

## 实验 5：混合阴离子分离检出

学号: 2500011800	姓名: 金安逊	院系: 化学与分子工程学院
所在实验室: 第一实验室	实验日期: 2025.10.23	室温 (°C): 118

### 一、Cl<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、I<sup>-</sup>溶液的分离检出

序号	操作对象	操作内容	现象	结论
1	Cl <sup>-</sup> 、Br <sup>-</sup> 、I <sup>-</sup> 溶液	混合溶液: 30 滴 AgNO <sub>3</sub> (0.1 M): 60 滴 HNO <sub>3</sub> (6M): 3 滴 离心分离沉淀, 洗涤 2 次	先生成黄色沉淀, 后来黄色固体沉底, 上方为白色悬浊液。离心后得到黑色固体。	
2	1 中沉淀	氨水 (2M): 20 滴	无明显现象	
3.1	2 中上清液	HNO <sub>3</sub> (6M): 2 滴	立即生成乳白色浑浊	2 中上清液中检出 Cl <sup>-</sup>
3.2	2 中沉淀	锌粉: 3 小匙 去离子水: 1mL 搅拌, 离心分离出清液 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (2M): 2 滴 环己烷: 1mL 氯水: 10 滴, 逐滴加入		2 中沉淀检出 I <sup>-</sup> , Br <sup>-</sup>

## 二、 $S^{2-}$ 、 $S_2O_3^{2-}$ 、 $SO_3^{2-}$ 溶液的分离检出

序号	操作对象	操作内容	现象	结论
1	$S^{2-}$ , $SO_3^{2-}$ , $S_2O_3^{2-}$ 溶液	混合溶液: 2 滴 硝普钠溶液 (0.05M): 1 滴	硝普钠为棕色溶液, 两者混合后立即变为深紫色	溶液中检出 $S^{2-}$
2.1	$S^{2-}$ , $SO_3^{2-}$ , $S_2O_3^{2-}$ 溶液	碳酸镉粉末: 3 小匙, 离心	白色粉末变成黄色沉淀	
2.2	2.1 中清液	清液: 2 滴 硝普钠 (0.05M): 1 滴	无明显现象	$S^{2-}$ 已被完全除去
3	2.1 中清液	HCl (6M): 5 滴	开始无现象, 静置片刻后产生白色沉淀	溶液中检出 $S_2O_3^{2-}$
4.1	2.1 中清液	$Sr(NO_3)_2$ (0.5M): 20 滴 加热: 3~4min 离心	生成白色浑浊	
4.2	4.1 中沉淀	HCl (2M): 30 滴, 搅拌, 离心	沉淀产生少量气泡, 搅动后近乎全部溶解	
4.3	4.2 中清液	$BaCl_2$ (0.5M): 20 滴, 离心	产生极少量白色浑浊	
4.4	4.3 中清液	$H_2O_2$ (3%): 5 滴	立即产生白色沉淀	溶液中检出 $SO_3^{2-}$

其他值得讨论的现象:

序号	实验现象	分析讨论
1	蓝色环的上方出现少量绿色浑浊物	猜测可能是硝酸钠溶液加入过快导致发生了聚合副反应

2025年10月23日

第24页

## 实验5：混合阴离子溶液的分离及检出。

[实验目的]

1. 分离检出水溶液中的  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{Br}^-$ 、 $\text{I}^-$ 。
2. 分离检出水溶液中的  $\text{S}^{2-}$ 、 $\text{SO}_3^{2-}$ 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 。
3. 学习  $\text{CO}_3^{2-}$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{NO}_2^-$ 、 $\text{PO}_4^{3-}$  等阴离子检出方法。

[实验内容]

## 实验步骤

## 实验现象

①.  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{Br}^-$ 、 $\text{I}^-$  的分离和检出。

(1)  $\text{AgCl}$ 、 $\text{AgBr}$ 、 $\text{AgI}$  的生成。  
 $\text{AgI} + 2\text{mL Cl}^- \sim \text{Br}^- \sim \text{I}^-$  先生成黄色沉淀，后来颜色  
 $+ 2\sim 3\text{ 滴 } 6\text{ M HNO}_3 + 0.1\text{ M AgNO}_3$  完全↓。水浴 2min 缓慢变淡，最终得到  
 $\text{离心} \rightarrow$  清液沉淀 X 2。 黄色沉淀  
 $\text{离心后得灰色固体。}$

(2).  $\text{Cl}^-$  的分离检出。

沉淀(1)  $\sim 2\text{ mL}$   $2\text{ M NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 搅 1min 滴加 1 滴后立即生成  
 $\text{离心} \rightarrow$  清液  $\rightarrow$  试 1  $+ 6\text{ M HNO}_3$  乳白色浑浊。

