

关于三草酸合铁(III)酸钾的合成的实验报告

课程名称: 基础化学实验

课程日期: 2022年10月29日

第一作者: 安阳

班级: 22

学号: 22377264

邮箱: anyang@buaa.edu.cn

单位: 北京航空航天大学

地址: 北京市海淀区学院路37号

共同作者: 伊治同



摘要 本实验通过用过氧化氢氧化现制的草酸亚铁晶体的方法制备三草酸合铁(III)酸钾晶体. 实验利用沉淀、氧化还原、配位反应进行多步转化, 将 Fe(II) 转换为 Fe(III). 这种合成方法也可以推广到一些其它易分解化合物的合成. 实验结果显示, 本组的产率为 50.4%. 与其他组的实验相对比, 实验者的误操作可能导致了约 19.6% 的产率减少.

关键词 三草酸合铁(III)酸钾 配位反应 氧化还原 沉淀 抽滤

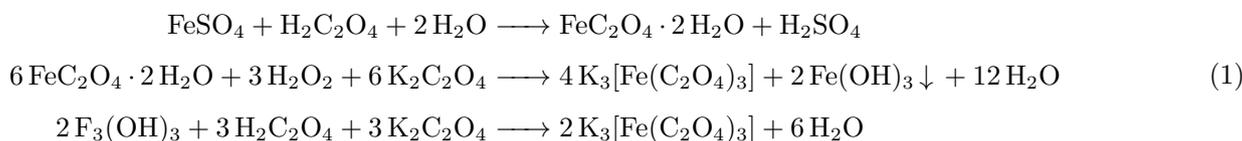
1 引言

1.1 三草酸合铁(III)酸钾的性质

- 化学式: $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$;
- 翠绿色单斜晶体;
- 溶于水而难溶于乙醇等有机溶剂;
- $110^\circ C$ 下失去结晶水, $230^\circ C$ 下分解, 光照下分解, 是光敏物质.

1.2 合成三草酸合铁(III)酸钾

实验用 Fe(III) 盐为原料通过沉淀、氧化还原、配位反应进行多步转化, 制得成品. 首先用硫酸亚铁与草酸反应制备草酸亚铁晶体, 然后在过量草酸根的环境下, 加入过氧化氢, 氧化草酸亚铁就可以制得三草酸合铁(III)酸钾配合物. 最后在溶液中加入乙醇析出三草酸合铁(III)酸钾晶体. 过程中出现的主要反应如式 1.



2 实验部分

2.1 仪器和试剂

仪器: 台秤、布氏漏斗、吸滤瓶、干燥器、称量瓶.

试剂: $FeSO_4 \cdot 7H_2O(s)$, $H_2SO_4(3 mol \cdot L^{-1})$, $H_2C_2O_4(1 mol \cdot L^{-1})$, $K_2C_2O_4$ (饱和), $H_2O_2(3\%)$, 乙醇 (95%).

2.2 实验过程

2.2.1 制备 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 沉淀

先后向烧杯中加入 4 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 晶体, 15 mL 去离子水和数滴 $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$, 然后加热使其溶解. 溶解后加入 20 mL $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液, 然后加热到 95°C ¹, 过程中不断搅拌, 使其形成黄色 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 沉淀². 用倾析法洗涤沉淀三次.³

2.2.2 合成三草酸合铁(III)酸钾配合溶液

在向盛有黄色 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 沉淀的烧杯中加入 10 mL 饱和 $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液, 加热到 40°C 左右. 慢慢滴加 20 mL 3% H_2O_2 溶液, 并不断搅拌. 待到沉淀转化为黄褐色, 将溶液加热至沸腾以去除过量 H_2O_2 . 保持近沸状态, 先加入 5 mL $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 待到沉淀溶解之后, 趁热继续滴加 3 ~ 4 mL $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ⁴, 将溶液的 pH 控制在 3.5 左右⁵, 此时溶液呈翠绿色, 得到三草酸合铁(III)酸钾配合溶液.

2.2.3 合成三草酸合铁(III)酸钾晶体

将得到的三草酸合铁(III)酸钾配合溶液加热浓缩, 直到至溶液体积降低到 10 ~ 20 mL¹. 将其冰浴冷却, 最终得到翠绿色 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 晶体析出⁶. 抽滤, 称量, 计算得率, 并将产物置于称量瓶中, 放入干燥器内避光保存.

