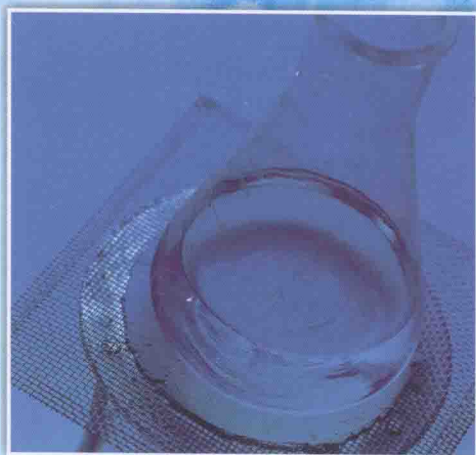




全国普通高等院校工科化学规划精品教材



# 无机化学 实验

✦ 蔡定建 主编

WUJI HUAXUE  
SHIYAN



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

# 无机化学实验

主 编 蔡定建  
副主编 刘青云 颜 军 孟 磊 唐培松  
许宝泉 舒 庆 余长林 蔡伟建  
谭育慧 刘典梅  
参 编 周 阳 谢志鹏 钟洪鸣 戎 敢  
赵军学 甘福强 何 钢 刘煦晴



华中科技大学出版社  
中国·武汉

## 内 容 提 要

本书是全国普通高等院校工科化学规划精品教材。

本书分为八章,其内容包括实验室基本知识、化学实验数据处理与表达、常用仪器的使用及基本操作、物理化学量及常数的测定、化学反应原理、元素及化合物的性质、无机化合物的制备和提纯,以及综合性和设计性实验。

本书可供普通高等院校化学、化工、冶金、材料、生物工程、医药、农林、环保、食品等专业的教师和学生使用,也可作为成人教育、自学考试相关专业人员的教学用书或参考书。

### 图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/蔡定建 主编. —武汉:华中科技大学出版社,2013.8  
ISBN 978-7-5609-9333-1

I. 无… II. 蔡… III. 无机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. O61-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 193484 号

## 无机化学实验

蔡定建 主编

策划编辑:王新华

责任编辑:王新华

封面设计:秦 茹

责任校对:朱 霞

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)81321915

录 排:华中科技大学惠友文印中心

印 刷:华中理工大学印刷厂

开 本:710mm×1000mm 1/16

印 张:12.5

字 数:265千字

版 次:2013年8月第1版第1次印刷

定 价:28.00元



本书若有印装质量问题,请向出版社营销中心调换  
全国免费服务热线:400-6679-118 竭诚为您服务  
版权所有 侵权必究

# 前 言

随着教学改革的不断深入,无机化学实验这门传统的基础实验课程在教学内容、方法和手段上发生了很大的变化。为了适应 21 世纪我国高等教育事业的发展 and 无机化学实验改革的需要,进一步提高高等院校无机化学实验的教学水平,我们在总结多年实验教学经验的基础上合编了这本教材。本书可供高等院校化学、化工、冶金、材料、生物工程、医药、农林、环保、食品等专业的教师和学生使用,也可供从事无机化学实验的相关人员参考。

无机化学是一门实践性很强的学科。通过无机化学实验教学,可以使学生熟练地掌握化学实验的基本操作技能,加深对无机化学理论的理解,为高等院校学生参加科学研究打下良好的基础。

这次编写工作是在依据各参编院校的无机化学实验教学实践并参考国内外有关实验教材的基础上完成的。为了增加学生的实验基础知识,培养独立分析和解决问题的能力,还编写了几个综合性及设计性实验,由学生针对指定的或自选的实验题目,根据所学无机化学的理论及实验知识,查阅有关文献,独立地设计实验方案,并进行实验。

本书由江西理工大学蔡定建主编(撰写十五万字)。参加本书编写的有:山东科技大学刘青云,成都大学颜军、何钢,河南农业大学孟磊,湖州师范学院唐培松,武汉工程大学刘煦晴,浙江工商大学蔡伟建,江西理工大学蔡定建、余长林、许宝泉、舒庆、谭育慧、刘典梅、周阳、谢志鹏、钟洪鸣、戎敢、赵军学、甘福强等。

