

实验 4：酸碱与沉淀溶解平衡

学号：2500011800	姓名：金安逊	院系：化学与分子工程学院
所在实验室：第一实验室	实验日期：2025.10.16	室温（℃）：23

CuS 和 ZnS 的沉淀（第一次加 17 滴中间未补加，第二次加 20 滴，中间补加 3*5 滴）

	甲（加入 NaAc-HAc 缓冲液）	乙（无缓冲液）	甲（加入 NaAc-HAc 缓冲液）	乙（无缓冲液）
加入硫代乙酰胺沉淀后溶液 pH	4	2	4	2
离心分离上清液加 NaAc 并微热现象	白色混浊，黑色沉淀	灰白色浑浊	溶液基本澄清	灰白色浑浊
Cu ²⁺ 和 Zn ²⁺ 在该条件下沉淀完全程度	均未完全沉淀	Cu ²⁺ 完全沉淀，Zn ²⁺ 未完全沉淀	均完全沉淀	Cu ²⁺ 完全沉淀，Zn ²⁺ 未完全沉淀

PbI₂ 的 K_{sp} 估算

PbCl ₂ 饱和溶液浓度/mol L ⁻¹	0.0159
PbCl ₂ 饱和溶液量/mL	0.90（18 滴）
KI 溶液浓度/ mol L ⁻¹	0.02
出现沉淀时加入 KI 溶液的量/mL	0.35（7 滴）
PbI ₂ 的 K _{sp}	3.6*10 ⁻⁷

2025年10月16日

实验4. 酸碱及沉淀溶解平衡

[实验目的]

1. 认识酸碱平衡及影响平衡的因素
2. 配制缓冲溶液并认识其性质
3. 试验沉淀生成、溶解及转化条件

[实验内容]

实验步骤

实验现象

1. 缓冲溶液的配制 (A)

①量筒+1.5mL HAc + 1.5mL NaAc

2M 2M

与标准比色卡对照, pH约在 4.6~4.8 之间(深绿色)

②精密pH试纸测量, 用HCl或NaOH微调

③加水稀释至6mL

2. 盐类的水解

①试1 + 少量 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ + ④水
pH试纸测试, 再+6M HNO_3

底部少量固体不溶, 振荡后pH
加酸振荡后固体溶解

②试2 + 2mL 2M NaAc + 1滴酚酞
加热至沸腾 再冰水冷却

常温下无色, 煮沸后溶液变
粉红色, 冷却至室温后颜色
缓慢褪去直至无色, 怎么会褪去呢?

3. 沉淀生成和溶解

① ZnS 与 CuS

i. 离1.2 + 1mL CuSO_4 (各0.2M) (广泛)测得pH~4
pH试纸测试

ii. 离1.2 + 3mL 缓冲液A, 离2 + 3mL ④水 (未加热已生成沉淀)
iii. 离1.2 + 5% CH_3CSNH_2 (15-20滴), 沸水浴20min (①管黄棕色, ②管白色)

iv. 离心 → 试3, 试4测pH. 试3 pH~9.1, 试4 pH~2
再+少量NaAc(s)搅, +5滴5% CH_3CSNH_2 两管底部均为黑色沉淀
沸水浴△. 1滴浓试3生成灰白色沉淀
试4生成白色沉淀

加热中间现象呢

第二次实验: 试3基本澄清, 试4灰白色沉淀
离心后底部有白色沉淀

重点上课前都讲过: 注意搅拌次数、补加S原、注意水位、
上清液吸取时注意别吸到沉淀

[实验目的]

4. 掌握指示剂及pH试纸的使用, 练习离心分离操作
5. 了解量子点合成方法及其发光颜色与粒径的关系

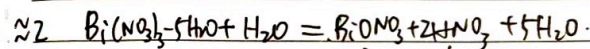
方程式与解释

备注

pH = 4.76

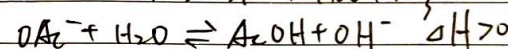
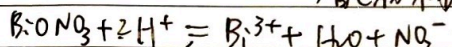
总浓度 1M

需要先稀释到所需浓度后再调节pH值所需值, 也没记录加入量



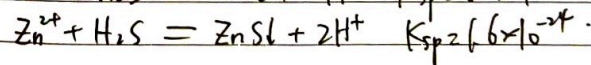
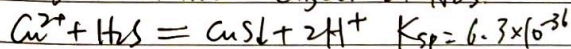
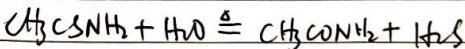
→ 白色粉末状

HNO_3 加入约 15mL



NaAc 约 30 滴

(显色可能是酚酞自身电离
加剧, 但未做验证实验)



