

# 純物質の単離（ろ過，蒸留，昇華）

## ・実験目的

混合物から純物質を得る操作のうちからろ過蒸留と昇華を実際に行い，純物質の単離の原理を理解するとともに各操作をマスターする。また単離した物質の確認を行う。

## ・実験準備

器具：ロート，ロート台，ろ紙，枝付きフラスコ，リービッヒ冷却管，スタンド，三脚，金網，ゴム管，ビニール管，洗浄ピン，コニカルビーカー，ゴム栓，温度計，ビーカー，丸底フラスコ，沸騰石，砂皿，葉サジ  
試薬：塩化ナトリウムと炭酸カルシウムの混合物，粗製ヨウ素，ヨウ化カリウム，酸化カルシウム，乾燥昆布，その他確認実験に必要な試薬

## ・実験方法

### 実験 1：ろ過

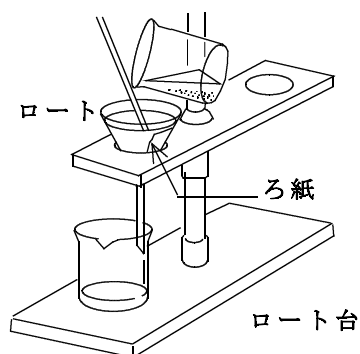
#### 《実験方法》

葉サジ(大) 1杯の塩化ナトリウムと炭酸カルシウムの混合物を蒸留水50mlに溶かす。

の溶液をろ過して沈殿物とろ液を得る。

#### ろ過の注意事項

- ・ろ紙を四つ折りにして一つのすみをちる。
- ・ろ紙を開いてロート内壁に押しつけて，留水を吹き付けて密着させる。
- ・ロートの足はビーカーの内壁につける。
- ・ろ過する液はガラス棒を伝わらせて入る。
- ・ガラス棒の先はろ紙が三重になっているころにあてる。
- ・溶液から先に入れ，沈殿物は後でガラスでかき集めて移す。
- ・入れる溶液はろ紙の縁から1cm位下までにする。
- ・ろ過が終わったら沈殿を洗浄する。



#### 《考察》

得られた沈殿は炭酸カルシウムだと思われる。沈殿が炭酸カルシウムであることを確認する方法を記せ。また実際に確認実験を行い，その結果を記せ。

[確認方法]

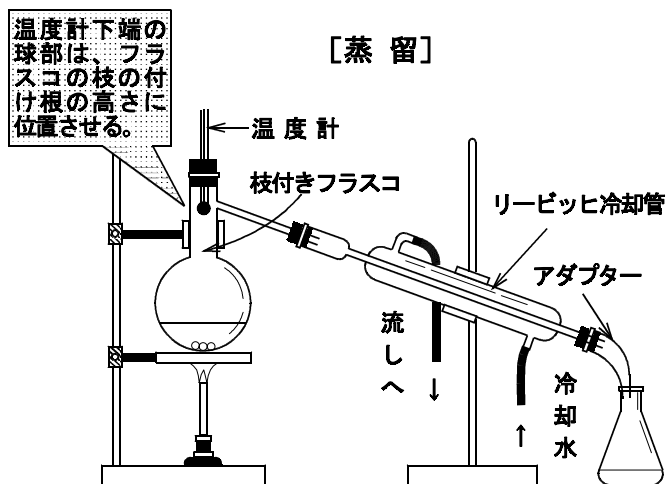
[実験結果]

## 実験 2 : 蒸留

### 《実験方法》

実験 1 で得られたろ液 5ml を別の試験管にとる。

使用する器具を水道水でよく洗い，更に蒸留水で洗浄する。枝付きフラスコに の残りのろ液と沸騰石を入れる。その際，ろ液が枝の中に流れ込まないように注意する。下の図のような蒸留装置を組み立てる。