在编写过程中,参考了一部分已正式出版的高等学校教材和著作,从中借鉴了许多有益的内容,特向有关教材的作者和出版社表示感谢。

由于编者水平有限,书中难免存在不足之处,敬请读者批评指正,以便再版或重印时改正。

编 者

2013 年 6 月

# 目 录

引言	(1)
第一章 实验室基本知识	(3)
第二章 化学实验数据处理与表达	(12)
第三章 常用仪器的使用及基本操作	(16)
第四章 物理化学量及常数的测定	(57)
实验一 摩尔气体常数的测定	(57)
实验二 化学反应的摩尔焓变的测定	(59)
实验三 化学平衡常数的测定	(62)
实验四 化学反应速率及反应活化能的测定	(66)
实验五 碘化铅溶度积常数的测定	(70)
实验六 银氨配离子配位数及稳定常数的测定	(73)
实验七 醋酸解离常数的测定	(75)
实验八 凝固点降低法测定硫的相对分子质量	(81)
第五章 化学反应原理	(85)
实验一 酸碱反应与缓冲溶液	(85)
实验二 配合物与沉淀-溶解平衡	(87)
实验三 氧化还原反应	(91)
第六章 元素及化合物的性质	(95)
实验一 碱金属和碱土金属的性质	(95)
实验二 氧和硫的性质	(98)
实验三 氮和磷的性质	(101)
实验四 氯、溴、碘及其化合物的性质	(104)
实验五 锡、铅、铋、铊的性质	(107)
实验六 铬、锰、铁、钴、镍的性质	(110)
实验七 铜、银、锌、镉、汞的性质	(115)
第七章 无机化合物的制备和提纯	(119)
实验一 用废弃铝制饮料罐制备硫酸铝	(119)
实验二 用蛋壳制备柠檬酸钙	(120)
实验三 荧光防伪材料的制备	(122)
实验四 废旧干电池的综合利用	(124)
实验五 无机净水剂聚合硫酸铁的制备与应用	(126)

实验六	碱式碳酸铜的制备	(127)
实验七	常见阳离子的分离与鉴定	(129)
实验八	从烂版液回收硫酸铜	(134)
实验九	由废锌皮制备纯硫酸锌	(135)
实验十	用亚铁盐制备无机颜料(铁黄)	(136)
实验十一	混合阳离子的分离鉴定	(138)
实验十二	十二铜硅酸的制备和性质	(139)
<b>第八章</b>	<b>综合性和设计性实验</b>	<b>(142)</b>
实验一	从废定影液中回收金属银	(142)
实验二	硫酸亚铁铵的制备及纯度分析	(143)
实验三	常见阴离子未知液的定性分析	(146)
实验四	常见阳离子未知液的定性分析	(149)
实验五	聚碱式氧化铝(水絮凝剂)的制备与净水实验	(156)
实验六	水热法制备 $\text{SnO}_2$ 纳米微晶	(158)
实验七	二草酸合铜(Ⅱ)酸钾的制备及组成测定	(160)
实验八	溶胶-凝胶法制备纳米二氧化钛	(162)
实验九	海带中碘的提取	(163)
实验十	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及其组成的确定	(164)
实验十一	离子交换法制备纯水	(167)
实验十二	硝酸钾的制备和提纯	(171)
实验十三	硫代硫酸钠的制备	(173)
实验十四	硫酸四氨合铜的制备及表征	(175)
<b>附录</b>		<b>(179)</b>
附录 A	常见弱酸、弱碱在水中的解离常数	(179)
附录 B	常见难溶化合物的溶度积(298.15 K)	(181)
附录 C	常见配离子的稳定常数	(182)
附录 D	标准电极电势	(183)
附录 E	常用元素国际相对原子质量	(186)
附录 F	常用酸碱的浓度和密度	(188)
附录 G	常用酸碱指示剂	(188)
附录 H	常见离子及化合物的颜色	(189)
附录 I	常见金属化合物在水中的溶解性	(191)
附录 J	常见沉淀物的 pH	(191)
附录 K	常用化学网址	(193)
<b>参考文献</b>		<b>(194)</b>

# 引 言

## 一、无机化学实验的重要意义

无机化学实验是无机化学课程的重要组成部分,是高等院校化学、化工及相关专业开设的一门必修基础实验课。本课程的重要意义在于研究元素及化合物的重要性,熟悉主要无机物质的制备方法;加深对无机化学的基本原理和基础知识的理解;注意培养学生使之正确掌握化学实验的基本操作,培养学生独立工作和独立思考的能力,培养学生敏锐的观察力,以及归纳、综合、正确处理数据的能力;同时,通过无机化学实验,培养学生实事求是的科学态度和准确、细致、整洁的良好实验习惯以及科学的思维方法。另外,无机化学实验是第一门化学类实验课程,其实践性很强,本课程的学习将为学生继续学好后继课程(分析化学、有机化学、物理化学和各类专业化学及实验等)及今后参加实际工作和开展科学研究打下良好的基础。

