

高等学校教学参考书

分析化学 学习指导与习题

刘 东 主 编

徐绍炳 副主编



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS

高等学校教学参考书

分析化学 学习指导与习题

刘 东 主 编

徐绍炳 副主编

高等教育出版社

内容提要

本书是配合面向 21 世纪课程教材《分析化学》(华中师范大学等编)而编写的教学辅导书。全书涵盖化学分析和仪器分析的知识,章序与教材匹配,共 21 章。每章包括简明的内容提要,有代表性的例题及解析,部分习题及参考答案。这些都有利于学生掌握分析化学的基本理论和解题的基本方法。本书在内容上比分析化学教材有所拓宽和加深。各章均精选了不同题型的习题,并附有参考答案,便于读者练习与自测。

本书可作为高等学校化学、化工类专业的教学参考书,也可供报考研究生人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学学习指导与习题/刘东 主编. —北京:高等教育出版社,2006.5

ISBN 7-04-018707-8

I. 分... II. 刘... III. 分析化学-高等学校-教学参考资料 IV. O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 018215 号

策划编辑 岳延陆 责任编辑 董淑静 封面设计 张楠 责任绘图 吴文信
版式设计 胡志萍 责任校对 杨凤玲 责任印制 尤静

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100011
总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 潮河印业有限公司

开 本 787×960 1/16
印 张 26.75
字 数 490 000

购书热线 010-58581118
免费咨询 800-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landaco.com>
<http://www.landaco.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2006 年 5 月第 1 版
印 次 2006 年 5 月第 1 次印刷
定 价 27.90 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 18707-00

前 言

近几年来,高等院校分析化学教学体系和教学内容有了很大变化,在理论和应用两方面不断更新,在教学方法和考试内容上不断改革,这给教与学两方面带来不少新问题。为了配合高等教育出版社出版、华中师范大学等校编写的面向21世纪课程教材《分析化学》的教学,我们组织编写《分析化学学习指导与习题》一书,以满足高等师范院校分析化学教学的需要。出版本书的目的是指导学习分析化学课程,培养自学能力,启迪思维方法,有利于加强学生对基本理论、基本解题方法的掌握,提高分析问题和解决问题的能力。本书可作为高等院校分析化学课程的教学参考书。

本书的结构与主教材同步。它包括了化学分析和仪器分析的全部内容,共分21章。它们是定性分析、误差和分析数据的处理、滴定分析法概论、酸碱滴定法、络合滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法、重量分析法、常用的分离和富集方法、定量分析的一般步骤、电磁辐射基础、紫外-可见吸收光谱法、红外吸收光谱法、原子发射光谱法、原子吸收光谱法、电位分析法、极谱及伏安分析法、电解及库仑分析法、色谱法、核磁共振波谱法、质谱分析法。

本书每章都有简明的内容提要,以指导学生自学,列出了需要掌握的基本知识、重点、难点及主要的计算公式等。精选10~30个有代表性的例题,进行示范性的解析,注重解题的思路和方法的阐述,还列举了一些一题多解的例题,力图达到举一反三的目的,以帮助读者掌握解题方法和技巧。各章都精选了一定数量的习题(包括问答题、选择题、填充题和计算题)供读者练习,并附有参考答案供读者解题时自查。

参加编写本书的有华中师范大学曾胜年(第1、2、3、4、9、10章)、刘东(第5、6、7、8章)、王建林(第13、20、21章),湖北师范学院张海丽(第11、12章)、徐绍炳(第16、17、18、19章),喀什师范学院买买提·吐尔逊(第14、15章)。该书主编刘东,副主编徐绍炳。

