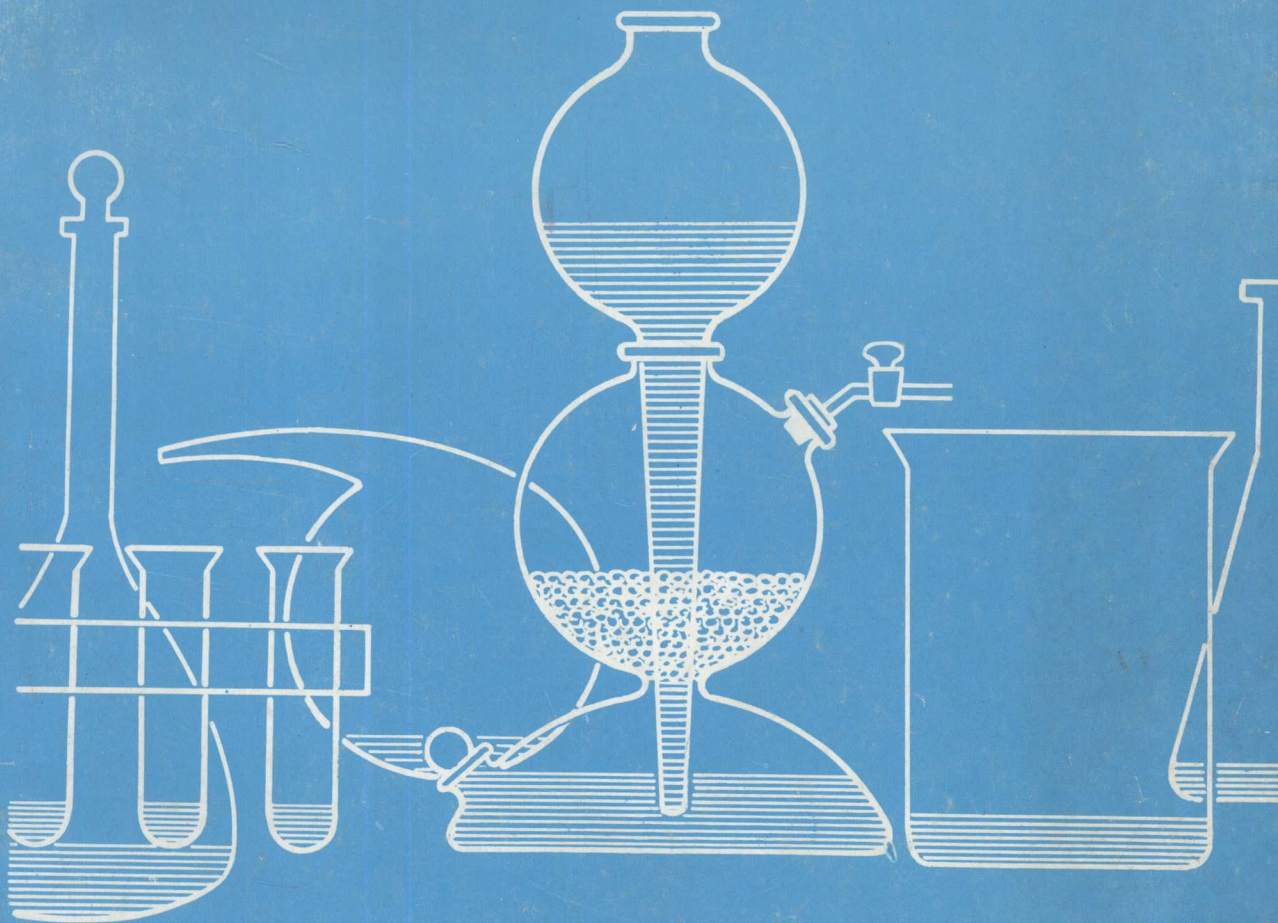


○ 高等医药院校教材

基础化学实验

主编 孙发山 佟淑娟



大连理工大学出版社

高等医药院校教材

基础化学实验

主 编 孙发山 佟淑娟

大连理工大学出版社

(辽) 新登字 16 号

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验 / 孙发山, 佟淑娟主编. — 大连: 大连理工大学出版社, 1994.6

ISBN 7-5611-0872-9

I. 基… II. ①孙…②佟… III. 化学—实验 IV. O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(94)第02601号

基础化学实验

Jichu Huaxue Shiyan

孙发山 佟淑娟 主编

* * *

大连理工大学出版社出版发行

(邮政编码 116024)

大连铁道学院印刷厂印刷

* * *

开本: 787×1092 1/16 印张: 5.25 字数: 125 千字

1994年6月第1版 1994年6月第1次印刷

印数: 0001—4500册

* * *

责任编辑: 韩露 责任校对: 孙发山

封面设计: 丛杰

* * *

ISBN 7-5611-0872-9

定价: 4.00 元

O · 116

前 言

本实验教材依据大连医学院 1991 年制定的临床医学、口腔医学、妇产科学及临床检验学、临床药学五年制教学大纲的要求,在总结大连医学院化学教研室 1989 年编写的《基础化学实验》和 1991 年编写供医学检验用的《无机化学实验》的基础上编写而成,以适用于各专业基础化学实验教学。

