



2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称：常见阳离子的分离和鉴定

姓名/同组同学：_____ 实验时间：2025 年 3 月 11 日

指导老师/助教：_____/_____ 第 1 页

一、实验目的

- (1). 探究常见阳离子的物化性质.
- (2). 了解混合液中阳离子分离鉴定的原理与流程.
- (3). 掌握如反应物添加、离心、沉淀洗涤等基本操作.

二、实验原理

- 无机定性分析：分离并鉴定样品中阳离子或阴离子的操作.
 - 鉴定反应：反应速度快，具有高灵敏度和高选择性，并常伴有明显的反应现象如沉淀生成或溶解、颜色变化和气体生成.
 - 特征反应：试剂仅与目标离子反应，并产生独特可观察的现象并无其他离子干扰.
 - 提高鉴定反应选择性：酸度控制，选择性沉淀、配位反应、氧化还原反应，还可以向混合液加入化学配位试剂和干扰离子选择性结合消除干扰→掩蔽.
- 分别分析法：不受其他离子影响，离子可以直接通过特征反应被检测出来.
- 系统分析法：不同的试剂将离子分为不同组别，组内再分离、鉴定.
- ① 硫化氢系统分析法：HCl, H₂S, (NH₄)₂S, (NH₄)₂CO₃ 等作为组试剂
优：系统严谨，分离比较完全 缺：H₂S, (NH₄)₂S有臭味且有毒，分析步骤繁杂.
- ② 两酸两碱系统分析法：HCl, H₂SO₄, NH₃·H₂O, NaOH……
优：试剂常见易得，避免了有毒试剂 缺：氢氧化物沉淀不易分离；两性配合物，共沉淀……
- 本实验选取两酸两碱系统分析法对常见离子如：Ag⁺, Pb²⁺, Cu²⁺, Fe³⁺, Fe²⁺, Al³⁺, Cr³⁺, Mn²⁺, Co²⁺, Ni²⁺, Zn²⁺ 等进行分离鉴定。特别注意溶剂、温度、催化剂、浓度、酸碱度等对鉴定反应的影响。



三、 课前思考题

(1). Ag^+ , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} 这些阳离子中 1). 哪些形成不溶的氯化物? 2). 形成不溶的硫酸盐?

3). 哪个与 NaOH 反应产生沉淀? 哪些又在过量的 NaOH 溶液溶解?

4). 哪个与 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 反应产生沉淀? 哪些又在过量 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 下溶解?

答: (1). 1). AgCl , (PbCl_2 微溶). 2). PbSO_4 3). AgOH (不稳定, 易分解), $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Fe}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Zn}(\text{OH})_2$, $\text{Co}(\text{OH})_2$

$\text{Mn}(\text{OH})_2$ (碱性不稳定) ($\text{Ni}(\text{OH})_2$ 微溶); 其中过量的 NaOH 溶液下, $\text{Al}(\text{OH})_3$ 溶解、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ 溶解.

4). $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Fe}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Mn}(\text{OH})_2$, ($\text{Ni}(\text{OH})_2$ 微溶), $\text{Zn}(\text{OH})_2$. 过量 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 下, $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 溶解, $\text{Mn}(\text{OH})_2$ 溶解.

(2). 如何验证阳离子是否沉淀完全?

