ク檢定スベシ

- (1) 一分ニ Na(OH) ノ濃溶液ヲ加ヘ強キあるカリ性ヲ呈セシメ Zn ノ小片ヲ加ヘテ熱ヲ發生スル瓦斯ヲ AgNO₃ ニテ濕ホセル紙片ニ觸レシムルトキハ Ag ナ遊離シ直チニ褐變スベシ

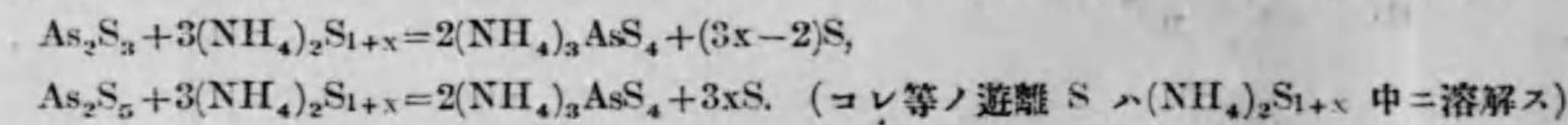


- (2) 一分ヲ NH₄OH ニテあるカリ性トシまぐれし(φ)む混液⁽²⁾ヲ加フレバ白色結晶質沈澱 (Mg(NH₄)AsO₄) ナ析出スベシ

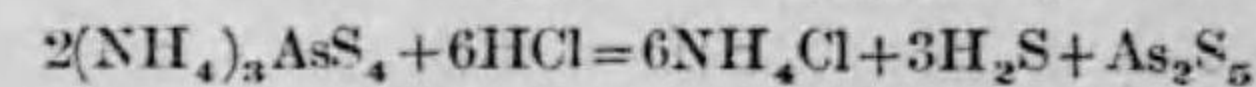
濾液 (強酸性) ナ稀釋シテ白金板及 Zn 塊ヲ投入シテ相接觸セシムレバ盛ニ H₂ ナ發生シ白金板ハ黑變シ (Sb) 亞鉛塊ニハ灰色ノ鏽滓狀物 (Sn) 附着スベシ少時ノ後液ヲ傾瀉シ且數回水ニテ洗ヒ黑變セル白金板ハ稀 HNO₃ ト煮沸溶解シ (H₃SbO₄) Sb ノ檢出ニ供シ Zn 塊ニハ稀 HCl ナ加ヘ鏽滓樣物ヲ溶解シ (SnCl₂) Sn ノ檢出ニ供ス(少量ノ黑色不溶性體ヲ生ズルヲアリコレ Zn ノ不純物 (PbS) ナリ廢棄スベシ)



注意 (1) 硫化物ヲ (NH₄)₂S_{1+x} ニテ温浸スレバ多量ノ S ノ存在ニ於テ溶解スルヲ以テ皆ちハ鹽類トナリ亞ちハ鹽類ヲ生スルヲナシ



コレヲ稀 HCl ニテ分解スレバ高級硫化物トナル



コレハ (NH₄)₂S_{1+x} モ亦分解セラレ溶存スル S ハ乳狀體トシテ放出セラル故ニ HCl ノ添加ニヨリ單ニ白濁ヲ生スルノミナルモ S ナ析出シタルニヨルモノニシテ金屬いおんノ存在

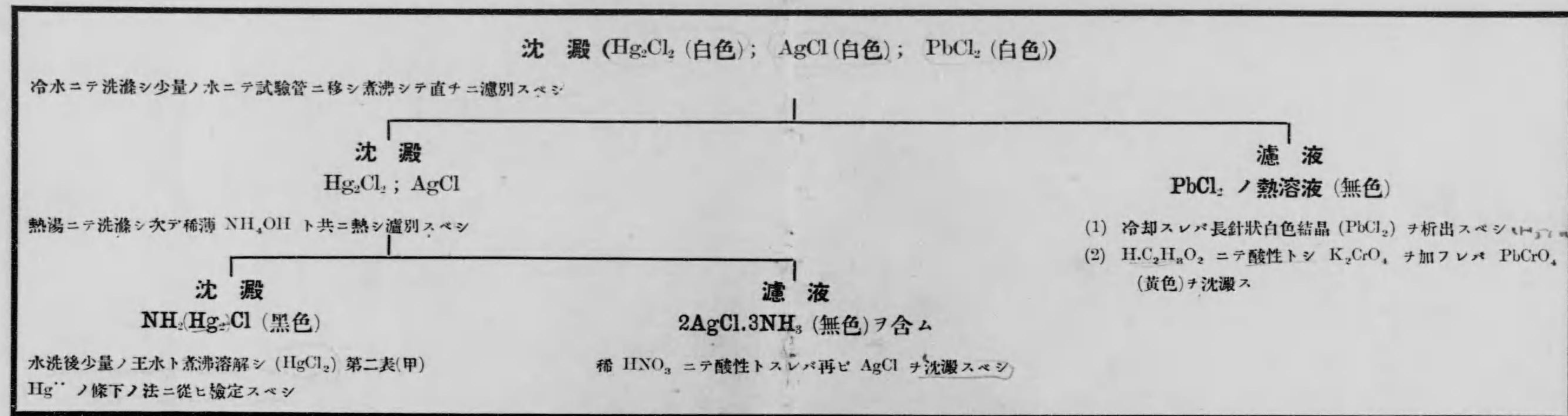
セザル證トスベシ若シ金屬いおんヲ含メバ沈澱ハ明カニ黄色、橙赤色若クハ稀ニ黒褐色ヲ呈スベシ

- (2) まぐれし(φ)む混液ハ MgSO₄ ニ NH₄OH ナ加ヘテ生スル Mg(OH)₂ (白色沈澱)ノ殆ント溶解スル迄 NH₄Cl ナ加ヘタルモノナリ

第壹類陽性いおん (Hg^{2+} ; Ag^+ ; Pb^{2+}) ナ他ノ陽性いおんヨリ分離シ且コレヲ檢出スル法

可檢液(若シ著シク酸性ヲ呈スレバ稀釋シテ酸性ヲ弱ムベシ)ニ稀 HCl ヲ滴下シテ沈澱ヲ完成セシメ(少シク過剰ニ加フベシ)一度加熱振盪シ⁽¹⁾(煮沸ニ至ラシム可カラズ)冷後⁽²⁾濾別スベシ沈澱ハ第一類金屬ノ鹽化物ニシテ第二類以下ノ陽性いおんハ濾液中ニ入ル

第 壹 表



- 注意** (1) HCl ノ注加ニヨリ一時 Sb ノ鹽基性鹽ヲ沈澱スルコトアリ過剰ノ酸ノ存在ニ於テ加熱徐温スレバ容易ニ溶解スベシ然レドモ若シ可檢液ガ NO_3^- ナ含ムトキ(特ニ強キ酸性ヲ呈セルトキ)ハ HCl ノ添加ニヨリ王水ヲ生ジ Hg_2Cl_2 ナ酸化溶解ス (HgCl_2) 故ニ加温スルモ煮沸ニ至ラシムベカラズ
- (2) PbCl_2 ハ熱時溶解スルモ冷ユレバ結晶性沈澱トナル