化学是以实验为基础实践性很强的一门自然科学,实验课的目的不单单是为了使学生加深对基本理论的理解和掌握一些基本技能,更重要的是通过实验课的教学,培养学生实事求是的、严谨的科学作风及分析问题和解决问题的能力,为以后的学习和工作打下良好的基础。

本实验教材从当前教学实际情况出发,共选编 30 个实验,可根据实际情况选用(其中容量分析实验部分供临床医学、口腔医学、妇产科学专业选用)。为增加学生的实验基础知识,编写了与实验内容相关的附录,供学生参考。

参加本实验教材编写的有佟淑娟、孙发山、付迎和李发胜同志。由孙发山、佟淑娟同志担任主编。

由于编者水平有限,书中不妥或失误之处在所难免,敬请各位老师和同学予以谅解和指正。

编 者

1993 年 12 月

实验注意事项

1. 实验前必须认真预习，明确实验目的和要求，了解实验基本原理、操作程序，做到心中有数。
2. 严格遵守实验室规则和制度。
3. 实验前应清点并检查所用仪器，如果发现缺少或破损，应立即向指导教师报告，按规定手续到实验准备室补换。实验中破损仪器实行一定的赔偿。
4. 实验中要遵守纪律、保持肃静，正确操作，仔细观察实验现象，如实记录观察到的现象和有关数据。
5. 遵守试剂取用规则，注意节约药品。
6. 使用精密仪器应严格按照操作规则进行操作。如果发现仪器出现故障，应立即停止使用，并及时向指导教师报告。
7. 实验中应注意实验室的整洁卫生，废纸屑、火柴杆等不准随地乱扔；要养成爱护仪器、节约用水、电的习惯。
8. 实验结束后，应将玻璃器皿洗刷干净，放回原处，整理好药品和实验台面，发现破损仪器要向指导教师报告，并到实验准备室更换。经指导教师检查合格后方可离开实验室。值日生最后做全面整理检查。
9. 根据实验中原始记录，认真写出实验报告，按时交给指导教师。

实验室安全规则及意外事故救护

在进行化学实验时，经常使用各种仪器、药品、水、电及煤气等。因此，重视安全操作，熟悉一般的安全知识是非常必要的，决不能麻痹大意。每发生一次事故，重则造成人员伤亡和重大的经济损失，使整个实验工作毁于一旦；轻则造成实验室的混乱，使实验不能正常有效地进行。所以要特别注意实验室的安全工作，尽可能避免事故发生。一旦事故发生，我们要尽力抢救，以使危害降到最低程度。

一、安全规则

1. 水、电、煤气一经使用完毕应立即关闭。
2. 实验室内严禁饮食、吸烟。实验完毕应洗净双手。
3. 绝对不允许任意混合各种化学药品，以免发生意外事故。
4. 能产生有刺激性或有毒气体的实验必须在通风橱内进行。
5. 有毒药品（如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物，特别是氰化物）不得进入口内或接触伤口。剩余的废液也不能随意倒入下水道。
6. 浓酸、浓碱及强氧化剂等化学试剂，具有强烈腐蚀性，切勿使其溅在皮肤或衣服上，尤其不得碰到眼睛上。稀释它们时（特别是浓硫酸），应将它们慢慢倒入水中，而不能相反进行，以免迸溅。

7. 预防火灾及爆炸。化学实验中使用大量易燃物质，要放在远离火源的地方。加热可燃性物质不能用直火，而要用水浴、沙浴或油浴，并保证加热均匀，避免由于加热不均造成容器炸裂，导致液体溢出而引起火灾；转移易挥发的有机溶剂，要在远离火源的通风处进行。

8. 预防割伤。化学实验中使用的玻璃和瓷仪器，其材料质脆易碎，碎片断口极锐，很容易造成割伤。所以在实验前应检查所用这类仪器有无裂纹或破口，如有应更换。破裂的碎片一定要收集起放在废物箱中；在安装这类仪器时，用力要缓，切忌使蛮劲，否则引起仪器突然断裂，而造成严重的割伤。

9. 使用药品试剂时必须看清瓶上的标签，以免拿错。倒出的药品不得倒回原瓶，以免引起差错。取出药品后，立即盖好瓶塞，并放回原处。

10. 加热试管，不准将试管口对着自己或他人，以免液体溅出烫伤；嗅闻气体，应用手轻拂气体，扇向自己后再嗅。

二、意外事故救护

实验中如果发生事故，应采取救护，以减轻或消除不良后果，下面提几点可能遇到事故时的救护措施，供参考。

1. 失火：失火后应保持镇静，立即把周围的易燃药品转移，切断电源，关闭火源（如煤气灯、电炉等）。用湿抹布盖住着火处，如火势较大时，可用沙子覆盖燃烧物。切忌用水浇火，因为多数有机物相对密度比水小，而浮在水上，浇水只能助长火势扩延。要用灭火器进行灭火。有些化学试剂在燃烧时能产生毒气，因此，在救火场地和人员要注意通风和戴防毒面具。

2. 烧伤和烫伤：在伤处涂一些凡士林、香油、橄榄油或蓖麻油，或涂以新配制的 5% 单宁酸溶液，并用蘸这溶液的消毒纱布敷盖。

3. 化学烧伤：立即用大量清水冲洗掉残留的化学药物。如是酸烧伤，还须涂 1:1 NaHCO_3 和水的混合液或肥皂膏以除局部皮肤吸入的酸。如是碱烧伤还须用稀醋酸或硼酸溶液洗去残余的碱。