(3).  $\text{Br}^-$ 、 $\text{I}^-$  的分离检出。

沉淀(2)  $+ 1\text{ mL } ②\text{ 水} + \text{少量乙酸} \rightarrow$  加入 2 滴氯水后上层变  
 $\text{离心, 取少量清液} + 1\text{ mL CCl}_4 + \text{氯水(试2)}$  呈红色, 下层为黄色  
 $\text{每滴 } 1\text{ 滴} \rightarrow \text{振荡} \rightarrow \text{滴加至过量}$  加入 4~5 滴后上层紫色  
 $\text{褪去} \rightarrow$  变浅黄色, 加入 10 滴后上层  
 $\text{变棕黄色。}$

②.  $\text{S}^{2-}$ 、 $\text{SO}_3^{2-}$ 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  分离和检出。

(1)  $\text{S}^{2-}$  检出 硝普钠本身为棕黄色  
 $\text{取 } 1\sim 2\text{ 滴混合液于点滴板} + 1\text{ 滴硝普钠}$  加入  $\text{S}^{2-}$  后变深紫色。

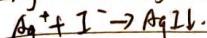
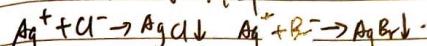
(2)  $\text{S}^{2-}$  分离

$\text{离2} + 2\text{ mL 混合液} + \text{CdCO}_3(s)$ , 搅, 离心 生成黄色沉淀  
 $\text{取1滴清液检识 } \text{S}^{2-} \text{ 是否除尽, 否则再} + \text{CdCO}_3$  加入 硝普钠无明显变化。

年月日

第25页

## 方程式与解释



$\text{AgI}$  溶解度较小, 故生成的沉淀为黄色。

$\text{AgX}$  部分先解生成  $\text{Ag}$  单质  
 $\text{故离心后呈灰色。}$

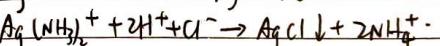
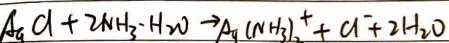
备注

溶液取用量 30 滴

$\text{HNO}_3$ : 3 滴  $\text{AgNO}_3$ : 20 滴

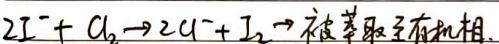
加入 20 滴后未沉淀 80 滴才沉淀

加热时间不要过长!

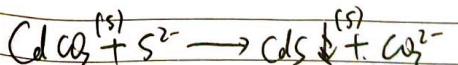
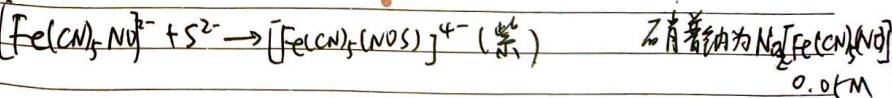
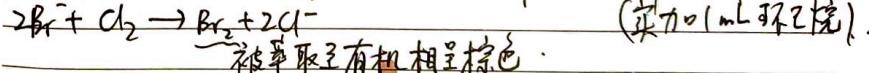
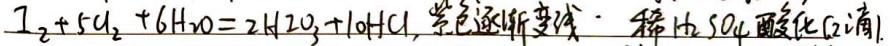


$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  加量不要过多!

另加 20 滴



而  $\text{I}^-$  还原性比  $\text{Br}^-$  强故先被氧化 加氯水前可先加少量



$\text{CdS}$  和  $\text{CdCO}_3$  反应沉淀故发生沉淀转化。

年月日  
实验步骤(3)  $S_2O_3^{2-}$  检出。  
清液(2)(几滴) + 试3 + 2滴 6M HCl

实验现象

无明显现象?  
静置 10min 后生成白色沉淀(4)  $SO_3^{2-}$  的检验。清液(2) → 离子 + 0.5M  $Sr(NO_3)_2$ . $\Delta$  3~4 min 离心 沉淀 +  $\otimes$  水洗涤 X.

离心，沉淀 + 2M HCl，搅拌离心。

清液(4) → 试4 + 0.5M  $BaCl_2$ .

→ 离心，离心 → 清液(4) → 试5.

