三草酸合铁 (III) 酸钾的合成

摘要 本实验用硫酸亚铁与草酸反应制备草酸亚铁晶体,再氧化得到三草酸合铁 (III) 酸钾,并分析产率以及误差。

关键词 三草酸合铁 (III) 酸钾的合成,无机化合物制备的一般过程。

引言

三草酸合铁(III)酸钾 K_3 [Fe $(C_2O_4)_3$]· $7H_2O$ 是翠绿色晶体,溶于水而难溶于乙醇,是制备负载型活性铁催化剂的主要原料。本实验是以 Fe() 盐为原料通过沉淀、氧化还原、配位反应多部转化,最后制得 K_3 [Fe $(C_2O_4)_3$],主要反应为:

$$\begin{split} & \operatorname{FeSO_4} + \operatorname{H_2C_2O_4} + 2\operatorname{H_2O} = \operatorname{FeC_2O_4} \cdot 2\operatorname{H_2O} + \operatorname{H_2SO_4} \\ & \operatorname{6FeCC_2O_4} + 2\operatorname{H_2O} + 3\operatorname{H_2O_2} + 6 \ \operatorname{K_2C_2O_4} = 4 \ \operatorname{K_3} \left[\operatorname{Fe} \left(\operatorname{C_2O_4} \right)_3 \right] + 2\operatorname{Fe}(\operatorname{OH})_3 \downarrow + 12\operatorname{H_2O} \\ & \operatorname{2Fe}(\operatorname{OH})_3 + 3\operatorname{H_2C_2O_4} + 3 \ \operatorname{K_2C_2O_4} = 2 \ \operatorname{K_3} \left[\operatorname{Fe} \left(\operatorname{C_2O_4} \right)_3 \right] + 6\operatorname{H_2O} \end{split}$$

溶液中加入乙醇后, 便析出三草酸合铁(III)酸钾晶体。

实验部分

仪器:天平(电子天平)、称量瓶、干燥器、吸滤瓶、布氏漏斗。

药品: $FeSO_4 \cdot 7H_2O(\mathbb{D}) \cdot K_2C_2O_4(\mathbb{D}) \cdot H_2O_2 \cdot \mathbb{Z}$ 要, $H_2SO_4(\mathbb{D}) \cdot H_2O_2 \cdot \mathbb{Z}$ 是一个, $H_2SO_4(\mathbb{D}) \cdot H_2O_4(\mathbb{D}) \cdot H_2O_4(\mathbb{D})$ 是一个, $H_2SO_4(\mathbb{D}) \cdot H_2O_4(\mathbb{D}) \cdot H_2O_4(\mathbb{D}) \cdot H_2O_4(\mathbb{D})$ 是一个, $H_2SO_4(\mathbb{D}) \cdot H_2O_4(\mathbb{D}) \cdot H_2O_4(\mathbb{D})$

步骤: 参见 [1, 实验二十八 三草酸合铁 (III) 酸钾的合成及电荷数的测定]

数据处理与分析

实验过程的原始数据记录见附表。实验时室内气温 18° C,气压 101.33kPa。利用相对分子质量,结合铁元素物质的量守恒,计算得到产率为约为 60.44%

分析试验过程中的误差,主要由以下几个因素引入:

- 1. 本次实验操作不当,滴加过氧化氢后两次意外打翻烧杯,并用吸滤瓶将洒出的液体吸回烧杯,此过程引入了极为明显的误差。
- 2. 若煮沸过程中溶液飞溅,使得产率偏低。若使用过量的去离子水洗涤沉淀 $FeC_2O4 \cdot 2H_2O$,则会造成产物部分溶解,导致产品质量损失。
- 3. 未待三草酸合铁酸钾完全析出即称量。
- 4. 使用过氧化氢氧化时溶液温度过高,导致反应物未完全氧化。或没有使 Fe(II) 完全转变为 Fe(III)。
- 5. 称量药品和产物时没有考虑所使用纸片的质量。
- 6. 使用了酒精灯等带明显光源的加热仪器或是没有在冷暗处进行冷却结晶,导致产品分解,产率降低。

实验: 2022-10-30: 报告撰写: 2022-11-03: 提交: 2022-11-05 李功勋,班级 227720,学号 22377224,E-mail: 2665631223@qq.com

结论

用本套实验流程制备三草酸合铁 (III) 酸钾,产率较高,能达到实验室制备药品的需要。

无机化合物制备的一般过程是:溶解、沉淀、过滤、蒸发、浓缩;一般涉及到多步化学反应,同 时副产物复杂,需要设计出合理的实验操作来使产品纯化。设计制备流程时应当尽可能考虑到产品 以及中间产物的性质,例如三草酸合铁 (III) 酸钾 110°C 下可失去结晶水, 230°C 时即分解。光照 下易分解,为光敏物质。则制备产品时应该避免强光源。 不良的实验操作会让实验毁于一旦。

体会与建议

本次实验中,我深刻认识到规范的实验操作的重要性,要得出预期或是合理的实验结果,应当 尽可能地严格化实验条件。化学实验的设计十分精妙,不仅需要尽可能达到实验目标,还需要使实验具有较高可操作性。设计者显然需要对反应物性质,反应本身,实验仪器以及实验过程具有极丰 富的理解。这也激励我学好当下的化学知识,对待每个科学学科都应当精益求精,更加严格要求自 己。

感谢王广胜老师以及助教彭华龙的指导,同时感谢同组王珂同学的合作。 致谢

参考文献

[1] 李梅君, 徐志珍等. 无机化学实验 (第四版). 高等教育出版社, 2007.