

溶液中金、银、铜的提取及鉴定

一、实验目的

- 1. 了解化学置换反应的基本原理。
- 2. 掌握几种金属离子的基本化学鉴定方法。

二、实验原理

自然界纯金极少,含金矿物常含银、铜、铁、钯、铋、铂、镍、碲、硒、锇等伴生元素,自然含金矿物中含银 15%以上者称银金矿、含铜 20%以上者称铜金矿、含钯 5-11%者称钯金矿、含铋 4%以上者称铋金矿。

根据各类含金矿石的特点,可采用重选、混汞、浮选、氰化、硫脲、炭浆和树脂吸附等技术中的一种或多种综合性的工艺进行提金。其中的氰化、硫脲法均是先将矿石中单质的金进行氧化,形成相应的配合物后再进行还原,最后得到单质金。根据金属活动顺序,即 K、Ba、Ca、Na、Mg、Al、Mn、Zn、Cr、Fe、Ni、Sn、Pb、(H)、Cu、Hg、Ag、Pt、Au。位置较前的金属单质可以将位置较后的金属离子置换为金属单质。

本实验根据置换反应原理,利用金属镍的活泼性,从含金、银、铜离子的模拟混合液中提取金属单质,使其在镍丝表面形成金属薄膜。

为检验所置换出来的金属,将 2 根经过置换反应的镍丝分别浸入 6 mol/L 的硝酸溶液和 氨水中,再对此溶液进行进一步的鉴定,其原理如下图所示:

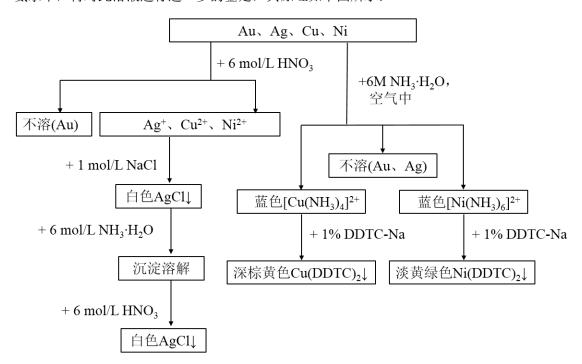


图 1 金、银、铜、镍金属及离子的鉴定流程示意图

水合的二乙基二硫代氨基甲酸钠,是普遍使用的铜试剂,在弱酸性、中性或弱碱性时,



能与铜离子发生特征反应,生成摩尔比为1:2的深黄棕色配合物沉淀:

$$\begin{array}{c} \begin{array}{c} S \\ \parallel \\ 2(C_2H_5)_2N\text{-}C\text{-}S\text{-}Na + Cu^{2+} \end{array} \\ \hline \\ (C_2H_5)_2N\text{-}C\text{-}S \\ (C_2H_5)_2N\text{-}C\text{-}S \\ \parallel \\ S \end{array}$$

模拟混合液由 HAuCl₄、AgNO₃、CuCl₂、NaCl 及水按一定比例配制而成。若对模拟液中所含金属离子的种类进行鉴定,亦可利用上述原理进行。因模拟液中含有大量 Cl⁻,所以模拟液中的银离子以[AgCl₂]-存在。上述鉴定涉及的主要反应方程式如下:

$$Ag + 2H^{+} + NO_{3}^{-} = Ag^{+} + NO_{2} \uparrow + H_{2}O$$

$$Ag^{+} + Cl^{-} = AgCl \downarrow (白色)$$

$$AgCl + 2NH_{3} \cdot H_{2}O = [Ag(NH_{3})_{2}]^{+} + Cl^{-} + 2H_{2}O$$

$$Cu + 4H^{+} + 2NO_{3}^{-} = Cu^{2+} + 2NO_{2} \uparrow + 2H_{2}O$$

$$Cu^{2+} + 4NH_{3} \cdot H_{2}O = [Cu(NH_{3})_{4}]^{2+} \quad (蓝色) + 4H_{2}O$$

$$[Cu(NH_{3})_{4}]^{2+} + 2DDTC^{-} + 4H_{2}O = Cu(DDTC)_{2} \downarrow (深黄棕色) + 4NH_{3} \cdot H_{2}O$$

$$Ni + 4H^{+} + 2NO_{3}^{-} = Ni^{2+} + 2NO_{2} \uparrow + 2H_{2}O$$

$$2Cu + 8NH_{3} + 2H_{2}O + O_{2} = 2 [Cu(NH_{3})_{4}]^{2+} \quad (蓝色) + 4OH^{-}$$

$$2Ni + 12NH_{3} + 2H_{2}O + O_{2} = 2 [Ni(NH_{3})_{6}]^{2+} \quad (蓝色) + 4OH^{-}$$

