

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（℃）：118

一、Cl⁻、Br⁻、I⁻溶液的分离检出

序号	操作对象	操作内容	现象	结论
1	Cl ⁻ 、Br ⁻ 、I ⁻ 溶液	混合溶液：30 滴 AgNO ₃ (0.1 M)：60 滴 HNO ₃ (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 ₃ (6M)：2 滴	立即生成乳白色浑浊	2 中上清液中检出 Cl ⁻
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 ₂ SO ₄ (2M)：2 滴 环己烷：1mL 氯水：10 滴，逐滴加入		2 中沉淀检出 I ⁻ , Br ⁻

二、 S^{2-} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 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-} ， $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 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-} ， $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 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 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
4.1	2.1 中清液	$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ （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

2015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 Cl^- , Br^- , I^- .
2. 分离检出水溶液中的 S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$.
3. 学习 CO_3^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , PO_4^{3-} 等阴离子检出方法。

[实验内容]

实验步骤

实验现象

①. Cl^- , Br^- , I^- 的分离和检出。(1) AgCl , AgBr , AgI 的生成。离1 + 2mL $\text{Cl}^- \sim \text{Br}^- \sim \text{I}^-$ + 2~3滴 6M HNO_3 + 0.1M AgNO_3 至完全↓, 水浴 2min

离心, 洗涤沉淀 X 2.

先生成黄色沉淀, 后来渐变色
缓慢变淡, 最终得到
黄色沉淀
离心后得灰色固体。

(2) Cl^- 的分离检出。沉淀(1) + 1~2mL 2M $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 搅 1min离心, 清液 → 试1 + 6M HNO_3

滴加1滴后立即生成
乳白色浑浊。

(3) Br^- , I^- 的分离检出。沉淀(2) + 1mL ④水 + 少量 Zn 粉, 搅。离心, 取少量清液 + 1mL CCl_4 + 氯水(试2)

每滴1滴 → 振荡 → 滴加至过量

加入2滴氯水后上层变
紫红色, 下层为黄色
加入4~5滴后上层紫色
褪去变为浅黄色, 加入10滴后上层
变为棕黄色。

②. S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 分离和检出。(1) S^{2-} 检出取1~2滴混合液于点滴板 + 1滴 NaOH

确普纳本身为棕黄色
加入 S^{2-} 后变深紫色。

(2) S^{2-} 分离离2 + 2mL 混合液 + $\text{CdCO}_3(\text{s})$, 搅, 离心取1滴清液检测 S^{2-} 是否除尽, 否则再 + CdCO_3

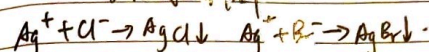
生成黄色沉淀
加入确普纳无明显变化

年 月 日

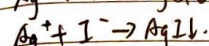
第25页

方程式与解释

备注

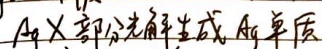


混液取用量 30 滴

 HNO_3 : 3 滴 AgNO_3 : 20 滴

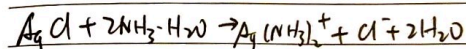
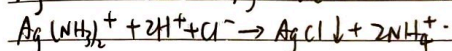
AgI 溶解度略小, 故先生成的沉淀为黄色。

加入 20 滴后未沉淀, 如滴才沉

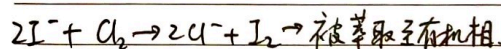


加热时间不要过长!

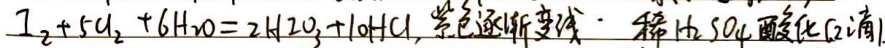
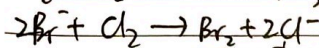
故离心呈灰色。

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

实加 20 滴

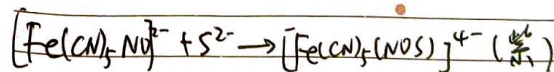
而 I^- 还原性比 Br^- 更强故先被氧化

加氯水前可先加少量

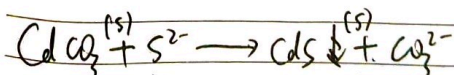
稀 H_2SO_4 酸化(2 滴)

被萃取至有机相呈棕色。

(实加 10 mL 环己烷)。



确普纳为 $\text{Na}[\text{Fe}(\text{CN})_5(\text{NO})]$
0.05M

 CdS 或 CdCO_3 更难溶故发生沉淀转化。

年 月 日

实验步骤

实验现象

(3) SO_3^{2-} 检出.

清液(2)(几滴) → 试3 + 2滴 6M HCl

无明显现象?

静置 10min 后生成白色沉淀

(4) SO_3^{2-} 的分离检出.

清液(2) → 离3 + 0.5M $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$

△ 3~4min 离心 沉淀 + 水洗涤 × 1

离心, 沉淀 + 2M HCl 搅 离心

清液(4) → 试4 + 0.5M BaCl_2

→ 离4, 离心 → 清液(4) → 试5

+ 3% H_2O_2 数滴.

