

## 实验 6：阴离子未知液分析

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：2025.10.30		室温（℃）：20			未知液编号：E									
序号	操作对象	操作内容	现象	判断依据	离子检出												
					确定存在：Y；确定不存在：N；可能存在：？												
					Cl <sup>-</sup>	Br <sup>-</sup>	I <sup>-</sup>	S <sup>2-</sup>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>		
1	未知液	未知液：1 滴 广泛 pH 试纸	测得 pH 约为 6	S <sup>2-</sup> , PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> 等离子不可于弱酸性环境下存在	?	?	?	N	N	N	?	?	?	?	?		
2	未知液	未知液：3 滴 新制氨水（6M）：5 滴 氯化钡（0.5M）：2 滴	立即产生乳白色浑浊	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> （浓度高于0.04M时）	?	?	?	?	?	?	?	?	?	?	?		
3	未知液	未知液：3 滴 去离子水：5 滴 硝酸银（0.1M）：10 滴 硝酸（6M）：8 滴	先生成浅黄色沉淀，后转为橙黄，棕黄，最后得到黑色沉淀，加入硝酸后无明显变化	硫代硫酸银为白色沉淀，分解时会产生上述颜色变化，最终得到黑色硫化银固体，但一开始并未得到黑色沉淀，故不含硫离子	?	?	?	N	?	?	Y	?	?	?	?		
4	未知液/去离子水对照	未知液：3 滴 硫酸（2M）：5 滴 高锰酸钾（0.02M）：2 滴	紫红色完全褪去	SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , S <sup>2-</sup> , Br <sup>-</sup> , I <sup>-</sup> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> 均可使酸性高锰酸钾溶液褪色	?	?	?	?	?	?	?	?	?	?	?		
5	未知液/去离子水对照	未知液：3 滴 硫酸（2M）：5 滴 碘-淀粉溶液：4 滴	紫色完全褪去	SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , S <sup>2-</sup> 可被碘单质氧化	?	?	?	?	?	?	?	?	?	?	?		
6	未知液	未知液：3 滴 硫酸（2M）：5 滴 环己烷：10 滴 碘化钾（1M）：2 滴	振荡后有机层无明显变化	若存在 NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , 可将碘离子氧化使有机层显紫色	?	?	?	?	?	?	?	?	?	N	?		
7	未知液	未知液：3 滴 硝酸（6M）：4 滴 饱和钼酸铵：8 滴，微热	溶液略微浑浊，但无黄色沉淀产生	若存在磷酸根，会反应生成磷酸钼铵黄色沉淀	?	?	?	?	N	?	?	?	?	?	?		

8	未知液	未知液：3 滴 硫酸（2M）：5 滴 二苯胺浓硫酸溶液：10 滴	无明显现象	若存在 NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , 在界面处可观察到深蓝色环	?	?	?	?	?	?	?	?	?	N	N
9	未知液	未知液：1 滴 硝普钠溶液：1 滴	未显紫色	硫离子和硝普钠反应显深紫色	?	?	?	N	?	?	?	?	?	?	?
10.1	未知液	未知液：20 滴 硝酸锶（0.5M）：30 滴， 微热，离心分离	溶液变浑浊												
10.2	10.1 中沉淀	盐酸（2M）：20 滴 振荡，离心分离	仍有浑浊	产生了不溶于酸的沉淀，说明有 SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	?	?	?	?	?	?	?	Y	Y	?	?
10.3	10.2 中清液	氯化钡（0.5M）：4 滴 双氧水（3%）：5 滴	产生白色浑浊	加入双氧水后生成不溶于酸的沉淀，说明有 SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>											
11.1	未知液	未知液：10 滴 硝酸（2M）：5 滴 微热，离心	试管中生成肉色沉淀	溴化银和碘化银为有色沉淀，说明不含 I 和 Br <sup>-</sup> ，氯化银氨酸化生成沉淀，说明含 Cl <sup>-</sup>											
11.2	11.1 中清液	硝酸银（0.1M）：30 滴 离心，用去离子水洗涤沉淀 2 次	得到白色浊液，离心后得到少量白色固体		Y	N	N	?	?	?	?	?	?	?	?
11.3	11.2 中沉淀	氨水（2M）：20 滴，离心	固体完全溶解												
11.4	11.3 中清液	硝酸（6M）：3 滴	产生白色浑浊												
12	未知液/与去离子水对照/ 与 0.1M 碳酸钠溶液对比	未知液：5 滴 双氧水（3%）：5 滴 盐酸（2M）：5 滴 饱和氢氧化钡 轻捏胶头使管口有一滴溶液悬而不落	对照下发现未产生明显浑浊	若有碳酸根，会产生碳酸钡白色浑浊	?	?	?	?	?	N	?	?	?	?	?
最终结果	——	——	——	——	Y	N	N	N	N	N	Y	Y	Y	N	N