## 二、学习方法和要求

学好并掌握无机化学实验,除了要有明确的学习目的、端正的学习态度之外,还要有好的学习方法。无机化学实验的学习方法和要求大致分为以下三个方面。

### 1. 认真预习

- (1) 认真钻研实验教材和理论教科书中的有关内容;
- (2) 明确实验目的,弄清实验原理;
- (3) 熟悉实验内容、实验步骤、基本操作、仪器使用方法和实验注意事项;
- (4) 认真思考实验前应准备的问题;
- (5) 写出预习报告(包括实验目的、实验原理、实验步骤、实验注意事项及有关的安全问题等)。

### 2. 做好实验

在教师指导下,独立进行实验,实验原则上应按教材提供的方法、步骤及试剂用量进行。若提出新的实验方案,应经教师批准后方可进行实验。

实验过程中,要认真操作、仔细观察、勤于思考,如实记录实验现象和数据,得出正确的结论。若发现实验现象与理论不符,应尊重实验事实,并认真分析和检查原因,或与教师讨论后再重做实验。

严格遵守实验室规则,注意安全。

### 3. 写好实验报告

根据实验过程中观察到的现象和测试的数据,写出简明扼要、条理清晰的实验报

告。撰写实验报告时要有严谨的科学态度,报告内容要实事求是,决不允许随意编造、修改数据,或抄袭别人的实验报告。实验报告书写要整齐、清洁,按时交指导教师评阅。

## 附:实验报告

实验名称:

气压:

室温:

日期:

姓名:

\_\_\_\_\_ 年级 \_\_\_\_\_ 组

实验室:

指导教师:

一、实验目的

二、实验原理(简述)

三、实验装置图

四、数据记录和结果处理

五、问题和讨论

附注

指导教师签名:



# 第一章 实验室基本知识

## 一、实验室规则

(1) 实验过程中要集中精力,认真操作,仔细观察,如实记录。

(2) 保持严肃、安静的实验室气氛,不得高声谈话、嬉笑打闹。

(3) 注意安全,爱护仪器、设备。使用精密仪器时应格外小心,严格按操作规程进行。若发生故障,要及时报告指导教师。损坏仪器要酌情赔偿。

(4) 节约试剂,按实验教材规定用量取用试剂。从试剂瓶中取出的试剂不可再倒回瓶中,以免带进杂质。取用试剂后应立即盖上瓶塞,切忌张冠李戴而污染试剂。试剂瓶应及时放回原处。

(5) 随时保持实验室和桌面的整洁。火柴梗、废纸屑、金属屑等固体废物应投入废纸篓内,废液应倒入废液缸内,严禁投入和倒入水槽,以防堵塞、腐蚀管道。

(6) 实验完毕,须将玻璃仪器洗涤干净,放回原位。清洁并整理好桌面,将水槽、地面打扫干净。检查电源是否断开,水龙头是否关闭。

(7) 实验室的一切物品(仪器、药品等)均不得带离实验室。

## 二、学生实验守则

遵守化学实验室守则是学生实验得以正常进行的前提和保证,学生进入实验室必须遵守以下规则:

(1) 进入实验室,须遵守实验室纪律和制度,听从教师指导与安排,不准进食、大声说话等。

(2) 未穿实验服、未写实验预习报告者不得进入实验室进行实验。

(3) 进入实验室后,要熟悉周围环境,了解防火及急救设备器材的使用方法和存放位置,遵守安全规则。

(4) 实验前,清点、检查仪器,明确仪器规范操作方法及注意事项(教师会给予演示),否则不得动手操作。

(5) 使用药品时,要求明确其性质及使用方法后,根据实验要求规范使用。禁止使用标示不明确的药品或随意混合药品。

(6) 实验中,保持安静,认真操作,仔细观察,积极思考,如实记录,不得擅自离开岗位。

(7) 实验室公用物品(包括器材、药品等)用完后,应放回原指定位置。实验废液、废物按要求放入指定收集器皿。(实验前拿若干烧杯放于桌面,废液全放于一

杯中。)

