

高等学校试用教材

分析化学实验

武汉大学等三校编

33

人民教育出版社

前 言

本书是根据1977年高等学校理科化学类教材会议制订的《分析化学实验》编写大纲编写而成的，作为综合性大学和师范院校化学系分析化学实验课程的试用教材。

分析化学是一门实践性很强的学科。通过分析化学实验课程的教学，可以使学生对分析化学基本理论加深理解，熟练地掌握分析化学的基本操作技能，为他们参加生产和科学研究打好一定的基础。

本书的实验是根据当前教学实际情况，从近几年来各兄弟院校的分析化学实验中选编出来的，其中有些实验内容(如无机定性化学分析)做了较大的改进，此外还增加了一些新的实验内容。

学习无机定性化学分析的目的，主要是熟悉常见离子的化学性质。为此，本书编排了一组“常见离子的基本性质和鉴定”实验。通过这组实验，使学生能够初步掌握常见离子与通用试剂的反应，了解硫化氢系统和两酸两碱系统分组方案的原理，并能初步设计共存离子分离和鉴定的方案。

对定量化学分析实验的基本操作，必须严格要求，并注意培养学生的严谨的科学态度。在内容上，可以安排一些纯溶液实验，但为了加深对基本理论的理解，必须有一定分量的实物分析，以培养学生解决实际问题的能力。

本书选编的实验内容分为必做和选做两种。选做的实验标有*号，各校可根据具体情况，自行确定，也可另选其他的实验。

本书由武汉大学主编，参加编写的有武汉大学赵藻藩、陆定安、谢能咏，吉林大学罗齐昭、顾念承和中山大学的同志。参加审

稿的有北京大学、复旦大学、兰州大学、南京大学、南开大学、中国科学技术大学、厦门大学、四川大学、北京师范大学和上海师范大学等院校的同志。最后由武汉大学赵藻藩、谢能泳通读整理。

由于编者水平有限，加以编写时间仓促，书中难免有缺点和错误，希望读者批评指正。

目 录

第一章 常见离子的基本性质和鉴定	1
§ 1-1 半微量定性分析的主要仪器和操作技术	1
§ 1-2 常见阳离子鉴定反应的操作步骤	9
§ 1-3 实验	13
实验一 常见阳离子与组试剂的反应、混合液中几种阳离子的 分离和鉴定	13
实验二 已知阳离子混合液的定性分析	20
实验三 已知阳离子混合液的定性分析(自拟分析步骤)	29
实验四 未知阳离子(给定范围)混合液的定性分析	29
实验五 已知阴离子混合液的定性分析	30
实验六 未知阴离子(给定范围)混合液的定性分析	33
第二章 定量分析仪器和基本操作	34
§ 2-1 分析天平	34
§ 2-2 滴定分析仪器和基本操作	46
§ 2-3 重量分析基本操作	56
§ 2-4 吸光光度法常用仪器和操作	65
第三章 定量分析实验	71
实验一 天平称重练习	71
实验二 滴定分析基本操作练习	72
实验三 有机酸的当量的测定(酸碱滴定法)	74
*实验四 硫酸铵中含氮量的测定(甲醛法)	76
*实验五 工业纯碱中总碱量的测定(酸碱滴定法)	77
*实验六 α -氨基酸的测定(非水滴定法)	80
实验七 白云石中钙、镁的测定(络合滴定法)	82
*实验八 水的总硬度的测定(络合滴定法)	85
实验九 铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续测定(络合滴定法)	87
实验十 铁矿石中全铁的测定(重铬酸钾法)	89
*附 无汞测定铁法	92
*实验十一 过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	94