4. 割伤：割伤应立即采取止血措施，最简单方法压迫出血点，举高出血部位，并到医院治疗。

目 录

实验注意事项	(I)
实验室安全规则及意外事故救护	(I)
实验一 煤气灯的使用和玻璃加工	(1)
实验二 几种常见阳离子(K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Ag^+) 的鉴定	(4)
实验三 几种常见阴离子(Cl^- 、 I^- 、 CO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 NO_3^- 、 NO_2^-) 及未知化合物的鉴定	(7)
实验四 食盐的提纯和质量检查	(10)
实验五 硫酸亚铁铵的制备	(11)
实验六 化学反应速度	(13)
实验七 化学平衡常数的测定	(15)
实验八 沉淀反应	(17)
实验九 醋酸银溶度积常数的测定	(19)
实验十 水的净化	(21)
实验十一 溶液的 pH 值	(24)
实验十二 量气法测定镁的摩尔质量	(26)
实验十三 气体摩尔质量的测定	(28)
实验十四 化学反应焓变的测定	(29)
实验十五 氧化还原反应与原电池	(31)
实验十六 配位化合物	(33)
实验十七 卤族元素	(35)
实验十八 过渡元素	(37)
实验十九 分析天平的称量练习和容量瓶的校正	(40)
实验二十 滴定练习	(42)
实验二十一 盐酸标准溶液的配制和标定	(44)
实验二十二 碳酸氢钠含量的测定	(45)
实验二十三 氢氧化钠标准溶液的配制和标定	(46)
实验二十四 二元有机酸摩尔质量的测定	(48)
实验二十五 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	(48)
实验二十六 双氧水中过氧化氢含量的测定	(50)
实验二十七 EDTA 滴定法测定 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 的含量	(50)
实验二十八 生理盐水中氯化钠含量的测定	(52)
实验二十九 分光光度法测定 Fe^{3+} 的含量	(53)
实验三十 Fe^{3+} 与磺基水杨酸配合物的组成和稳定常数的测定	(55)
附录	(58)
一、煤气灯的结构及使用方法	(58)

二、常用玻璃仪器的洗涤	(59)
三、常用容量仪器及容量分析仪器的使用方法	(59)
四、过滤	(64)
五、台天平和分析天平的使用方法	(66)

实验一 煤气灯的使用和玻璃加工

一、实验目的

1. 了解煤气灯的结构，学会正确使用煤气灯。
2. 学会“截”、“弯”、“拉”玻璃管、玻璃棒和滴管的基本操作。
3. 学会塞子钻孔的基本操作。
4. 按规格装配洗瓶。
5. 制作焰色反应器。

二、实验操作

(一) 煤气灯的结构和正确使用方法 (参看附录一)

(二) 玻璃加工

玻璃是一种过冷的液体，在玻璃中的原子和液体一样没有一定的排列次序，常见的玻璃是钾、钠、钙、镁等硅酸盐的混合物，其中还可能混杂着铝、硼、铁、锰、铅等少量物质，所以玻璃在某种意义上说是没有固定组成的复杂溶液。玻璃的种类很多，制做化学仪器的是一类特种玻璃，它们具有较强的耐腐蚀性，热膨胀系数较小（在剧烈温度变化时不易炸裂）和较高的软化温度。我们常把这类玻璃叫做硬质玻璃。

在常温下，玻璃的粘滞度十分大，以致失去流动性，而具有固体能保持固定形状的特性，随着温度的升高，它的粘滞性逐渐地降低，到了一定温度范围，它的粘滞性降到不能维持其固定形状开始变形，这个温度叫做软化点。随着温度继续升高，玻璃进一步软化，到一定温度范围，玻璃就能随意地改变形状可进行加工。所以在玻璃加工时，掌握火候，使要加工的部位达到一定温度后，方能进行“弯”、“拉”、“吹”、“接”、“缩”等加工。硬质玻璃的加工温度一般在 800°C 左右。

玻璃器皿有光滑的表面，所以玻璃具有一定的抗拉抗折的能力。如果在表面上有了刻痕（尤其深而锐的刻痕），玻璃就很容易从刻痕部位向内断裂而破碎。人们就利用这种性质进行玻璃的切割。因此，在保护玻璃器皿时应特别注意不要造成某些不必要的刻痕。

玻璃的新断裂口处是十分锐利的（比剃刀有过之），是很危险的。但这些锐利的断口在火焰中很容易加热到软化点以上，由于表面张力的作用，很快缩成圆口，失去了锐利性，这一操作通常叫做“火铗”。

1. 玻璃管（棒）的截断操作

根据需要，截取一定长度的玻璃管（棒）。操作时，把玻璃管平放在实验台上，用锉刀的棱或砂轮碎片，在需要割断的地方用力刻划出刻痕（图1）。应向一个方向刻划，不要来回拉，刻划的刻痕应与玻璃面垂直，这样才能保证折断后的玻璃管截面是平整的。然后双手持玻璃管（刻痕向外），用两拇指顶住刻痕背面的两边轻轻外推，同时向两边拉，以拉断玻璃管（图2）。