沉淀后离心或静置后取上清液, 再加入沉淀剂, 观察是否有沉淀生成。若有则说明阳离子沉淀不完全; 若无沉淀生成, 则说明已经沉淀完全。

四、 实验步骤



2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称：常见阳离子的分离和鉴定

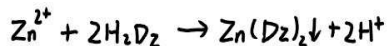
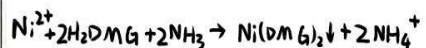
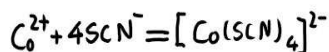
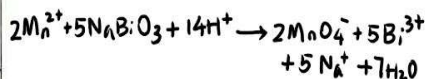
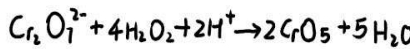
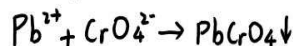
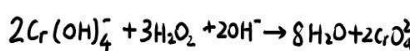
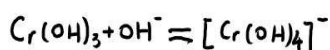
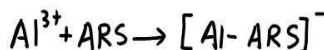
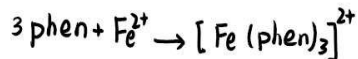
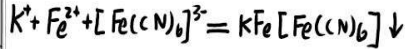
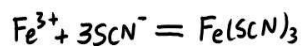
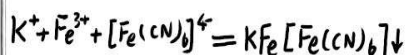
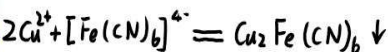
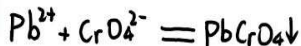
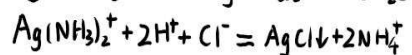
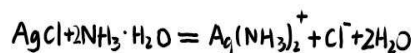
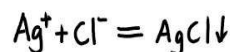
姓名/同组同学： 实验时间： 2025 年 3 月 11 日

指导老师/助教： / 第 3 页

1. 常见阳离子的个别鉴定

鉴定离子	实验步骤	实验现象
Ag ⁺	①2 滴 0.1M AgNO ₃ + 1 滴 2M HCl 溶液	产生白色沉淀
	②沉淀离心，弃上清液	
	③沉淀② + 6M NH ₃ ·H ₂ O	沉淀逐渐溶解
	④溶液③ + 6M HNO ₃	立即产生白色沉淀
Pb ²⁺	5 滴 0.1M Pb(NO ₃) ₂ + 1 滴 6M HAc + 5 滴 0.1M K ₂ CrO ₄	溶液中产生亮黄色沉淀 图一
Cu ²⁺	3 滴 0.1M CuSO ₄ + 1 滴 2M HAc + 1 滴 0.1M K ₄ [Fe(CN) ₆]	溶液中产生红褐色沉淀 图二
Fe ³⁺	①1 滴 0.1M FeCl ₃ + 1 滴 0.1M K ₄ [Fe(CN) ₆] (点滴板)	产生深蓝色沉淀 图三
	②1 滴 0.1M FeCl ₃ + 2 滴饱和 NH ₄ SCN (点滴板)	溶液呈深红色 (偏紫)
Fe ²⁺	①5 滴 0.1M FeSO ₄ + 5 滴 0.1M K ₃ [Fe(CN) ₆]	产生深蓝色沉淀 图四
	②10 滴 0.1M FeSO ₄ + 5 滴 1% 邻二氮菲	溶液呈红橙色 图五
Al ³⁺	1 滴 0.1M AlCl ₃ + 1 滴 2M HAc + 2 滴 0.1% 茜素磺酸钠 + 2M NH ₃ ·H ₂ O 至微碱性 + 加热	溶液呈红色 图六
Cr ³⁺	①5 滴 0.1M CrCl ₃ + 6M NaOH 至亮绿色溶液	溶液由深蓝色变为亮绿色 图七
	②溶液① + 6-7 滴 3%H ₂ O ₂ + 水浴加热	溶液成带褐色，水浴后成亮黄色
	③部分溶液② + 6M HNO ₃ 酸化 + 2 滴 0.1M Pb(NO ₃) ₂	产生黄色沉淀 图八
	④部分溶液② + 6M HNO ₃ 至 pH 2-3 + 半滴管乙醚 + 2mL 3%H ₂ O ₂	溶液变为深蓝色且上下分层，上层深蓝，下层无色透明 图九
Mn ²⁺	2 滴 0.1M MnSO ₄ + 10 滴 6M HNO ₃ + 少许 NaBiO ₃ + 水浴微热	加入 NaBiO ₃ 后溶液成紫色，水浴加热后产生褐色沉淀 图十
Co ²⁺	5-6 滴 0.1M CoCl ₂ + 2 滴 2M HCl + 5-6 滴饱和 NH ₄ SCN + 10 滴丙酮	溶液由粉色变为深蓝色 (偏紫) 加入丙酮后变为深蓝色 图十一
Ni ²⁺	1 滴 0.1M NiCl ₂ + 1 滴 2M NH ₃ ·H ₂ O + 1 滴 1% 丁二酮肟 (点滴板)	溶液产生粉红色沉淀
Zn ²⁺	3 滴 0.1M ZnSO ₄ + 6-7 滴 2M NaOH + 半滴管 0.01% 二苯硫脲-CCl ₄ 溶液	溶液呈紫红色且有分层现象 图十二

