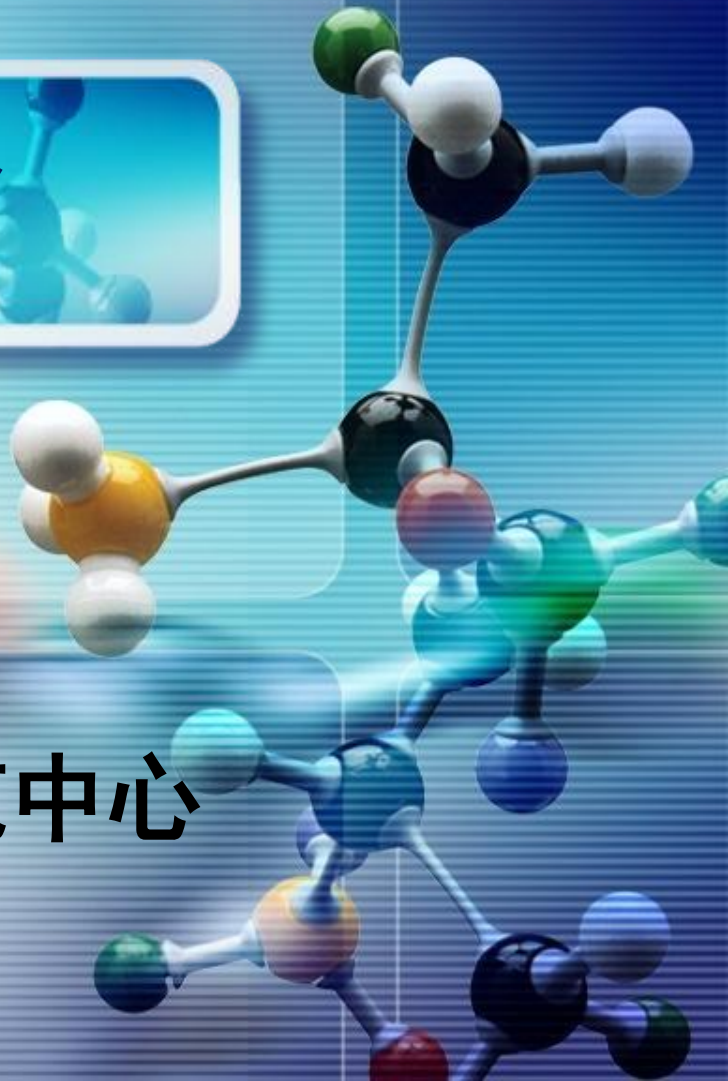
青岛科技大学
Qingdao University of Science & Technology