2. 熔烧玻璃管的截面

玻璃管的截面很锐利，容易造成割伤，而且也难以插入塞子的圆孔内，因此，必须在

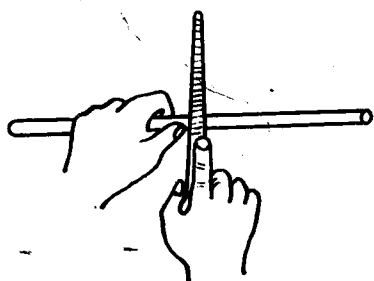


图1 玻璃管的刻痕

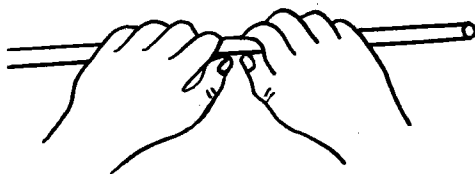


图2 玻璃管的截断

氧化焰中熔烧，操作时把截断面斜插入氧化焰中，不时缓慢地转动，直到玻璃截断面熔融变圆滑为止。玻璃管熔烧的一端应放在石棉网上冷却，不得放在桌面上，以免烧焦桌面，也不得用手摸，以免烫伤。

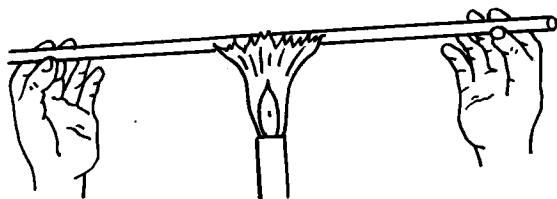


图3 弯管前烧管手法

3. 弯玻璃管

首先，用抹布把玻璃管擦净，用小火烘烤。然后双手持玻璃管两端，把要弯的地方放入火焰的氧化焰部位（因氧化焰的温度最高，能较快地把玻璃管加热到所需的温度）。也可以在煤气灯上罩“鱼尾灯头”以扩展火焰，增大玻璃管的受热面积（图3）。并要缓慢均匀地

转动玻璃管，两手用力要均等，转速要均匀，不要使玻璃管在火焰中扭曲。

当玻璃管烧得发黄变软时，立即从火焰中取出，稍等1~2秒钟，使各部温度均匀，轻轻地弯成所需要的角度。120°以上的角度可以一次弯成，较小的角度，可以分几次弯成。先弯成120°左右，然后再继续加热弯成较小的角度。但是，在玻璃第二次受热时的位置应较第一次受热的位置略为偏左或偏右一些。当需要弯成更小的角度（40°、60°）时，则要第三次加热和弯曲。

玻璃管弯成后，应检查所弯的角度是否合适，整个玻璃管是否处在同一平面上。

4. 拉玻璃管

拉玻璃管时，加热的方法与弯玻璃管时的加热方法基本一致，只不过要将玻璃烧得更软一些，受热面积不需那么大。当玻璃管烧到红黄时，立即从火焰中取出，两手向左右沿水平方向平拉（图4），当拉到所需要的粗细时，一手持玻璃管使其下垂，片刻后架空放置或放到石棉网上冷却。冷却后，在拉细部位中间截断，把截口端在火焰上微烧一下，使它圆滑。把粗口端烧熔，立即垂直地往石棉网上轻轻地压，使粗口端的玻璃管形成膨大形状，



图4 拉管手法

冷却后装上橡皮乳头，即制成滴管，保留自用。

(三) 塞子钻孔

化学实验室常用的塞子有软木塞和橡皮塞等。软木塞的价格便宜，使用方便，但易污染试剂、易被腐蚀。橡皮塞价格虽较高，但能把瓶口塞得严密，并耐强碱性物质的侵蚀，然而它易被强氧化性物质或某些有机溶剂侵蚀。

选择塞子应使其大小塞入瓶口或管口的部分不得少于塞子高度的 $\frac{1}{3}$ ，亦不能使塞入的部位多于 $\frac{2}{3}$ 。

钻孔的步骤：

1. 在橡皮塞上钻孔时，要选一个比玻璃管口略粗的钻孔器。将塞子的小头朝上，放在桌面上，左手拿住塞子，右手按住钻孔器的手柄，在选定的位置上，沿垂直方向边旋转边往下钻（图 5），为了减少摩擦力，可事先将钻孔器前端用水或肥皂水润湿。当钻到一半时，反方向旋转拔出钻孔器，然后在橡皮塞的另一端相对应的位置，同上方法钻孔，直到钻通为止。这样能使两端钻的孔大小相同。最后用铁条捅出钻孔器内的橡皮。

钻软木塞的钻孔略有不同。钻孔前，首先用压塞机把软木塞压紧搓软，以免钻孔时塞子破裂，其次，选择钻孔器的内径应比玻璃管略细，因为搓软的软木塞弹性比橡皮塞大。其它操作两者完全相同。