2025年10月30日

第 30 页

## 实验6:未知液的分析

[实验目的]

1. 了解并检出11种常见阴离子的方法、步骤和条件

[实验内容]

实验步骤

实验现象

一. 初步检验.

(1) 酸碱碱性检验.

用pH试纸测量溶液酸碱性

pH ≈ 6

若呈碱性, 则取少量试液加2M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, S<sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>)

(2) Ba组阴离子.

试2 + 3滴未知液 + 新制6M NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O 5滴+ 2滴0.5M BaCl<sub>2</sub>

溶液变乳白色浑浊.

(CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> (>0.04M))

(3) Ag组阴离子.

试3 + 3滴未知液 + 5滴H<sub>2</sub>O+ 0.1M AgNO<sub>3</sub>, 若有↓则继续滴加至无↓+ 8滴6M HNO<sub>3</sub>

观察颜色变化.

先生成浅黄色↓, 后变为深黄色, 最后变为棕黑色. 一定有S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>, 无S<sup>2-</sup>. (共加10滴)(S<sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>)加HNO<sub>3</sub>得黑色固体无明显变化.

(4) 还原性阴离子.

试4 + 3滴未知液 + 2M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+ 1~2滴0.02M KMnO<sub>4</sub>红  
在去离子水对照下, 紫色褪去至无色.(SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>, S<sup>2-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>)若褪无色: 试5 + 3滴未知液 + 2M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+ I<sub>2</sub>-淀粉溶液(S<sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>)I<sub>2</sub>-淀粉溶液褪至无色.

年 月 日

第 31 页

2. 熟悉常见阴离子的有关性质

3. 检出未知溶液中的阴离子.

方程式与解释

备注

溶液呈弱酸性, 而PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, S<sup>2-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>不可在此条件存在.

轻敲管底或略微加热

Ba<sup>2+</sup>可与上述五种阴离子中的一种结合成白色沉淀(随氨水吸入CO<sub>2</sub>) ~5滴.Ag<sup>+</sup> + X<sup>-</sup> → AgX↓ (可能存在)如何判断无↓? 离心后再+AgNO<sub>3</sub>.Ag<sup>+</sup> + S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> → Ag<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>↓Ag<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O → Ag<sub>2</sub>S↓ + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.上述6种离子可还原酸性KMnO<sub>4</sub>至Mn<sup>2+</sup>:如: 5SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> + 2MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> + 6H<sup>+</sup> → 2Mn<sup>2+</sup> + 5SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> + 3H<sub>2</sub>O.S<sup>2-</sup> + I<sub>2</sub> → 2I<sup>-</sup> + S.SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> + I<sub>2</sub> + H<sub>2</sub>O → SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> + 2I<sup>-</sup> + 2H<sup>+</sup>.2S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> + I<sub>2</sub> → 2I<sup>-</sup> + S<sub>4</sub>O<sub>6</sub><sup>2-</sup>可使I<sub>2</sub>-淀粉的紫色褪去.



年 月 日

第 32 页

### 实验步骤

### 实验现象

(1) 氧化性阴离子.

试 6 + 3 滴未知液 + 2M HSO<sub>4</sub>  
+ 几滴 CCl<sub>4</sub> + 1~2 滴 1M KI 振荡  
(NO<sub>2</sub><sup>-</sup>) (1M)

有机层无明显变化

### 二. 检出.

(1) P(V) 酸根物种

试 7 + 3 滴未知液 + 4 滴 6M HNO<sub>3</sub>  
+ 8 滴饱和 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>, 60°C ~ 70°C

溶液变浑浊, 但未出现  
特征黄色沉淀.

(2) NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 和 NO<sub>3</sub><sup>-</sup>

试 8 + 0.5ml 二苯胺浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 溶液  
沿管壁缓慢加入二苯胺未知液

未出现特征蓝色环现象.  
但出现肉色沉淀.