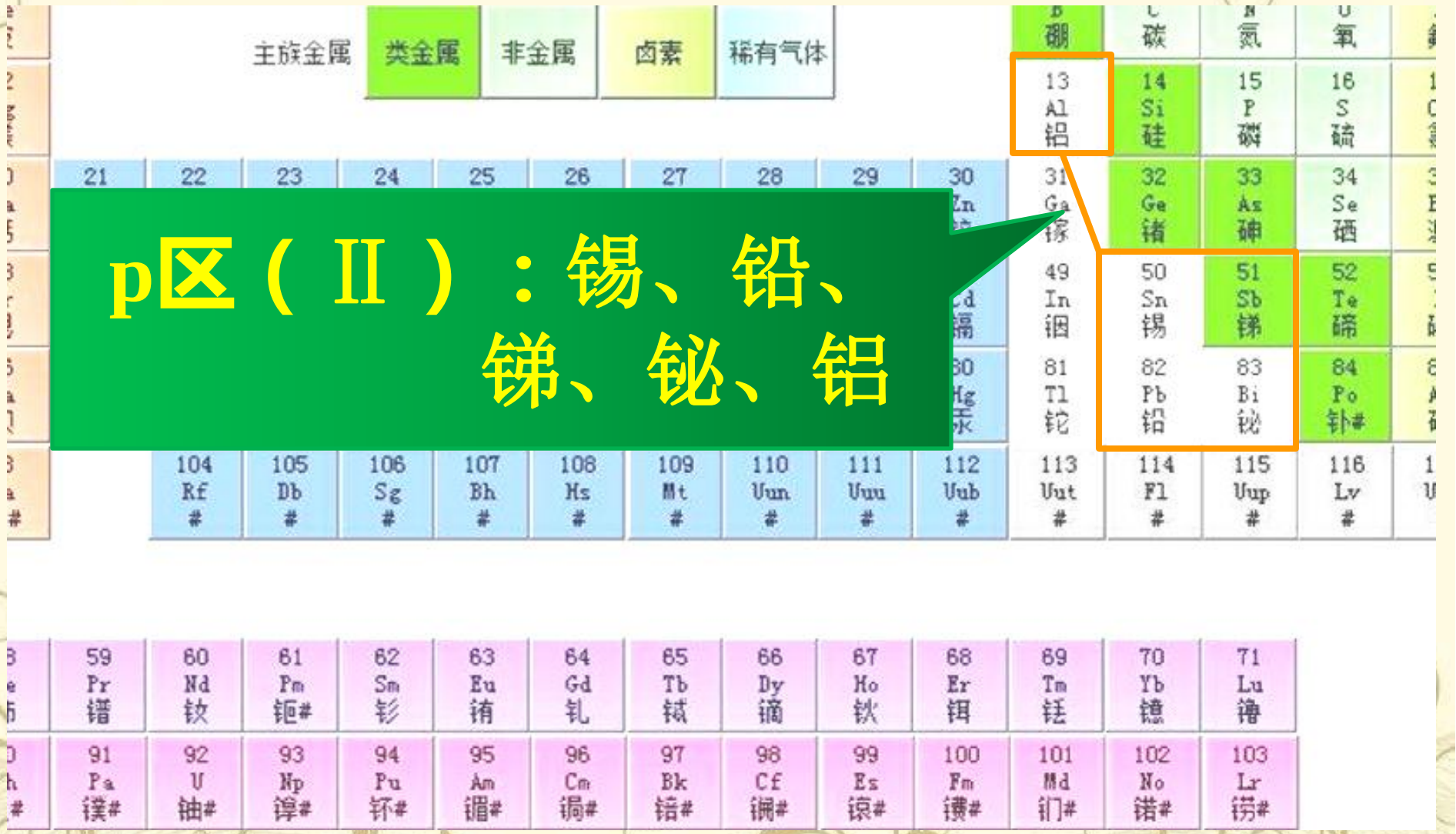
基础化学实验

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心



无机化学实验


主族金属
类金属
非金属
卤素
稀有气体
13 Al 铝
14 Si 硅
15 P 磷
16 S 硫
31 Ga 镓
32 Ge 锗
33 As 砷
34 Se 硒
49 In 铟
50 Sn 锡
51 Sb 锑
52 Te 碲
81 Tl 铊
82 Pb 铅
83 Bi 铋
84 Po 钋#
113 Uut #
114 Fl #
115 Uup #
116 Lv #
p区（Ⅱ）：锡、铅、
锑、铋、铝

一、实验目的

掌握锡、铅、锑、铋氢氧化物的酸碱性及其盐的水解性。

掌握锡、铅、锑、铋高低价态时的氧化还原性。

掌握锡、铅、锑、铋硫化物和硫代酸盐的生成和性质。

掌握Sn^{2+}、Pb^{2+}、Sb^{3+}、Bi^{3+}的鉴定法。

了解铅的难溶盐及其性质。

二、实验原理

P区元素位于周期表的右上方，包括ⅢA−ⅧA，价电子层结构通式为$ns^2np^{1\sim6}$。

锡、铅、铋是P区中有代表性的金属元素，锑是准金属。

	电子构型	氧化数		电子构型	氧化数
Sn	$5s^25p^2$	+2，+4	Sb	$5s^25p^3$	+3，+5
Pb	$6s^26p^2$	+2，+4	Bi	$6s^26p^3$	+3，+5