实验十二	铜合金中铜的测定(碘量法).....	96
实验十三	氯化钡中钡的测定(硫酸钡重量法).....	99
*实验十四	钢铁中镍的测定(丁二酮肟镍重量法).....	101
*实验十五	氯化物中氯的测定(莫尔法).....	104
实验十六	邻二氮菲分光光度法测定铁(基本条件试验和络合物组成的测定).....	106
*实验十七	低合金钢中钒的测定(钽试剂萃取吸光光度法).....	109
*实验十八	钢铁中磷的测定(磷钼蓝比色法).....	112
*实验十九	水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 的测定.....	114
附录一	定性分析试剂配制方法.....	118
附录二	使用铂器皿注意事项.....	123

第一章 常见离子的基本性质和鉴定

§ 1-1 半微量定性分析的主要仪器和操作技术

定性分析中，常用半微量定性分析的方法进行离子的分离和鉴定。现将所需用的主要仪器和操作技术，简单介绍如下：

一、几种主要仪器

1. 离心管和试管 半微量定性分析反应，大都在离心管中进行。为了便于沉淀的离心沉降，易于观察少量沉淀的生成和颜色的变化，离心管的下端呈锥形，其容量为 5—10 毫升(如图 1-1a)。有的离心管有刻度，可以读出所装溶液的体积。有时进行没有沉淀生成的或不需要分离的个别反应，亦可在容量为 5—10 毫升的小试管(如图 1-1b)中进行。

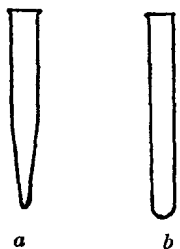


图 1-1 a—离心管 b—试管



图 1-2 试剂瓶

2. 试剂瓶 用于盛练习试液和试剂溶液，容量为 60 毫升，常用的是平底的(如图 1-2)，附有胶皮乳头滴管。试剂瓶上贴有所盛试剂、试液名称和浓度的标签，并按一定次序放于试剂架的固定位置上，绝不能随意变动试剂瓶的次序，只能用胶皮乳头滴管取液，而不能将试剂瓶从架上取下，以免发生差错。

为了避免药物腐蚀标签的字迹，可在标签上涂一薄层石蜡。

特别要注意的是：为了保证瓶内试剂纯净，滴管切不可被沾污或放错在其他试剂瓶上。万一误将试剂沾污（如放错滴管），必须将试剂瓶中试剂全部倒掉，洗净试剂瓶，另注入纯净试剂溶液。

