**实验题目：三草酸合铁（Ⅲ）酸钾的合成**

**一、实验目的：**

1、通过学习三草酸合铁 （Ⅲ）酸钾的合成方法，掌握无机合成的一般方法；

2、掌握确定化合物组成的基本原理和方法；

3、巩固无机合成，滴定分析和重量分析的操作.

**二、实验原理：**

三草酸合铁（Ⅲ）酸钾 K2[Fe(C2O4)3]·3H2O 为绿色单斜晶体，易溶于水，难溶于乙醇丙酮等有机溶剂。110℃下可失去结晶水，230℃时即分解，光照下易分解，在过量草酸根存在下，用H2O2氧化草酸亚铁即可得三草酸合铁(Ⅲ)酸钾配合物：

（NH4)2Fe(SO4)2+H2C2O4＝FeC2O4↓+(NH4)2SO4+H2SO4

6FeC2O4+3H2O2+6K2C2O4＝4K3[Fe(C2O4)3]+2Fe(OH)3↓

2Fe(OH)3+3H2C2O4+3K2C2O4＝2K2[Fe(C2O4)3]+6H2O

**三、实验仪器**

（抽屉中白盒子中仪器详单）

请同学们务必在实验结束后清洗干净，摆放整齐，方便下一个班级使用。

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格 | 数量 | 仪器名称 | 规格 | 数量 |
| 坩埚钳 |  | 1 | 量筒 | 100mL | 1 |
| 铁三角 |  | 1 | 量筒 | 10mL | 1 |
| 石棉网 | 500mL | 1 | 烧杯 | 500mL | 1 |
| 烧杯 | 100mL | 1 | 洗瓶 | 500mL | 1 |
| 玻璃棒 | 15cm | 1 | 胶头滴管 | 15cm | 1 |
| 布氏漏斗 |  | 1 | 抽滤瓶 |  | 1 |
| 酒精灯 |  | 1 |  |  |  |

**四、操作要点：**（见框图）

搅拌加热溶解

搅拌下加25ml饱和H2C2O4加热至沸

静置成黄色FeC2O4沉淀

倾去上层清液

用倾析法洗涤2-3次，每次加15ml水

留下沉淀：FeC2O4

称5g(NH4)2Fe(SO4)2·6H2O加20mLH2O，5d:6mol/L H2SO4

加毕，

加热至沸

边滴加

边搅拌

12ml：

5% H2O2

加毕，

加热至沸

至变为亮绿色透明溶液若混浊趁热过滤，留滤液

控制沸点，充分搅拌下：分两批加8ml饱和H2C2O4（先加5ml再慢慢滴加3ml ）

边沉淀中加10ml饱和K2C2O4水浴40℃下加热

抽干，取出后用方滤纸压干

待结晶完全后，抽滤，用95%乙醇少量（约10ml）洗涤晶体2次

称净重；算产率，产品置于回收盒中

小烧杯用大烧杯进行冰水浴，置于暗处冷却结晶

滤液中加10ml 95%乙醇，若混浊可微热变清

**五、注意事项**

①火柴棍、纸屑、碎玻璃等杂物严禁倒入水池中;

②产品回收，严禁倒入边台盒中；

③称量纸不扔，继续使用。

④饱和草酸和饱和草酸钾千万不要加错！

⑤冰水浴时千万注意液面高度，冰水不能进入小烧杯。

**六、思考题**

1、制备该化合物时，加完H2O2后为什么要煮沸溶液？

2、在合成的最后一步，加入95%乙醇的作用是什么？能否用蒸干溶液的办法来提高产率？为什么？

3、根据三草酸合铁（Ⅲ)酸钾的性质，应如何保存该化合物？

**七、值日生职责**

1.将去离子水下口瓶打满，去离子水龙头在黑板对面的墙上一侧；

2.将试剂瓶溶液加满；

3.将抽屉按照上面详单整理好；

4.将实验台，包括边台擦干净；

5.拖地，垃圾倒到卫生间大桶！