

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



p区(I):

卤素、氧、硫、氮、磷



一、实验目的

1

掌握卤素离子及 S^{2-} 的还原性。

2

掌握氯和氮的含氧酸、含氧酸盐的氧化性、热稳定性。

3

掌握不同价态硫的化合物的性质。

4

掌握磷酸盐的重要性质。

5

掌握 H_2O_2 、 H_2S 及硫化物的主要性质及其应用。

二、

实验原理

p 区		
VA	VIA	VIIA
N $2s^2 2p^3$	O $2s^2 2p^4$	F $2s^2 2p^5$
	S $3s^2 3p^4$	Cl $3s^2 3p^5$
		Br $4s^2 4p^5$
		I $5s^2 5p^5$



1. 卤素离子的还原性

简明步骤	现象	反应式
(1) KI(s) + 1mL 浓H ₂ SO ₄ 湿润的醋酸铅试纸封口	溶液变黄 试纸变蓝	$2\text{KI} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{I}_2 + 2\text{H}^+$
(2) KBr(s) 少量 + 1mL 浓H ₂ SO ₄ 湿润的碘化钾淀粉试纸封口	溶液变暗 试纸变蓝	$2\text{KBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{Br}_2 + 2\text{H}^+$
(3) NaCl(s) 少量 + 1mL 浓H ₂ SO ₄ 微热 蘸有浓氨水的玻棒 湿润的pH试纸封口	有 气体产生 产生大量白烟 试纸变红	$2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{HCl}$

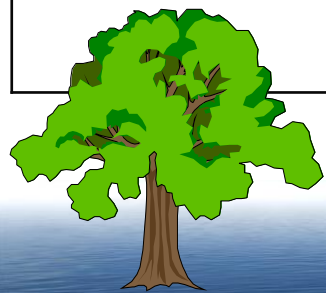
讨论

卤素离子的还原性顺序为 $\text{Cl}^- < \text{Br}^- < \text{I}^-$



2. 卤素、氮的含氧酸及含氧酸盐的性质

简明步骤	现象	反应式
(1)次氯酸钠的氧化性 2 mL 氯水+ 2 mol L ⁻¹ NaOH 使之呈碱性 (pH试纸检验) 所得溶液分成三份 ①与浓HCl作用并设法证明气体产物	有刺激性气体产生、可使KI试纸变蓝	$\text{Cl}_2 + 2\text{OH}^- = \text{ClO}^- + \text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O}$ $\text{NaClO} + 2\text{HCl} = \text{NaCl} + \text{Cl}_2\uparrow + \text{H}_2\text{O}$
②与KI溶液作用	由无色溶液→黄 ↓→无色溶液	$\text{ClO}^- + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{I}_2 + \text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O}$
③与品红溶液作用	红色褪去	$\text{ClO}^- + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{IO}_3^- + \text{Cl}^- + \text{H}^+$



讨论

NaClO具有氧化性

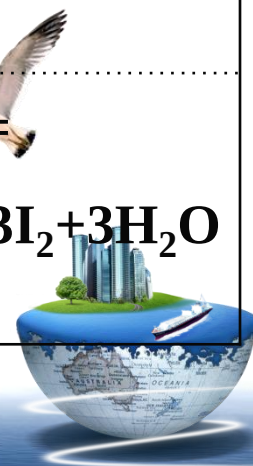


简明步骤	现象	反应式
(2) 氯酸钾的氧化性 ①与浓HCl作用 KClO ₃ 少许+1mL浓HCl (若反应不明显可微热)	有黄绿色↑	$8\text{KClO}_3 + 24\text{HCl} = 9\text{Cl}_2\uparrow + 8\text{KCl} + 6\text{ClO}_2\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$
②在中性和酸性介质中与KI的作用 KClO ₃ 少许+1 mL H ₂ O 溶解 后+ 1mL 0.1mol L ⁻¹ KI + 0.5 mL CCl ₄ 振摇	水层和CCl ₄ 层颜色没有变化	$\text{ClO}_3^- + \text{I}^- + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{无现象}$
继续+2 mL 3 mol L ⁻¹ H ₂ SO ₄ 振摇	溶液由无→黄色 ↓, CCl ₄ 层呈紫红色	$\text{ClO}_3^- + 6\text{I}^- + 6\text{H}^+ = \text{Cl}^- + 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$