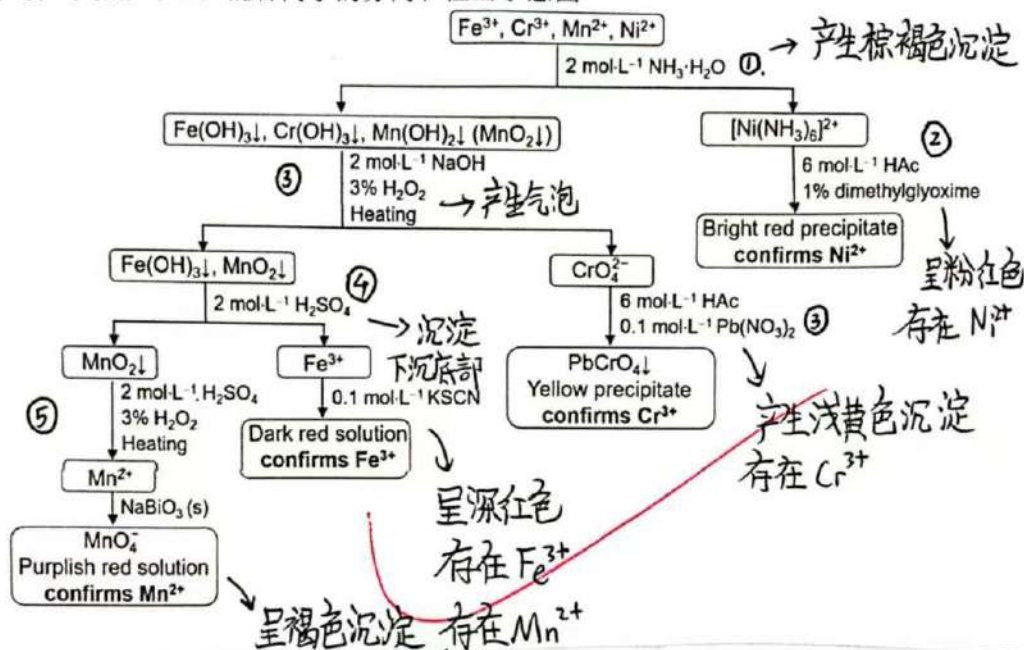
反应方程式





2. 已知阳离子混合液的分析

I 图 5 Fe^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Ni^{2+} 混合离子的分离和检出示意图



①. 10滴混合溶液与10滴 $2 \text{ mol/L NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. 将上清液倒入干净试管 (该步要加在离心管中并离心后再分离上清)