本书由华中师范大学万家亮教授主审,他对书稿提出了许多宝贵的修改意见。高等教育出版社耿承延、岳延陆同志为该书的出版付出了辛勤的劳动,在此一并致以衷心的感谢。

由于习题及解答的校对、复查工作量大,虽然尽了很大努力来避免错误,但限于编者的水平,书中缺点和错误在所难免,恳切希望读者批评指正。

编 者

2004年10月于武昌

目 录

第 1 章 定性分析	1
1.1 内容提要	1
1.1.1 定性分析的基本概念	1
1.1.2 常见阳离子的分析性质	2
1.1.3 各组阳离子分析性质简述	4
1.1.4 阴离子分析(13 种常见阴离子)	6
1.1.5 定性分析的一般步骤(略)	6
1.2 例题解析	6
1.3 习题	15
1.3.1 问答题	15
1.3.2 填空题	16
1.3.3 选择题	18
1.3.4 计算题	20
第 2 章 误差和分析数据的处理	22
2.1 内容提要	22
2.1.1 误差的来源、性质及表示方法	22
2.1.2 正态分布与 t 分布	23
2.1.3 有限次数测定值的统计处理	24
2.1.4 有效数字的记录、修约和运算规则	26
2.1.5 提高分析结果准确度的方法	26
2.2 例题解析	27
2.3 习题	35
2.3.1 问答题	35
2.3.2 填空题	36
2.3.3 选择题	38
2.3.4 计算题	40
第 3 章 滴定分析法概论	41
3.1 内容提要	41
3.1.1 滴定分析法的特点和对滴定反应的要求	41
3.1.2 基准试剂与标准溶液的配制	41
3.1.3 滴定分析中基本的定量计算公式及其应用	42
3.2 例题解析	43
3.3 习题	51



3.3.1 问答题	51
3.3.2 填空题	51
3.3.3 选择题	52
3.3.4 计算题	53
第4章 酸碱滴定法	55
4.1 内容提要	55
4.1.1 基本概念	55
4.1.2 水溶液中弱酸(碱)各型体的分布	56
4.1.3 酸碱溶液中 $[H^+]$ 的计算	57
4.1.4 酸碱缓冲溶液	59
4.1.5 酸碱指示剂	60
4.1.6 酸碱滴定法的原理	61
4.1.7 酸碱滴定法的应用	63
4.2 例题解析	64
4.3 习题	78
4.3.1 问答题	78
4.3.2 填空题	79
4.3.3 选择题	81
4.3.4 计算题	84
第5章 络合滴定法	87
5.1 内容提要	87
5.1.1 络合物的形成常数和各级络合物的分布	87
5.1.2 副反应系数和条件形成常数	88
5.1.3 络合滴定法的基本原理	90
5.1.4 提高络合滴定选择性的方法	92
5.2 例题解析	93
5.3 习题	112
5.3.1 选择题	112
5.3.2 填空题	115
5.3.3 计算题	117
5.3.4 问答题	120
第6章 氧化还原滴定法	121
6.1 内容提要	121
6.1.1 氧化还原平衡	121
6.1.2 氧化还原滴定法的基本原理	123
6.1.3 氧化还原滴定结果的计算	125
6.1.4 常用的氧化还原滴定方法	126
6.2 例题解析	126



6.3 习题	153
6.3.1 选择题	153
6.3.2 填空题	155
6.3.3 计算题	156
6.3.4 问答题	159
第7章 沉淀滴定法	160
7.1 内容提要	160
7.2 例题解析	161
7.3 习题	163
7.3.1 选择题	163
7.3.2 填空题	164
7.3.3 计算题	164
7.3.4 问答题	166
第8章 重量分析法	167
8.1 内容提要	167
8.1.1 重量分析对沉淀的要求和分析结果的计算	167
8.1.2 沉淀的溶解度及其影响因素	167
8.1.3 影响沉淀纯度的因素	170
8.1.4 沉淀的形成和进行沉淀的条件	170
8.2 例题解析	171
8.3 习题	185
8.3.1 选择题	185
8.3.2 填空题	188
8.3.3 计算题	190
8.3.4 问答题	192
第9章 常用的分离和富集方法	193
9.1 内容提要	193
9.1.1 衡量分离效果的两个指标	193
9.1.2 溶剂萃取分离法的有关计算	193
9.1.3 螯合物萃取体系的有关计算	194
9.1.4 离子交换分离法的有关计算	194
9.1.5 纸色谱中比移值的有关计算	195
9.2 例题解析	195
9.3 习题	200
第10章 定量分析的一般步骤	203
10.1 主要计算公式	203
10.2 例题解析	203
10.3 习题	205