- (8) 爱护公物,注意卫生,保持整洁,节约水、电、气。
- (9) 实验完毕后,要求整理、清洁实验台面,检查水、电、气源,打扫实验室卫生。
- (10) 实验记录经教师签名认可后,方可离开实验室。

### 三、实验室安全守则及意外事故的处理

#### 1. 安全守则

(1) 加热试管时,不要将试管口指向自己或别人。不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出,产生伤害。

(2) 嗅闻气体时,应用手轻拂气体,将气体扇向自己后再嗅。

(3) 使用酒精灯时,应随用随点燃,不用时盖上灯罩。不要用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯,以免酒精溢出而失火。

(4) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在衣服、皮肤上,尤其勿溅到眼睛内。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢倒入水中,而不能将水倒向浓硫酸中,以免迸溅。

(5) 乙醚、乙醇、丙酮、苯等有机易燃物质,放置和使用时必须远离明火,取用完毕后应立即盖紧瓶塞或瓶盖。

(6) 会产生有刺激性或有毒气体的实验,应在通风橱内(或通风处)进行。

(7) 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物等,特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口,也不能将有毒药品随便倒入下水道。

(8) 实验室内严禁饮食和吸烟。实验完毕,应洗净双手后,才可离开实验室。

#### 2. 意外事故的处理

(1) 若因酒精、苯或乙醚等着火,应立即用湿布或沙土等扑灭。若遇电气设备着火,必须先切断电源,再用泡沫灭火器或四氯化碳灭火器灭火(实验室应备有灭火设备)。

(2) 遇有烫伤事故,可用高锰酸钾溶液或苦味酸溶液洗灼伤处,再搽上凡士林或烫伤油膏。

(3) 若在眼睛或皮肤上溅着强酸或强碱,应立即用大量水冲洗,然后相应地用碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗(若溅在皮肤上,最后还要搽些凡士林)。

(4) 若吸入氯、氯化氢等气体,可立即吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒;若吸入硫化氢气体,会感到不适或头晕,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 被玻璃割伤时,伤口内若有玻璃碎片,须先挑出,再行消毒、包扎。

(6) 遇有触电事故,首先应切断电源,在必要时,应进行人工呼吸。

(7) 对伤势较重者,应立即送医院医治,任何延误都可能使治疗更加复杂和困难。

## 四、常用试剂溶液的配制

常用试剂溶液的配制方法见表 1-1。

表 1-1 常用试剂溶液的配制方法

试 剂	浓度/(mol · L <sup>-1</sup> )	配 制 方 法
三氯化铋	0.1	溶解 31.6 g BiCl <sub>3</sub> 于 330 mL 6 mol · L <sup>-1</sup> HCl 溶液,加水稀释至 1 L
三氯化锑	0.1	溶解 22.8 g SbCl <sub>3</sub> 于 330 mL 6 mol · L <sup>-1</sup> HCl 溶液,加水稀释至 1 L
氯化亚锡	0.5	溶解 113 g SnCl <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O 于 170 mL 浓盐酸中,必要时可加热。完全溶解后,加水稀释至 1 L,然后加几粒锌粒(用时新配)
氯化铁	0.1	溶解 27 g FeCl <sub>3</sub> · 6H <sub>2</sub> O 于 100 mL 6 mol · L <sup>-1</sup> HCl 溶液中,加水稀释至 1 L
硫化铵	3	在 200 mL 浓氨水中通入 H <sub>2</sub> S 直至不再吸收,然后加入 200 mL 浓氨水,最后加水稀释至 1 L(用时新配)
多硫化钠		溶解 480 g Na <sub>2</sub> S · 9H <sub>2</sub> O 于 500 mL 水中,再加 40 g NaOH 和 18 g 硫黄,充分搅拌,加水稀释至 1 L(用时新配)
硫酸铵		溶解 50 g(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 于 100 mL 热水中,冷却后过滤
硫酸亚铁铵	0.5	溶解 196 g(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> Fe(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O 于 300 mL 含有 10 mL 浓硫酸的水中,加水稀释至 1 L(用时新配)
硫酸亚铁	0.5	溶解 139 g Fe(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> · 7H <sub>2</sub> O 于 300 mL 含有 10 mL 浓硫酸的水中,加水稀释至 1 L,再加几枚小铁钉(用时新配)
硝酸汞	0.1	溶解 33.4 g Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> · $\frac{1}{2}$ H <sub>2</sub> O 于 1 L 0.6 mol · L <sup>-1</sup> HNO <sub>3</sub> 溶液中
硝酸亚汞	0.1	溶解 56.1 g Hg <sub>2</sub> (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O 于 1 L 0.6 mol · L <sup>-1</sup> HNO <sub>3</sub> 溶液中,再加入少许金属汞
碳酸铵	0.1	溶解 96 g(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 于 1 L 2 mol · L <sup>-1</sup> NH <sub>3</sub> · H <sub>2</sub> O 中
铋酸钠	0.1	溶解 12.2 g 铋粉于 50 mL 浓硝酸中,微热,使铋粉全部作用成白色粉末,用倾析法洗涤数次,加 50 mL 6 mol · L <sup>-1</sup> NaOH 溶液,溶解后稀释至 1 L