三、实验内容



1. 锡、锑、铋低价态盐溶液的配制和水解作用

(1) 思考：如何配制0.1 mol·L^{-1} 的$SnCl_2$溶液？

(2) Sb^{3+}、Bi^{3+} 盐的水解性

① 0.5 mL 0.1 mol·L^{-1} $SbCl_3$ + H_2O

再+ 6 mol·L^{-1} HCl（缓慢）

再稀释

$$SbCl_3 + H_2O = SbOCl\downarrow + 2HCl$$

$$SbOCl\downarrow + 2HCl = H_2O + SbCl_3$$

$$SbCl_3 + H_2O = SbOCl\downarrow + 2HCl$$

② 0.5 mL 0.1 mol·L^{-1} $BiCl_3$ + H_2O

再+ 6 mol·L^{-1} HCl（缓慢）

再稀释

$$BiCl_3 + H_2O = BiOCl\downarrow + 2HCl$$

$$BiOCl + 2HCl = BiCl_3 + H_2O$$

$$BiCl_3 + H_2O = BiOCl\downarrow + 2HCl$$

2. 低价态氢氧化物的酸碱性



(1) 10滴0.1 mol·L^{-1} $SnCl_2$ + 2 mol·L^{-1}NaOH振荡

将制得的白色沉淀分为两份

① + 2 mol·L^{-1} HCl

② + 2 mol·L^{-1} NaOH

$Sn^{2+} + 2OH^- = Sn(OH)_2\downarrow$

$Sn(OH)_2\downarrow + 2HCl = SnCl_2 + 2H_2O$

$Sn(OH)_2\downarrow + 2OH^- = Sn(OH)_4^{2-}$ (SnO_2^{2-})