陽 性 い お ん 一 般 分 析 表

- (I) 可檢液ノ少量ヲ分取シ第五表 NH_4^+ ノ條下ニ記セル法ニ從ヒ其存否ヲ檢スベシ (NH_4^+ ハ分析ノ當初檢出スルヲ法トス)
- (II) 可檢液ノ反應ヲ檢スベシ若シ著シク酸性ヲ呈スレバ稀釋ニヨリ酸性ヲ弱ム可シ
- (III) 可檢液ニ稀 HCl 數滴ヲ加ヘ若シ沈澱ヲ生ズルヲ認ムレバ更ニ必要量ノ稀 HCl ヲ滴加シ(少シク過剰ニ)徐温振盪シテ冷テ濾別スベシ

<p style="text-align: center;">沈 澱</p> <p>Hg_2Cl_2; AgCl; PbCl_2.</p> <p style="text-align: center;">ヲ含ム</p> <p style="text-align: center;">第壹表</p> <p style="text-align: center;">ニヨリ檢出スベシ</p>	<p style="text-align: center;">濾 液</p> <p>微温シテ後 H_2S ヲ通シ沈澱ヲ生ズルヲ認ムレバ更ニ H_2S ヲ飽和スル迄通シ(若シ一部ヲ濾別シ濾液ヲ二三倍ノ水ニテ稀釋シテ再ビ H_2S ヲ通シ沈澱ヲ生ズレバ全部ヲ稀釋シ更ラニ H_2S ヲ飽和セシムベシ)濾別スベシ</p>
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

<p style="text-align: center;">沈 澱</p> <p>(甲) H_2S; PbS; Bi_2S_3; CuS; CdS,</p> <p>(乙) As_2S_3; As_2S_5; Sb_2S_3; Sb_2S_5; SnS; SnS_2</p> <p>水洗後 $(\text{NH}_4)_2\text{Si}_4\text{x}$ (黄色)ニテ温浸シ濾別スベシ</p>	<p style="text-align: center;">濾 液</p> <p>蒸發乾涸シ更ラニ燒灼シテ不揮發性有機酸いおん ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ヲ含ム)及 SiO_3^{2-} ヲ分解シ濃 HCl ニテ温ホシ蒸發シテ(コノ處理ニヨリ SiO_3^{2-} ハ分解シテ不溶性ノ SiO_2 トナル)稀釋シ若シ液ガ潤濕スレバ濾過スベシ(液ノ一小部分ヲ取リ $(\text{NH}_4)_2\text{M}_6\text{O}_4$ ノ HNO_3 溶液ヲ加ヘ PO_4^{3-} ヲ檢出スベシ).</p> <p>澄明液ニ數滴ノ濃 HNO_3 ヲ加ヘ煮沸シ(Fe^{2+} ヲ完全ニ Fe^{3+} ニ酸化シタルコトヲ確ムベシ)次テ多量ノ NH_4Cl ヲ加ヘテ煮沸シ更ラニ必要量ノ NH_4OH ヲ加ヘテ沈澱ヲ完成セシメ數分間煮沸シ殆ド NH_3 臭ヲ呈セザルニ至リ濾別ス</p>
--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

<p style="text-align: center;">沈 澱</p> <p>HgS; PbS; Bi_2S_3; CuS; CdS</p> <p style="text-align: center;">ヲ含ム</p> <p style="text-align: center;">第二(甲)表</p> <p style="text-align: center;">ニヨリ檢出スベシ</p>	<p style="text-align: center;">濾 液</p> <p>$(\text{NH}_4)_3\text{As}^{2+}_4$; $(\text{NH}_4)_3\text{SbS}_4$; $(\text{NH}_4)_2\text{SnS}_2$</p> <p style="text-align: center;">ヲ含ム</p> <p style="text-align: center;">第二(乙)表</p> <p style="text-align: center;">ニヨリ檢出スベシ</p>
---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

<p style="text-align: center;">沈 澱</p> <p>(I) PO_4^{3-} 存在セザルトキハ</p> <p>$\text{Fe}_2(\text{OH})_6$; $\text{Cr}_2(\text{OH})_6$; $\text{Al}_2(\text{OH})_6$</p> <p style="text-align: center;">ヲ含ム</p> <p style="text-align: center;">第三(甲)表</p> <p style="text-align: center;">ニヨリ檢出スベシ</p> <p>(II) PO_4^{3-} 現存スルトキハ</p> <p>$\text{Fe}_2(\text{OH})_6$; $\text{Cr}_2(\text{OH})_6$; $\text{Al}_2(\text{OH})_6$</p> <p style="text-align: center;">ノ外ニ</p> <p>第三類, 第四類金屬及</p> <p>Mgノ磷酸鹽ヲ含ム</p> <p style="text-align: center;">第三(丙)表</p> <p style="text-align: center;">ニヨリ檢出スベシ</p>	<p style="text-align: center;">濾 液</p> <p>$(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (無色)ヲ注加シ煮沸シテ直チニ濾別スベシ</p>
---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------------------------------------------------

<p style="text-align: center;">沈 澱</p> <p>CoS; NiS; MnS; ZnS</p> <p style="text-align: center;">ヲ含ム</p> <p style="text-align: center;">第三(乙)表</p> <p style="text-align: center;">ニヨリ檢出スベシ</p>	<p style="text-align: center;">濾 液</p> <p>HCl ニテ酸性トシ煮沸シテ H_2S ヲ完全ニ驅逐シ透明濾液ニ NH_4OH ヲ加ヘテあるカリ性ヲ呈セシメ煮沸シ直チニ $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ヲ加ヘ十分ニ振盪シテ濾別スベシ</p>
---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

<p style="text-align: center;">沈 澱</p> <p>BaCO_3; SrCO_3; CaCO_3</p> <p style="text-align: center;">ヲ含ム</p> <p style="text-align: center;">第四表</p> <p style="text-align: center;">ニヨリ檢出スベシ</p>	<p style="text-align: center;">濾 液</p> <p style="text-align: center;">第五表</p> <p style="text-align: center;">ニヨリ</p> <p>Mg^{2+}; K^+; Na^+</p> <p style="text-align: center;">ヲ檢出スベシ</p>
--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

陰性いおん

普通遭遇スル陰性いおんハ分類試薬ニヨリ三類ニ分ツラ得ベシ

- 第壹類 (甲) $\text{SO}_4^{''}$,
 (乙) $\text{CO}_3^{''}$; $\text{SO}_3^{''}$; $\text{S}_2\text{O}_3^{''}$; $\text{SiO}_3^{''}$; F' ; $\text{BO}_3^{'''}$ (又ハ $\text{B}_4\text{O}_7^{''}$)⁽¹⁾,
 $\text{C}_2\text{O}_4^{''}$; * $\text{PO}_4^{'''}$ **

分類試薬ハ中性若クハあるかり性溶液ニ於ケル BaCl_2 (又ハ $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$) ニシテ不溶性 Ba 鹽ヲ生ズ而シテ(甲)ノ Ba 鹽ハ HCl ニ溶解セザルモ(乙)ノ Ba 鹽ハ容易ニ稀 HCl ニ溶解ス。

- 第貳類 (甲) Cl' ; Br' ; I' ; CN' ,
 (乙) S'' ; $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^{''}$; ⁽²⁾ $\text{NO}_2^{''}$ ⁽³⁾

分類試薬ハ中性若シクハあるかり性溶液ニ於ケル AgNO_3 ニシテ不溶性 Ag 鹽ヲ生ズ而シテ(甲)ノ Ag 鹽ハ稀 HNO_3 ニ溶解セザルモ(乙)ノ Ag 鹽ハ稀 HNO_3 ニ溶解ス。

- 第參類 ClO_3' ; NO_3' .