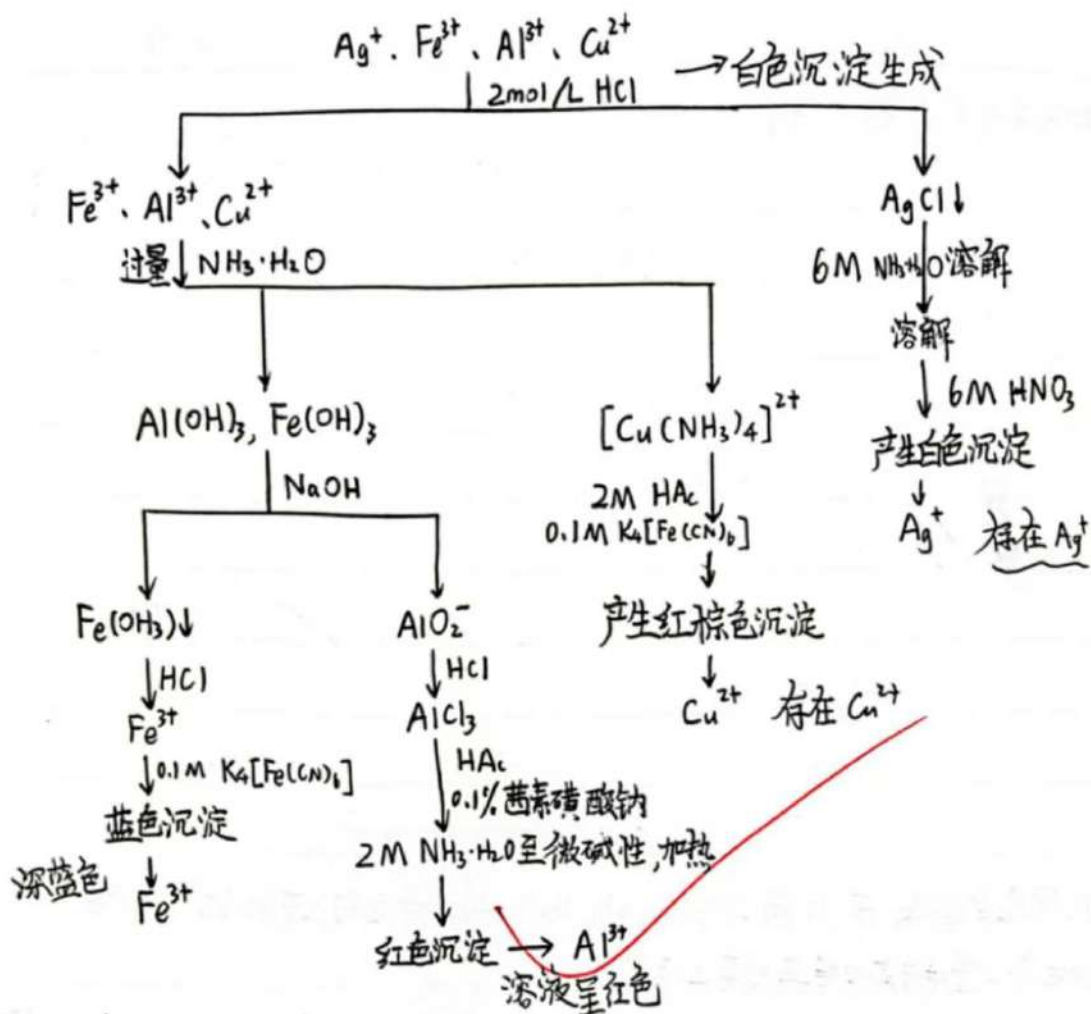
②. 白色点滴板+2滴上清液. 2~3滴 6 mol/L HAc 酸化再加2滴丁二酮肟, 观察鉴定 Ni^{2+}

③. 沉淀中加入8滴 2 mol/L NaOH 和10滴 $3\% \text{ H}_2\text{O}_2$, 热水浴, 离心, 分离. 5滴上清液加入干净试管. 2~3滴 6 mol/L HAc 酸化, 再加2滴 $0.1 \text{ mol/L Pb(NO}_3)_2$, 观察鉴定 Cr^{3+} .

④. 用去离子水流洗沉淀, 离心并分离上清. 加3滴 $2 \text{ mol/L H}_2\text{SO}_4$ 至沉淀中, 热水浴并离心. 上清加入干净试管. 加入1滴 0.1 mol/L KSCN , 观察鉴定 Fe^{3+}

⑤. 沉淀中加入2滴 $3 \text{ mol/L H}_2\text{SO}_4$, 3滴 $3\% \text{ H}_2\text{O}_2$, 热水浴除去多余 H_2O_2 , 完全溶解沉淀. 加入4滴 $3 \text{ mol/L H}_2\text{SO}_4$ 与少量 NaBiO_3 , 观察鉴定 Mn^{2+}

II. Ag^+ , Fe^{3+} , Al^{3+} , Cu^{2+} 的分离和检出



3. 阳离子未知混合液分离和鉴定.