3. 点滴板 有上釉的白瓷板或黑瓷板，如图 1-3 所示。反应在凹槽中进行。有色沉淀应在白色点滴板上进行，白色沉淀则用黑色点滴板。

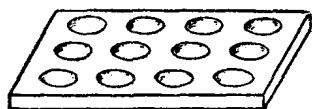


图 1-3 点滴板

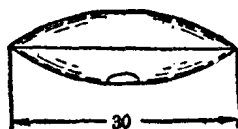


图 1-4 气室

4. 表面皿 可用作鉴定反应，或用两块干燥表玻璃作气室，如图 1-4 所示，以便检验气体的发生。

5. 滴管、毛细管和搅棒 滴管如图 1-5a 所示。在进行分析时，分离溶液和沉淀，洗涤沉淀和滴加试剂，都需要用滴管。滴管

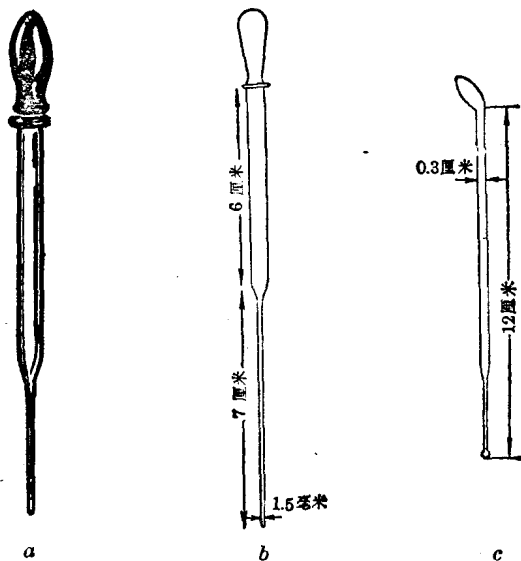


图 1-5 a—滴管 b—毛细滴管 c—搅棒

尖端细而长，能伸到离心管尖端底部。滴管每滴出 20—25 滴约为 1 毫升。

毛细滴管如图 1-5b 所示，用来分离少量溶液和滴加少量试剂。毛细滴管的液滴通常 50 滴相当于 1 毫升。

搅棒如图 1-5c 所示。为了使试液与试剂反应均匀，须用搅棒仔细搅动。为此，搅棒的一端需烧成圆形，另一端可制成小勺状，用来取固体试剂。

6. 离心机 利用离心沉降原理将溶液和沉淀分开的设备，常用的有手摇离心机(如图 1-6)和电动离心机(如图 1-7)两种。

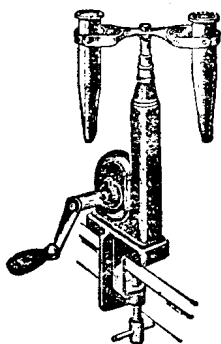


图 1-6 手摇离心机

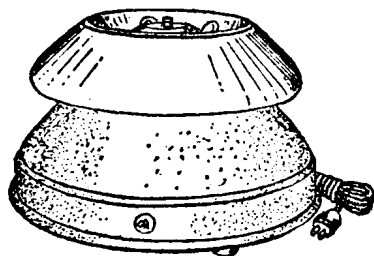


图 1-7 电动离心机

二、操作技术

为了使分析鉴定得到预期的正确结果，除必须选择合适的反应和控制适宜的反应条件外，还必须运用正确的操作方法。下面介绍几种常用的操作方法：

1. 仪器的洗涤

仪器洗涤的目的：(1)保证玻璃仪器上没有杂质，避免干扰反应；(2)保证测量体积的读数可靠。

玻璃仪器洗涤的要求：清洁透明，水沿器壁自然流下后，均匀润湿，不挂水珠。

洗涤仪器的方法：一般仪器如烧杯、离心管等，如果没有特别的污垢，可用自来水荡洗后，用刷子沾肥皂或去污粉洗刷，再用自来水冲净肥皂或去污粉，然后用蒸馏水润洗内壁2—3次，仪器外壁不应用蒸馏水润洗。

若仪器内壁附有难洗掉的油污，则需先用**铬酸洗液**（通称洗液）洗涤。

铬酸洗液的配制方法和使用：在台秤上称取10克粉末状工业纯 $K_2Cr_2O_7$ （或 $Na_2Cr_2O_7$ ），置于400毫升烧杯中，先用少许水溶解，在不断搅动下，慢慢注入200毫升浓硫酸（工业纯），待溶解并冷却后，保存于试剂瓶中。所配的铬酸洗液为暗红色液体。