上記分類試薬ニヨリ不溶性化合物ヲ生セズ。

以上ノ分類法ハ單ニ陰性いおんノ或ル分類ニ屬スルモノガ可檢液中ニ存在スルヤ否ヤヲ窺知シ得ルニ留マリ陽性いおんノ場合ノ如ク各いおんヲ分離檢出スニ適セズ陰性いおんノ多クハ各別ニコレヲ檢出セザル可カラズ然レドモ既ニ陽性いおんヲ檢知スルトキハ各陽性いおんニ對シ同一溶液中ニ竝存スルヲ得ザル陰性いおんハ推定スルヲ得ベク又 $\text{C}_2\text{O}_4^{''}$, $\text{PO}_4^{'''}$ ハ第三類陽性いおん分離ノ前既ニ檢出セラル、ヲ以テ新タニ檢出セラル可キいおんノ數ハ著シク殺滅セラレ各別ニ檢出スルモ實際ニ於テハ不便ヲ感ゼズ

本分類ニ於テ金屬酸いおん ($\text{CrO}_4^{''}$; $\text{Cr}_2\text{O}_7^{''}$; MnO_4' ; $\text{AsO}_3^{'''}$; $\text{AsO}_4^{'''}$ 等) ハ一切コレヲ省略セリコレ等ハ陽性いおん檢出ノ處理ニ於テ既ニ屢遭遇スルヲ以テ容易ニ檢出セラルベキナリ。

注意 (1), (2), (3) ハ濃厚溶液ニ於テ分類試薬ニヨリ沈澱ヲ生ジ稀薄溶液ニ於テハ沈澱ヲ生セザルコトアリ。

* ** ハ陽性いおん檢出ノ際既ニ檢定セラレタリ。

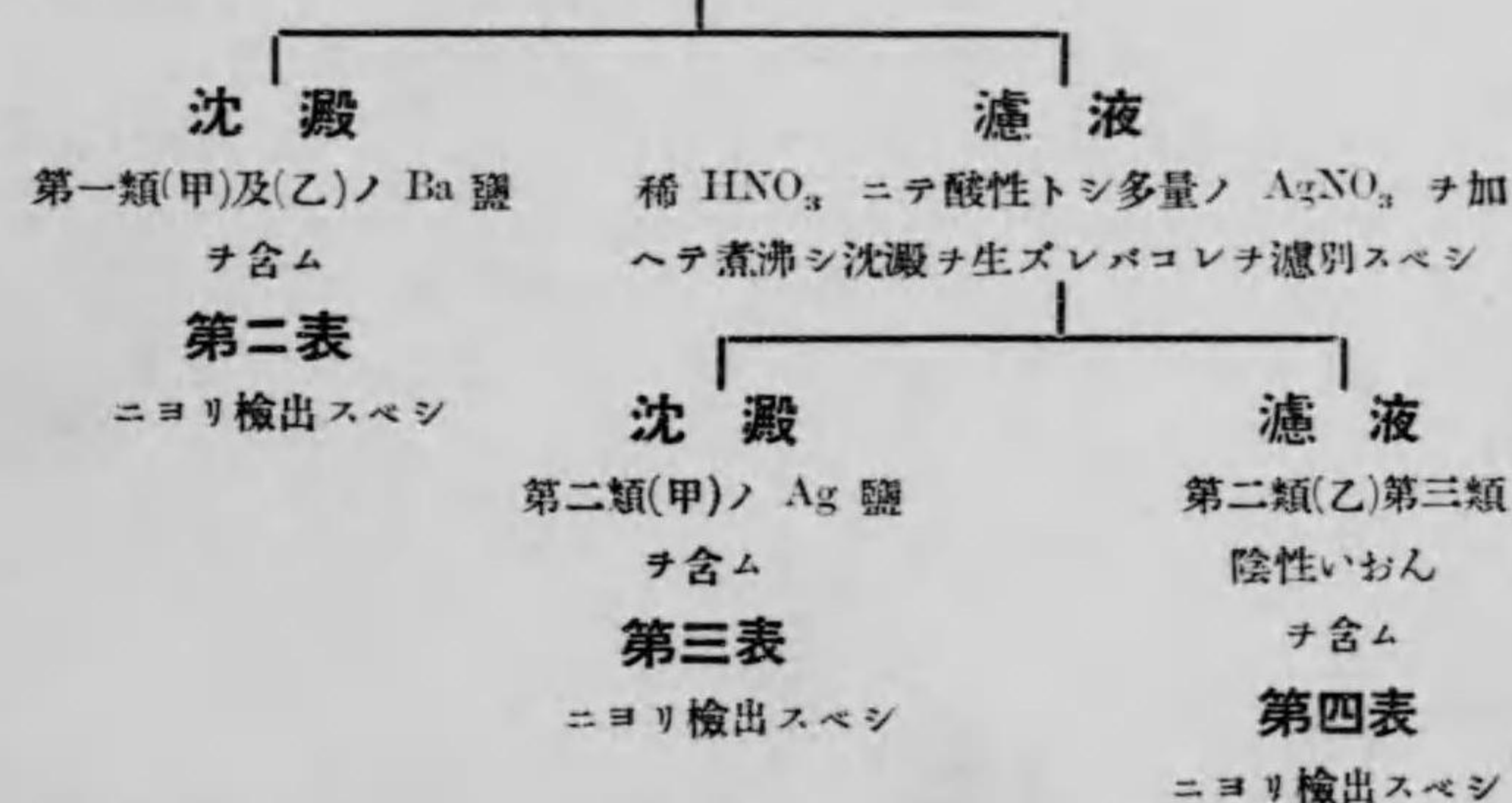
陰性いおん可檢液ノ製法

陰性いおんヲ檢出スルニ當リ陽性いおんとシテあるかり以外ノ金屬ヲ含ムトキハ多クノ場合ニ於テ試薬ノ添加ニヨリ試薬ノ陰性いおんガコレニ作用シテ沈澱ヲ化生シ實驗ニ障害ヲ來ス故ニ豫メコレヲ除去スルヲ要ス其法次ノ如シ。

可檢液(可檢原液ト稱スベシ)ヲ煮沸シ Na_2CO_3 (結晶)ヲ少量宛投入シ時々液ノ反應ヲ檢シ微ニあるかり性ヲ呈セシメ生ズル沈澱(廢棄スベシ)ヲ濾去シ濾液(單ニ可檢液ト稱スベシ)ヲ陰性いおん檢出ニ供用スベシコノトキ原液ガ酸性ナルトキハ往々溶存セル $\text{PO}_4^{'''}$ ガ Na_2CO_3 ノ添加ニヨリテ沈澱スルコトアレドモ $\text{PO}_4^{'''}$ ハ既ニ第三類陽性いおん檢出ノ前檢出シタルヲ以テ其存否ハ實驗上毫モ支障ナシ