续表

试 剂	浓度/(mol · L <sup>-1</sup> )	配 制 方 法
钴亚硝酸钠		溶解 230 g NaNO <sub>2</sub> 于 500 mL 水中,加入 165 mL 6 mol · L <sup>-1</sup> HAc 溶液和 30 g Co(NH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O,放置 24 h,取其清液,稀释至 1 L,保存在棕色瓶中。此溶液应呈橙色,若变成红色,表示已分解,需重新配制
亚硝酰铁氰化钠		溶解 1 g 亚硝酰铁氰化钠于 100 mL 水中,保存于棕色瓶中(须新配,变绿即表明已失效)
奈氏试剂		溶解 115 g HgI <sub>2</sub> 和 80 g KI 于水中,稀释至 500 mL,再加入 500 mL 6 mol · L <sup>-1</sup> NaOH 溶液,静置后取其清液,保存在棕色瓶中
铬黑 T		将铬黑 T 和烘干的 NaCl 按 1 : 100 的比例在研钵中研磨均匀
镁试剂		溶解 0.01 g 镁试剂于 1 L 1 mol · L <sup>-1</sup> NaOH 溶液中
镍试剂		溶解 10 g 二乙酰二肟于 1 L 95% 的乙醇中
钙指示剂		将钙指示剂与无水 Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 按 2 : 100 比例混合,研磨均匀
氯水		在水中通入氯气至饱和(新鲜配制)
溴水		在水中滴入溴水至饱和
碘水	0.01	溶解 1.3 g 碘和 5 g KI 于尽可能少的水中,加水稀释至 1 L
品红溶液		将 0.1 g 品红溶于 100 mL 水中
淀粉溶液		取 0.2 g 淀粉和少量水,调成糊状,倒入 100 mL 沸水中,煮沸后冷却
HAc-NaAc 缓冲溶液		取 120 g 无水 NaAc 溶于水,加冰醋酸 60 mL,稀释至 1 L (pH=5.0)
NH <sub>3</sub> -NH <sub>4</sub> Cl 缓冲溶液		取 54 g NH <sub>4</sub> Cl 溶于水,加浓氨水 350 mL,稀释至 1 L (pH=10)
甲基橙		溶解 1 g 甲基橙于 1 L 水中
石蕊		取 2 g 石蕊,溶于 50 mL 水中,静置 24 h 后过滤,在滤液中加 95% 乙醇 30 mL,再加水稀释至 1 L
酚酞		取 1 g 酚酞,溶解于 90 mL 95% 乙醇和 10 mL 水的混合液中