讨论

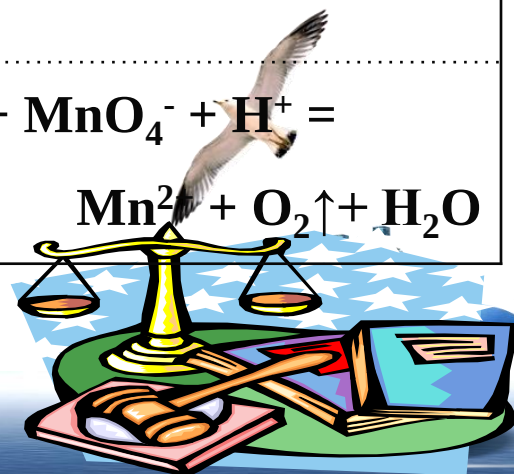
酸性介质中, ClO₃⁻的氧化性增强



3. 过氧化氢的检验与性质

简明步骤	现象	反应式
(1) 检验 1d 3% H_2O_2 + 2mL H_2O + 0.5mL 乙醚 + 0.5mL $2\text{mol L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ + 3滴 $0.1\text{mol L}^{-1} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 振荡后	有机层显蓝色 , 水层为无色	$4\text{H}_2\text{O}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 2\text{CrO}_5 + 5\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{SO}_4$
(2) 性质 ① 催化分解 1mL 3% H_2O_2 + MnO_2 少许 迅速将火柴余烬伸入	火光增亮	$\text{H}_2\text{O}_2 \xrightarrow{\text{MnO}_2} \text{H}_2\text{O} + \text{O}_2$
将 KMnO_4 稀释后滴入 1d , 检验溶液中是否有 H_2O_2	紫色渐褪去	$\text{H}_2\text{O}_2 + \text{MnO}_4^- + \text{H}^+ = \text{Mn}^{2+} + \text{O}_2\uparrow + \text{H}_2\text{O}$

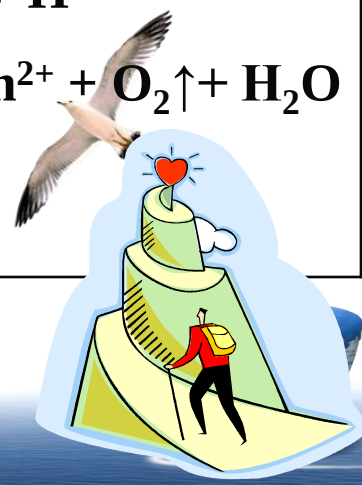
讨论 H_2O_2 易分解



简明步骤	现象	反应式
②氧化性 a. 5滴0.1mol L ⁻¹ Pb(NO ₃) ₂ + 4滴饱和Na ₂ S 再+3% H ₂ O ₂ 至白色↓	黑↓ 黑↓→黄↓→白↓	$\text{Pb}^{2+} + \text{S}^{2-} = \text{PbS} \downarrow$ $\text{PbS} \xrightarrow{\text{H}_2\text{O}_2} \text{PbSO}_4$
b. 0.5mL0.1mol L ⁻¹ KI + 2滴2mol L ⁻¹ H ₂ SO ₄ + 0.5 mL3% H ₂ O ₂ 再2d淀粉	黄色↓ 溶液呈深蓝色	$\text{H}_2\text{O}_2 + \text{I}^- + \text{H}^+ \rightarrow \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O}$
③还原性 1滴 0.01 mol L ⁻¹ KMnO ₄ + 4滴2 mol L ⁻¹ H ₂ SO ₄ 振摇 再+ 3% H ₂ O ₂	紫色褪去	$\text{H}_2\text{O}_2 + \text{MnO}_4^- + \text{H}^+ = \text{Mn}^{2+} + \text{O}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$