陰性いおん分析ノ順序

- (I) 可檢原液ヲ稀 HCl ニテ酸性トシ加温シテ瓦斯 (有臭若シク無臭) ヲ發生スレバ第壹表ニヨリ檢出スベシ
 (II) 可檢液ヲ $\text{H}_2\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ ニテ微酸性トシ NaOH ニテ中和シ $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ニ加ヘ沈澱ヲ生ズレバコレヲ濾別スベシ



陰 性 い お ん の 検 出 (第 壹 表)

稀 HCl ニテ酸性トシ徐温シ瓦斯ヲ泡沸スルモノ

い お ん	發生瓦斯	確 定 試 験	注 意
CO ₃ ''	CO ₂	發生スル瓦斯ヲびべつとノ類ニテ Ba(OH) ₂ 水又ハ Ca(OH) ₂ 水中ニ吸入スレバ白キ潤潤ヲ生スベシ $Na_2CO_3 + 2HCl = 2NaCl + H_2O + CO_2$; $CO_2 + Ba(OH)_2 = H_2O + BaCO_3$ (白色不溶性體)	可檢原液ヲ使用スベシコノトキ H ₂ S, SO ₂ ナ併發スルコトアルモ試験ニ支障ナシ
S''	H ₂ S	(1) 瓦斯ノ特臭 (2) 瓦斯ハ鉛糖紙 (Pb(C ₂ H ₃ O ₂) ₂ ニテ紙ヲ潤オシタルモノ)ヲ褐變ス $H_2S + Pb(C_2H_3O_2)_2 = 2HC_2H_3O_2 + PbS$ (3) 可檢液ヲ PbCO ₃ (白色不溶性體)ト共ニ振盪スレバ褐變ス $Na_2S + PbCO_3 = Na_2CO_3 + PbS$ コノ反應ハ極メテ鋭敏ナリ。	以下可檢液ヲ使用スベシ
NO ₂ '	NO ₂	(1) 瓦斯ノ特臭 (2) 瓦斯ノ呈色 :-2NO ₂ ' + 2HCl = 2Cl' + H ₂ O + NO + NO ₂ ; 2NO + O ₂ (空氣) = 2NO ₂ (赤褐色氣體) 若シ瓦斯ガ少量ナルトキハ赤煙ノ發生ヲ認メズコノトキハ液面ヲ上ヨリ注視スレバ液上ノ空氣層ハ赤褐色ヲ呈スベシ*	* NO ₂ ' カ極メテ稀薄ナルトキハ HCl ノ添加ニヨリ瓦斯ヲ發生セザルコトアリ宜シク後記ノ法 (第四表 NO ₂ ' ノ條下)ニ從ヒ檢定スベシ
SO ₃ '' 及 S ₂ O ₃ ''	SO ₂	(1) 發生瓦斯ノ特臭 (2) 瓦斯ヲ KMnO ₄ ノ稀薄溶液 (淡紫色)ノ上ニ傾瀉シテ後振盪スレバ褪色スベシ但シ S ₂ O ₃ '' ハ更ラニ乳狀 S ヲ析出シ液ハ潤潤 (帶黃白色)スベシ $SO_3'' + 2HCl = 2Cl' + H_2O + SO_2$; $S_2O_3'' + 2HCl = 2Cl' + H_2O + SO_2 + S$ $2KMnO_4 + 5SO_2 + 2H_2O = 2H_2SO_4 + H_2SO_4 + 2MnSO_4$ (肉色暗ト無色) (3) SO ₃ '', S ₂ O ₃ '' ノ分離檢出 可檢液ニ Sr(NO ₃) ₂ ヲ加ヘ徐温濾別スベシ <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="text-align: center;"> <p>沈 澱</p> <p>SrSO₃ (白色)ヲ含ム*</p> <p>能ク水洗シ少量ノ水ニテ試験管ニ移シ稀 HCl ニテ酸性トシ發生スル瓦斯 (SO₂) ヲ稀薄 KMnO₄ ノ上ニ傾瀉振盪スレバ褪色スベシ</p> </div> <div style="text-align: center;"> <p>濾 液</p> <p>S₂O₃'' ヲ含ム</p> <p>稀 HCl ニテ酸性トスルトキ S ヲ析出スベシ且發生スル瓦斯 (SO₂) ヲ稀薄 KMnO₄ ノ上ニ傾瀉振盪スレバ直チニ褪色スベシ</p> </div> </div>	* SrCO ₃ ナ同時ニ沈澱スコレヲ酸性トスレバ CO ₂ ヲ發生スベシ故ニ單ニ瓦斯ノ泡沸ヲ以テ SO ₂ ナリト速断スベカラズ

3

陰 性 い お ん の 検 出 (第 貳 表)

第一類陰性いおん. 可檢液ヲ $\text{H}_2\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ ニテ微酸性トシテ煮沸シ $\text{Na}(\text{OH})$ ニテ中和シ BaCl_2 (又ハ $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$) ヲ加ヘテ沈澱ヲ生ズルモノ.