使用洗液应按以下操作：

（1）使用洗液前，必须先将仪器用自来水和毛刷洗刷，倾尽水，以免浪费洗液。

（2）洗液用过应倒回原瓶，以备下次再用，不能随便乱倒。当洗液变为绿色而失效时，也绝不能倒入下水道，以免腐蚀金属管道，只可倒入废液缸中。

（3）用洗液洗涤过的仪器，应先用自来水冲净，再以蒸馏水润洗内壁2—3次。

（4）洗液为很强的氧化剂，腐蚀性强，使用时特别注意不要溅在皮肤和衣服上。

必须指出：不是任何污垢都能用洗液洗去的，如氧化剂 $KMnO_4$ 溶液残存的有色斑痕，用洗液不能洗去，可用粗盐酸或其他还原剂洗。

2. 试剂的取用和滴加

（1）试剂只能保存于规定的试剂瓶中，并应保持清洁。

（2）取用试剂时，只能使用试剂瓶上原有的滴管，不得用其他滴管，以免弄脏试剂。

(3) 滴加试剂时, 滴管口必须离开离心管口 2—3 毫米, 将试剂直接滴入离心管, 切不可使滴管口碰离心管, 以免沾污滴管而弄脏试剂。

(4) 滴管只能放在原来的试剂瓶中, 如连续使用, 可拿在手中, 切不可放在实验桌上, 以免沾污。

(5) 放回滴管时, 必须看清标签, 以免放错而弄脏试剂。

3. 离心沉降 在半微量定性分析中, 把沉淀和溶液分开, 常用离心沉降的方法, 这就要使用离心机。当盛有混合物的离心管在离心机中迅速旋转时, 沉淀的微粒受到离心力的作用, 向离心管底部的方向抛去, 因此沉淀在管的尖端迅速聚集成一层, 溶液(离心液)则完全澄清。

必须注意, 电动离心机是高速旋转的, 为了避免发生危险, 要用盖加以保护。离心机特别是电动离心机是较贵重的仪器, 应该按操作要求小心使用。离心机的操作方法如下:

为了避免旋转时将离心管碰破, 应在离心机的套管底部垫上少许棉花, 然后放入离心管; 为了保持旋转时不发生震动或摇动, 几个离心管应置于相对应的套管中, 并使各管盛溶液高度基本相等。如果只有一个离心管的试液要离心分离, 则应另取装有约等量水的离心管与之对称。使用手摇离心机时, 开始应缓缓旋转, 以后逐渐加快(绝对不允许猛力旋转!), 1—2 分钟后, 放开手, 任其自行停止, 不能用任何外力使其突然停止。离心机应经常加润滑油, 在正常情况下转动不应有杂音。使用电动离心机时, 开始缓慢旋转(即将变阻器置于低速位置), 以后逐渐移动变阻器使电流加大而使转速加快。停止前, 移动变阻器至原来位置, 任其自行停止, 取出离心试管。电动离心机旋转速度视沉淀性质而定。结晶形和致密沉淀, 大约每分钟 1000 转, 经 1—2 分钟即可; 而无定形和疏松沉淀, 旋转速度应提高, 约每分钟 2000 转, 经 3—4 分钟

即可。如仍不能分离,则设法(如加热或加入不影响反应的电解质)促使凝聚,然后再离心分离。

4. 加热和蒸发 离心管不能在灯焰上直接加热。因为直接加热会使离心管中液体溅出,同时损坏离心管,故一般应在水浴上加热。最简便的水浴如图 1-8a, 用 250 毫升烧杯, 杯内盛沸水, 水面一定要高于离心管内的液面。杯口上放置铁丝扭的管座, 将烧杯放在石棉网上, 以小火加热。

5. 沉淀和沉淀完全的检查 沉淀反应常在离心管中、表玻璃或点滴板上进行。在离心管中进行沉淀时, 用滴管吸取试剂滴入盛有被检离子的试液的离心管中, 每加一滴试剂应充分摇动, 这样得到的结晶颗粒较大, 易于分离。

为了检查沉淀是否完全, 可将加过试剂的离心管先离心沉降, 然后沿管壁滴加试剂, 仔细观察上层清液中是否有浑浊现象, 如无浑浊, 表示沉淀完全。否则须继续滴加试剂, 再离心沉降, 直到沉淀完全。

6. 沉淀和溶液的分离

(1) 吸出法 经过离心沉降后, 离心管的下端为沉淀, 上面为溶液, 此时可用毛细滴管吸取上层清液注入另一离心管中(如图 1-9), 使沉淀和溶液分离。注意用毛细滴管吸溶液时, 必须在插入溶液之前, 捏瘪橡皮乳头, 切不可在插入溶液后, 捏瘪橡皮乳头。