取一部分 I 或 II 中含 2-3 种 Fe^{3+} , Ni^{2+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} 的溶液, 按照图 5 流程检验存在的离子.

混合溶液 I: 存在 Ni^{2+} , 无 Cr^{3+} , 存在 Fe^{3+} , 无 Mn^{2+}

带.



2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称：常见阳离子的分离和鉴定

姓名/同组同学：_____ 实验时间：2025 年 3 月 11 日

指导老师/助教：_____/_____ 第 6 页

- 1、鉴定特定阳离子时要了解其特征反应的现象，再观察实验现象和预期现象是否一致。
- 2、鉴定混合阳离子时要注意试剂使用是否过量，以达到完全反应的目的。
- 3、使用水浴加热时应当控制时间，将沉淀完全溶解，反应完全进行或者过氧化氢完全除去。
- 4、使用离心机应操作规范，放置离心管时保证其平衡。
- 5、取用四氯化碳、丙酮和乙醚等有机溶剂时应当在通风橱内操作。

六、 分析、讨论和总结

本实验为定性分析实验，不涉及实验数据的处理，因此仅对实验结果进行误差分析、讨论和总结。

1、误差分析

由于本次实验不涉及具体数据计算，因此误差主要体现在试剂用量、颜色观察、反应速度等方面。

- 1) 检测 Cr^{3+} 时涉及使用 HNO_3 调节pH至2~3，因此 HNO_3 的用量会对最终实验现象造成误差。
- 2) 实验中使用的离心管底端部分溶液残余不易倒出，残余的离子可能对最终颜色造成误差。
- 3) 实验中转移沉淀或上清液时，部分沉淀可能残余在管壁或溶液中。多次操作后可能导致待测阳离子浓度过低，加入试剂后无法观测到明显现象。
- 4) 使用有机溶剂的特征反应可能由于有机溶剂的挥发而导致反应现象不完全。
- 5) Mn^{2+} 的单独检验中加热后紫色消失而成黄褐色，可能是铋酸钠用量过多，将生成的 MnO_4^- 还原为无色的 Mn^{2+} ，而过多的铋酸钠导致溶液呈现黄褐色。

2、讨论与总结

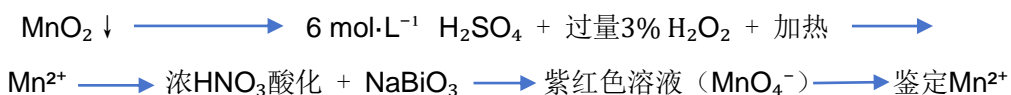
根据误差来源分析，实验过程中可以进行如下几点改进：

- 1) 离心管中离心后的沉淀集中附着在离心管底部侧壁，洗涤沉淀或加入试剂与沉淀反应前可以使用细玻璃棒搅拌分散沉淀，进而使反应更加充分。
- 2) 当混合液经过多次操作导致部分阳离子浓度过低无法接着进行检验时，可以取少量原始试剂，排除其特征反应过程中其他阳离子的干扰后，直接对该阳离子进行特征反应检测。
- 3) 在存在 Fe^{2+} 的检测反应中，可以加少量还原剂避免 Fe^{2+} 被氧化为 Fe^{3+} 而造成颜色判断的干扰。