い お ん	沈 澱	確 定 試 験	注 意
$\text{SO}_4^{//}$	BaSO_4 (白色)	可檢液ヲ濃 HCl ニテ強酸性トシ BaCl_2 ヲ加フレバ BaSO_4 ヲ沈澱ス*コノ沈澱ヲ水洗シ約四倍量ノ Na_2CO_3 又ハ NaKCO_3 ト混和シテ白金耳ニ附着シ還元焰ニテ強熱スレバ先ヅ Na_2SO_4 ニ變シ更ラニ Na_2S ニ還元セラル固塊ヲ琢磨セル銀貨上ニ置キ水ニテ潤セバ少時ノ後銀貨ニ黒褐色ノ汚點ヲ生ズベシ $\text{BaSO}_4 + \text{Na}_2\text{CO}_3 = \text{BaCO}_3 + \text{Na}_2\text{SO}_4$; $\text{Na}_2\text{SO}_4 + 4\text{C} = 4\text{CO} + \text{Na}_2\text{S}$, $\text{Na}_2\text{S} + \text{H}_2\text{O} + \text{O}(\text{空氣})$ $+ \text{Ag}_2 = 2\text{NaOH} + \text{Ag}_2\text{S}$.	*可檢液中ニ $\text{SiO}_3^{//}$ 存在スルトキハコレヲ強酸性トスルトキ其一部白色半透明膠狀體 (H_2SiO_3) トシテ析出スルコトアリ然レドモノノ混在ハ BaSO_4 ノ還元ヲ妨グズ
$\text{SiO}_3^{//}$	BaSiO_3 (白色)	可檢液ニ NH_4Cl ヲ加ヘ徐熱放置スレバ少時ノ後 H_2SiO_3 ヲ沈澱ス. $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + 2\text{NH}_4\text{Cl} = 2\text{NaCl} + (\text{NH}_4)_2\text{SiO}_3$; $(\text{NH}_4)_2\text{SiO}_3 = 2\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{SiO}_3$. コノ沈澱ヲ集メ燻球子* ニ附シテ強熱スレバ分解ニヨリテ生ズル SiO_2 ハ NaPO_3 ニ溶解セズシテ熱時球子ノ表面ニ浮遊スベシ.	*燻球子トハ硼砂ノ場合ノ如ク $\text{HNa}(\text{NH}_4)\text{PO}_4$ ヲ白金耳ニ附着熔融セシメタル無色透明ノ NaPO_3 ノ球子ナリ $\text{HNa}(\text{NH}_4)\text{PO}_4 = \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{NaPO}_3$.
F^{-}	BaF_2 (白色)	可檢液ニ CaCl_2 (又ハ BaCl_2) ヲ加ヘテ生ズル沈澱 (CaF_2 ヲ含ム) ヲ濾別乾燥シテ多量ノ細砂 (SiO_2) ト混シテ試験管ニテ濃 H_2SO_4 ニテ濕ホシテ温ムレバ SiF_4 (無色刺激性氣體) ヲ發生スコノ氣ヲ白金耳ニ附着シタル水滴ニ觸レシムルトキハ白色膠狀ノ H_2SiO_3 ヲ化生ス又コノ水滴ヲ青色試験紙ニ觸レシムルトキハ強キ酸性反應ヲ呈スベシ. $\text{CaF}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + 2\text{HF}$; $4\text{HF} + \text{SiO}_2 = 2\text{H}_2\text{O} + \text{SiF}_4$, $3\text{SiF}_4 + 3\text{H}_2\text{O} = \text{H}_2\text{SiO}_3 + 2\text{H}_2\text{SiF}_6$ (硅弗化水素酸)	
$\text{BO}_3^{//}$ 又ハ $\text{B}_4\text{O}_7^{//}$	$\text{Ba}(\text{BO}_2)_2$ (白色)	(1) 少量ノ可檢液ヲ稀 HCl ニテ微酸性トシ姜黃紙ヲ浸シテ取出シ加熱乾燥スレバ赤褐色ニ變ズ*コレニ苛性あるカリヲ觸レシムレバ一時青黑色ヲ呈スレドモ稀酸 (HCl 又ハ H_2SO_4) ニヨリ復色ス. (2) 少量ノ可檢液ヲ蒸發乾涸シテ一二滴ノ濃 H_2SO_4 ニテ濕ホシテ十數滴ノ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ヲ混和シテ點火スレバ燦々 (C_2H_5) ₃ BO_3 蒸氣ノ發散ノ爲メ綠色(硼酸固有ノ燦色)ヲ呈ス $\text{BO}_3^{//} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 = 3\text{HSO}_4' + \text{H}_3\text{BO}_3$ $3\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{H}_3\text{BO}_3 = (\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{BO}_3 + 3\text{H}_2\text{O}(\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ノ一部脱水劑トシテ作用ス})$	*可檢液ガ I^{-} ヲ含ムトキハ酸性トスルトキ I_2 ヲ析出シ姜黃紙ヲ褐變スルコトアルモあるカリニ違フテ青黑色ニ變ズルコトナシ或ハ豫メ Ag_2SO_4 ヲ加ヘ I^{-} ヲ AgI トシテ析出セシメ本條ノ法ニ從ヒ檢出スベシ

陰 性 い お ん の 検 出 (第 三 表)

第二類(甲)陰性いおん. 可検液 = $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ヲ加ヘテ第一類ノ Ba 鹽ヲ沈澱セシメ濾液ニ稀 HNO_3 ヲ加ヘテ酸性トシ更ニ多量ノ AgNO_3 ヲ加ヘテ煮沸シテ沈澱ヲ残留スルモノ

いおん	沈 澱	確 定 試 験
Cl'	AgCl (白色)	(1) AgCl ハ濃 HNO_3 ト煮沸スルモ變化セズ (2) AgCl ハ KCN, NH_4OH (1:20) ニ容易ニ溶解スコレヲ硝酸々性トスレバ再ビ AgCl ナ沈澱ス
Br'	AgBr (淡黄色)	(1) AgBr ハ濃 HNO_3 ト煮沸スルモ變化セズ (2) AgBr ハ KCN, 濃 NH_4OH ニ溶解スコレヲ硝酸々性トスレバ再ビ AgBr ナ沈澱ス (3) 可検液 = CS_2 又ハ CHCl_3 ナ加ヘ Cl 水ヲ滴加シテ振盪スレバ析出スル Br_2 ハ溶劑ニ黄色ナ附與ス $2\text{KBr} + \text{Cl}_2 = 2\text{KCl} + \text{Br}_2$
I'	AgI (黄色)	(1) AgI ハ濃硝酸ト煮沸スルモ變化セズ (2) AgI ハ NH_4OH ニ溶解セズ KCN ニ溶解スコレヲ HNO_3 ニテ酸性トスレバ再ビ AgI ナ沈澱ス (3) 可検液 = 澱粉糊ヲ混シ Cl 水ヲ加ヘテ振盪スレバ藍色(沃化澱粉)ヲ呈ス, 又可検液 = Cl 水ヲ滴加シ CS_2 又ハ CHCl_3 ト振盪スレバコレニ紫赤色ヲ附與ス (4) 可検液ヲ稀 HCl ニテ中和シコレニ多量ノ FeSO_4 ナ加ヘテ振盪シ(煮沸スベカラズ)更ラニ過剰ノ CuSO_4 ナ檢液ガ青色ヲ保有スル迄加フレバ Cu_2I_2 ナ沈澱スコノトキ少量ノ I_2 ナ析出スルコトアルモ豫メ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ナ加フレバ I_2 ナ析出セズシテ I' ハ全部 Cu_2I_2 トナル $2\text{KI} + 2\text{CuSO}_4 + 2\text{FeSO}_4 = \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{Cu}_2\text{I}_2$ (灰色沈澱) $4\text{KI} + 2\text{CuSO}_4 = 2\text{K}_2\text{SO}_4 + \text{Cu}_2\text{I}_2 + \text{I}_2$; $\text{I}_2 + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$
CN'	AgCN (白色)	(1) AgCN ハ濃 HNO_3 ト煮沸スレバ HCN ナ發生シ AgNO_3 ナ残留スコレニ稀 HCl ナ加フレバ AgCl ナ沈澱スコレニヨリ間接ニ CN' ナ檢出スルヲ得ベシ $\text{AgCN} + \text{HNO}_3 = \text{AgNO}_3 + \text{HCN}$ (飛散ス) (2) AgCN ハ KCN, 稀 NH_4OH ニ溶解スレドモ HNO_3 ニテ酸性トスレバ再ビ AgCN ナ生ズベシ (3) 可検液(あるかり性) = FeSO_4 ナ加ヘテ微温シ Fe_2Cl_6 ナ滴加シ次テ稀 HCl ニテ酸性トスレバ濃キ青色ヲ呈スベシ $6\text{KCN} + \text{FeSO}_4 = \text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 + \text{K}_2\text{SO}_4$; $3\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 + 2\text{Fe}_2\text{Cl}_6 = 12\text{KCl} + \text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ (べるりん青) (4) 可検液(あるかり性) = $(\text{NH}_4)_2\text{S}_{1+x}$ (黄色)ナ加ヘテ徐温シ次テ稀 HCl ニテ酸性トシ析出スル S ナ濾去シ濾液ニ Fe_2Cl_6 ナ加フレバ血赤色ヲ呈スベシ $2\text{KCN} + (\text{NH}_4)_2\text{S}_{1+x} = 2\text{NH}_4\text{CNS} + \text{K}_2\text{S} + (x-1)\text{S}$; $6\text{HCNS} + \text{Fe}_2\text{Cl}_6 = 6\text{HCl} + \text{Fe}_2(\text{CNS})_6$ (血赤色溶液) (5) AgCl; AgBr; AgI; 及 AgCN' ノ分離及檢出 沈澱ヲ濃 HNO_3 ト煮沸シ傾瀉法ニヨリテ濾別スベシ <div style="margin-left: 40px;"> <p style="text-align: center;">沈 澱 AgCl; AgBr; AgI 水洗後稀薄 NH_4OH(1:20) ト振盪シ傾瀉濾別スベシ</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="width: 45%;"> <p style="text-align: center;">沈 澱 AgBr; AgI 一ニ回 NH_4OH(1:20) ニテ振盪傾瀉シ(液ハ廢棄スベシ)次テ濃 NH_4OH ト加温振盪シテ直ニ傾瀉濾別スベシ</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="width: 45%;"> <p style="text-align: center;">沈 澱 AgI 沈澱ハ一ニ回濃 NH_4OH 次テ濃湯ニテ振盪傾瀉シ少量ノ水ニ浮ヘ Zn 片ト稀 H_2SO_4 トナ加ヘ少時加熱シ直チニ濾別スベシ (Zn 片ハ溶解シ去ラザルヲ要ス) $2\text{AgI} + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{Zn} = 2\text{HI} + \text{ZnSO}_4 + \text{Ag}_2$ (Zn 片ニ附着ス) 濾液ヲ I'(3) ニヨリ確定スベシ</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p style="text-align: center;">濾 液 AgBr ノ NH_4OH 溶液 稀 HNO_3 ニテ酸性トシ再ビ AgBr ナ沈澱セシメ煮沸ニヨリ集團セシメ AgI ノ場合ノ如ク Zn ト H_2SO_4 ニテ還元シ Br(3) ニヨリ確定スベシ</p> </div> </div> </div> <div style="width: 45%;"> <p style="text-align: center;">濾 液 $2\text{AgCl} \cdot 3\text{NH}_3$ HNO_3 ニテ酸性トスレバ再ビ AgCl (白色)ナ沈澱スベシ</p> </div> </div> </div> <div style="margin-left: 40px;"> <p style="text-align: center;">濾 液 AgNO_3 HCl ナ加ヘテ AgCl (白色)ナ沈澱スレバ間接ニ CN' ノ存在ヲ確認ス CN'(1).</p> </div>