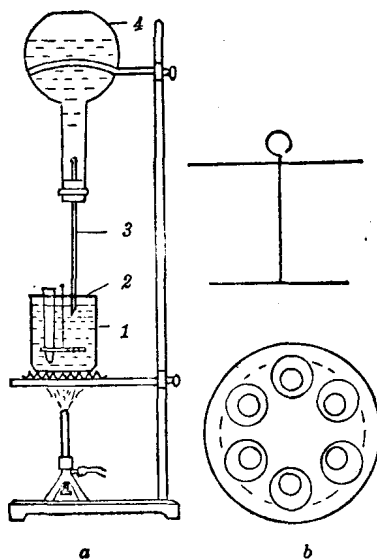


图 1-8 水浴装置

1—250 毫升烧杯 2—管座 3—玻璃管
4—250 毫升平底烧瓶

因为这样就会把沉淀冲动，搅浑了清液。毛细滴管插入溶液后应慢慢放松橡皮乳头，使溶液慢慢吸入管中。必要时重复几次，就可把沉淀和溶液分离。

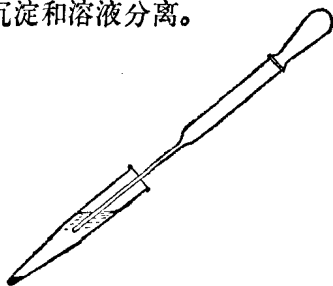


图 1-9 用吸出法将沉淀和溶液分离

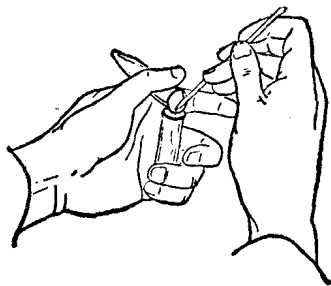


图 1-10 用倾泻法将沉淀和溶液分离

(2) 倾泻法 很多沉淀经离心后，可以用倾泻法将沉淀和溶液分离，操作如下：

用左手的无名指和小指围住空离心管下部，使它靠在手心下部，把盛有溶液和沉淀的离心管，用拇指和手掌上缘平持（管口比管底稍高），使管口与空离心管口靠紧，然后将离心管渐渐向下倾斜，当溶液流到接近管口时，将搅棒伸入，并与液面接触，随即即将搅棒后撤。这样，搅棒即将溶液引入空离心管，如图 1-10 所示。通常溶液倾出后，沉淀表面上往往留有少许溶液，如果用搅棒末端与溶液表面接触，这点溶液也可流出。

7. 沉淀的洗涤 沉淀和溶液分离后，沉淀表面仍含有少量溶液，必须经过洗涤，才能使沉淀较纯净。洗涤的操作如下：在装有沉淀的离心管中，加入适量蒸馏水或适宜的电解质溶液，用搅棒充分搅动，然后离心分离。洗涤时，每次用等于沉淀体积 2—3 倍的洗涤液，通常洗涤 1—3 次。每次洗涤前，尽可能

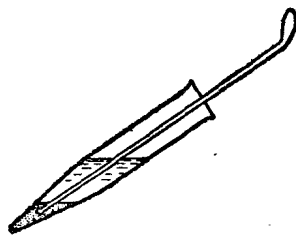


图 1-11 沉淀的洗涤

把溶液除尽。洗涤时，尽量将离心管倾斜，如图 1-11 所示，并注意充分搅动，使沉淀颗粒与大量洗涤液接触。

8. 沉淀的移取 需要把沉淀分为数份以便进行处理时，可用下列方法移取：(1) 沉淀量较大时，可用细玻璃匙或搅棒的勺头移取；(2) 沉淀量少时，可用滴管加少量蒸馏水或适宜的电解质溶液，将其混匀，随即用此滴管吸取。用后一法移取的沉淀，必要时再将加入的液体尽量除去，以免影响下一步的处理。