## 五、常用离子的主要鉴定方法

常用离子的主要鉴定方法见表 1-2。

表 1-2 常用离子的主要鉴定方法

离子	鉴定方法	条件及干扰
$K^+$	取两滴 $K^+$ 试液,加入 1 滴 HAc 溶液酸化,再加入 3 滴六硝基合钴酸钠 ( $Na_3[Co(NO_2)_6]$ ) 溶液,放置片刻,即有黄色沉淀 $K_2Na[Co(NO_2)_6]$ 产生,加入强酸,沉淀即溶解	(1) 鉴定要在中性或弱酸性条件下进行,强酸、强碱均能使试剂分解; (2) $NH_4^+$ 可与试剂生成橙色沉淀 $(NH_4)_2Na[Co(NO_2)_6]$ 而产生干扰,但经沸水浴中加热 1~2 min 后, $(NH_4)_2Na[Co(NO_2)_6]$ 分解, $K_2Na[Co(NO_2)_6]$ 不变
$Na^+$	取两滴 $Na^+$ 试液,加入 8 滴乙酸铀酰锌试剂,用玻璃棒搅拌或摩擦试管壁,有黄色乙酸铀酰锌钠晶体缓慢生成,表示有 $Na^+$	(1) 鉴定要在中性或弱酸性条件下进行,强酸、强碱均能使试剂分解; (2) $K^+$ 浓度大时,可产生干扰; $Ag^+$ 、 $Hg^{2+}$ 、 $Sb^{3+}$ 存在时,有干扰; $AsO_4^{3-}$ 、 $PO_4^{3-}$ 会分解试剂
$Ca^{2+}$	取两滴 $Ca^{2+}$ 溶液,再滴加 $(NH_4)_2C_2O_4$ 溶液,生成白色 $CaC_2O_4$ 沉淀,此沉淀溶于 HCl 溶液,而不溶于 HAc 溶液	(1) 反应在强酸性条件下不能进行; (2) $Mg^{2+}$ 、 $Ba^{2+}$ 、 $Sr^{2+}$ 存在对反应有干扰,但 $MgC_2O_4$ 溶解于醋酸, $Ba^{2+}$ 、 $Sr^{2+}$ 则应预先除去
$Mg^{2+}$	取两滴 $Mg^{2+}$ 试液,加 1~2 滴 NaOH 溶液碱化,滴加镁试剂,有天蓝色沉淀生成	(1) 鉴定反应要在碱性条件下进行, $NH_4^+$ 大量存在会有干扰,可加 NaOH 并加热除去; (2) $Ag^+$ 、 $Hg^{2+}$ 、 $Hg_2^{2+}$ 、 $Cu^{2+}$ 、 $Co^{2+}$ 、 $Ni^{2+}$ 、 $Mn^{2+}$ 、 $Cr^{3+}$ 、 $Fe^{3+}$ 及高浓度 $Ca^{2+}$ 存在会有干扰,应预先除去
$NH_4^+$	取一大一小两块表面皿,在大的表面皿上滴加两滴 $NH_4^+$ 试液,再加 1 滴 NaOH 溶液,混匀,在小的表面皿上黏附一条润湿的酚酞试纸,将小表面皿盖在大表面皿上,做成气室。把此气室放在适当大小的、有水的烧杯上,加热烧杯,酚酞试纸变红,说明有 $NH_4^+$	
	取两滴 $NH_4^+$ 试液,加入奈氏试剂(碱性碘化汞钾),即生成黄棕色沉淀	
$Ba^{2+}$	取两滴 $Ba^{2+}$ 试液,滴加硫酸溶液,即生成不溶于酸的白色沉淀	

续表

离子	鉴定方法	条件及干扰
$\text{Al}^{3+}$	取 1 滴 $\text{Al}^{3+}$ 试液, 加两滴 $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{NH}_4\text{Ac}$ 溶液及两滴铝试剂, 微热, 出现红色沉淀, 再加 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 沉淀不消失	(1) 反应宜在 $\text{HAc-NH}_4\text{Ac}$ 缓冲溶液中进行; (2) $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Bi}^{3+}$ 对鉴定有干扰, 但加氨水后, $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 生成的红色化合物即分解; 加 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 可使 $\text{Ca}^{2+}$ 生成 $\text{CaCO}_3$ 沉淀, 加 $\text{NaOH}$ 可使 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Bi}^{3+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 生成沉淀而预先除去
$\text{Pb}^{2+}$	取两滴 $\text{Pb}^{2+}$ 试液, 加两滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{K}_2\text{CrO}_4$ 溶液, 生成黄色沉淀	(1) 反应要在 $\text{HAc}$ 溶液中进行, 强酸、强碱溶液中均不能生成沉淀; (2) $\text{Ba}^{2+}$ 和 $\text{Ag}^+$ 对此有干扰, 可加入 $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 使 $\text{Ba}^{2+}$ 、 $\text{Ag}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 生成硫酸盐沉淀, 过滤后加入醋酸铵, 醋酸铵能和 $\text{Pb}^{2+}$ 生成可溶性弱电解质 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ , 然后鉴定 $\text{Pb}^{2+}$
$\text{Hg}_2^{2+}$	取两滴 $\text{Hg}_2^{2+}$ 试液, 滴加 $\text{SnCl}_2$ 溶液, 首先生成 $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ 白色沉淀, 在过量 $\text{SnCl}_2$ 存在时, $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ 被还原为 $\text{Hg}$ , 沉淀出现灰黑色	.
$\text{Ag}^+$	取两滴 $\text{Ag}^+$ 试液, 滴加 $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{HCl}$ 溶液, 得白色 $\text{AgCl}$ 沉淀, 离心分离后, 在沉淀上滴加 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 沉淀溶解, 溶液经硝酸酸化后, 又析出 $\text{AgCl}$	
$\text{Zn}^{2+}$	取两滴 $\text{Zn}^{2+}$ 试液, 滴加 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 滴加 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ , 即生成 $\text{ZnS}$ 白色沉淀。沉淀溶于稀盐酸, 不溶于醋酸	反应宜在中性或碱性条件下进行
$\text{Fe}^{3+}$	取 1 滴 $\text{Fe}^{3+}$ 试液, 滴加 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{NH}_4\text{SCN}$ 溶液, 生成血红色硫氰酸铁	(1) $\text{H}_3\text{PO}_4$ 、 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 $\text{F}^-$ 、酒石酸、柠檬酸等能与 $\text{Fe}^{3+}$ 形成稳定的配合物而影响鉴定; (2) $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 有颜色, 使鉴定结果的颜色观察不敏感
	取 1 滴 $\text{Fe}^{3+}$ 试液, 滴入 1 滴 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{HCl}$ 溶液和 1 滴 $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 溶液, 出现蓝色沉淀	(1) 鉴定要在酸性条件下进行; (2) $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 浓度大时, 对鉴定有干扰, 需预先分离除去