第 11 章 电磁辐射基础	208
11.1 内容提要	208
11.1.1 电磁辐射	208
11.1.2 电磁辐射的性质	208
11.1.3 光谱的产生机理	209
11.1.4 电磁波谱	209
11.1.5 光谱分析法分类	209
11.1.6 原子光谱	211
11.1.7 分子光谱	212
11.2 例题解析	213
11.3 习题	215
11.3.1 选择题	215
11.3.2 填空题	216
11.3.3 问答题	217
11.3.4 计算题	217
第 12 章 紫外-可见吸收光谱法	218
12.1 内容提要	218
12.1.1 紫外-可见吸收光谱的产生	218
12.1.2 光的互补性及溶液颜色	218
12.1.3 光吸收定律	219
12.1.4 比色法和吸光光度法	222
12.1.5 光度分析法的误差	222
12.1.6 有机化合物的紫外-可见吸收光谱	225
12.1.7 无机化合物的紫外-可见光谱	226
12.1.8 紫外-可见分光光度计	227
12.1.9 紫外-可见分光光度法的应用	227
12.2 例题解析	230
12.3 习题	234
12.3.1 选择题	234
12.3.2 填空题	235
12.3.3 问答题	236
12.3.4 计算题	237
第 13 章 红外吸收光谱法	239
13.1 内容提要	239
13.1.1 分子的振动类型及振动的自由度 N	239
13.1.2 分子简谐振动方程	239
13.1.3 中红外光谱区的划分	240
13.1.4 影响基团频率的因素	240

13.1.5	傅里叶变换红外光谱仪及其特点	241
13.1.6	拉曼光谱	241
13.2	例题解析	241
13.3	习题	249
13.3.1	填空题	249
13.3.2	选择题	250
13.3.3	计算及问答题	252
第 14 章	原子发射光谱法	259
14.1	内容提要	259
14.1.1	原子发射光谱法的基本原理	259
14.1.2	原子发射光谱仪器	260
14.1.3	光谱定量分析的基本原理	261
14.2	例题解析	262
14.3	习题	266
14.3.1	问答题	266
14.3.2	填空题	266
14.3.3	选择题	267
14.3.4	计算题	268
第 15 章	原子吸收光谱法	270
15.1	内容提要	270
15.1.1	原子吸收光谱法的基本原理	270
15.1.2	原子吸收光谱仪	271
15.1.3	原子吸收光谱法的干扰及其抑制	272
15.1.4	定量分析方法及评价	272
15.2	例题解析	273
15.3	习题	277
15.3.1	问答题	277
15.3.2	填空题	277
15.3.3	选择题	278
15.3.4	计算题	279
第 16 章	电位分析法	281
16.1	内容提要	281
16.1.1	离子选择性电极	281
16.1.2	其他离子选择性电极	283
16.1.3	离子选择性电极的基本特性	285
16.1.4	直接电位分析法和仪器	286
16.1.5	电位滴定法	287
16.2	例题解析	288

16.3 习题	295
16.3.1 问答题	295
16.3.2 填空题	295
16.3.3 选择题	296
16.3.4 计算题	299
第 17 章 极谱及伏安分析法	301
17.1 内容提要	301
17.1.1 极谱分析法的基本原理	301
17.1.2 极谱干扰电流及其消除	302
17.1.3 极谱定量分析方法	303
17.1.4 极谱波类型及极谱波方程	304
17.1.5 极谱催化波	306
17.1.6 几种新极谱和伏安分析法	307
17.2 例题解析	309
17.3 习题	316
17.3.1 问答题	316
17.3.2 填空题	317
17.3.3 选择题	318
17.3.4 计算题	321
第 18 章 电解及库仑分析法	325
18.1 内容提要	325
18.1.1 电解分析法的基本原理	325
18.1.2 库仑分析法	327
18.2 例题解析	329
18.3 习题	336
18.3.1 问答题	336
18.3.2 填空题	336
18.3.3 选择题	337
18.3.4 计算题	338
第 19 章 色谱法	340
19.1 内容提要	340
19.1.1 色谱法基本知识	340
19.1.2 气相色谱法	345
19.1.3 高效液相色谱法	351
19.2 例题解析	353
19.3 习题	363
19.3.1 问答题	363
19.3.2 填空题	364

19.3.3 选择题	365
19.3.4 计算题	367
第 20 章 核磁共振波谱法	370
20.1 内容提要	370
20.1.1 有自旋现象的核	370
20.1.2 磁场中的自旋核	371
20.1.3 核磁共振	371
20.1.4 化学位移	371
20.1.5 影响化学位移的因素	372
20.1.6 偶合常数与峰面积	372
20.1.7 核磁共振仪	372
20.2 例题解析	373
20.3 习题	379
20.3.1 填空题	379
20.3.2 选择题	379
20.3.3 计算及问答题	380
第 21 章 质谱分析法	383
21.1 内容提要	383
21.1.1 质谱仪的工作过程和原理	383
21.1.2 质谱仪的分辨率	383
21.1.3 质谱仪的离子源	384
21.1.4 主要离子峰类型	384
21.1.5 分子式的确定	385
21.1.6 结构式的确定	385
21.2 例题解析	386
21.3 习题	391
21.3.1 填空题	391
21.3.2 选择题	391
21.3.3 计算及问答题	393
习题参考答案	395



