

关于三氯化六氨合钴(III)的制备的实验报告

课程名称: 基础化学实验

课程日期: 2022年11月5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 谢池

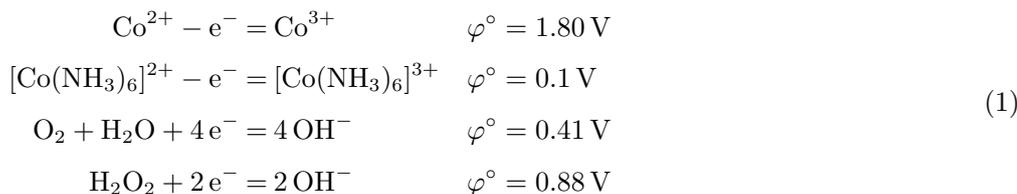


摘要 本实验利用 H_2O_2 将 CoCl_2 氧化为 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 晶体, 实现了 $\text{Co}(\text{II})$ 与 $\text{Co}(\text{III})$ 的氨配合物之间的转化过程. 实验同时还使用加热、沉淀、抽滤等方法, 充分利用物质的化学性质进行分离和纯化. 这些实验方法也可以推广到一些其它无机化合物的合成. 本次实验的产率为 45.97%, 我们认为还存在改进的空间, 但是由于实验不规范而导致的产率下降不再成为最主要因素.

关键词 三氯化六氨合钴(III) 过氧化氢 二氯化钴

1 引言

考虑 Co 盐价态改变的标准电极电势, 如式 1.



可以发现通常情况下, $\text{Co}(\text{II})$ 盐较为稳定, 而 $\text{Co}(\text{III})$ 盐不能稳定存在. 但是在以氨配合物存在的时候, 两者的稳定性却相反. 于是可以知道无氨配合的 $\text{Co}(\text{II})$ 盐和氨配合的 $\text{Co}(\text{III})$ 盐均可以稳定存在. 本实验试图利用前者制备后者, 以实现两者之间的转化.

本实验使用 CoCl_2 盐制备 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 晶体. 实验以氨为配位剂, 以活性炭为催化剂, 以 H_2O_2 为氧化剂, 将 $\text{Co}(\text{II})$ 氧化为 $\text{Co}(\text{III})$ 的氨配合物. 其反应式如式 2.



查询物理化学手册[1]得知, 生成的 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 晶体在 20°C 下的溶解度为 $0.26 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. 在最后提取产物时, 我们会向溶液中加入浓 HCl 以使产物结晶析出.

查询物理化学手册[2]得知, 生成的 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 晶体在水中的 $K_{\text{不稳}}^\ominus = 2.2 \times 10^{-34}$, 可以看出其性质很稳定. 不过在制备其过程中, 应注意温度对产物构成的影响, 在不同条件下可能会生成 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ (橙黄色晶体)、 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{H}_2\text{O}]\text{Cl}_3$ (砖红色晶体)、 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ (紫红色晶体).

2 实验部分

2.1 仪器和试剂

仪器: 电子天平、布氏漏斗、吸滤瓶、加热台、水浴锅.

试剂: $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}(\text{s})$, $\text{NH}_4\text{Cl}(\text{s})$, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (浓), HCl (浓, $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $\text{H}_2\text{O}_2(6\%)$, 活性炭, 乙醇, 冰.

2.2 实验内容

1. 取 6.0 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 晶体, 和 4.0 g NH_4Cl ¹ 并 10 mL 水一同加入到烧杯中, 加热溶解.
2. 待溶解后冷却, 稍冷时加入 0.4 g 活性炭^{2,3}, 混合均匀, 用流水冷却.
3. 加入 14 mL 浓氨水, 并进一步用冰水冷却到 10 °C 以下. 逐滴加入 14 mL H_2O_2 ⁴.
4. 水浴加热到 60 °C, 恒温 20 min⁵ 后不断搅拌, 流水冷却后再用冰水冷却到 0 °C⁶. 抽滤, 保留沉淀, 弃去滤液.
5. 将沉淀溶解于含有 2 mol 稀盐酸的 50 mL 沸水, 趁热抽滤, 保留滤液, 弃去沉淀.
6. 在滤液中逐滴加入 7 mL 浓盐酸⁷, 用冰水冷却, 应得到橙黄色晶体析出; 抽滤, 得到固体产物.
7. 将产物用 2 mol · L⁻¹ HCl 洗涤, 再用少量乙醇溶液⁸洗涤, 抽干, 并烘干, 称重, 称量.