注意 Cl 水ヲ用ユル時ハ一滴添加毎ニ可検液ヲ振盪シテ更ニ一滴ナ加ヘ遂ニ十分ニ呈色セシメテ止ムベシ若シ過剰ニ失スルトキ一旦遊離セル Br_2 , I_2 ハ更ラニ酸化セラレ遂ニ HBrO_3 , HIO_3 トナル

陰 性 い お ん の 検 出 (第 四 表)

第二類(乙)及第三類陰性いおんノ検出

い お ん	確 定 試 験	注 意
$C_2H_3O_2'$	<p>(1) 可検液ヲ稀 HCl ニテ中性*トシ Fe_2Cl_6 ナ加フレバ赤色溶液 ($Fe_2(C_2H_3O_2)_6$) ナ化生スルモ煮沸スレバ加水分解シテ $Fe_2(C_2H_3O_2)_2O_2$ ナ沈澱シ液ハ無色トナル</p> <p>(2) C_2H_5OH, 濃 H_2SO_4 ト混和シテ熱スレバ $C_2H_5.C_2H_3O_2$ ノ發散ニヨリ芳香ヲ放ツ $C_2H_5.OH + H_2SO_4 (脱水劑) + H.C_2H_3O_2 = C_2H_5.C_2H_3O_2 (えちる醋酸) + (H_2O + H_2SO_4)$</p> <p>(3) 蒸發乾涸シテ As_4O_6 ト混和シテ灼ケバ葫蘆ノ不快臭ヲ放ツ $As_4O_6 + 8CH_3.CO_2Na = 4CO_2 + 4Na_2CO_3 + 2[As(CH_3)_2]_2O (酸化かこちーる)$</p>	<p>*可検液(あるかり性)ヲ中和セズシテ Fe_2Cl_6 ナ加フレバ $Fe_2(OH)_6$ ナ沈澱スベシ又可検液ガ PO_4''' ナ含ムトキハ $Fe_2(PO_4)_2$ ナ沈澱スベシコレヲ濾別シ濾液(赤色)ヲ煮沸スレバ新タニ沈澱ヲ生ジ液ハ無色トナルベシ CNS' モ亦 Fe_2Cl_6 ニヨリ血赤色溶液ヲ生ズルモ煮沸ニヨリ分解スルコトナシ</p>
NO_2'	<p>(1) 可検液ニ稀 H_2SO_4 及 $FeSO_4$ ナ加フレバ發生スル NO ハ Fe^{++} ト作用シテ黒褐色ノ錯いおん ($Fe(NO)''$) ナ化生シ液ハ其色ヲ呈スレドモ極メテ不安定ニシテ熱スレバ容易ニ分解シテ NO ナ放ツ $2HNO_2 = H_2O + NO + NO_2; Fe^{++} + NO \rightleftharpoons Fe(NO)''$</p> <p>(2) 可検液ヲ稀 H_2SO_4 又ハ $H.C_2H_3O_2$ ニテ酸性トシテ KI 澱粉ヲ加フレバ直ニ藍變スベシ* $KI + H.C_2H_3O_2 = K.C_2H_3O_2 + HI; KNO_2 + H.C_2H_3O_2 = K.C_2H_3O_2 + HNO_2; 2HI + 2HNO_2 = 2H_2O + 2NO + I_2$ コノ法ハ極メテ鋭敏ナレバ其微量ヲ含ム溶液中ヨリ檢出スルニ適ス。飲料水中ノ NO_2' ハ屢コノ法ニヨリ檢出セラル</p>	<p>*可検液ガ若シ I' ナ含有スルトキハ稀 H_2SO_4 ノ添加ニヨリ HI ナ發生シコノモノ更ニ分解シテ I_2 ナ遊離シ澱粉糊ヲ藍變シ NO_2' ト誤認スルコトアリ故ニ I' ノ存在ヲ知レバ先ヅ Ag_2SO_4 ナ加ヘ I' ナ AgI トシテ析出セシメタル濾液ニツキ本條ノ檢出法ヲ行フベシ</p>
ClO_3'	<p>(1) 可検液ニ濃 HCl ナ加ヘテ煮沸スレバ Cl_2 ナ發生スベシコノ間液ハ著シク黄色 (ClO_2) ナ呈スベシ又コノ氣ヲ KI 溶液ノ上ニ傾瀉振盪スレバ I ナ析出シ溶ケテ液ニ赤褐色ヲ附與スベシ $HClO_3 + HCl = H_2O + ClO_2 + Cl_2; ClO_2 + 4HCl = 2H_2O + 5Cl$</p> <p>(2) 可検液ニ Zn 及稀 H_2SO_4 ナ加ヘテ熱スレバ還元セラレテ Cl' トナリ $AgNO_3$ ニ逢フテ $AgCl$ ナ沈澱スベシ(可検液ニ豫メ $AgNO_3$ ナ加ヘ沈澱ヲ化生スレバコレヲ濾過シテ濾液ニツキ本法ヲ施スベシ)</p>	<p>*コノトキ一二滴ノ $CuSO_4$ ナ添加スルトキハ還元セラレタル Cu ハ Zn ニ附着シコノニ Cu-Zn 双極ヲ作り還元作用ヲ促進スベシ。</p>
NO_3'	<p>(1) 可検液ニ多量ノ $FeSO_4$ ナ加ヘ能ク混和シ一二滴ノ稀 H_2SO_4 ナ加ヘ暗褐色ヲ呈スレバ NO_2' ノ存在ヲ證スルヲ以テ先ヅコレヲ除去スベシ即チ更ニ必要量(分解ニ)ノ稀 H_2SO_4 ナ加ヘ加温(煮沸スベカラズ)振盪シテ NO ナ驅逐シ次テ空氣ヲ吸込ミ最後ニ殘留スル NO ナ驅逐スベシ 以上ノ法ニヨリ可検液中ノ NO_2' ナ分解驅逐シタル後冷却シ試験管ヲ傾ケテ濃 H_2SO_4 ナ其内壁ニ沿フテ徐カニ流下シ二層ヲ生セシムルトキハ少時ノ後明カニ暗褐色ノ中間輪層ヲ生ズ* $2HNO_3 + 3H_2SO_4 + 6FeSO_4 = 3Fe_2(SO_4)_3 + 4H_2O + 2NO; NO + FeSO_4 = Fe(NO).SO_4$</p> <p>(2) 可検液ヲ稀 H_2SO_4 若シクハ $H.C_2H_3O_2$ 酸性トシ其一部ニ KI 澱粉糊ヲ加ヘテ藍色ヲ呈セザルヲ確認シ(NO_2' ガ混在セザルキノミコノ法ハ用ユルヲ得ベシ)殘部ニ Zn ノ小片及一二滴 $CuSO_4$ ナ加ヘ少時加熱還元シタル後濾過シ濾液ヲ冷却シテ KI 澱粉糊ヲ加フレバ直チニ藍變スベシ コノ法ハ極メテ鋭敏ナレバ微量ノ NO_3' ナ檢出スルニ適ス。</p>	<p>*可検液ガ Br', I', CrO_4'' ナ含ムトキハ濃 H_2SO_4 ノ注加ニヨリ有色層ヲ生ジ且ツ Fe^{++} ノ還元作用ヲ妨グ故ニ其混在ヲ認ムレバ中性若シクハ $H.C_2H_3O_2$ 酸性トシ Ag_2SO_4 ナ加ヘ生ズル沈澱 ($AgBr, AgI, Ag_2CrO_4$) ナ濾過シ透明濾液ニツキ本法ヲ施スベシ。又 ClO_3' ナ含ムトキモ亦有色層 (ClO_2) ナ生ズルモコレハ黄色ニシテ且ツ上層液モ亦明カニ黄色ヲ呈スベシ猶コレヲ除去スルニハ濃 HCl ト煮沸分解シ猶殘留スル Cl_2 ハ $Na_2S_2O_3$ ニテ除去シ生ズル遊離 S ナ煮沸濾去シタル濾液ニツキ本條ノ檢出法ヲ行フベシ</p>