第1章 定性分析

1.1 内容提要

学习的重点是熟悉并掌握常见离子的分析性质(即与离子的分离和鉴定有关的性质),这是进行定性分析的基础。本章仅着重总结了某些常见阳离子与两酸、两碱的反应,以及某些硫化物的溶解性等。

1.1.1 定性分析的基本概念

定性分析中的化学反应包括两大类:一类是分离反应与掩蔽反应,另一类是鉴定反应。由于采用湿法,故多以沉淀的形成或溶解这种方式进行物质间的分离。

1. 反应进行的条件

包括反应物的浓度、反应的酸度、温度和介质,还有共存物质的影响等。

2. 对鉴定方法的要求

鉴定方法需要具有明显的外部特征:如沉淀的生成或溶解,溶液颜色的改变,有气体或特殊气味产生等。对其有两点要求:

(1) 灵敏度 由于灵敏度与确定的实验方法和实验检测结果有关,因此称之为鉴定方法的灵敏度。它用最低质量浓度 $[\rho_B (\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})]$ 或 $1:G$,均为相对量]和检出限量 $[m (\mu\text{g}) \text{绝对量}]$ 共同表示,此时一般不需要指明试液的体积 $V(\text{mL})$ 。 G 是含有 1 g 被鉴定离子的溶剂的质量,它们的关系是

$$\rho_B G = 10^6 \quad 1:G = m:V$$

ρ_B 与 m 的值越小,表明鉴定方法的灵敏度越高。

定性分析对鉴定方法的灵敏度具有一定的要求。当某种离子的含量小于相应鉴定方法的灵敏度而无法检出时,可得出否定的结论。

(2) 选择性 在一定条件下,能与某试剂发生具有特征现象反应的离子数目越少,这一方法或试剂的选择性就越高。对于选择性高的鉴定方法,则易于通过控制实验条件(如反应酸度、温度、加掩蔽剂、附加补充实验或分离等)使其成为特效反应,实际工作中多为此种情况。

3. 空白试验和对照试验



空白试验(用蒸馏水代替试液在相同的条件下同法进行)用来检查溶剂、辅助试剂和器皿是否引入了待检离子或干扰离子,以防止过检。对照试验(用已知离子溶液代替试液同法进行)用于检查主要试剂是否失效,或反应条件是否正确,以避免漏检。

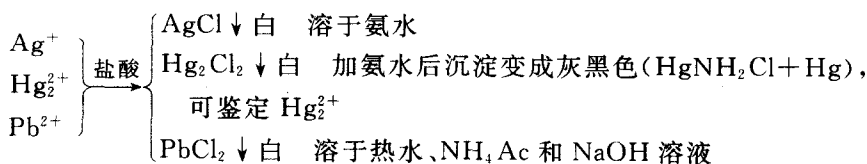
当鉴定方法实验结果的现象不够明显时,须同时进行以上两种试验,以便作出正确判断。

4. 系统分析和分别分析

系统分析是先采用组试剂(一般为沉淀剂)依次将分析性质相似的离子分成若干组,然后再对各组内离子作进一步分离和鉴定。它适用于成分较复杂的试样中阳离子的定性分析,或是全分析。由于阴离子共存的机会较少,且在分析过程中易发生变化,因此采用分别分析法较为适宜;对于目标大致确定、为数不多的阳离子也可采用分别分析法,利用特效反应或特效试剂进行鉴定。