CH_3CSNH_2 17 滴

实际加热约 30min

加入缓冲体系后溶液pH较高, Cu^{2+} , Zn^{2+} 沉淀较完全
未加入时由于生成 H^+ , pH较低, Cu^{2+} 沉淀完全

灰色就不对, 应该是白色到淡黄色

可能是因锌矿结晶

年 月 日

第2次: 18 10 2022

加入8滴0.02M KI后溶液略做变黄。

第 18 页

实验步骤

实验现象

② PbI_2 溶度积估算

量取1mL $PbCl_2$ 饱和溶液于试5
用量筒测出20滴0.01M KI的V.
向试5逐滴滴加0.01M KI并振荡
直至恰有沉淀生成,记录滴数

(将0.01M KI稀释10倍)
约20滴1mL.
加入10滴后无明显现象
32滴后底部产生少量黄色
沉淀(很不明显)

4. $AgCl$ 与 Ag_2CrO_4 的转化

试6+0.5mL 0.1M KCl + 0.5mL 0.1M K_2CrO_4
滴加0.1M $AgNO_3$ 至过量

- 开始试管中为黄色浑浊

Ag^+ 滴入10滴后沉淀

离心后得到红棕色沉淀

离心后沉淀+足量 $KCl(aq)$

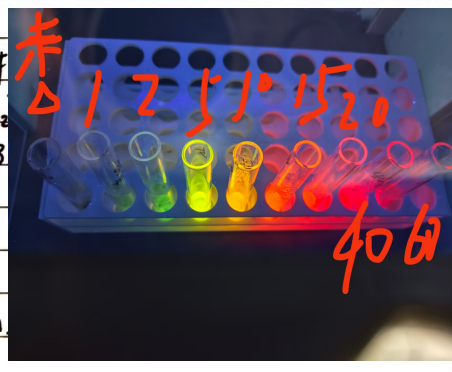
→ 上清液变黄, 红色沉淀周围开始出现某未知色固体, 经全部变成浅黄色

5. $CdTe$ 量子点水相合成

① 前驱物溶液配制 (B)

100mL 烧杯 + 47mL 水

移液枪+1.0mL 100mM $CdCl_2$ +
+1.0mL 80mM $ACys$ + 1.0mL 5mM Na_2S
+ 8滴 2M $NaOH$, 搅拌下 + 0.1g NaB



② $CdTe$ 量子点彩虹

取试7~12 + 2mL B溶液

沸水浴 5, 10, 15, 20, 40, 60 min

取出后迅速置于冷水浴

③ 合成条件对 $CdTe$ 量子点生长影响

A. 包覆剂浓度

→ 20.

试13 + 2mL 溶液B + 15μL 180mM $ACys$

振荡, 沸水浴 10min, 冰水浴冷却

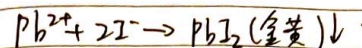
在紫外光下颜色偏绿偏淡

年 月 日

第 19 页

方程式与解释

备注



由于 PbI_2 颗粒很小, 所以要不断摩擦
管壁促进沉淀, 同时要用饱和 $PbCl_2$ 作对照

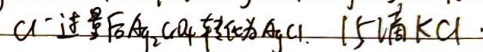
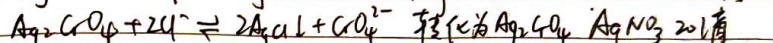
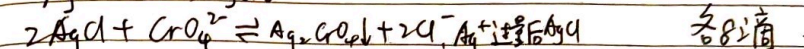
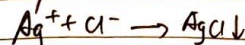
配置 $PbCl_2$ 饱和 aq :

取 $PbCl_2$ 固体于试17冰水浴

加热 10min 底部仍有固

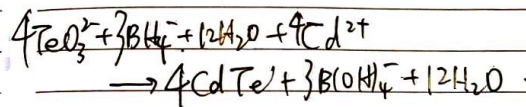
体不溶, 再冷却至室温

取16滴

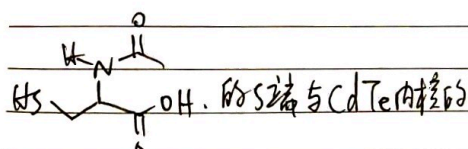


2人一组合作

精确体积取用用移液枪, 下同



$NaBH_4$ 需迅速取用



405nm 激光笔

或365nm 紫外光

Cd 配位减小了固体生长速度, 使得纳米晶体颗粒可以缓慢长大, 并在紫外光照下显色

包覆剂浓度增大, 阻挡能力增强, 颗粒生长速度进一步减慢

颜色	粒径/nm
绿	2.5
黄绿	3.0
橙黄	3.5
红	4.0
深红	4.5
暗红	5.0

实验步骤

实验现象

B. 酸度

试14 + 2mL B溶液 + 1滴 2M HCl
搅 + 1滴, 振, 沸水浴 10min
冷水浴至室温

未做

为何不做啊

C. 包络剂结构

100mL 烧杯, 按配置B溶液方法

在紫外光下不显色, 溶液

将 180mM AGys 换成 180mM EDTA = 钠盐 → C.