固形體ノ處理

固形體ハ一般ニ溶液トス其一般處理法次ノ如シ

- (I) 粉碎. 乳鉢ノ類ニテ粉碎スベシコレ其溶解ヲ速進スル上ニ極メテ緊要ナル處理タリ
- (II) 水トノ處理. 水ヲ加ヘテ振盪スルカ又ハ煮沸スベシ而シテ可溶分ヲ含ムヤ否ヤハ液ノ一小部分ヲ蒸發乾涸スルコトニヨリ決定セラル若シ多少溶解スルヲ認ムレバ可溶分ノ全部ヲ溶解スルヲ期スベシ(以下各種ノ溶劑ニ對スルモ亦同ジ)
- (III) 稀酸トノ處理. 稀 HCl ヲ加ヘテ煮沸シ殘滓ハ十分ニ水洗シ HCl ノ痕跡ナキニ至リ更ラニ稀 HNO₃ ト煮沸スベシ.
- (IV) 濃酸トノ處理. 濃 HCl 及濃 HNO₃ ト煮沸スベシ.
- (V) 王水トノ處理. 殘留物ハ王水ト煮沸スベシ.

以上ノ處理ニヨリテ得タル各溶液(酸ニ溶カシタルモノハ煮沸ニヨリ過剩ノ酸ヲ驅逐シテ後稀釋スベシ)ハ其互ニ沈澱ヲ生セザルモノハ相混和シテ一液トナスヲ得ベク沈澱ヲ生ズルモノハ各別ニ保存スベシ(第一液トス)

- (VI) 不溶解分ノ處理. 水ニモ酸ニモ溶解セザル部分ハコレヲ乾燥シコレニ約四倍ノ熔劑(Na₂CO₃, K₂CO₃ 又ハ Na₂CO₃+K₂CO₃ニ少量ノ KNO₃ ヲ加ヘタルモノ)ト混和シ灼熱熔融セシメ氣泡ノ發生ヲ見ザルニ至リ冷却シテ固塊(少量ノ水ヲ加ヘテ急ニ加熱スレバ固塊ハ器ヨリ容易ニ分離スベシ)ヲ破碎シ少量ノ水ト煮沸シ溶解シテ溶液トナスベシ(第二液)殘滓ハ洗液があるかり性ヲ呈セザル迄水洗シテ稀 HNO₃ ニ溶解スベシ(第三液)

以上ノ方法ニヨリ得タル三種ノ溶液中所含ノいおんハ各別ニ檢出スベシ

又不溶性硅酸鹽中ニ含有スル Na⁺ 又ハ K⁺ ヲ檢出セント欲セバ熔劑ヲ次ノ如ク變更處理スベシ.

可檢物ニ約等量ノ NH₄Cl 及八倍量ノ CaCO₃ ヲ混和シ最初徐カニ終リニ強ク約半時間熱シタル後水ニテ温浸シ溶液ニ (NH₄)₂CO₃ ヲ加ヘテ Ca⁺⁺ ヲ沈澱シ濾液ノ焰色反應ヲ檢スベシ.