1.1.2 常见阳离子的分析性质

1. 与盐酸的反应



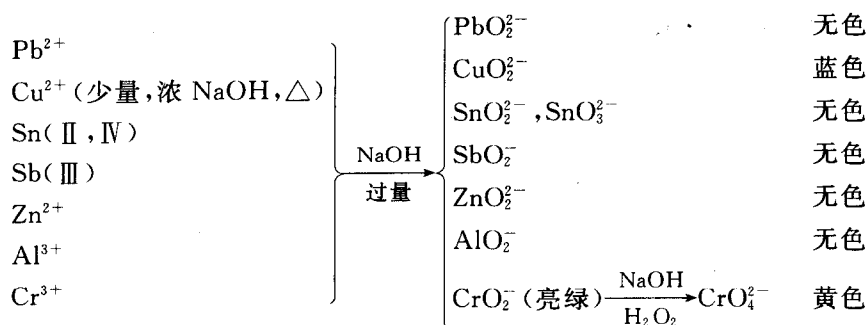
2. 与 H_2SO_4 的反应



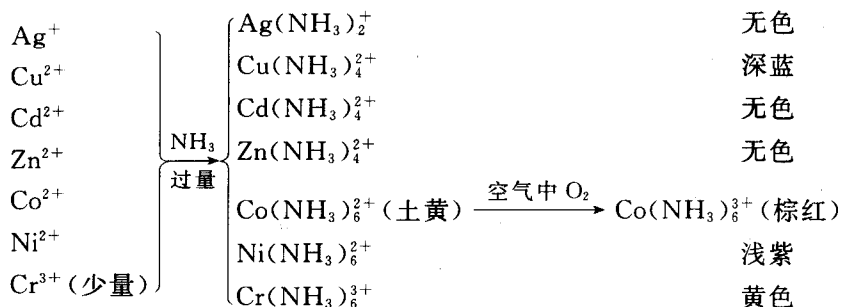
加入过量 Na_2CO_3 并长时间煮沸,可使 BaSO_4 部分转化为 BaCO_3 ,再用酸溶解碳酸盐。多次转化可使上述反应进行较为完全。

3. 与 NaOH 的反应

生成两性氢氧化物沉淀,能溶于过量 NaOH 溶液的有



4. 与 NH_3 的反应(与之生成络离子)

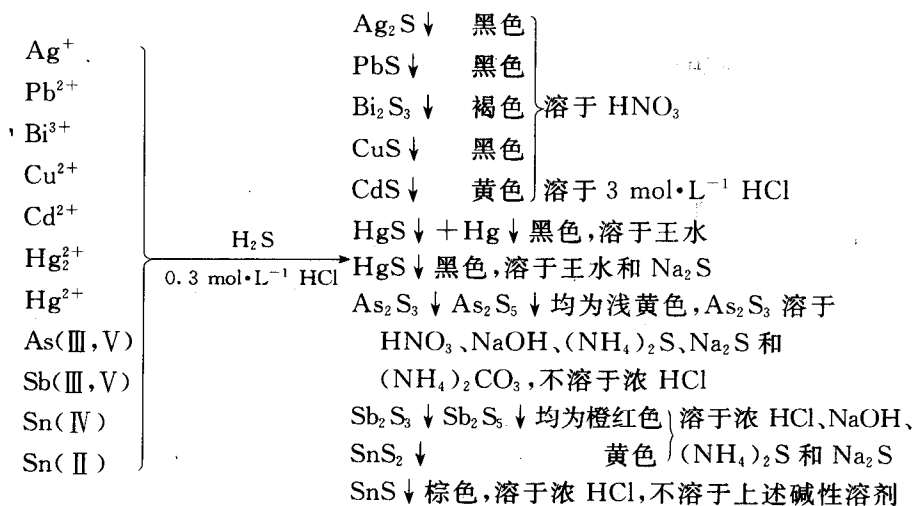


此外,在溶液中先加入较大量 NH_4Cl ,再加氨水, Mg^{2+} 和 Mn^{2+} 不析出相应氢氧化物沉淀(因它们的溶解度较大)而留在溶液中。

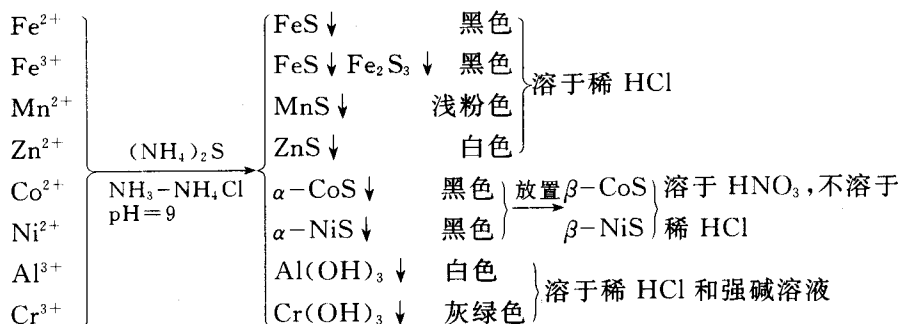
分别采用盐酸、硫酸、氢氧化钠和氨水为组试剂,将教材中涉及的 24 种阳离子分为五组的系统分析方案(称为两酸两碱系统),正是对上述分析性质的应用。