$$[Ni(NH_{3})_{6}]^{2+} + 2DDTC^{-} + 6H_{2}O = Ni(DDTC)_{2} \downarrow \quad (淡黄绿色) + 6NH_{3} \cdot H_{2}O$$

$$Ag^{+} + 2Cl^{-} = [AgCl_{2}]^{-}$$

三、实验仪器和试剂

仪器及材料:磁力搅拌器,试管架,平口试管,滴管,砂纸,镊子,pH 试纸,烧杯,结晶皿,玻璃棒,表面皿

试剂: 镍丝 (2.5N, Ø1 mm), 铜丝 (3N, Ø0.45 mm), HAuCl₄ (A.R.), AgNO₃ (A.R.), CuCl₂ (A.R.), NaCl (A.R.), HNO₃ (A.R.), NH₃·H₂O (A.R.), 三水合二乙基二硫代氨基甲酸钠 (DDTC-Na, 铜试剂, A.R.)

溶液: 模拟混合液 (由 HAuCl₄、AgNO₃、CuCl₂、NaCl 及水配制而成), 6 mol/L HNO₃ 溶液、6 mol/L NH₃·H₂O 溶液, 1 mol/L NaCl 溶液, 1% DDTC-Na 溶液, 去离子水

四、实验内容

(以下所有步骤的实验现象均需解释原因,如果发生了化学反应必须写出相应的反应方程式)

1. 模拟液中 Ag⁺、Cu²⁺的鉴定 在模拟液中,金、银、铜三种元素分别以[AuCl₄]⁻、[AgCl₂]⁻以及[CuCl₄]²⁻配离子的形式



存在。

在装有 1.5 mL 模拟液的试管中加入约 4 mL 去离子水,振荡。若溶液变浑浊,取其中约 1.5 mL 溶液于另一洁净试管中,并加入 3~5 滴 6 mol/L NH₃·H₂O 溶液,若溶液由浑浊变澄清,再加入 6 mol/L HNO₃ 酸化,若溶液重新变浑浊,说明 Ag⁺离子存在。

取 $1.5 \, \text{mL}$ 模拟液至试管中,加入数滴铜试剂,振荡,观察实验现象。若出现棕黄色沉淀,说明模拟液中有 Cu^2 +离子存在。

- 2. 溶液中金、银、铜的提取及鉴定
- 2.1 镍丝的表面处理

取两根长约 7 cm 的镍丝,用砂纸充分打磨其中的一端(约 2 cm 长)后,再用洗涤剂清洗,以除去表面油污,并用去离子水淋洗后备用。

2.2 溶液中金、银、铜的提取

在两支试管中分别加入约 1.5 mL 的模拟液,再将两根镍丝经表面处理的一端分别插入模拟液中。打开磁力搅拌器,设置水浴温度为 35 °C,将两支试管放入 100 mL 烧杯中,烧杯中加入适量水,再在水浴锅中加热,观察镍丝表面的变化,记录现象。30 min 后,将镍丝取出,用去离子水淋洗干净,去除附着在镍丝表面的金属离子,即得到经镍置换的金属膜。

2.3 提取物中金、银、铜的鉴定

将其中一根经置换的镍丝插入洁净的试管中,加入约 1.5 mL 的 6 mol/L HNO₃ 溶液,振 荡试管并不时地观察,直至有细小的金属丝脱落。若该浸出液中脱落的细小金属丝在 6 mol/L HNO₃ 不溶,则有金的存在。

取出一半浸出液至另一支洁净的试管中,加数滴 1 mol/L NaCl 溶液,按照上述方法判断浸出液中是否有 Ag^{\dagger} 离子存在。

将另一根经置换的镍丝插入洁净的试管中,加入约 $1.5\,\mathrm{mL}$ 的 $6\,\mathrm{mol/L}$ 的 $\mathrm{NH_3\cdot H_2O}$ 溶液,振荡,观察现象;再加入数滴铜试剂,振荡,观察是否有 $\mathrm{Cu^{2+}}$ 离子存在。此外,将纯铜丝插入另一根含 $6\,\mathrm{mol/L}$ 的 $\mathrm{NH_3\cdot H_2O}$ 的试管中,振荡,观察现象;再加入数滴铜试剂,振荡,用于实验对比。

五、思考题

- 1、 为何对模拟液进行稀释后会出现白色浑浊现象?
- 2、 实验中银离子的鉴定步骤中需要加入 NH₃·H₂O 溶液,再加入 HNO₃ 酸化,请解释原因。

六、注意事项

1、 由于镍丝表面存在氧化膜,通过打磨以去除。

参考资料

[1] 天津大学无机化学教研室,无机化学(第三版)[M],高等教育出版社,2002



[2] 宋天佑, 无机化学(下册)[M], 高等教育出版社, 2004