H₂O₂具有氧化性，又有还原性

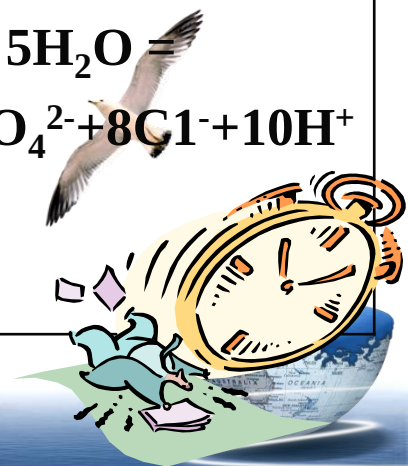


4. 硫的含氧酸盐的氧化还原性

简明步骤	现象	反应式
(1) 亚硫酸盐的氧化还原性 10d 0.1 mol L ⁻¹ Na ₂ SO ₃ + 5d 2mol L ⁻¹ H ₂ SO ₄ 分成两份		
① 滴加饱和 Na ₂ S	淡黄↓	$2H^{+} + SO_3^{2-} + 2S^{2-} = 3S + 3H_2O$
② 加 1d 0.01mol L ⁻¹ KMnO ₄	紫色褪去	$5SO_3^{2-} + 2MnO_4^{-} + 6H^{+} = 5SO_4^{2-} + 2Mn^{2+} + 3H_2O$
(2) 硫代硫酸钠的还原性 ① 5d 0.1 mol L ⁻¹ Na ₂ S ₂ O ₃ + 2d 碘水	无色溶液	$S_2O_3^{2-} + I_2 = S_4O_6^{2-} + 2I^{-}$
② 2滴 0.1mol L ⁻¹ Na ₂ S ₂ O ₃ + 氯水过量 + BaCl ₂ + HCl	无色溶液 白↓ 白↓溶解	$S_2O_3^{2-} + 4Cl_2 + 5H_2O = 2SO_4^{2-} + 8Cl^{-} + 10H^{+}$

讨论

Na₂SO₃ 既有氧化性，又有还原性



简明步骤	现象	反应式
(3)过二硫酸盐的氧化性 5mL1mol L⁻¹ H₂SO₄ +5mLH₂O +4滴0.02mol L⁻¹ MnSO₄摇匀后分成两份		$2\text{Mn}^{2+} + 5\text{S}_2\text{O}_8^{2-} + 8\text{H}_2\text{O} \xrightarrow[\Delta]{\text{Ag}^{2+}} 2\text{MnO}_4^- + 10\text{SO}_4^{2-} + 16\text{H}^+$
① +K ₂ S ₂ O ₈ (s) 少许 +1滴 AgNO ₃ , 温热	溶液呈紫 红色	
② +K ₂ S ₂ O ₈ (s) 少许 , 水浴加热40	无色	

讨论

Ag⁺作催化剂的条件下, S₂O₈²⁻具强氧化性

S₂O₈²⁻须过量, 否则发生逆歧化反应。



5 . 硝酸和亚硝酸盐

简明步骤	现象	反应式
亚硝酸盐的氧化性和还原性		
① 2滴 $0.1 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaNO}_2$ +2滴 $0.1 \text{ mol L}^{-1} \text{ KI}$	不反应	
再+ $2 \text{ mol L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$	溶液中出现紫黑色	$2\text{NO}_2^- + 2\text{I}^- + 4\text{H}^+ = 2\text{NO}\uparrow + \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$
② 2滴 $0.1 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaNO}_2$ +1滴 $0.01\text{mol L}^{-1} \text{ KMnO}_4$	不反应	
再+ $2 \text{ mol L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$	无色溶液	$5\text{NO}_2^- + 2\text{MnO}_4^- + 6\text{H}^+ = 5\text{NO}_3^- + 2\text{Mn}^{2+} + 3\text{H}_2\text{O}$