5. 与 H_2S 或 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 的反应

(1) 约 $0.3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液中通入 H_2S 后,能生成硫化物沉淀的离子有



(2) 在酸性溶液中不形成硫化物沉淀,但在氨性缓冲溶液中($\text{pH}=9$)与 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 反应能生成沉淀的离子有



6. 其他具有分析意义的化合物

(1) 铬酸盐 在 $\text{HAc}-\text{NaAc}$ 介质中, Ba^{2+} 可以析出铬酸盐沉淀而与 Sr^{2+} 分离。利用 PbCrO_4 溶于过量 NaOH 或 NH_4Ac 溶液,从而与 BaCrO_4 分离。 Ag_2CrO_4 能溶于氨水,借此可与 BaCrO_4 分离。

(2) 草酸盐 常用生成 CaC_2O_4 白色沉淀来分离并鉴定 Ca^{2+} 。当 Ca^{2+} 、 Sr^{2+} 和 Ba^{2+} 共存时,在加热至沸的试液中加入 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 和 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合溶液,可生成 BaCO_3 、 SrCO_3 和 CaC_2O_4 沉淀。用 HAc 溶解碳酸盐,可分离出 CaC_2O_4 。

(3) 氟化物 F^- 可与 Fe^{3+} 、 $\text{Sn}(\text{IV})$ 、 $\text{Ti}(\text{IV})$ 和 $\text{Zr}(\text{IV})$ 等形成稳定的络离子;又可与 Ba^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 等生成氟化物沉淀,可用于掩蔽或分离上述离子。

(4) 与 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 的反应 Ag^+ 、 Zn^{2+} 、 Co^{2+} 和 Ni^{2+} 与 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 反应生成的沉淀可溶于过量 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 溶液,生成相应的氨络离子。

1.1.3 各组阳离子分析性质简述

本书采用与教材一致的简化硫化氢系统分析方案,根据各阳离子硫化物和氯化物溶解度的差异,分别以盐酸、 H_2S 和 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 为组试剂,通过控制反应条件(主要是酸度),将 24 种常见阳离子(不包括 Sr^{2+})分为 4 组:盐酸组、硫化氢组、硫化铵组和可溶组。应掌握分组的主要依据,组试剂,分析步骤,组间分离的详细条件和原因,组内分离的主要条件及各离子主要的鉴定方法(包括反应条件、主要试剂、现象和消除组内离子干扰的方法)。还应掌握硫代乙酰胺(TAA)在酸性和氨性条件下,作为组试剂的反应、作用和特点。以下仅对各组离子特有的分析性质作简要概括。

在系统分析中,首先取原试液直接鉴定 NH_4^+ (因分析过程中多次加入)、 Fe^{2+} 和 Fe^{3+} (避免价态变化而无法确定)。

1. 阳离子第一组

本组离子的氯化物沉淀均不溶于冷水和稀酸。铅的许多化合物(除 PbS 外)可溶于强碱或 NH_4Ac ; 银的许多化合物可溶于过量氨水; 还有 Hg_2^{2+} 的歧化作用等是本组离子重要的分析性质。 Pb^{2+} 是跨组离子, PbCl_2 的溶解度较大, 受温度的影响也大, 应防止漏检。

当某离子在溶液中的浓度降至 $10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下时, 一般的鉴定方法将难以检出, 可视为已沉淀完全。

2. 阳离子第二组

本组离子的硫化物都有颜色, 可作为定性鉴定的依据之一。铜组离子的硫化物呈碱性, 皆溶于稀 HNO_3 ; 锡组离子硫化物的酸性依砷、锑、锡(IV)、汞的次序逐渐减弱, 这是进行组内分离的依据, 可根据硫化物是否溶解于 Na_2S 进而分为铜组和锡组。锡组离子的硫化物溶于 Na_2S 后生成硫代酸盐, 用 HAc 酸化后再析出硫化物沉淀, 它们之间的进一步分离也是利用硫化物酸性差异 [As_2S_3 溶于 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, SnS_2 和 Sb_2S_3 溶于浓盐酸, HgS 溶于王水] 的结果。

