

## 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 (°C): 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 <sup>2+</sup> 和 Zn <sup>2+</sup> 在该条件下沉淀完全程度	均未完全沉淀	Cu <sup>2+</sup> 完全沉淀, Zn <sup>2+</sup> 未完全沉淀	均完全沉淀	Cu <sup>2+</sup> 完全沉淀, Zn <sup>2+</sup> 未完全沉淀

PbI<sub>2</sub> 的 K<sub>sp</sub> 估算

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

2025年10月16日

第 16 页

## 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. 缓冲液的配制(A)

①量筒 + 1.5mL HAc + 1.5mL NaAc  
 $\downarrow$   
 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 调节.

③④水稀释至 6mL

## 2. 盐类的水解.

① 试 1 + 少量 Bi(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O + ④水  
 pH 试纸测试, 再 + 6M HNO<sub>3</sub>.

底部少量固体不溶(振荡后) pH  
 加酸后固体溶解.

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<sub>4</sub> - ZnSO<sub>4</sub> (约 0.2M) (广泛) 测得 pH ~ 4

pH 试纸测试:

ii. 离 1.3 mL 缓冲液 A 离 2 + 3mL ④水 ← (未做热已生成沉淀)

iii. 离 1.2 + 5% CH<sub>3</sub>CSNH<sub>2</sub> (15-20滴) 沸水浴 20min (1) 管黄色 (2) 管白色.

iv. 离心 → 试 3、试 4 测 pH.

试 3 pH ~ 4.1 试 4 pH ~ 2

再 + 少量 NaAc (s) 搅、+ 5滴 5% CH<sub>3</sub>CSNH<sub>2</sub>

两管底部均为黑色沉淀  
 (请将试 3 生成灰白色沉淀)

沸水浴 △.

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 灰白色浑浊  
 (离心后仍有浑浊)

可能是沉降不结晶.

灰色就不对, 应该是白色到淡黄色

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

年 月 日

第 17 页

## [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.

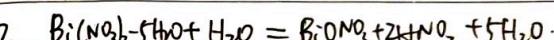
## 方程式与解释

## 备注

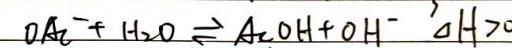
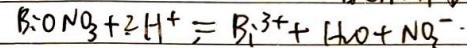
pH = 4.76.

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

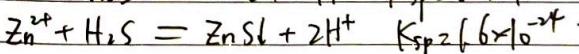
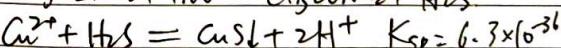
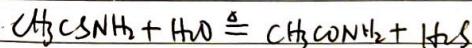


↓ 白色粉末状.



HNO<sub>3</sub> 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<sub>3</sub>CSNH<sub>2</sub> 17 滴.  
 实际加热约 30 min.

加入缓冲体系后溶液 pH 变高 Cu<sup>2+</sup> Zn<sup>2+</sup> 沉淀较完全.

未加入时由于生成 H<sup>+</sup>, pH 较低 Zn<sup>2+</sup> 沉淀完全.

第三次：18周 10:20  
加入8滴0.02M KI后溶液略微变黄.

第 18 页

年 月 日

### 实验步骤

#### ② $PbI_2$ 溶度积估算

量取1mL  $PbCl_2$  饱和溶液于试管  
用量筒测出20滴0.02M KI的V.  
向试管逐滴滴加0.02M KI并振荡.  
直至恰有沉淀生成. 滴数

### 实验现象

(将0.1M 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.  
离心向沉淀+足量  $KCl$  (aq).

一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.

→ 上清液变黄, 红色沉淀固

固开始出现某未知色固体直至全部变成深色.

#### 5. $CdTe$ 量子点水相合成

##### ① 前驱物溶液配制(B)

100mL 烧杯 + 47mL 蒸馏水  
移液枪 + 1.0mL 100mM  $CdCl_2$  &  
+ 1.0mL 180mM ACys + 1.0mL 5mM  $Mg^{2+}$   
+ 8滴2M NaOH. 搅拌下 + 0.1g  $NaBH_4$



##### ② $CdTe$ 量子点称重.

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

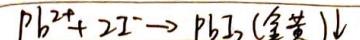
##### ③ 合成条件对 $CdTe$ 量子点生长影响.

A. 包覆剂浓度 → 20.  
试13+2mL 溶液B + 1.5mL 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

### 方程式与解释



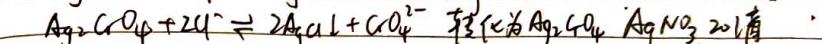
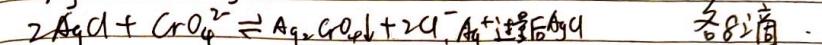
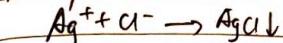
由于  $PbI_2$  粒径很小, 所以要不断摩擦  
管壁促进沉淀, 同时要用饱和  $PbCl_2$  作对照

第 19 页

### 备注

配置  $PbI_2$  饱和 aq:

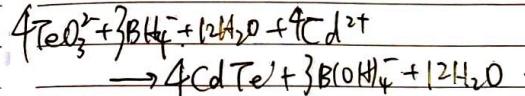
取  $PbCl_2$  固体于试17水1份  
加热 10 min 底部仍有固  
体不溶 再冷却至室温  
取 16 滴



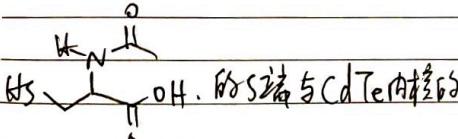
$Cl^-$  过量后  $Ag_2CrO_4$  转化为  $AgCl$ . 15滴  $KCl$ .