蒸留を行う。その際，以下の各事項に注意すること。

- ・加熱は，はじめは強く熱し，沸騰が始まったらガスバーナーの炎を調節して，余り激しくない沸騰が継続するようにする。
- ・温度計をとりつける位置に注意すること。
- ・冷却水を流す方向に注意すること。リービッヒ冷却管の中がたえず冷たい状態にいるように注意すること。また，ゴム管が折れ曲がらないように注意すること。
- ・蒸留の初期には，揮発性の不純物が混入したものでてくるからはじめに流出した液（これを初留という）捨てなければならない。温度計の温度に注意して，温度計の指示する温度が一定になってから蒸留した水を三角フラスコに集める。また，そのときの温度を記録する。 温度 ( )

### 《考察》

蒸留とはどのような操作のことか。

蒸留装置について以下の点について考察せよ。

- (1) 蒸留前に使用する器具を蒸留水で洗浄しなければならないのはなぜか。また，枝付きフラスコにろ液を入れるときに枝の中にろ液が入らないようにしなければならないのはなぜか。

(2)なぜ温度計の球部を枝付きフラスコの枝分かれの位置に取り付けなければならないか。温度計は何の温度を測定しているのかを考察しながら答えよ。

(3)なぜ冷却水を下から上へ流さなければならないのか。冷却水を逆に流したらどのような不都合が起きるかを考えて説明せよ。

蒸留する溶液や溶媒の種類によって適切な蒸留装置の熱源を選ばなければならないという。どのような点の注意して熱源を選ばなくてはならないか。

沸騰石の役割は何か。沸騰石を入れなくても蒸留はできるがどのような不都合があると思われるか。

蒸留して流出してきた溶媒（水）には、塩化ナトリウムは含まれていないはずである。塩化ナトリウムが含まれていないことを確認する方法を記せ。また実際に実験を行いその結果を記せ。

[確認方法]

[実験結果]

### 実験 3：粗製ヨウ素の昇華による精製

#### 《実験方法》

市販のヨウ素は通常水分や塩素，臭素など混入している。これを精製するには，ヨウ素1g に対してヨウ化カリウム 1 g 及び酸化カルシウム 2 g を乳パチでよく混ぜ合わせる（ここまは実施済み）。これを薬サジ(大)に $\frac{1}{2}$ 杯取り乾燥したビーカーに入れる。

上記のビーカーを砂皿に乗せ，ビーカーのちょうど乗るぐらいの大きさの丸底フラスコに氷と水を入れてビーカーの上に乗せる。

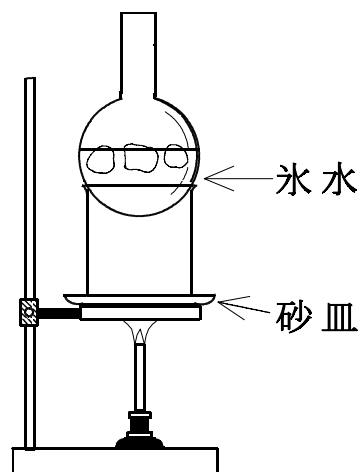
ビーカーを弱く加熱すると，ヨウ素が昇華して丸底フラスコの底に析出する。

ヨウ素の蒸気の色，ヨウ素の蒸気から結晶析出する様子を観察する。

昇華が終わったら火を止め，丸底フラスコ底からヨウ素をこすり取り，試薬ビンに入る。

#### 【注意事項】

ヨウ素の蒸気は有毒なので，吸い込まないように注意する。また，皮膚に触れると，触れた部分が褐色になる。褐色に変色した部分はしばらくすれば脱色するが，触れないように注意する。



#### 《実験結果》

ヨウ素の蒸気の色 ( ) 色

ヨウ素の結晶が付着する様子

#### 《考察》

ヨウ素に含まれる不純物の水・塩素・臭素は加熱によって気化するので，昇華の操作によっても除去することがむずかしい。これらの不純物を除去するためにヨウ化カリウムや酸化カルシウムが使用されている。どのような変化を起こすことを期待しているのか。

昆布などの海草類にはヨウ素が多く含まれているという。それらのヨウ素を昇華によって集めようと思い，乾燥した昆布に対して上記の実験を行ってみた。ヨウ素を集めることは可能だろうか。予想してみよ。また実際に実験を行って確かめてみよう。

[予想とその理由]

[実験結果]