(3) S<sup>2-</sup>, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> 和 SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

a. 取 1 滴未知液于点滴板, 加入  
1 滴 0.5M 普鲁士蓝溶液

未出现特征紫色, 证明不含  
S<sup>2-</sup>

b. 取 1ml 待测液到离心管.

+ 0.5M Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 至过量 Δ 3~4min

溶液略变浑浊, 加热后浑浊度更大, 底部有微量沉淀.

离心分离, 沉淀 + 2M HCl 振荡

沉淀未完全溶解 (共加 20 滴)

离心分离, 清液 + 0.5M BaCl<sub>2</sub>

(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 一定有)

→ 试 9

溶液变浑浊, 加入 H<sub>2</sub>O 无明

再滴加 3% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

显变化 (SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> 一定有)

(4) I<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>

a. 取 0.5ml 待测液加入 2M HNO<sub>3</sub> 酸化  
加热 5min 离心分出上清液 → 试 10

加热过程中溶液产生少量  
产生肉色沉淀? 气泡.

年 月 日

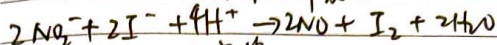
第 33 页

### 方程式与解释

### 备注

说明不含 NO<sub>2</sub><sup>-</sup>. 如果有则发生

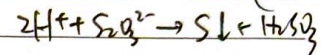
每次加酸后溶液会略



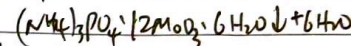
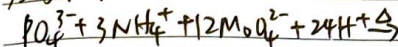
变浑浊, 可能是 SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> 导致的.

使有机层变紫.

(歧化).



若含 PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> 会发生:



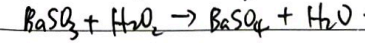
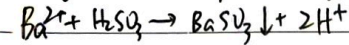
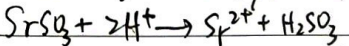
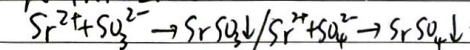
出现特征黄色沉淀

若含 NO<sub>2</sub><sup>-</sup>/NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 在溶液混合界面会出现深蓝色环.

沉淀是 SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> 歧化或 S 引起的.

若含 S<sup>2-</sup> 会观察到 Fe(CN)<sub>5</sub>(NOS)<sup>4-</sup> 的特征紫色.

加热后浑浊度更大, 底部有微量沉淀.



该步除去 SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, 防止对 Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup> 的

检出产生干扰.

b. 试 10 实验步骤

实验现象

b. 试 10 + 0.1M AgNO<sub>3</sub> 至过量

共加 20 滴得白色浑浊

离心分离

用 ④ 水洗沉淀 x 2

c. 沉淀 + 1.5ml 2M NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O 振

固体完全溶解

离心

但离心后可见底部仍有少量固体

上清液 5 滴 → 试 11 + 6M HNO<sub>3</sub>

立即产生白色浑浊

d. (c) 中沉淀 + 0.5ml ④ 水 + 少量 Zn 搅

离心分离. 取清液 → 试 12

+ 2 滴氯水后无明显变化

+ 10 滴环己烷. 逐滴 + 氯水并振荡

溶液仍为无色透明

(5) CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>:

(与去离子水对照)

瓶中 + 5 滴待测液 吸入少量饱和 Ba(OH)<sub>2</sub>

白色浑浊. 与去离子

插入滴管轻捏胶头 滴瓶 + 5 滴 H<sub>2</sub>O (8%)

水类似

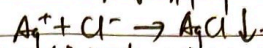
使管口处有一滴溶液悬而不落 + 5 滴 HCl.

(2M)

而用 0.2M CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> 溶液作对照. 可见明显白色浑浊

方程式与解释

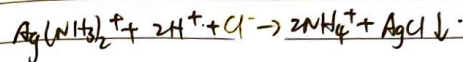
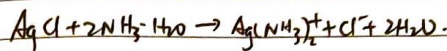
备注



未见有色沉淀. 说明大概率

不含 Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>.

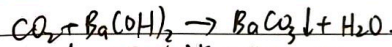
共加 20 滴



本应发生  $Zn + AgX \rightarrow Zn^{2+} + 2X^- + 2Ag \downarrow$

$2X^- + Cl_2 \rightarrow X_2 + 2Cl^-$  的反应

使有机层显色. 但无现象. 说明那极少量固体极有可能是 AgCl 未完全溶解



未见浑浊说明不含 CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>

卢国富