

浙江大学 实验报告

专业: 化学工程

姓名: _____

学号: _____

日期: 2025年3月4日

地点: 紫金港化学实验中心427

课程名称: 普通化学实验(乙) 指导老师: 李海燕

成绩: 92

实验名称: 三草酸合铁(III)酸钾的制备和性质实验

同组学生姓名: _____

一、实验目的和要求 (必填)

三、主要仪器设备 (必填)

五、实验数据记录和处理

七、讨论、心得

二、实验内容 (必填)

四、操作方法与实验步骤

六、实验结果 (必填)

一、实验目的

- (1) 了解利用配位反应制备三草酸合铁(III)酸钾的方法;
- (2) 了解并掌握无机制备实验的基本操作技能;
- (3) 了解结晶条件对晶体外观的影响;
- (4) 了解三草酸合铁(III)酸钾的光敏性质及蓝晒法的应用。

二、实验原理

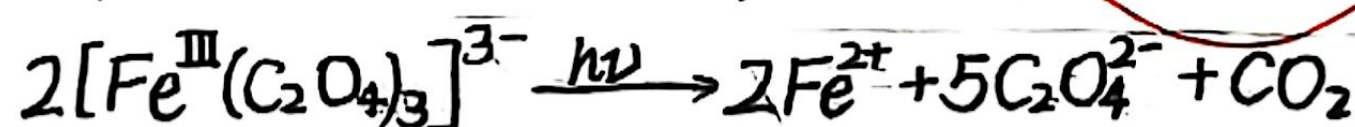
1. 三草酸合铁(III)酸钾的制备:

配位反应:



2. 三草酸合铁(III)酸钾的光敏性应用:

三草酸合铁(III)酸钾对光敏感, 见光分解, 常用作光敏光量计。



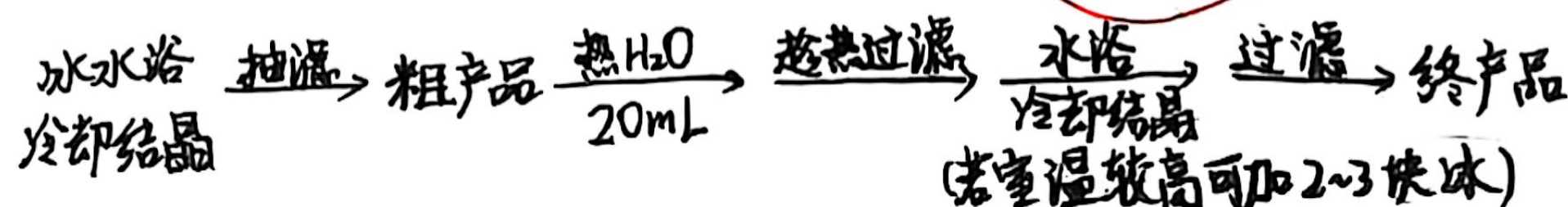
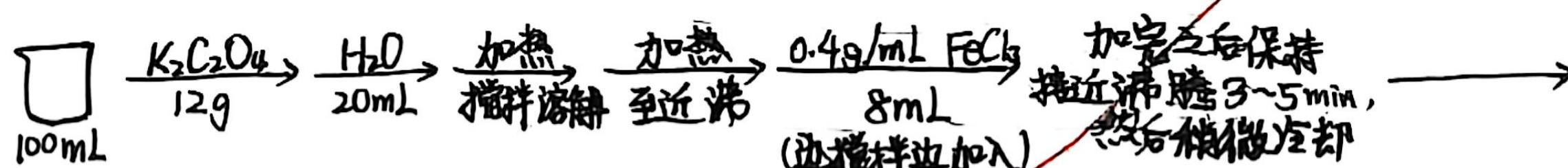
光解产生的Fe(II)遇六氰合铁(III)酸钾生成不溶性普鲁士蓝。



在实验室中可通过简单的方法验证其光敏性。利用上述物质的性质可制备感光纸, 控制曝光过程, 用蓝晒法冲印照片或图片。

三、实验步骤

1. 三草酸合铁(III)酸钾的制备 (全程使用去离子水)



CS 扫描全能王
3亿人都在用的扫描App

实验名称: 三草酸合铁(III)酸钾的制备和蓝晒法 姓名:

学号:

2. 蓝晒法冲印照片

(1)配感光液 → (2)制感光纸 → (3)晒图准备 → (4)晒图5~10min →
(5)清洗感光纸和负片 → (6)晾干

蓝晒实验中感光液混匀用贴有标签的专用烧杯,直接倒30mL三草酸合铁(III)酸钾溶液+30mL铁氰化钾混匀即可,用完了再倒。

四、注意事项

1. 注意电炉高温,防止烫伤,需穿戴棉纱手套进行操作。
2. 控制好结晶前溶液的总体积,为16~18mL。
3. 蒸发浓缩时,若溶液颜色偏黄甚至棕绿色,可滴加适量草酸重新调节pH为3.5~4.0。
4. 调节pH时,若溶液中有白色晶体,可放到电路上适当加热,使其溶解;若溶液中有黄色沉淀,可滴加适量双氧水使其溶解。
5. 在通风橱中将感光纸和胶片放平后,拉下遮光布,然后再插电开启光源,避免强光直射眼睛。
6. 曝光结束,关闭电源,将灯熄灭后,再打开遮光布,取出感光纸和透明负片。
7. 高压汞灯在使用后温度较高,取拿感光纸时注意防止烫伤。
8. 蓝晒法曝光结束一定要用清水将未反应的黄色部分冲洗干净。
9. 制得的蓝图不耐碱,遇碱会导致蓝色物质分解。