發行所

東京牛込早稻田

早稻田大學出版部

振替東京一二三番電話番町三四二番

印刷者 渡邊八太郎

東京市牛込區榎町七番地

發行者 荒川信賢

東京市小石川區音羽町四丁目十一番地

著者 牧野鑑造



大正三年八月三十日發行

大正三年八月十七日印刷

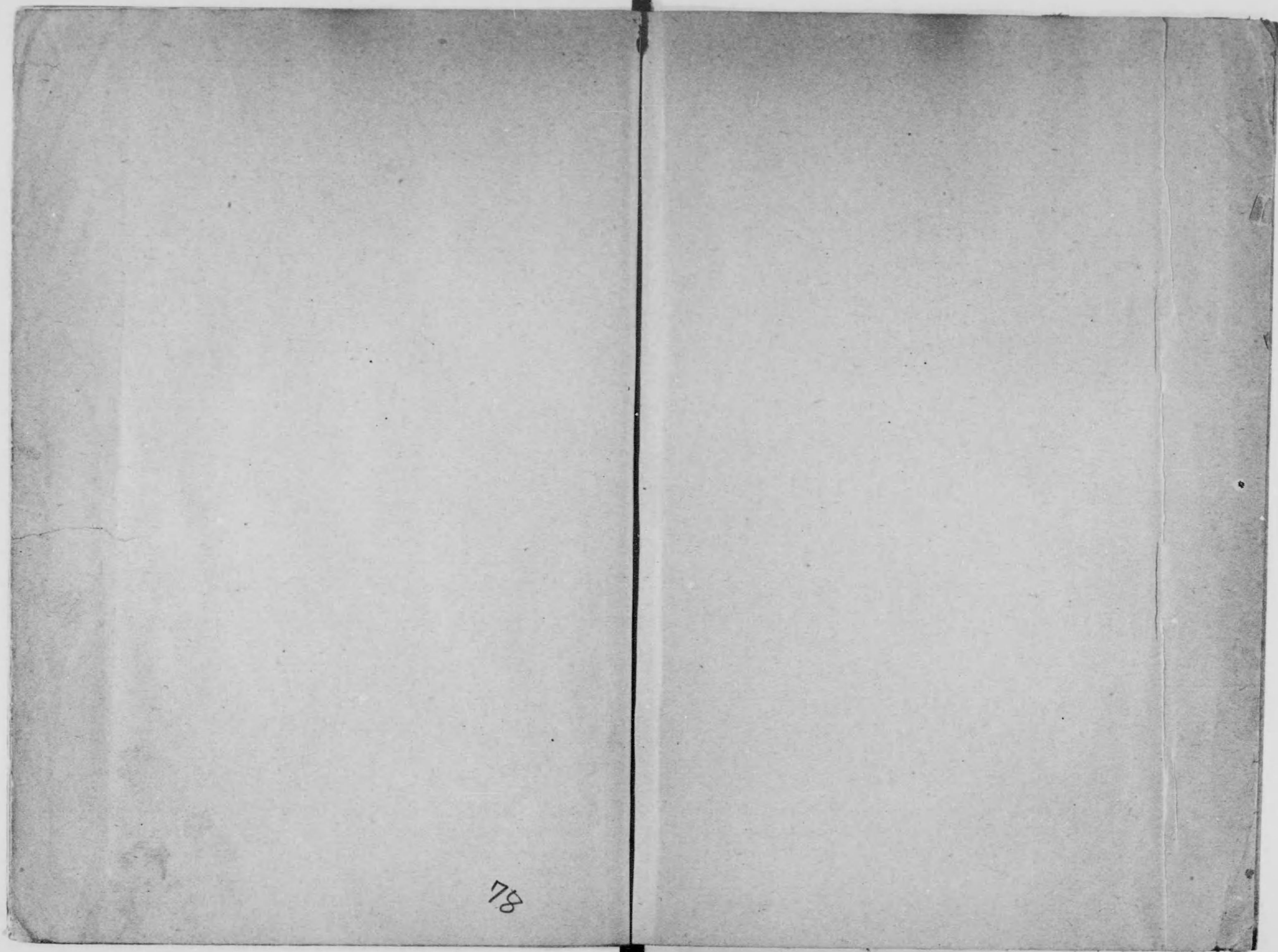
日清印刷株式會社印刷

賣 捌 所

東京神田
東京日本橋
東京京橋
東京京橋
大阪北區

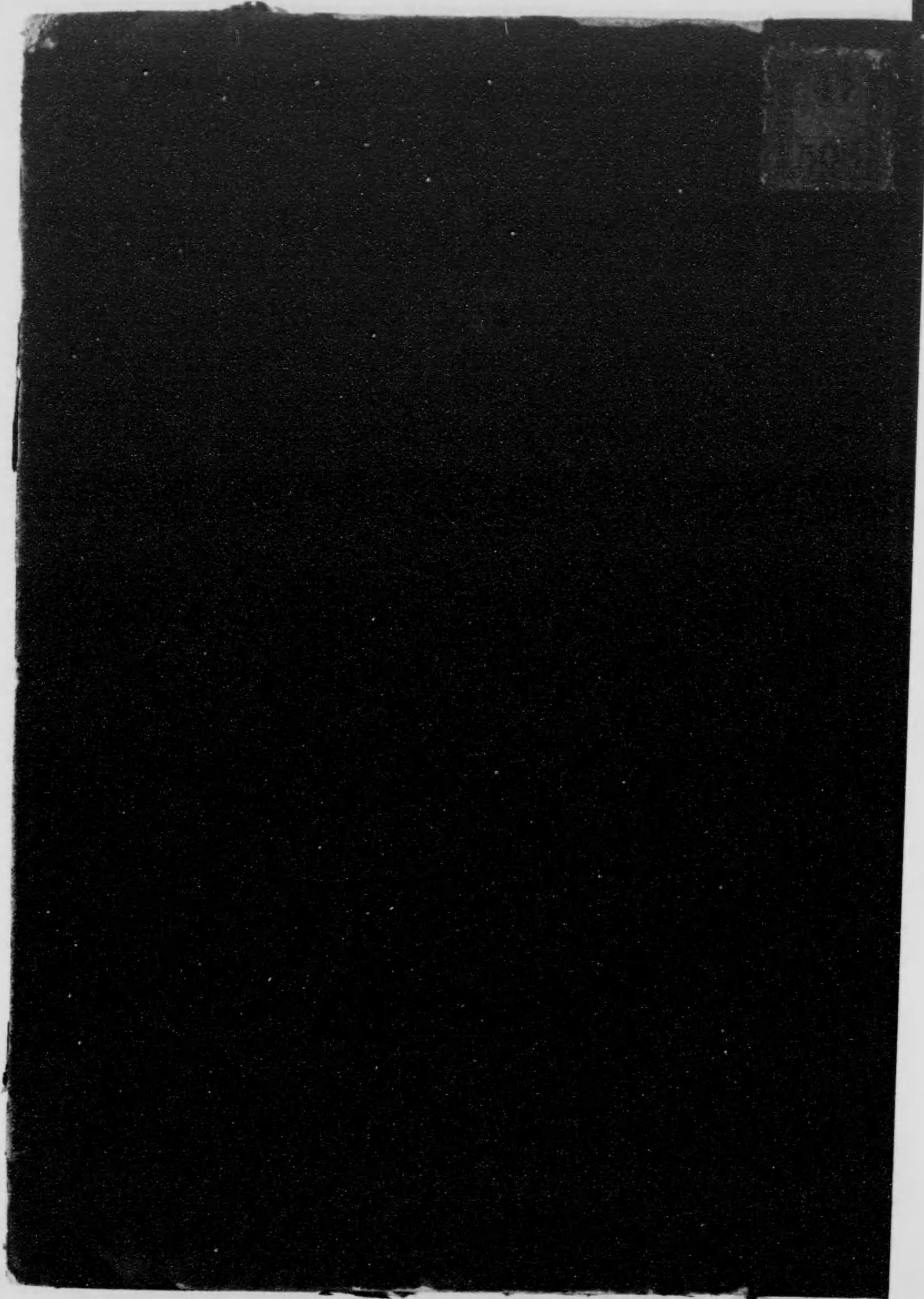
東京堂
東京誠堂
東京隆館
東京海堂
盛文館

(其他各地書肆)



78

47
508



終