2.3 注意事项

1. 在用倾析法洗涤沉淀时, 每次使用 20 mL 为佳. 此时既可以较好地洗涤干净沉淀, 也可以避免沉淀过多溶解于洗涤液造成流失.
2. 加入 H_2O_2 时应注意控制溶液的温度. 过高的温度容易导致 H_2O_2 分解, 而过低的温度会降低反应速率.
3. 抽滤时, 可以轻轻摇晃吸滤瓶, 等到布氏漏斗上的沉淀全部不再黏附在滤纸上时, 就表明抽滤完成.
4. 减压过滤结束后, 应当先将抽滤管从吸滤瓶上拔出, 再关闭抽滤机, 避免抽滤机中的水倒吸入抽滤瓶, 污染试剂.

3 数据分析

3.1 数据处理与计算

利用实验过程中 Fe 的守恒性计算出三草酸合铁(III)酸钾晶体的理论值是 $m_0 = 6.635 \text{ g}$. 实验测得产物质量为 $m = 3.19 \text{ g}$, 产率为 $\alpha = 50.4\%$.

3.2 误差分析

分析实验中的误差, 可能与以下因素有关:

¹ 此处与参考文献[1]中的描述略有差异, 多次实验经验证明此方法可以提升产率.

² 此处加热近沸是为了使 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 沉淀颗粒变大, 容易沉降.

³ 为保证叙述的严谨性, 此处部分描述借鉴于《无机化学实验(第四版)》李梅君、徐志珍等, 第127页[1].

⁴ 此处分两次加入草酸溶液是避免一次加入过多的草酸将溶液中二价铁还原.

⁵ 此处具体加入量以溶液颜色变化为翠绿色为准.

⁶ 此处若晶体析出不明显, 可继续浓缩或加入 5 mL 95% 乙醇促沉.

1. 实验中操作者存在将烧杯中配合溶液溅出的失误, 这应该是造成产率较低的主要因素之一. 与部分其他组同学的数据相对照[2]后, 我们推测溶液溅出造成的产物损失在 1.3 g 左右.
2. 在用倾析法洗涤沉淀的时候部分沉淀溶解于洗涤液中, 造成产物损失.
3. 在浓缩结晶的过程中, 仍有部分产物溶解于抽滤液中, 造成产物损失. 可以通过在溶液中加入 95% 乙醇来降低此部分误差[3].

我们认为此次实验中操作者部分不当操作是产率下降的主要原因之一, 但系统误差的存在也是产率降低的重要原因.

4 结论

本实验通过用过氧化氢氧化现制的草酸亚铁晶体的方法制备出了三草酸合铁(III)酸钾晶体, 计算得产率 $\alpha = 50.4\%$.

5 实验体会

本次实验是第三次物理化学实验, 第一次物质制备实验. 实验者通过本实验基本了解了三草酸合铁(III)酸钾的合成方法, 也一定程度上掌握了溶解、沉淀、过滤、蒸发、浓缩等无机化合物的一般制备过程, 也学习了易分解无机化合物的基本原理和方法. 我们认为实验者在实验过程中应当将重点放在实验仪器的规范使用上, 因为我们多次的实验[4, 5]表明实验者的操作规范性是影响实验误差的重要因素之一.

6 致谢

感谢王广胜老师、彭华龙助教对我们实验的指导.

参考文献

- [1] 华东理工大学无机化学教研组. 无机化学实验[M]. 第四版. 北京: 高等教育出版社, 2007. 1, 3
- [2] 谢池. 三草酸合铁(III)酸钾的合成[R]. 北京: 北京航空航天大学, 2022. 1
- [3] 伊治同, 安阳. 三草酸合铁(III)酸钾的合成[R]. 北京: 北京航空航天大学, 2022. 3
- [4] 安阳, 伊治同, 谢池. 关于硫酸钡溶度积常数的测定的实验报告[R]. 北京: 北京航空航天大学, 2022. 5
- [5] 安阳. 关于醋酸解离平衡常数的测定的实验报告[R]. 北京: 北京航空航天大学, 2022. 5