总而言之，检测阳离子时关键在于分步分析和特征反应的进行。因此实验过程中应当关注溶液pH的控制、干扰离子的排除等操作。

3、方案改进

检测混合离子时 Mn^{2+} 现象不明显，对后续操作做以下适当调整，以便检测 Mn^{2+} ：





2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称：常见阳离子的分离和鉴定

姓名/同组同学：_____ 实验时间：2025 年 3 月 11 日

指导老师/助教：_____/_____ 第 7 页

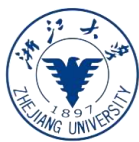
通过使用更高浓度的硫酸和过量过氧化氢，可以提高 MnO_2 的转化率。强酸环境也提高了 NaBiO_3 的氧化效率，减少 Fe^{3+} 干扰。

七、 课后思考题

1. 在含 Fe^{3+} ， Cr^{3+} ， Mn^{2+} 和 Ni^{2+} 的混合溶液分离和鉴定过程中，一同学未能检测出 Mn^{2+} 。简要解释一下？
 - 1) 可能pH控制不当，在溶解 MnO_2 时硫酸或过氧化氢用量不足，导致沉淀未溶解或 Mn^{2+} 含量少，特征反应无法产生明显现象。
 - 2) 分离 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 与 MnO_2 沉淀时，硫酸未过量或者洗涤沉淀不充分，导致有铁离子的干扰。
 - 3) 混合液经过多次离心、分离、沉淀、溶解等操作导致最后检测的 Mn^{2+} 浓度过低无法检验。
2. 如何分离鉴定 Ag^+ 和 Pb^{2+} ？
 - 1) 分离 Ag^+ 和 Pb^{2+} 混合溶液中加入 HCl 溶液，产生白色沉淀后再加入过量的氨水，沉淀部分溶解。离心，分离上清液和沉淀，由此将 Ag^+ 和 Pb^{2+} 分离。
 - 2) 鉴定 Ag^+ ：向分离出的上清液中加入适量硝酸溶液，立即产生大量白色沉淀。
 - 3) 鉴定 Pb^{2+} ：将沉淀加入少量醋酸和适量 K_2CrO_4 ，水浴加热，观察到黄色沉淀产生。
3. 在流程2.1中，如果在第一步中用 NaOH 代替 $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ ， Fe^{3+} ， Cr^{3+} ， Mn^{2+} 和 Ni^{2+} 可以被分离和鉴定吗？简要解释一下
不能，第一步加入过量氨水可以将 Ni^{2+} 转化为 $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6^{2+}$ ，而其他阳离子为沉淀状态，从而将其分离。若用 NaOH 操作， $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 沉淀不会完全转化为可溶性物质，同时过量的 NaOH 会将 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ 沉淀反应溶解。

八、 附录

以下为离子鉴定中部分实验现象图，序号参考常见阳离子的个别鉴定实验旁批。



2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称：常见阳离子的分离和鉴定

姓名/同组同学：_____ 实验时间：2025 年 3 月 11 日

指导老师/助教：_____/_____/_____ 第8 页



图1 产生亮黄色铬化铅沉淀



图二 产生红褐色亚铁氰化铜



图三 深蓝色亚铁氰化铁沉淀和深红色硫氰化铁（从左至右）



图四 深蓝色铁氰化亚铁沉淀



图五 邻二氮菲与亚铁离子生成橙红色配合物



图六 西素磺酸钠与铝离子生成红色配合物



图七 随着NaOH和过氧化氢的加入溶液先变为亮绿色，后变为亮黄色（从左到右）



图八 加入硝酸铅后产生黄色铬酸铅沉淀



图九 蓝色过氧化铬逐渐被乙醚萃取至上下分层



图十 产生高锰酸根溶液成紫色，过多钡酸钠后成深褐色





2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称：常见阳离子的分离和鉴定

姓名/同组同学：_____ 实验时间：2025 年 3 月 11 日

指导老师/助教：_____/_____/_____ 第 9 页



图十一 产生蓝紫色四硫氰合钴(II)配离子，加入丙酮萃取后成深蓝色



图十二 红色 Zn-双硫脲配合物

评分项目	学术规范	书写工整	写作表达	数据结果和分析讨论	课前和课后思考题	总分
分值	30 分	10 分	10 分	30 分	20 分	100 分
得分/分						
评语						