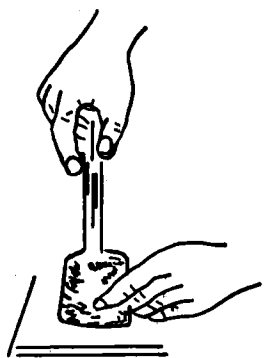


图 5 钻孔法

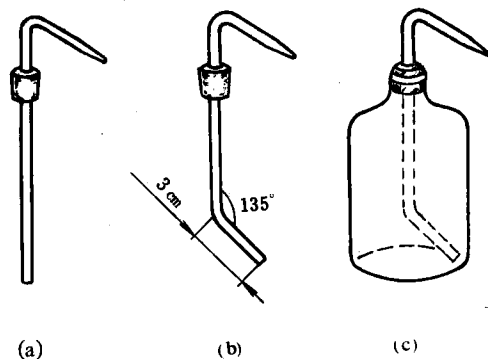


图 6 塑料洗瓶装配

(a) 导管插塞 (b) 弯下管 (c) 成品

2. 塑料洗瓶的装配

塑料洗瓶的装配过程如图 6 所示。选择适合的细口塑料瓶，将弯好的玻璃管装上橡皮塞（图 6(a)），并调整好导管长度，在导管下端管口 3 cm 处弯成角度约为 130° 左右（图 6(b)），再将带塞子的导管塞进塑料瓶口即成（图 6(c)）。

(四) 焰色反应器的制作与使用方法

取一小段内径为 3 mm 的玻璃管，离管口 4 ~ 5 mm 处烧熔，用镊子紧压烧熔处，以使玻璃管的上下两部分不连通，就制成了单管焰色反应器。

焰色反应器的使用方很简单，将 $3 \times 6 \text{ mm}^2$ 的小滤纸片插入上口（称之为灼烧井），使滤纸高出井口约 2 mm，向灼烧井中滴入待测液，用氧化焰短促灼烧滤纸（注意保持灼烧井内的溶液不干涸，井口玻璃不要接触火焰），就可观察到溶液所含金属离子的焰色。

三、思考题

1. 煤气灯火焰有哪些不正常情况? 如何避免?
2. 新截断的玻璃管截面很锋利, 易造成外伤, 你将如何避免?
3. 正常火焰有哪几部分? 温度如何?

实验二 几种常见阳离子 (K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Ag^+) 的鉴定

一、实验目的

1. 掌握试管的正确使用方法。
2. 掌握滴瓶、pH 试纸、点滴板、气室法的正确使用方法。
3. 初步掌握离心机的正确使用及沉淀的分离和洗涤方法。
4. 初步掌握几种常见阳离子的鉴定原理和方法。

二、实验原理

根据离子的独立性及各种离子不同化学反应的特异性, 例如, 生成沉淀、发生颜色的变化, 或产生特征性气体等来鉴别各种离子。

通常待检样品中有几种阳离子和阴离子存在, 在鉴定时可能有两类情况: ① 可以用某一种反应鉴定出某一待检离子而不受其它存在离子的干扰, 这种反应为待检离子的特效反应。② 待检离子无特效反应, 可以利用一定的化学反应, 控制反应条件, 把待检离子与干扰离子分离后再做鉴定; 有时不用分离方法, 而控制反应条件, 加入一种试剂能与干扰离子形成稳定的配合物, 从而大大降低了干扰离子的浓度, 消除干扰作用, 这种方法称为掩蔽。

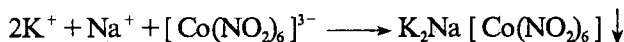
另外, 也可以用某些金属的挥发性化合物, 在无色火焰上产生特征颜色现象进行鉴定, 这叫做火焰鉴定法简称为火焰法。如用肉眼观察火焰, 一般只适用于纯物质的鉴定。

由于专业和学时所限, 本实验内容属于部分常见离子的鉴定。

三、实验操作

1. K^+ 的鉴定

与亚硝酸钴钠反应: 取 1 滴 K^+ 试液于黑色点滴板上, 加 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HAc}$ 和 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 亚硝酸钴钠 ($\text{Na}_3 [\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$) 溶液, 有黄色沉淀生成, 示有 K^+ 。其离子反应式为



(该鉴定法唯有 NH_4^+ 干扰, 但 NH_4^+ 盐有挥发性, 加热到 $300 \sim 400^\circ\text{C}$ 即可挥发除去)

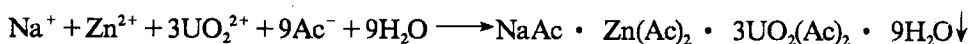
火焰法^①: 用干净的镍铬丝蘸取 K^+ 试液, 于煤气灯火焰上灼烧, 隔蓝色钴玻璃

^① 镍铬丝在每次使用前应处理干净, 其方法是: 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HCl}$ 于点滴板穴内, 用镍铬丝蘸盐酸于煤气灯灼烧, 如此反复灼烧, 直至火焰不呈现任何颜色为止。

(消除少量 Na^+ 所产生黄色火焰的干扰) 观察火焰, 若呈紫色, 示有 K^+ .

2. Na^+ 的鉴定

与醋酸铀酰锌反应: 取 1 滴 Na^+ 试液于黑色点滴板上, 加 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 和 2 滴醋酸铀酰锌溶液及 95% 乙醇 2 滴, 用玻璃棒摩擦穴壁, 生成淡黄色晶体沉淀, 示有 Na^+ . 其离子反应式为



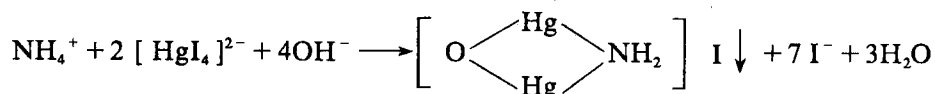
醋酸铀酰锌钠

火焰法: 用干净镍铬丝蘸取 Na^+ 试液, 于煤气灯火焰上灼烧, 若呈黄色火焰, 示有 Na^+ .