生成了少量黑色沉淀

试15 + 2mL 溶液 C, 沸水浴 10min

冷水浴至室温

[预习思考题]

1. pH试纸有几种? 如何使用 pH试纸?

广泛 pH试纸, 精密 pH试纸, 特殊用途 pH试纸 (用于特定环境)

使用方法: ① 取样: 用干净玻璃棒蘸取待测液或直接将试纸浸入

② 反应: 试纸在液体停留 ~ 2s, 取出后轻轻甩掉多余液体

③ 比色: 与标准比色卡对照, 找出最接近的颜色读取对应 pH值

2. 利用实验室所给试剂, pH=4.76的 HAc-NaAc 缓冲溶液有几种配制法

① 3.0mL 2M HAc + 1.5mL 2M NaOH + 1.5mL 去离子水

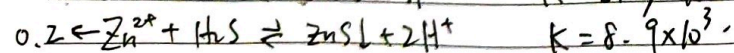
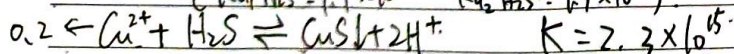
② 1.5mL 2M HAc + 1.5mL 2M NaAc + 3.0mL 去离子水

③ 3.0mL 2M NaAc + 1.5mL 2M HCl + 1.5mL 去离子水

3. 通过初步计算判断实验3(1)中两个离心管 Cu^{2+} , Zn^{2+} 沉淀的完全程度。

($K_{sp}\text{CuS} = 6.3 \times 10^{-36}$, $K_{sp}\text{ZnS} = 1.6 \times 10^{-24}$)

($K_{a1}\text{H}_2\text{S} = 1.1 \times 10^{-7}$, $K_{a2}\text{HS}^- = 6.3 \times 10^{-13}$)



方程式与解释

备注

理论现象: 聚沉, HCl 中和羧基负电荷
使不同聚凝剂间排斥减弱

解释呢

设 $[\text{H}_2\text{S}]$ 恒定为 0.1M , 假设两管完全沉淀:

甲管中: $[\text{Cu}^{2+}] = \frac{[\text{H}^+]^2}{K_{sp}\text{CuS}} = 1.3 \times 10^{-24}\text{M}$, $[\text{Zn}^{2+}] = 3.4 \times 10^{-13}\text{M}$
($[\text{H}^+] = 10^{-4.76}\text{M}$) 符合假设, 故沉淀完全

乙管中:

($[\text{H}^+] = 0.2\text{M}$) $[\text{Cu}^{2+}] = 4.3 \times 10^{-17}\text{M}$ (完全) $[\text{Zn}^{2+}] = 4.5 \times 10^{-5}\text{M}$, 不太完全

4. 如何根据实验现象判断量子点不断长大?

观察在紫外灯照射下 1~6 号试管是否按绿 → 黄绿 → 橙黄 → 红 → 深红 → 暗红的顺序变化。

5. 若将小试管冷却至室温, 若发现溶液未呈现预期颜色该怎么办?

① 若呈现颜色波长比应显颜色更短, 则可将其继续水浴加热直至其在紫外灯下呈现应有颜色。

② 若呈现颜色波长比应显颜色更长, 说明水浴温度过高或冰冰浴不及时, 需要调整重做。

1. 总结实验3(1)中出现的各种现象并分析产生的原因。

第一次实验,大多数同学两根试管都出现了沉淀:

C的CSNH加入量不够或冰浴时搅拌次数太少导致 $\text{Cu}^{2+}/\text{Zn}^{2+}$ 沉淀不完全。

2. 离心分离后沉淀中混有结晶状物质

Zn^{2+} 和 S^{2-} 生成的沉淀陈化后转化为闪锌矿晶体。

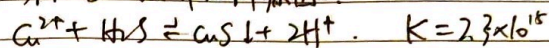
3. 第一步加入 CH_3CSNH_2 后在加热前已经有沉淀生成, 且加入缓冲溶液后的沉淀为棕色夹带着白色, 而无缓冲溶液沉淀为白色。

大胆猜测: CH_3CSNH_2 可与 Cu^{2+} 形成某种难溶配合物(呈白色), 加入缓冲液的混合液 pH 高, 促进 CH_3CSNH_2 水解成 HS^- , 故生成了棕色 CuS 。而另一组由于两刻度更强 CH_3CSNH_2 水解少, 故生成了该配合物。

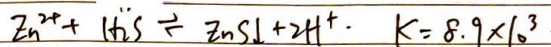
? 求证，课本理论或者设计实测，猜测不太好吧

卢国富

2. 计算说明向 0.1M CuSO_4 、 0.1M ZnSO_4 混合液中通入过量 H_2S 后溶液的 pH 值是多少? Zn^{2+} 能否沉淀完全? 比较理论计算与实验结果是否一致并分析原因。



$$pH = 0.4$$



电荷守恒: $2[Zn^{2+}] + 2[Cu^{+}] + [H^{+}] = 0.4$

∴不能认定完全

结果一致

✓