

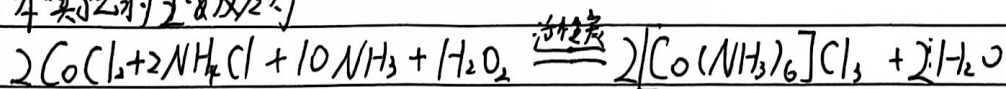
Title/标题 三氧化六氨合钴(Ⅲ)的制备和性质

8 班 12 号

Name/姓名 王天一 Student ID/学号 2023511044 Date/日期 2024/12/13 页码 1

一. 预习思考题

1. 本实验的主要反应为



请简述各原料在反应中的作用

答: 六水合氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$): 提供 Co^{2+} 离子, 为最终配合物的中心离子来源氯化铵(NH_4Cl): 提供 Cl^- 离子环境, 并维持溶液中氯的存在状态(通过生成 NH_4^+ 缓冲体系, 防止游离 NH_3 挥发过多), 有利于氨配合物的形成和晶体的形成氨水: 提供 NH_3 配体, 使 Co^{2+} 配位生成 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ 这一主体结构过氧化氢(H_2O_2): 作为氧化剂, 将 Co^{2+} 氧化为 Co^{3+} , 从而获得较稳定的 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ 配离子

活性炭: 起催化作用, 使氧化过程更顺利, 提高反应产率和纯度; 同时可为部分反应物提供吸附位点, 加快反应进程

2. 简述减压抽滤需要注意的方面

①. 在连接布氏漏斗与抽滤瓶前, 要检查滤纸是否贴紧漏斗底部并覆盖所有孔, 用少量溶液(去离子水)润湿滤纸以减少液体从边缘通过。

②. 抽滤时应将铁架台固定抽滤瓶并应慢慢开启真空泵, 确保减压过程平稳。

③. 抽滤过程中尽量避免滤饼开裂, 否则易造成产品损失或杂质通过。

④. 抽滤结束后, 应先解除真空再移走漏斗, 防止滤饼飞散或溶液回流。

二. 实验仪器和试剂

仪器及材料: 电子天平, 磁力搅拌器, 结晶皿, 锥形瓶, 量筒, 烧杯, 布氏漏斗, 抽滤瓶, 玻璃棒

试剂: 活性炭(A.R.) (300℃烘30min活化), 氯化铵(A.R.), 六水合氯化钴(A.R.), 过氧化氢(A.R.), 盐酸(A.R.), 氨水(26%, A.R.)

溶液: 6% 过氧化氢溶液, 2mol/L 盐酸溶液, 0.8mol/L 盐酸溶液

三. 实验内容和步骤

(一). 三氧化六氨合钴的制备

①. 称取 3.00g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 与 2.00g NH_4Cl 固体于 150mL 锥形瓶中, 加入 5mL 去离子水, 在磁力搅拌下于 60℃ 水浴中搅拌溶解。此时溶液呈蓝紫色

SIGNATURE/签字

DATE/日期

Title/标题 三氯化六氨合钴(II)的制备和性质

8 班 12 号

Name/姓名 王天一 Student ID/学号 2023511044 Date/日期 2024/12/13 页码 2

② 溶液稍冷却后, 加入 0.2g 经活化处理的活性炭, 搅拌均匀, 待溶液冷至室温

③ 加入 7 mL 26% 氨水溶液, 溶液变为黑紫色且有轻微放热现象, 将混合物稍冷却

④ 将锥形瓶置于冰水浴中冷却, 同时慢慢滴加 10 mL 6% 的 H_2O_2 溶液并不断摇晃使其混合均匀, 此时放热并有明显气泡产生, 溶液逐渐变为棕黑色

⑤ 将锥形瓶转移至水浴中加热至约 $60^\circ C$, 在搅拌条件下保持约 20 分钟

⑥ 用冰水浴彻底冷却 (约 10 分钟), 然后进行抽滤, 得到粗产物滤饼 (不使用水洗涤!)

⑦ 将滤饼转移至 25 mL 0.8 mol/L 的 HCl 溶液中, 于 $85^\circ C$ 水浴中加热搅拌溶解 (必要时加盖表面皿防止水分蒸发, 若时间过长需补充少量水直至全部溶解)

⑧ 趁热抽滤, 滤液转入烧杯中, 再慢慢加入 4 mL 浓 HCl, 放置约 3 分钟后于冰浴中彻底冷却 10 分钟, 晶体析出。

⑨ 抽滤分离晶体, 用冷的约 3 mL 2 mol/L HCl 溶液 (约 2 滴管量) 快速洗涤一次, 再用少量无水乙醇洗涤

⑩ 抽干后将产品转移至表面皿上, 在空气中干燥称重, 记录产物质量并计算产率。

四. 实验现象与数据

步骤

现象

称取 $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ 和 NH_4Cl

加入活性炭

加入氨水

在冰浴中滴加 H_2O_2

$60^\circ C$ 水浴搅拌 20 min 后冷却

抽滤得粗产物

将滤饼溶于 0.8 mol/L HCl 溶液

趁热过滤并加浓 HCl 冰浴

冷 HCl, 无水乙醇洗涤

实际获得产品质量为:

SIGNATURE/签字

DATE/日期