3. NH_4^+ 的鉴定

气室法: 在一表面皿中央, 贴一块用蒸馏水湿润过的酚酞试纸, 在另一块表面皿中央加入一滴含 NH_4^+ 的试液和 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 2 滴, 迅速将贴有试纸的表面皿合于其上, 试纸显红色, 示有 NH_4^+ 存在. 写出离子反应式. 在无 CN^- 存在时, 该反应是 NH_4^+ 的特效反应.

与奈斯勒试剂作用: 利用气室法, 滴 1 滴奈斯勒试剂 (K_2HgI_4) 于表面皿中央, 在另一表面皿中央加入 1 滴 NH_4^+ 试液和 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 2 滴, 迅速将滴有奈斯勒试剂的表面皿合于其上, 生成橙红色沉淀, 示有 NH_4^+ . 其离子反应式



4. Ba^{2+} 的鉴定

K_2CrO_4 法: 取 1 滴 Ba^{2+} 试液于小试管中, 加入 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 和 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ K_2CrO_4 , 有黄色沉淀生成, 加 2 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH, 沉淀不溶解, 示有 Ba^{2+} . 写出离子反应式.

玫瑰红酸钠法: 取 1 滴 Ba^{2+} 试液于小试管中, 加 2 滴 0.2% 玫瑰红酸钠溶液, 生成红棕色沉淀, 加 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 至酸性沉淀变为桃红色, 示有 Ba^{2+} .

火焰法: 用干净镍铬丝蘸取 Ba^{2+} 试液, 于煤气灯上灼烧, 若呈黄绿色火焰, 示有 Ba^{2+} .

5. Ca^{2+} 与 Ba^{2+} 的分离及 Ca^{2+} 的鉴定

鉴定 Ca^{2+} 常采用与草酸盐反应, 生成白色的草酸钙 (CaC_2O_4) 沉淀. 该沉淀溶于盐酸而不溶于醋酸. 写出离子反应式.

若有 Ba^{2+} 存在时, Ba^{2+} 与草酸盐反应生成草酸钡 (BaC_2O_4) 沉淀, 它也是白色, 此沉淀溶于盐酸但不溶于醋酸.

可见用草酸盐鉴定 Ca^{2+} , 而 Ba^{2+} 的存在干扰了 Ca^{2+} 的鉴定. 因此, 当 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 共存时, 在鉴定 Ca^{2+} 之前须分离 Ba^{2+} . 分离方法常采用醋酸酸化, 再加入 K_2CrO_4 溶液生成 BaCrO_4 沉淀, 而 Ca^{2+} 仍留在溶液中, 再用草酸盐鉴定.

操作方法: 取一支离心试管, 加入中性或微酸性 Ca^{2+} 和 Ba^{2+} 试液各 2 滴, 加 10 滴蒸馏水, 加 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 2 滴酸化, 加 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ K_2CrO_4 溶液 1 滴, 若有黄色沉淀生成, 示有 Ba^{2+} 存在. 继续加至溶液由黄色变为橙色, 说明 Ba^{2+} 沉淀完全, 置于水浴中加

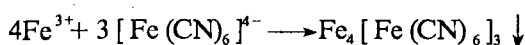
热近沸，离心沉淀，用吸管吸取橙色的上清液（含 $K_2Cr_2O_7$ 和 Ca^{2+} ）转移至另一干净的离心试管中，加入醋酸 2 滴及草酸盐溶液 2 滴，又有沉淀生成，再离心沉淀，用吸管吸出上清液弃去，再用蒸馏水洗涤沉淀 1 ~ 2 次，这时得白色 CaC_2O_4 沉淀。加入数滴盐酸，沉淀溶解，示有 Ca^{2+} 。

火焰法：用干净的镍铬丝蘸取 Ca^{2+} 试液，于煤气灯上灼烧，呈砖红色火焰，示有 Ca^{2+} 。

6. Fe^{3+} 的鉴定

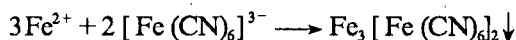
与硫氰酸盐反应：取 1 滴 Fe^{3+} 试液于点滴板上，加 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NH}_4\text{SCN}$ 溶液呈血红色，示有 Fe^{3+} 。此反应很灵敏，是鉴定 Fe^{3+} 的特效反应。

与亚铁氰化钾反应：取 1 滴 Fe^{3+} 试液于点滴板上，加 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} K_4[Fe(CN)_6]$ ，生成深蓝色沉淀（普鲁士蓝），示有 Fe^{3+} 存在。离子反应式为



7. Fe^{2+} 的鉴定

与铁氰化钾反应：取 1 滴 Fe^{2+} 试液于点滴板上，加 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} K_3[Fe(CN)_6]$ ，生成深蓝色沉淀（滕氏蓝），示有 Fe^{2+} 存在。离子反应式为

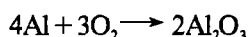
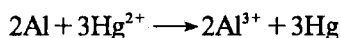