(2) 10滴0.1 mol·L^{-1} $Pb(NO_3)_2$ +2滴2 mol·L^{-1}NaOH振荡

将制得的白色沉淀分为两份

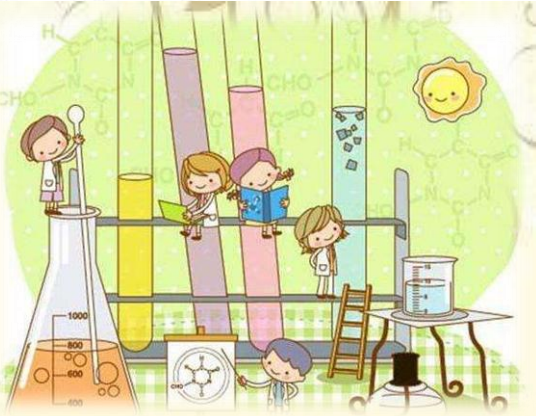
① +2 mol·L^{-1} HNO_3

② +2 mol·L^{-1} NaOH

$Pb^{2+} + 2OH^- = Pb(OH)_2\downarrow$

$Pb(OH)_2 + 2HNO_3 = Pb(NO_3)_2 + 2H_2O$

$Pb(OH)_2 + 2OH^- = Pb(OH)_4^{2-}$



2.低价态氢氧化物的酸碱性

(3) 10滴 0.1 mol·L^{-1} $SbCl_3$ +2滴 2 mol·L^{-1}NaOH振荡

将制得的白色沉淀分为两份

① + 2 mol·L^{-1} HCl

② + 2 mol·L^{-1} NaOH

$Sb^{3+} + 3OH^- = Sb(OH)_3\downarrow$

$Sb(OH)_3 + 3H^+ = Sb^{3+} + 3H_2O$

$Sb(OH)_3 + OH^- = Sb(OH)_4^-$（$SbO_2^-$）

(4) 10滴 0.1 mol·L^{-1}$Bi(NO_3)_3$ +2滴 2 mol·L^{-1}NaOH振荡

将制得的白色沉淀分为两份

① + 2 mol·L^{-1} HC1

② + 2 mol·L^{-1} NaOH

$Bi^{3+} + 3OH^- = Bi(OH)_3\downarrow$

$Bi(OH)_3\downarrow + 3H^+ = Bi^{3+} + 3H_2O$

3.锡、铅、锑、铋化合物的氧化还原性

(1) Sn(II)的还原性

① 0.1mol·L^{-1} $HgCl_2$+ 0.1mol·L^{-1} $SnCl_2$

(逐滴）继续滴加0.1mol·L^{-1} $SnCl_2$

$$2HgCl_2+SnCl_2=SnCl_4+Hg_2Cl_2\downarrow$$

$$Hg_2Cl_2+SnCl_2=SnCl_4+2Hg\downarrow$$

（此反应用来鉴定Sn^{2+}和Hg^{2+},因汞毒性大，此实验不做）

② 往自制的亚锡酸钠中+0.1mol·L^{-1} $Bi(NO_3)_3$

$$SnO_2^{2-} + Bi^{3+} + 3OH^- \rightarrow Bi\downarrow + SnO_3^{2-} + H_2O$$

（此反应用来鉴定Sn^{2+}和Bi^{3+}）

3.锡、铅、锑、铋化合物的氧化还原性

(2) Pb(Ⅳ)、Bi(V)的氧化性

①少量PbO_2 (s) + 浓HCl，观察现象。

$$PbO_2 + 4HCl = PbCl_2 + Cl_2\uparrow + 2H_2O$$

②少量PbO_2 (s) + 2 mL6mol·L^{-1} HNO_3 + 1滴0.1 mol·L^{-1} $MnSO_4$ 少量，微热，观察现象。 $5PbO_2 + 2Mn^{2+} + 4H^+ = 2MnO_4^- + 5Pb^{2+} + 2H_2O$

③2滴0.1 mol·L^{-1} $MnSO_4$+2 mL6mol·L^{-1} HNO_3 +少量$NaBiO_3$ (s) ，微热，观察现象。

$$5NaBiO_3（s）+ 2Mn^{2+} + 14H^+ = 2MnO_4^- + 5Bi^{3+} + 5Na^+ + 7H_2O$$

4. 锡、铅、锑、铋的硫化物及硫代酸盐



取5支离心试管

- 1.0 mL 0.1 mol·L^{-1} $SnCl_2$ + 0.1 mol·L^{-1}Na_2S，观察现象。

（$Sn^{2+} + S^{2-} = SnS\downarrow$）

离心分离后弃去清液并洗涤两次，沉淀+ 0.5 mol·L^{-1}Na_2S，观察现象。

- 1.0 mL 0.1 mol·L^{-1} $SnCl_4$+ 0.1 mol·L^{-1}Na_2S，观察现象。

（$Sn^{4+} + 2S^{2-} = SnS_2\downarrow$）

离心分离后弃去清液并洗涤两次，沉淀 + 0.5 mol·L^{-1}Na_2S，观察现象。

（$SnS_2 + Na_2S = Na_2SnS_3$）

若沉淀溶解+稀HCl酸化，观察现象。

（$SnS_3^{2-} + 2H^+ = SnS_2\downarrow + H_2S\uparrow$）

4. 锡、铅、锑、铋的硫化物及硫代酸盐

- 1.0 mL 0.1mol·L^{-1} $Pb(NO_3)_2$+ 0.1 mol·L^{-1}Na_2S

  ($Pb^{2+} + S^{2-} = PbS\downarrow$)

  离心分离后弃去清液并洗涤两次，沉淀 + 0.5 mol·L^{-1}Na_2S，观察现象。

- 1.0 mL0.1 mol·L^{-1} $SbCl_3$+ 0.1 mol·L^{-1}Na_2S

  ($2Sb^{3+} + 3S^{2-} = Sb_2S_3\downarrow$)

  离心分离后弃去清液并洗涤两次

  沉淀 + 0.5 mol·L^{-1}Na_2S，观察现象。（ $Sb_2S_3 + 3S^{2-} = 2SbS_3^{3-}$ ）

若沉淀溶解+稀HC1酸化，观察现象。（ $2SbS_3^{3-} + 6H^+ = Sb_2S_3\downarrow + 3H_2S\uparrow$ ）

- 1.0 mL 0.1mol·L^{-1} $Bi(NO_3)_3$+ 0.1 mol·L^{-1}Na_2S（ $2Bi^{3+} + 3S^{2-} = Bi_2S_3\downarrow$ ）

  离心分离后弃去清液并洗涤两次，沉淀 + 0.5 mol·L^{-1}Na_2S，观察现象。

5. Pb^{2+}的难溶盐的生成和溶解

(1) 按$Pb^{2+} \rightarrow PbCl_2 \rightarrow PbSO_4 \rightarrow PbCrO_4 \rightarrow PbS$转化的实验方案，记录下实验现象，写出转化反应方程式，并比较铅的难溶性盐的溶解度大小。