生成白色沉淀.

离心后沉淀率与附于管壁物量

沉淀中产生少量气泡

溶液产生白色沉淀(极少量)

立即生成白色沉淀

3. CO_3^{2-} 鉴定(气瓶法)

① 取下滴管, 往玻璃瓶 + 少量 CO_3^{2-} .

吸入少量饱和 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 瓶 + 5滴 2M HCl

插入滴管, 轻捏胶头

使管口处有一滴饱和 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 悬而不落

轻敲瓶底, 静置 2min

溶液无明显气泡产生.

10s 内液滴产生白色沉淀.

② 将 CO_3^{2-} 换为 H_2O 做实验

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 NO_2^- + 2mL 水

+ 几滴 6M HAc + 1滴对氨基苯磺酸

+ 1滴 α -萘胺

试7 + 5滴 0.5M NO_2^- + 1mL 6M HAc

+ 5滴对氨基苯磺酸 + 1滴 α -萘胺

(2) NO_3^- : 试8 + 0.5mL α -萘胺的浓 H_2SO_4 溶液

沿管壁 + H_2SO_4 酸化 0.5M NO_3^- .

溶液立即变为浅紫红色.

后微量变浅, 变棕, 最终为

淡黄色溶液, 变酒红色

滴加后变为深紫红色, 摇后变为深棕色

在溶液界面生成深

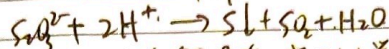
蓝色物质, 而上层有少量黄绿

色浑浊物

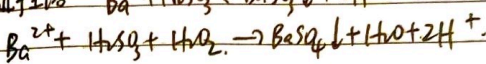
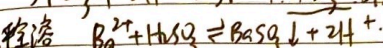
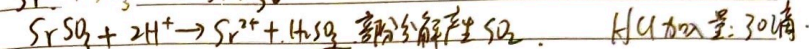
年 月 日

方程式与解释.

备注.



H_2SO_3 的分解具有一定动力学惰性
需加热加快反应.

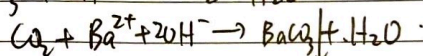
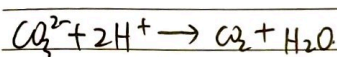


HCl 加量: 30滴.

若含 SO_3^{2-} , Sr^{2+} 等干扰.

需加 5 滴 3% H_2O_2 , 把

干扰物氧化.



挥发出来的 $\text{CO}_2(g)$ 与暴露在液面上的 $\text{Ba}(\text{OH})_2$

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.

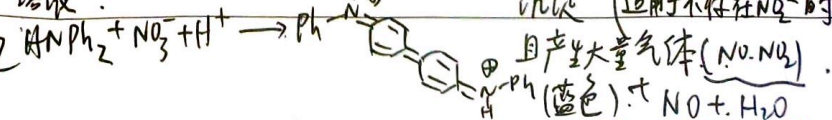


偶氮化合物不稳定, 一生成就分解

△ 用亚硝酸钠做蓝色环

实验现象类似, 只是没有黄色

沉淀 (适用于不存在 NO_2^- 时).



且产生大量气体 (NO , NO_2).

蓝色) + $\text{NO} + \text{H}_2\text{O}$

实验步骤

实验现象

5. 磷的含氧酸根鉴定

试 9 + 2 滴 0.1M Na_2PO_4 + 4 滴 6M HNO_3

+ 8 滴饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$

Δ 至 60~70°C. 玻棒摩擦管壁

振荡后溶液变淡黄

加热后立即生成鲜黄

沉淀

[课后问题]

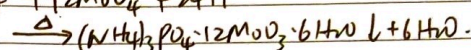
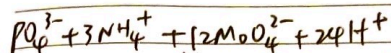
1. "Cl⁻, Br⁻, I⁻ 的分离检出实验", 为何有同学未检出 Br⁻, I⁻ 的原因?

- ① $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 加入量过大, 使 AgBr , AgI 溶解
- ② 沉淀放置过久, AgBr , AgI 发生分解
- ③ 未调节 pH, 溶液呈碱性, I_2 发生歧化而溶于水相
- ④ 将溶液稀释过多, 现象不明显

方程式与解释

备注

(不必区分是 PO_3^{3-} , PO_4^{3-} 还是 $\text{P}_2\text{O}_4^{4-}$ 时)

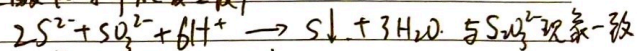


证明 PO_4^{3-} 存在

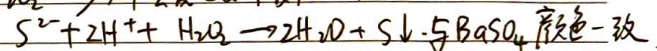
[补充]

2. 为什么 S^{2-} 会干扰 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 SO_3^{2-} 的检出?

① 若 S^{2-} 存在, 则在酸化时可能发生反应



而在加入 H_2O_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 H_2SO_3

对 SO_3^{2-} 造成干扰