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.

$Cd$  配位减少了固体生长速度, 使得纳  
米晶体质粒可以缓慢长大, 并在紫外光照射  
下显色.

包覆剂浓度增大, 阻挡能力增强, 粒  
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

年月日

## 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. 包覆制备

100mL 烧杯，按配置B溶液方法，在紫外光下不显色。溶液中将180mM ACys 换成180mM EDTA = 纳盐  $\rightarrow$  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。

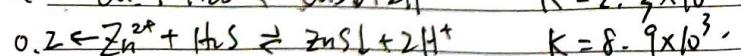
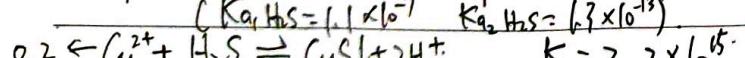
## [预习思考题]

## 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 内取样：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=9.76的HAc-NaAc缓冲溶液有几种配制方法

- 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(c)中两个离心管  $Cu^{2+}$ 、 $Zn^{2+}$  沉淀的完全程度。  
( $K_{sp} CuS = 6.3 \times 10^{-36}$ ,  $K_{sp} ZnS = 1.6 \times 10^{-24}$ )

年月日

## 方程式与解释

理论现象：聚沉，HCl中和羧基负电荷  
使不同颗粒之间排斥减弱

备注

解释呢

设  $[H_2S]$  恒定为 0.1M。假设两管完全沉淀：

$$\text{甲管中: } [Cu^{2+}] = \frac{[H^+]^2}{[H_2S]K} = \frac{1.3 \times 10^{-4} \text{ M}}{0.1 \times 10^{-4.76} \text{ M}} = 7.4 \times 10^{-13} \text{ M}$$

符合假设，故沉淀完全

乙管中：

$$([H^+] = 0.2 \text{ M}) [Cu^{2+}] = 4.3 \times 10^{-7} \text{ M} \text{ (完全)} [Zn^{2+}] = 4.5 \times 10^{-5} \text{ M, 不太完全.}$$

## 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16号试管是否变绿  $\rightarrow$  黄绿  $\rightarrow$  橙黄  $\rightarrow$  红  $\rightarrow$  深红  
 $\rightarrow$  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水浴不及时，需要调整重做。

## 【课后问题】

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：

$\text{CH}_3\text{CSNH}_2$  加入量不够或冰浴时搅拌次数太多导致  $\text{Cu}^{2+}/\text{Zn}^{2+}$  沉淀不完全。

2. 离心分离后沉淀中有结晶状物质

$\text{Zn}^{2+}$  和  $\text{S}^{2-}$  生成的沉淀陈化后转化为闪锌矿晶体。

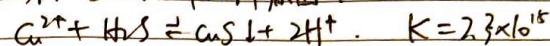
3. 第一步加入  $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$  后在加热前已经有沉淀生成，且加入缓冲溶液组的沉淀为棕色夹杂着白色，而无缓冲溶液沉淀为白色。

大胆猜测： $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$  可与  $\text{Cu}^{2+}$  形成某种难溶配合物（呈棕色），加入缓冲对的混合液 pH 高促进  $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$  水解成  $\text{H}_2\text{S}$ ，故生成了棕色  $\text{CuS}$ 。而另一组由于酸性更强 ( $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$  水解少)，故生成了该配合物。

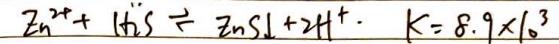
? 求证，课本理论或者设计实测，猜测不太好吧

## 卢国富

2. 计算说明向 0.1M  $\text{CuSO}_4$ , 0.1M  $\text{ZnSO}_4$  混合液中通入过量  $\text{H}_2\text{S}$  后溶液的 pH 值是多少？ $\text{Zn}^{2+}$  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。



$$\text{pH} = 0.4$$



$$\begin{array}{l} x \cdot 0.1 \cdot 0.4 - 2x \\ \text{电荷守恒: } 2[\text{Zn}^{2+}] + 2[\text{Cu}^{2+}] + [\text{H}^+] = 0.4 \\ \hline \text{忽略} \end{array} \quad \frac{(0.4 - 2x)^2}{0.1x} = 8.9 \times 10^{-3}$$

$$x = 1.8 \times 10^{-4} \text{ M}$$

∴ 不能沉淀完全。

结果一致。

✓