讨论

亚硝酸盐在酸性介质中具备氧化性与还原性



6. 硝酸和金属的反应及硝酸根的鉴定

简明步骤	现象	反应式
(1)与锌反应 1 mL 2 mol L ⁻¹ HNO ₃ + 锌粒 (放置一段时间) 取出少许溶液检验有无NH ₄ ⁺ 生成 (用奈斯勒试剂)		$4\text{Zn} + 10\text{HNO}_3 = 4\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 + \text{NH}_4\text{NO}_3 + 3\text{H}_2\text{O}$
(2)硝酸根离子的鉴定 FeSO ₄ · 7H ₂ O(s) 少许 + 5滴 0.5 mol L ⁻¹ NaNO ₃ 摇匀 斜持试管, 沿管壁缓缓滴入一滴管浓H ₂ SO ₄	两层液体 界面生成 棕色环	$\text{NO}_3^- + 3\text{Fe}^{2+} + 4\text{H}^+ = \text{NO} + 3\text{Fe}^{3+} + 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{Fe}^{2+} + \text{NO} = [\text{Fe}(\text{NO})]^{2+}$

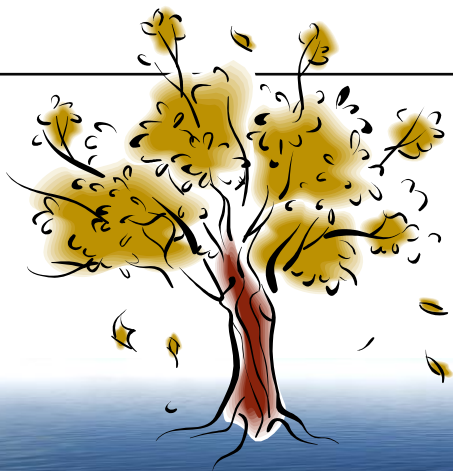
讨论

- ◆ NO₃⁻被还原为NO
- ◆ NO与Fe²⁺配合生成棕色[Fe(NO)]²⁺



7. p区非金属元素某些含氧酸及其盐的不稳定性

简明步骤	现象	反应式
(1)亚硫酸、硫代硫酸盐的分解 ①1mL 0.1 mol L⁻¹ Na₂SO₃中滴加 2 mol L⁻¹ HCl	刺激性气味	$\text{Na}_2\text{SO}_3 + 2\text{HCl} = 2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{O} + \text{SO}_2$
②1mL 0.1 mol L⁻¹ Na₂S₂O₃中滴加 2 mol L⁻¹ HCl	有黄色↓ 并伴有刺激性气味	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + 2\text{HCl} = \text{S} \downarrow + \text{SO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$



8. 硫化氢和硫化物

简明步骤	现象	反应式
(1)硫化氢的还原性 5滴 $0.01\text{mol L}^{-1} \text{KMnO}_4$ + 2滴 $1\text{mol L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ + 数滴 H_2S	淡黄色↓	$5\text{H}_2\text{S} + 2\text{KMnO}_4 + 3\text{H}_2\text{SO}_4 = \text{K}_2\text{SO}_4 + 2\text{MnSO}_4 + 5\text{S}\downarrow + 8\text{H}_2\text{O}$

讨论 硫化氢具有还原性

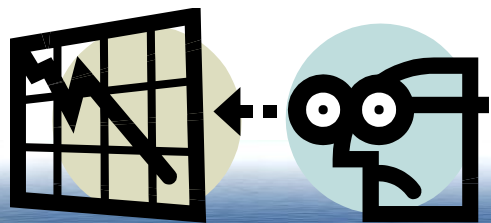


9. 磷酸盐的性质

(1) 磷酸银的生成

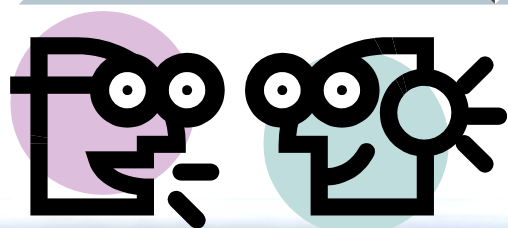
在点滴板上分别滴入2滴 Na_3PO_4 、 Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4