2.3 注意事项

1. 沉淀在溶解于含 2 mol 稀盐酸的 50 mL 沸水中后, 在过滤之前应当先检查产物是否溶解; 在溶解之后尽快趁热抽滤, 避免水蒸发导致的产物析出. 若沸后再加热时产物仍未全部溶解, 则可以再加入少许水, 加热至全部溶解后抽滤.
2. 吸滤瓶不能置于沸水中水浴, 不能加热, 也不能作为反应容器.
3. 本实验废液不易处理, 应集中回收, 不得直接倒入下水道.

3 数据分析

3.1 数据处理与计算

利用实验过程中 Co 的守恒性计算出三氯化六氨合钴(III)晶体的理论值是 $m_0 = 6.744 \text{ g}$. 实验测得产物质量为 $m = 3.10 \text{ g}$, 产率为 $\alpha = 45.97\%$.

3.2 误差分析

分析实验中的误差, 可能与以下因素有关:

1. 实验中存在多次抽滤操作, 推测其对产率影响较大. 弃去滤液时, 滤液中的产物被丢弃, 同时滤纸上的沉淀也难以收集完全.
2. 抽滤若考虑到滤纸破漏的情况, 可以抽滤时垫两层滤纸.
3. 由于实验人员操作不当, 在加入 H_2O_2 时并未逐滴加入, 而是一次性全部加入, 这可能导致一部分的 H_2O_2 自身分解, 而并未参与反应, 从而未能将所有的 Co(II) 氧化为 Co(III) , 从而使产率下降.

¹加入铵盐可以避免 Co(II) 盐和氨水生成 Co(OH)_2 沉淀, 因为铵盐可以抑制 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的解离, 并促进 Co^{2+} 生成 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ 离子, 并使其被氧化剂氧化. 另外, 氯化铵也可以提供反应需要的 NH_3 .

²活性炭可以避免副产物 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ 的生成, 同时吸附 H_2O_2 , 保证反应过程中的 H_2O_2 浓度保持不降低.

³稍冷后再加入活性炭是为了避免溶液以活性炭为气化中心短时间内逸出大量水蒸汽, 夹带出溶液与活性炭, 并导致可能的危险.

⁴冷却并逐滴加入都是为了避免 H_2O_2 自身分解而导致其不参与氧化反应.

⁵保证 H_2O_2 完全将 Co(II) 氧化为 Co(III) .

⁶查询物理化学手册[1]知道产物在 0 °C 下的溶解度为 4.26, 而 45 °C 下的溶解度为 12.74. 低温可以减少溶液中的产物浓度, 进而降低损失.

⁷此处逐滴缓慢加入是为了利用盐酸中的氢离子与部分副产物络合物中的氯离子或者水分子结合, 使其脱离络合物, 从而将 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{H}_2\text{O}]\text{Cl}_3$ 和 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ 转化为 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$, 纯化产物.

⁸用乙醇洗涤的目的是将洗涤残余的盐酸洗干净, 并且其自身也易挥发.

4. 在使用 HCl 溶液和乙醇洗涤产物的时候, 可能存在部分产物溶解于洗涤液而流失, 这也可能造成产率下降.
5. 在操作者操作的过程中存在少量溶液溅出的情况, 这会造成产物的损失. 但是我们认为溶液溅出造成的产物损失并不是产率低的主要原因.

4 结论

本次实验通过使用 H_2O_2 氧化 CoCl_2 的方法制备出了三氯化六氨合钴(III)晶体, 并计算得出产率 $\alpha = 45.97\%$.

5 体会

本次实验是第四次物理化学实验, 第二次物质制备实验. 我们通过这次实验更加熟练了实验相关仪器的使用和操作, 基本掌握了制备无机化合物的一般方法. 实验人员已经有了一定的化学实验经验, 并在本次实验中尽量做到了规范操作, 严谨实验. 经过与其他组的比较, 我们认为我们实验过程中的规范操作对产率有一定的积极作用, 这与我们历次实验的经验[3, 4, 5]相一致.

6 致谢

感谢王广胜老师、赵培炎助教对我们实验的指导.

参考文献

- [1] 宋天佑, 程鹏, 徐家宁, 等. 无机化学上册[M]. 第四版. 北京: 高等教育出版社, 2019. 1, 6
- [2] 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] 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
- [4] 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
- [5] 安阳, 伊治同. 关于三草酸合铁(III)酸钾的合成的实验报告[R]. 北京: 北京航空航天大学, 2022. 5