续表

离子	鉴定方法	条件及干扰
$\text{NO}_2^-$	取两滴 $\text{NO}_2^-$ 试液, 再加 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 溶液酸化, 加入淀粉-KI 指示剂, 若有 $\text{NO}_2^-$ 存在, 溶液即呈蓝色	
$\text{NO}_3^-$	取两滴 $\text{NO}_3^-$ 试液, 加入 6 滴 $12 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液及 3 滴 $\alpha$ -萘胺, 溶液呈淡紫红色	
$\text{S}^{2-}$	取 4 滴 $\text{S}^{2-}$ 试液, 加 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液, 立即在试管口放入湿润的 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸, 溶液反应放出的 $\text{H}_2\text{S}$ 气体, 使醋酸铅试纸变黑	
$\text{SO}_3^{2-}$	取两滴 $\text{SO}_3^{2-}$ 试液, 加入 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液 1 滴酸化, 滴入两滴碘水或 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{KMnO}_4$ 溶液, 酸化产生的 $\text{SO}_2$ 使碘水或 $\text{KMnO}_4$ 溶液退色	
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	取两滴 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 试液, 加入两滴 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{HCl}$ , 微热, 因有淡黄色硫沉淀生成, 溶液变混浊	
$\text{SO}_4^{2-}$	取两滴 $\text{SO}_4^{2-}$ 试液, 加入 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{HCl}$ 溶液酸化, 再加 2 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{BaCl}_2$ 溶液, 出现白色沉淀	氟离子和氟硅酸根离子对此鉴定反应有干扰
$\text{CO}_3^{2-}$	取 10 滴 $\text{CO}_3^{2-}$ 试液于试管中, 另取 1 个与试管大小相配的橡皮塞, 打孔后插入 1 支没有滴头的滴管, 在滴管的细口处加 1 滴澄清的石灰水, 往试管中加入 3 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{HCl}$ 溶液后, 迅速塞入橡皮塞。溶液中反应产生的 $\text{CO}_2$ 与石灰水接触, 使石灰水变混浊	
$\text{PO}_4^{3-}$	取两滴 $\text{PO}_4^{3-}$ 试液, 加 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{HNO}_3$ 溶液酸化, 再加两滴 10% 钼酸铵, 温热, 有磷钼酸铵黄色沉淀出现	(1) 沉淀溶于碱和氨水中, 反应要在酸性条件下进行; (2) 还原剂的存在会使 $\text{Mo}^{4+}$ 还原为“钼蓝”而使溶液呈深蓝色, 影响鉴定, 故要预先除去; (3) 钼酸铵与 $\text{PO}_4^{3-}$ 、 $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ 的冷溶液无反应, 但煮沸后由于 $\text{PO}_4^{3-}$ 的生成而有黄色磷钼酸铵沉淀