	Na_3PO_4	Na_2HPO_4	NaH_2PO_4	原因
测pH值				
分别加入几滴 AgNO_3				
观察现象				
并测pH值				



(2)磷酸钙盐的溶解性

4滴0.2 mol L ⁻¹ CaCl ₂ +	Na ₃ PO ₄ 4滴0.1 mol L ⁻¹	Na ₂ HPO ₄ 4滴0.1 mol L ⁻¹	NaH ₂ PO ₄ 4滴0.1 mol L ⁻¹	原因
观察现象				
产物				
离心后+稀氨水				
+稀盐酸				



10 . Cl⁻、Br⁻、I⁻混合离子鉴定

取Cl⁻、Br⁻、I⁻、混合液约10滴

HNO₃酸化，加AgNO₃至沉淀完全，加热

清液弃去

沉淀(AgCl↓、AgBr↓、AgI↓)

加少量水洗涤一两次

AgCl沉淀

清液弃去

12%(NH₄)₂CO₃ ↓ 温热、搅拌

[Ag(NH₃)₂]⁺ 溶液

沉淀(AgBr↓、AgI↓)

少量水、锌粉，H₂SO₄酸化

白色沉淀，表示有Cl⁻

Br⁻、I⁻溶液

残渣弃去

CCl₄逐滴加氯水摇动 ↓

CCl₄层呈紫色，表示有I₂

继续滴加氯水摇动 ↓

CCl₄层呈橙黄色，表示有Br₂



注意事项

CCl_4 应回收

试剂瓶勿动,只动滴管

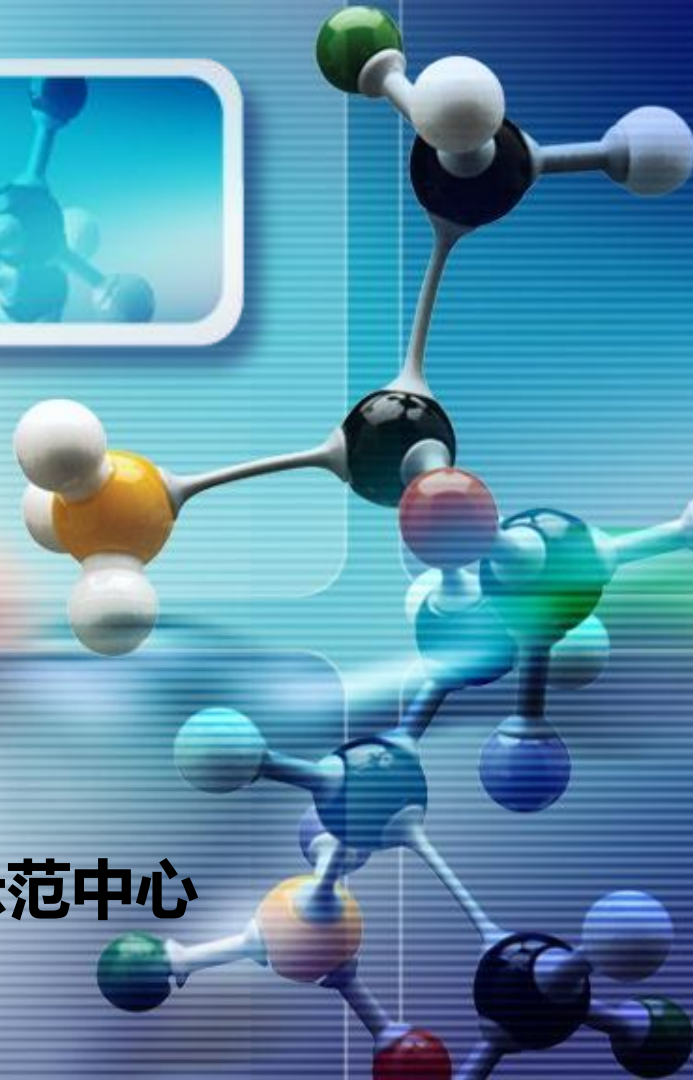
小滴管一一对应, 不要张冠李戴

严格控制试剂用量

实验结束后洗净试管,试剂瓶按序号
摆放整齐, 台面擦净



Thank You !



山东省省级实验教学示范中心