9. 点滴反应 通常是在点滴板或反应纸上进行。如在反应纸上进行，用质地较厚而又疏松的滤纸，大小约为 2×2 (厘米)²。

操作技术：将吸有溶液的毛细管直立于反应纸的中央(如图 1-12)，待管内溶液被纸吸收后，移开毛细管，此时纸上形成一湿斑。用同法将试剂滴于湿斑上，然后观察反应生成的颜色。

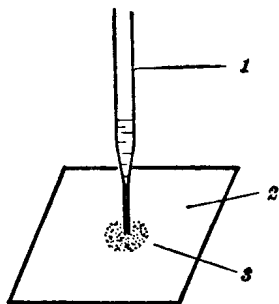


图 1-12 点滴反应方法

1—毛细管 2—反应纸 3—湿斑

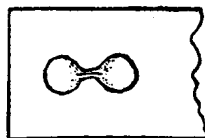


图 1-13 显微结晶反应方法

10. 显微结晶反应 在载片上进行反应(如图 1-13)，在显微镜下观察所形成的特殊晶形。

操作技术：在十分清洁的载片上，放 1 滴经过必要处理的试液(例如调节酸度，稀释至合适浓度等)，在其旁加入 1 滴试剂，然后用细玻璃棒尖在两滴试剂之间划一下，将它们连接起来，则反应缓慢进行，最后在显微镜下观察。

显微镜的使用，实验时由教师演示并讲解。

§ 1-2 常见阳离子鉴定反应的操作步骤

一、 Ag^+ 的鉴定反应 (HCl 法) 取 2 滴 Ag^+ 试液滴入离心管中, 加 1 滴 $3M\text{HCl}$, 生成白色凝乳状沉淀, 离心分离。在沉淀上加 2 滴 $2M$ 氨水, 使沉淀溶解。再加 2 滴 $2M\text{HNO}_3$, 又生成白色沉淀, 示有 Ag^+ 。

二、 Pb^{2+} 的鉴定反应

1. K_2CrO_4 法 取 1 滴 Pb^{2+} 试液滴入离心管中, 加 1 滴 $1M\text{K}_2\text{CrO}_4$, 生成黄色沉淀, 示有 Pb^{2+} 。

2. 二苯硫脲法 取 1 滴 Pb^{2+} 试液滴入离心管中, 加 2 滴 $1M$ 酒石酸钾钠, 再滴加 $6M$ 氨水, 调至溶液的 pH 值为 9—11, 加入 0.01% 二苯硫脲 4—5 滴, 用力摇动, 下层 (CCl_4 层) 呈红色, 示有 Pb^{2+} 。

三、 Cu^{2+} 的鉴定反应

1. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ 法 取 1 滴 Cu^{2+} 试液滴在点滴板上, 加 1 滴 $0.25M\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, 生成红棕色沉淀, 示有 Cu^{2+} 。

2. 催化法—— Fe^{3+} 与 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 反应中, Cu^{2+} 的催化作用 取 6 滴 Fe^{3+} 试液滴入离心管中, 加 2 滴 $0.1M\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 溶液变紫色。将其分为两份, 一份不加 Cu^{2+} , 紫色暂时不褪去; 另一份中加入 1 滴 Cu^{2+} 试液, 则紫色立即褪去, 示有 Cu^{2+} 。

四、 Hg^{2+} 的鉴定反应

1. SnCl_2 法 取 2 滴 Hg^{2+} 试液滴入离心管中, 加入 1—2 滴 $0.5M\text{SnCl}_2$, 生成白色沉淀, 逐渐变灰或黑色, 示有 Hg^{2+} 。

2. CuI 法 在点滴板上, 加入 1 滴 $\text{KI}-\text{Na}_2\text{SO}_3$ 溶液, 1 滴 $0.2M\text{CuSO}_4$, 再加 1 滴 Hg^{2+} 试液, 生成橙红色沉淀, 示有 Hg^{2+} 。