此反应也是一个十分灵敏的反应。

与邻二氮菲反应^①：取 1 滴 Fe^{2+} 试液于点滴板上，加 2 滴 2% 邻二氮菲，形成桔红色配合物，示有 Fe^{2+} 存在。

8. Hg^{2+} 的鉴定

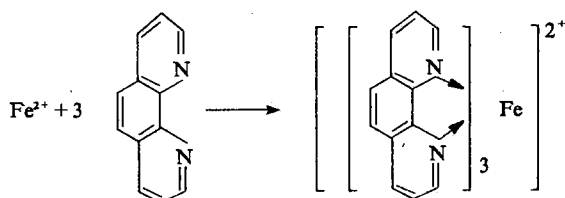
与铝反应：取 1 滴 Hg^{2+} 试液于磨擦过呈光亮的铝片上，用一小片滤纸在液滴处来回磨擦几次，液滴处呈灰色，稍等片刻，即长出 Al_2O_3 绒毛，示有 Hg^{2+} 存在。产生此现象的原因是由于铝片表面生成汞齐后，表面密致的 Al_2O_3 被破坏，铝与空气中的氧作用生成绒毛状 Al_2O_3 。反应式为

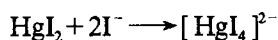
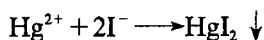


这是 Hg^{2+} 的很灵敏的鉴定方法之一， Hg_2^{2+} 也有此反应。

与碘化钾反应：取 1 滴 Hg^{2+} 试液于点滴板上，加 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KI}$ 溶液，产生朱红色碘化汞沉淀，继续加 KI 溶液，朱红色沉淀消失，示有 Hg^{2+} 存在。离子方程式为

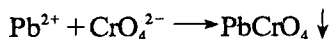
^①邻二氮菲（又名邻菲罗啉）在微酸性溶液中与 Fe^{2+} 反应生成桔红色配离子。





9. Pb^{2+} 的鉴定

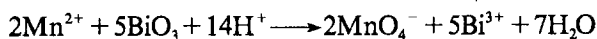
K_2CrO_4 法: 取 1 滴 Pb^{2+} 试液于小试管中, 加 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{K}_2\text{CrO}_4$, 有黄色沉淀生成, 再加 5 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaOH}$, 沉淀溶解, 示有 Pb^{2+} . 离子反应式为



二苯硫脲法: 取 1 滴 Pb^{2+} 试液于小试管中, 加 2 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 酒石酸钾钠溶液, 再加 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 调节至 pH 在 9 ~ 11, 加入 0.01% 二苯硫脲 4 ~ 5 滴, 振摇, 下层 (CCl_4 层) 呈红色, 示有 Pb^{2+} .

10. Mn^{2+} 的鉴定

与铋酸钠反应: 取 1 滴 Mn^{2+} 试液于白色点滴板上, 加 2 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HNO}_3$ 酸化及少量铋酸钠 (NaBiO_3) 粉末, 搅拌后静置, 如溶液呈紫色, 示有 Mn^{2+} 存在. 其离子反应式为



11. Ag^{+} 的鉴定

与 Cl^{-} 试剂反应: 取 1 滴 Ag^{+} 试液于离心试管中, 加 2 滴 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$, 生成白色胶状沉淀. 离心分离弃去上清液, 向沉淀上加 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 3 滴, 边加边振荡, 使沉淀溶解, 然后再滴加 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HNO}_3$ 酸化, 又出现白色沉淀, 示有 Ag^{+} 存在. 写出离子反应式.

与 K_2CrO_4 反应: 取 1 滴 Ag^{+} 试液于白色点滴板上, 加 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{K}_2\text{CrO}_4$ 溶液, 有砖红色沉淀生成, 示有 Ag^{+} 存在. 写出离子反应式.

四、思考题

1. 什么叫特效反应? 什么叫掩蔽反应?
2. 在 Pb^{2+} 存在下, 怎样鉴定 Ba^{2+} ?
3. 当 Ca^{2+} 与 Ba^{2+} 共存时, 应如何鉴定 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} ?

实验三 几种常见阴离子 (Cl^{-} 、 I^{-} 、 CO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 NO_3^{-} 、 NO_2^{-}) 及未知化合物的鉴定

一、实验目的

1. 初步掌握几种常见阴离子的鉴定原理和方法。

2. 初步掌握已鉴定过的阴阳离子组成化合物的鉴定方法。

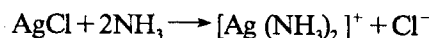
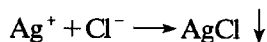
二、实验原理

与阳离子的鉴定不同,在大多数情况下,阴离子的鉴定互相干扰较少,因此,一般可直接取试液进行鉴定。

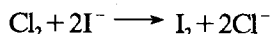
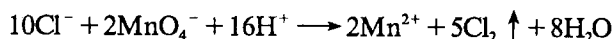
三、实验操作

1. Cl^- 的鉴定

(1) 取 1 滴 Cl^- 试液于一支小试管中,加 2 滴 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HNO}_3$ 酸化后,加入 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{AgNO}_3$,产生白色沉淀。再加 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 数滴,沉淀溶解,示有 Cl^- 。离子反应式为