五、实验数据记录和结果

FeCl ₃ 溶液 体积/mL	草酸钾 质量/g	理论 产量/g	实际产品 质量/g	产率/%	产品外观
8.00	10.82	9.68	6.40	66.8 66.1	翠绿色大块 不规则晶体

计算过程: 实验最初测量数据为 $m(\text{FeCl}_3) = 8.00 \text{ mL}$, $m(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 11.99 \text{ g}$
 $m(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 6.40 \text{ g}$, $m(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 6.40 \text{ g}$
摩尔质量 $M(\text{FeCl}_3) = 162.21 \text{ g/mol}$, $M(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 491.24 \text{ g/mol}$
 $M(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 166.22 \text{ g/mol}$, $M(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 184.23 \text{ g/mol}$
则 $m(\text{FeCl}_3) = V(\text{FeCl}_3) \cdot \rho = 8.00 \times 0.4 \text{ g} = 3.20 \text{ g}$
 $m(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4) = m(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) \cdot \frac{M(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{M(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})} = 11.99 \times \frac{166.22}{184.23} \text{ g} = 10.82 \text{ g}$
 $n(\text{FeCl}_3) = \frac{m(\text{FeCl}_3)}{M(\text{FeCl}_3)} = \frac{3.20}{162.21} \text{ mol} = 0.0197 \text{ mol}$
 $n(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4) = \frac{m(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{M(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4)} = \frac{10.82}{166.22} \text{ mol} = 0.06509 \text{ mol} > 3n(\text{FeCl}_3)$, 则 $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 过量
 $m_{\text{理}}(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = n(\text{FeCl}_3) \cdot M(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 0.0197 \times 491.24$
则 $\eta = \frac{m_{\text{实}}(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O})}{m_{\text{理}}(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O})} \times 100\% = \frac{6.40}{9.68} \times 100\% = 66.1\%$



实验名称：三草酸合铁(III)酸钾的制备和蓝晒法实验

学号：

六、分析和讨论

1. 本次制备实验最后的产率为66.1%，有三分之一的损耗，可能有以下原因：

(1) 由于在本次实验中氯化铁溶液是先加入量筒，再用滴管逐滴滴加在草酸钾溶液中的，所以最后会有少量的溶液残留在量筒底部无法倒出。而由实验数据可知草酸钾过量，故少量会受到氯化铁的量的影响。氯化铁偏少导致最后的产物偏少，产率偏低。

(2) 在第一次抽滤得到粗产品时，有少量粗产品粘滞在烧杯中无法取出，导致产物偏少，产率偏低。

(3) 在重结晶时，由于又加入了20mL的去离子水，且产品易溶于水（在0℃下溶解度为7g/100g水，而实验室温度约为10℃，至少损失0.94g），导致产率偏低。

(4) 在最后等待晶体析出时，由于时间紧张且晶体自然冷却速度慢，晶体未能充分析出，导致产率偏低。

2. 本次制备实验的产品未进行趁热过滤，且晶体较大，可能原因为：

(1) 制备晶体的实验室环境良好，无杂质混入粗产品中，无需趁热过滤。

(2) 受实验室环境限制，若趁热过滤，则溶液与外界环境的大温差会导致溶液冷却速度过快，从而提前产生多且小的晶核，从而晶体形状会偏小。而不进行趁热过滤，则溶液受到的扰动较小，有利于晶体慢慢析出。

(3) 在蓝晒法冲印照片实验中，照片的对比度较小，可能是混合液涂抹较少或曝光不充分（时间短）所致。

七、思考题

1. 将三草酸合铁(III)酸钾粉末均匀铺在玻璃板上，用遮光纸遮住一半的玻璃板，然后将玻璃板放置在光照底下。经过一段时间后观察玻璃板两半的粉末颜色是否有差异，如果有，则证明该物质是光敏性物质。利用其光敏性，可用于冲印照片，制造化学光量计等。

2. 避光保存在于干燥阴凉处。

4. 控制好加入水的量，使其为过饱和溶液；不能蒸干溶液，因为该晶体在10℃下会失去结晶水，在230℃下分解。

6. (1) 保证溶液中水的含量尽量少但仍为过饱和溶液。

(2) 使溶液自然冷却析出晶体。

(3) 尽可能减少外界干扰。

7. 残留的混合液感光，继续发生反应，导致图片颜色变暗变深。