CdS 溶于 $1 \sim 3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸, 可与其他铜组硫化物分离。 Cu^{2+} 和 Cd^{2+} 易与 NH_3 形成络离子也是经常用到的性质。

3. 阳离子第三组

因 Al^{3+} 和 Cr^{3+} 的氢氧化物溶解度很小, 故当酸度降低后它们形成氢氧化物沉淀。除 CoS 和 NiS 外, 本组其他离子的硫化物皆可溶于盐酸。

在用氨水调节试液的酸度时, 有无沉淀生成可作为 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Fe^{3+} 或其中之一是否存在的预测。本组离子一般都有特效性较好的鉴定方法, 宜采用分别分析法鉴定。

除 Al^{3+} 和 Zn^{2+} 外, 本组其他离子都能改变价态, 如 Fe^{2+} 、 Co^{2+} 、 $\text{Cr}(\text{III}, \text{VI})$ 和 $\text{Mn}(\text{II}, \text{IV}, \text{VII})$ 等; 且不同存在形式的离子具有特征的颜色。 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 和 Zn^{2+} 的两性, Zn^{2+} 、 Co^{2+} 和 Ni^{2+} 与 NH_3 反应的性质也是经常用到的分析性质。

4. 第四组阳离子

为了防止因 S^{2-} 被氧化和氨水吸收了 CO_2 而导致本组离子因提前沉淀而丢失, 应使用新配制的 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 和氨水。同理, 对分离出第三组沉淀后的试液也不能久置, 应立即酸化、煮沸逐去 H_2S , 并离心除去析出的硫。然后加酸将试液蒸干, 灼烧除尽铵盐, 以免 NH_4^+ 干扰对 K^+ 和 Na^+ 的鉴定。

本组离子难溶的化合物中, CaC_2O_4 、 BaCrO_4 和 BaSO_4 的溶解度较小, 常用于分离与鉴定中。此外, 在饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 溶液中, Ca^{2+} 因形成 $\text{Ca}(\text{SO}_4)_2^{2-}$ 可与 BaSO_4 分离。

如欲直接取原始试液鉴定第四组阳离子, 可在氨性试液中加入锌粉, 将许多



金属离子还原成金属析出,从而消除干扰。

关于各离子鉴定方法的有关内容,可阅读教材。

1.1.4 阴离子分析(13种常见阴离子)

1. 阴离子的分析特性

与酸反应;彼此间的氧化还原反应(故在酸性溶液中不能共存);与某些阳离子的反应(络合反应、沉淀反应和氧化还原反应),宜采用分别分析法。

2. 制备阴离子分析试液的要求

制作 Na_2CO_3 提取液:

- (1) 试液呈碱性,使各阴离子保持原来的存在形式;
- (2) 除去碱金属以外的阳离子(重金属离子);
- (3) 使阴离子全部或大部分进入溶液(浓度达 $10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 即可检出);
- (4) 取原始试样(液)鉴定 CO_3^{2-} ;
- (5) 对于残渣中难以转化的难溶盐,可进一步采用稀 H_2SO_4 加锌粉,或用 HNO_3 处理;
- (6) 对于不含重金属离子的试样,可直接用水溶解后,加 NaOH 使呈碱性即可。

3. 阴离子的初步试验(消去反应)

- (1) 分组试验:其中 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$,视其浓度大小可分别在第一或第二组(颜色发生变化)中出现;
- (2) 挥发性试验(采用固体试样为宜);
- (3) 氧化性与还原性试验。在进行还原性试验时,如 KMnO_4 试验结果肯定,则需再进行 I_2 -淀粉试验以确定阴离子的范围;如 KMnO_4 试验结果否定,则后述试验无需再进行。

4. 当以上试验全部为否定结果时,试液中如有阴离子,则只可能是 NO_3^- 和(或) Ac^- 。

1.1.5 定性分析的一般步骤(略)

1.2 例题解析

例 1-1 用 NH_4SCN 法鉴定 Fe^{3+} ,出现下述情况时应如何解决?

- (1) 没有鉴定出 Fe^{3+} ,但根据其他现象似乎有 Fe^{3+} 存在;
- (2) 怀疑使用的蒸馏水中含有微量铁;
- (3) 怀疑 NH_4SCN 试剂已变质;
- (4) 所得结果尚能辨认,但现象不明显。