续表

离子	鉴定方法	条件及干扰
Fe <sup>2+</sup>	取 1 滴 Fe <sup>2+</sup> 试液,滴入几滴邻二氮杂菲溶液,试液变红色	鉴定要在弱酸性条件下进行,有较好的选择性和灵敏度
	取 1 滴 Fe <sup>2+</sup> 试液,滴入 1 滴 2 mol · L <sup>-1</sup> HCl 溶液和 1 滴 K <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]溶液,出现蓝色沉淀	鉴定要在酸性条件下进行
Co <sup>2+</sup>	取 1~2 滴 Co <sup>2+</sup> 试液,加入 10 滴饱和 NH <sub>4</sub> SCN 溶液,再加 5 滴戊醇,振荡,静置分层,戊醇层为蓝绿色	(1)NH <sub>4</sub> SCN 浓度要大; (2)若有 Fe <sup>3+</sup> 干扰,可加少量 NaF 固体掩蔽
Ni <sup>2+</sup>	取 1 滴 Ni <sup>2+</sup> 试液,加 1 滴 6 mol · L <sup>-1</sup> NH <sub>3</sub> · H <sub>2</sub> O,再加 1 滴二乙酰二肟,生成鲜红色沉淀	(1)鉴定反应在氨性溶液中进行,pH 为 5~10 较适宜; (2)Fe <sup>2+</sup> 、Fe <sup>3+</sup> 、Cu <sup>2+</sup> 、Co <sup>2+</sup> 、Cr <sup>3+</sup> 、Mn <sup>2+</sup> 有干扰,可加柠檬酸或酒石酸掩蔽
Cr <sup>3+</sup>	取 3 滴 Cr <sup>3+</sup> 试液,加 6 mol · L <sup>-1</sup> NaOH 溶液至生成的沉淀溶解,再加 4 滴 3% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 溶液,水浴加热,待溶液变成黄色,继续加热使剩余的 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 分解,冷却后,再加 6 mol · L <sup>-1</sup> HAc 溶液酸化,然后加两滴 0.1 mol · L <sup>-1</sup> Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 溶液,生成黄色沉淀	Cr <sup>3+</sup> 的氧化需在碱性条件下进行,生成 PbCrO <sub>4</sub> 的反应要在弱酸性(HAc)条件下进行
Cu <sup>2+</sup>	取 3 滴 Cu <sup>2+</sup> 试液,加入醋酸酸化溶液,再加入亚铁氰化钾,若有 Cu <sup>2+</sup> 存在,即生成红棕色 Cu <sub>2</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]沉淀,沉淀不溶于稀 HNO <sub>3</sub> 溶液而溶于 NH <sub>3</sub> · H <sub>2</sub> O	(1)鉴定反应要在中性或弱酸性条件下进行; (2)Fe <sup>3+</sup> 及大量的 Co <sup>2+</sup> 、Ni <sup>2+</sup> 会有干扰
Mn <sup>2+</sup>	取两滴 Mn <sup>2+</sup> 试液,加入 10 滴水、5 滴 2 mol · L <sup>-1</sup> HNO <sub>3</sub> 溶液,再加少许 NaBiO <sub>3</sub> (s),水浴加热,溶液呈紫色	(1)反应宜在强酸性条件下进行; (2)Cl <sup>-</sup> 、Br <sup>-</sup> 、I <sup>-</sup> 等还原性物质及 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 有干扰
Cl <sup>-</sup>	取两滴 Cl <sup>-</sup> 试液,加入 AgNO <sub>3</sub> 溶液,立即生成白色 AgCl 沉淀。滴加 6 mol · L <sup>-1</sup> NH <sub>3</sub> · H <sub>2</sub> O,沉淀溶解,再加 6 mol · L <sup>-1</sup> HNO <sub>3</sub> 溶液,沉淀又出现	
Br <sup>-</sup>	取两滴 Br <sup>-</sup> 试液,加入氯仿,再加入氯水,振荡,氯仿层显黄色或红棕色	氯水宜逐滴加入并振荡。氯水过量,生成 BrCl,氯仿层就呈黄色



续表

离子	鉴定方法	条件及干扰
$I^-$	取两滴 $I^-$ 试液,加入氯仿,再加入氯水,振荡,氯仿层显紫红色,若加入过量氯水,紫红色消失。紫红色物质能使淀粉试液变蓝	反应宜在酸性、中性或碱性条件下进行
$SCN^-$	取两滴 $SCN^-$ 试液,加入 $FeCl_3$ 溶液 1~3滴,溶液出现血红色	