+ 3%  $H_2O_2$  数滴。

生成白色浑浊。

离心后沉淀量与附于管壁物量

沉淀中产生少量气泡。

溶液产生白色浑浊(极少量)

立即生成白色沉淀。

3.  $CO_3^{2-}$  鉴定(气瓶法)① 取下清管，往玻璃瓶 + 少量  $CO_2$ .吸入少量饱和  $Ba(OH)_2$  瓶 + 5滴 2M HCl

插入清管，轻捏胶头

使管口处有一滴饱和  $Ba(OH)_2$  悬而不动。

轻敲瓶底，静置 2min

溶液无明显气泡产生。  
10s 内液滴产生白色浑浊。② 将  $CO_3^{2-}$  换为  $\otimes$  水做空白实验

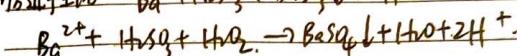
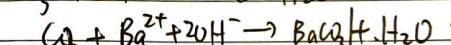
半分钟内液滴无明显现象

4.  $NO_2^-$  与  $NO_3^-$  鉴定(1)  $NO_2^-$ : 试6 + 1滴 0.5M  $NaNO_2$  + 2mL  $\otimes$  水。

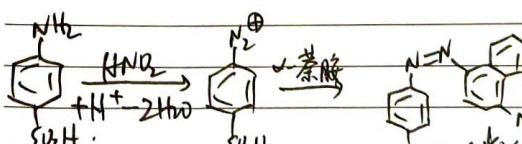
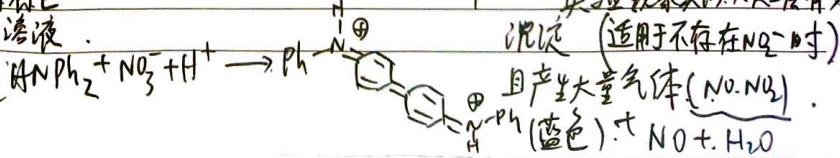
+ 几滴 6M HAc + 1滴对氨基苯磺酸。溶液立即变为浅紫红色。

+ 1滴  $\alpha$ -萘胺。后慢慢变浅，变棕，最终试7 + 5滴 0.5M  $NaNO_2$  + 1mL 6M HAc 淡黄色溶液变酒红色。+ 5滴对氨基苯磺酸 + 1滴  $\alpha$ -萘胺。滴加后变为深紫红色，振荡后变为深棕色。(2)  $NO_3^-$ : 试8 + 0.5mL 二苯胺的浓 HAc 溶液 在溶液界面生成深色管壁 +  $H_2S_2O_8$  酸化 0.5M  $NaNO_3$ .蓝色物质，而上层有部分黄色  
浑浊物。

方程式与解释。

 $H_2S_2O_8$  的分解具有一定动力学惰性  
需微热加快反应。 $SrSO_3 + 2H^+ \rightarrow Sr^{2+} + H_2SO_3$  部分分解产生  $SO_2$ . HCl 加入量 30 滴  
 $Ba^{2+} + H_2SO_3 \rightleftharpoons BaSO_3 \downarrow + 2H^+$ .若含  $SO_3^{2-}$ ,  $S_2O_3^{2-}$  等干扰  
需加 5 滴 3%  $H_2O_2$ , 把  
干扰物氧化。挥发出的  $CO_2(g)$  与暴露在液面上的  $Ba(OH)_2$ 

反应，现象较为灵敏。

证明  $CO_3^{2-}$  或  $HCO_3^-$  存在。观察在  $NO_2^-$  低浓度、  
高浓度的现象HAc: 5 滴  
水: 大约 40 滴阴亚硝酸钠做蓝色环  
假氯化物不稳定，生成盐分解  
实验现象类似，只是没有黄色  
溶液。

年月日

第 28 页

## 实验步骤

## 实验现象

5. 磷的含氧酸根鉴定。

试9+2滴0.1M  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ +4滴6M  $\text{HNO}_3$   
+8滴饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$   
△至60~70°C. 玻棒磨擦管壁。

振荡后溶液变淡黄  
加热后立即生成鲜黄色  
沉淀

## [课后问题]

1. “ $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ 的分离检出实验”，为何有同学未检出  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$  的原因？①  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  加入量过大使  $\text{AgBr}$ ,  $\text{AgI}$  溶解② 沉淀放置过久,  $\text{AgBr}$ ,  $\text{AgI}$  发生分解③ 未调节 pH, 溶液呈碱性,  $\text{I}_2$  发生歧化而溶于水相

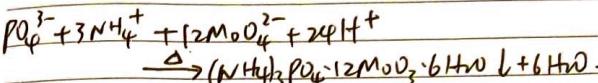
④ 将溶液稀释过少, 现象不明显

年月日

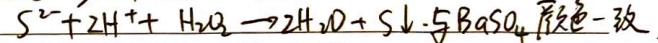
第 29 页

方程式与解释

备注

(不必区分是  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$   
还是  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$  时)证明  $\text{PO}_4^{3-}$  存在

[中国富]

2. 为什么  $\text{S}^{2-}$  会干扰  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  的检出? 而  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  又会干扰  $\text{SO}_4^{2-}$  的检出?① 若  $\text{S}^{2-}$  存在, 则在酸化时可能发生反应而在加入  $\text{H}_2\text{O}_2$  一步则会发生如下反应② 若  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  存在, 则其酸化后可生成  $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .对  $\text{SO}_4^{2-}$  造成干扰.