五、 Sn^{2+} 的鉴定反应

1. HgCl_2 法 取 2 滴 Sn^{2+} 试液滴入离心管中，加入 1 滴 0.2M HgCl_2 ，生成白沉淀，逐渐变灰或黑色，示有 Sn^{2+} 。

2. 磷钼酸铵法 在滤纸上加 1 滴磷钼酸铵试剂，小心烘干。加 1 滴 Sn^{2+} 试液，再加 1 滴磷钼酸铵试剂，如显蓝色，示有 Sn^{2+} 。

六、 Al^{3+} 的鉴定反应(茜素磺酸钠法) 在滤纸上加 Al^{3+} 试液和 0.1% 茜素磺酸钠各 1 滴，再加 1 滴 6M 氨水，生成红色斑点，示有 Al^{3+} 。

七、 Cr^{3+} 的鉴定反应

1. 生成 PbCrO_4 法 取 2 滴 Cr^{3+} 试液滴入离心管中，加 2 滴 6M NaOH 和数滴 6% H_2O_2 ，煮沸，使过量的 H_2O_2 分解，溶液变黄，可能有 Cr^{3+} 存在。取此溶液 2 滴，用 6M HAc 酸化，加 2 滴 Pb^{2+} 试液，生成黄色沉淀，示有 Cr^{3+} 。

2. 生成过铬酸法 按上法将 Cr^{3+} 氧化为 CrO_4^{2-} 。在另一个离心管中放入 1 滴 1M H_2SO_4 ，加 2 滴 6% H_2O_2 、3 滴戊醇、1—2 滴 CrO_4^{2-} 试液，振荡，戊醇层显蓝色，示有 Cr^{3+} 。

八、 Fe^{3+} 的鉴定反应

1. NH_4SCN 法 取 1 滴 Fe^{3+} 试液滴在点滴板上，加 2 滴 NH_4SCN 饱和溶液，生成血红色溶液，示有 Fe^{3+} 。

2. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ 法 取 1 滴 Fe^{3+} 试液滴在点滴板上，加 1 滴 0.25M $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ ，立即生成深蓝色沉淀，示有 Fe^{3+} 。

九、 Fe^{2+} 的鉴定反应

1. $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 法 取 1 滴新配制的 Fe^{2+} 试液滴在点滴板上，加 2 滴 0.25M $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ ，生成深蓝色沉淀，示有 Fe^{2+} 。

2. 邻二氮菲法 取 1 滴新配制的 Fe^{2+} 试液滴在点滴板上，加 1—2 滴 2% 邻二氮菲，溶液显桔红色，示有 Fe^{2+} 。

十、 Mn^{2+} 的鉴定反应(NaBiO_3 法) 取 1 滴 Mn^{2+} 试液滴

入离心管中,加5—10滴蒸馏水,取2滴稀释后的 Mn^{2+} 试液于离心管中,加3滴 $2M \text{HNO}_3$ 和少许固体铋酸钠,搅动后离心沉降,溶液显深紫红色,示有 Mn^{2+} 。

十一、 Zn^{2+} 的鉴定反应

1. 诱导法—— $0.02\% \text{CoCl}_2$ 存在下与 $(\text{NH}_4)_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$ 反应 取1滴 $0.02\% \text{CoCl}_2$ 于点滴板上,加1滴 $(\text{NH}_4)_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$ 溶液,搅动,此时不生成蓝色沉淀。加1滴 Zn^{2+} 试液,立即生成蓝色沉淀,示有 Zn^{2+} 。

2. 显微结晶法——与 $(\text{NH}_4)_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$ 反应 取1滴稀释3倍的 Zn^{2+} 试液滴在载片上,然后在其旁加1滴 $(\text{NH}_4)_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$ 溶液,放置数分钟,在显微镜下观察到如图1-14所示的特征晶形,示有 Zn^{2+} 。