(2) 取 5 滴 Cl^- 试液于一支小试管中,加一小玻璃匙 KMnO_4 晶体(约一粒绿豆大)及 5 滴 $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$,在试管口放一片润湿的碘化钾-淀粉试纸,微热试管,有刺激性气体逸出,同时试纸变蓝,示有 Cl^- 。离子反应式为



2. I^- 的鉴定

(1) 于一支小试管中加入 1 滴 I^- 试液及 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{AgNO}_3$,有黄色沉淀生成,再加数滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$,沉淀不溶解,示有 I^- 。写出离子方程式。

(2) 于一支小试管中加入 5 滴 I^- 试液及 10 滴饱和氯水,再加入 5 滴四氯化碳,振摇试管,四氯化碳层呈紫色,示有 I^- 。写出离子反应式。

(3) 于一支小试管中加入 1 滴 I^- 试液及 5 滴饱和氯水,振摇试管,再加入 1 滴 0.5% 淀粉,溶液呈蓝色,示有 I^- 。

3. SO_4^{2-} 的鉴定

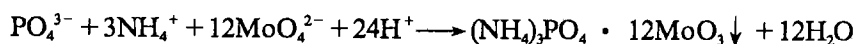
于一支小试管中加入 2 滴 SO_4^{2-} 试液和 2 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$,再加入 2 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$,再加入 2 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{BaCl}_2$,有白色沉淀生成示有 SO_4^{2-} ,写出离子反应式。

4. CO_3^{2-} 的鉴定

利用气室法:于一表面皿中央滴入 1 滴澄清的 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 溶液,于另一表面皿中央滴入 5 滴 CO_3^{2-} 试液及 5 滴 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$,迅速将滴有 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 溶液的表面皿合于其上,若 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 溶液变乳白混浊,示有 CO_3^{2-} 。若怀疑 CO_3^{2-} 试液含有 SO_3^{2-} ,可在加盐酸之前加数滴 H_2O_2 溶液,以消除 SO_3^{2-} 的干扰。

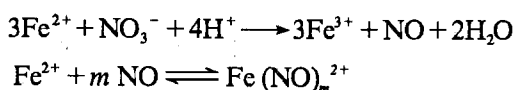
5. PO_4^{3-} 的鉴定

于一支小试管中滴入 2 滴 PO_4^{3-} 试液，加浓 HNO_3 4 ~ 5 滴，于水浴中加热煮沸，使还原性阴离子氧化，加钼酸铵试剂 8 ~ 10 滴，微热数分钟后，有黄色沉淀析出，示有 PO_4^{3-} ，离子反应式为



6. NO_3^- 的鉴定

(1) 棕色环法：于一支小试管中滴入 2 滴 NO_3^- 试液，加 2 小玻璃匙 FeSO_4 晶体，将试管倾斜约 45° ，沿管壁滴加 2 ~ 3 滴浓 H_2SO_4 后（不得摇动！），慢慢地立直试管，若在液层界面出现棕色环，示有 NO_3^- ，离子反应式为



(2) 与对氨基苯磺酸及 α -萘胺反应：取已证实不含 NO_2^- 的试液 2 滴于小试管中，用 $6\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 数滴酸化后，加少许锌粉，振摇，使溶液中 NO_3^- 还原为 NO_2^- ，再加对氨基苯磺酸及 α -萘胺溶液各 1 滴，发生重氮化和偶联反应，生成红色偶氮化合物，示有 NO_2^- 。

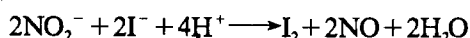
当 NO_3^- 浓度大时，粉红色很快褪去，转为黄色溶液或褐色沉淀。

7. NO_2^- 的鉴定

(1) 与对氨基苯磺酸及 α -萘胺反应：于一支小试管中滴加 1 滴 NO_2^- 试液，加对氨基苯磺酸及 α -萘胺溶液各 1 滴，再加 2 滴 $6\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 酸化后，溶液呈粉红色，示有 NO_2^- 。

当 NO_2^- 浓度大时，粉红色很快褪去，转化为黄色溶液或褐色沉淀。

(2) 于一支小试管中滴入 1 滴 NO_2^- 试液，加 $6\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 酸化后，再加入 2 滴 $0.1\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KI 和 5 滴 CCl_4 溶液，振摇，若四氯化碳层呈紫色，示有 NO_2^- ，离子反应式为



此反应适用于无 NO_3^- 及某些氧化性阴离子存在时 NO_2^- 的鉴定，否则会发生干扰反应。

8. 未知化合物的鉴定

每个同学向教师领取一份未知物样品（记下样品号数）。所给未知物不外乎 KCl 、 NaCl 等已学过鉴定方法的诸种离子所组成的化合物，根据鉴定 K^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Hg^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Ag^+ 、 Cl^- 、 I^- 、 CO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 离子的方法，确定自己的样品是由哪几种离子组成的。

为了简化鉴定过程，不必逐个离子去试。在给定的离子范围内，同学们可根据已学过的知识，如样品外观形态、颜色、其水溶液的酸碱性，或取少许样品溶液加硝酸和硝酸银溶液，观察是否有沉淀生成等，可初步判断哪些离子可能存在，哪些离子不可能存在。这样，不但缩小了鉴定范围，而且简化了鉴定过程。