$Pb^{2+} + 2Cl^- = PbCl_2\downarrow$

$Pb^{2+} + SO_4^{2-} = PbSO_4\downarrow$

$PbSO_4 + CrO_4^{2-} = PbCrO_4\downarrow + SO_4^{2-}$

$PbCrO_4 + S^{2-} = PbS\downarrow + CrO_4^{2-}$

$3PbS\downarrow + 8HNO_3 = 3Pb(NO_3)_2 + 3S\downarrow + 2NO + 4H_2O$

(2) 1滴 0.1 mol·L^{-1} $Pb(NO_3)_2$+2滴 2 mol·L^{-1} HCl加热，冷却后有何变化？

6. 金属铝在空气中的氧化以及与水的反应（不做）

取一小铝片，用砂纸擦净，在表面上滴加一滴$HgC1_2$溶液，当金属表面呈灰色时，用纸将溶液擦干后，置于空气中，观察现象。

$$3HgCl_2+2Al=2AlCl_3+3Hg\downarrow$$

$$4Al+3O_2=2Al_2O_3$$

再将铝片置于有水的试管中(可微热)，观察现象。

$$2Al+6H_2O=2Al(OH)_3\downarrow+3H_2\uparrow$$

7．混合离子的分离与鉴定

(1) Sb^{3+}的鉴定

① 1滴 0.1 mol·L^{-1} $SbCl_3$ + 6mol·L^{-1}NaOH过量，观察现象。

（ $Sb^{3+}+3OH^-=Sb(OH)_3\downarrow$　　$Sb(OH)_3+OH^-=Sb(OH)_4^-$ ）

+（ 2 mol·L^{-1} $NH_3\cdot H_2O$+ 0.1 mol·L^{-1} $AgNO_3$ ）混合液微热，观察现象。

（ $2Ag(NH_3)_2^++Sb(OH)_4^-+2OH^-=2Ag\downarrow+4NH_3\uparrow+Sb(OH)_6^-$ ）

② 在一小片光亮锡片上 + 1滴 0.1 mol·L^{-1} $SbCl_3$ ，观察现象。

（ $3Sn+2Sb^{3+}=2Sb\downarrow+3Sn^{2+}$ ）

（此反应可用来鉴定Sb^{3+}的存在）

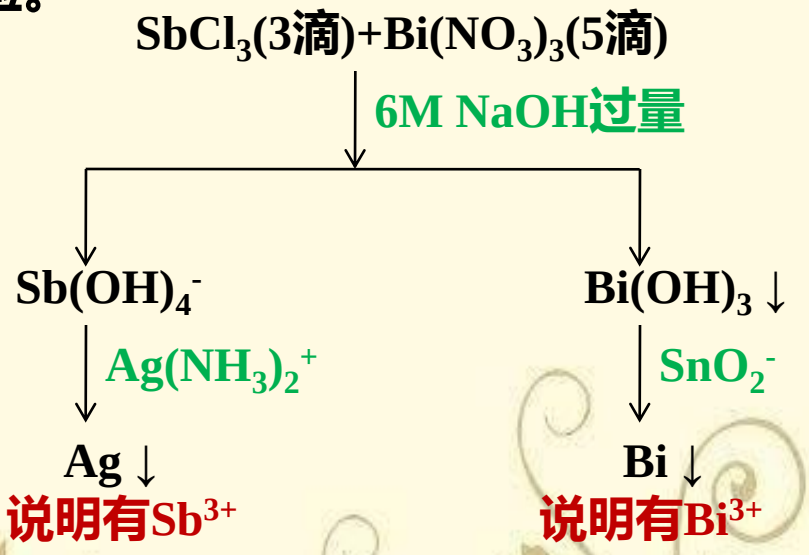
7．混合离子的分离与鉴定

(2)分离鉴定Sn^{2+}、Pb^{2+}

取Sn^{2+}、Pb^{2+}溶液各5滴配制成混合液，根据前面所做的实验，自己设计分离鉴定方案并试验。（不做）

(3)分离鉴定Sb^{3+}和Bi^{3+}

取Sb^{3+}、Bi^{3+}溶液各5滴配制成混合液，根据前面所做的实验，自己设计分离鉴定方案并试验。



五、注意事项

- 产生有毒、有害气体的实验应在通风橱中做；
- 试剂瓶勿动，只动滴管；
- 小滴管一一对应，不要张冠李戴；
- 严格控制试剂用量；
- 废液回收；
- 实验结束后洗净试管，试剂瓶按顺序摆放整齐，台面擦净。



THANK YOU!