图1-14 $\text{Zn}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ 结晶

十二、 Co^{2+} 的鉴定反应

1. NH_4SCN 法 取1滴 Co^{2+} 试液滴入离心管中,加饱和 NH_4SCN 溶液或用其固体,再加3—5滴丙酮,依含 Co^{2+} 量的多少,显蓝色或绿色,示有 Co^{2+} 。

2. 4-[(5-氯吡啶)偶氮]-1,3二胺基苯(简称5-Cl-PADAB)法 取1滴 Co^{2+} 试液滴在点滴板上,加1滴 $0.04\% 5\text{-Cl-PADAB}$ 的乙醇溶液和1滴 $6M \text{HCl}$, 溶液呈玫瑰红色,示有 Co^{2+} 。

十三、 Ni^{2+} 的鉴定反应(丁二酮肟法) 取1滴 Ni^{2+} 试液滴入离心管中,加1滴 $2M$ 氨水,再加1滴 1% 丁二酮肟,生成鲜红色沉淀,示有 Ni^{2+} 。

十四、 Ba^{2+} 的鉴定反应

1. K_2CrO_4 法 取 1 滴 Ba^{2+} 试液滴入离心管中, 加 1 滴 $2M$ HAc 和 1 滴 $1M$ K_2CrO_4 , 生成黄色沉淀, 离心分离, 沉淀上加 2 滴 $2M$ $NaOH$, 沉淀不溶解, 示有 Ba^{2+} 。

2. 玫瑰红酸钠法 取 1 滴 Ba^{2+} 试液滴入离心管中, 加 1 滴 0.2% 玫瑰红酸钠, 生成红棕色沉淀。加 $2M$ HCl 至强酸性, 沉淀变为桃红色, 示有 Ba^{2+} 。

十五、 Ca^{2+} 的鉴定反应

1. 草酸铵法 取 1 滴 Ca^{2+} 试液滴入离心管中, 加 4—5 滴 $0.25M$ $(NH_4)_2C_2O_4$, 再加 $2M$ 氨水至呈碱性, 在水浴上加热, 生成白色沉淀, 示有 Ca^{2+} 。

2. 乙二醛双缩 (2-羟基苯胺) (简称 GBHA) 法 取 1 滴 Ca^{2+} 试液滴入离心管中, 加 4 滴 GBHA 的乙醇饱和溶液、1 滴 $2M$ $NaOH$ 、1 滴 10% Na_2CO_3 及 3—4 滴 $CHCl_3$, 然后加水数滴, 振荡, $CHCl_3$ 层显红色, 示有 Ca^{2+} 。

十六、 Mg^{2+} 的鉴定反应 (对硝基苯偶氮间苯二酚即镁试剂 I 法) 取 1 滴 Mg^{2+} 试液滴在点滴板上, 加 1 滴 $6M$ $NaOH$ 和 1—2 滴镁试剂 I 溶液, 生成蓝色沉淀 (Mg^{2+} 量少时仅溶液变蓝), 示有 Mg^{2+} 。

十七、 Na^+ 的鉴定反应

1. 醋酸铀酰锌法 取 1 滴 Na^+ 试液滴入离心管中, 加 4 滴 95% 乙醇和 8 滴醋酸铀酰锌溶液, 用搅棒摩擦管壁, 生成淡黄色晶状沉淀, 示有 Na^+ 。

2. 显微结晶法——与醋酸铀酰反应 取 1 滴 Na^+ 试液滴在载片上, 小心蒸发至近干。冷却后加 1 滴 $UO_2(Ac)_2$, 稍待片刻, 在显微镜下观察到四面体或八面体晶形 (如图 1-15 所示), 示有 Na^+ 。

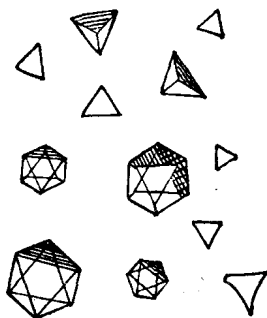


图 1-15