

Title/标题 三草酸根合铁(III)酸钾的制备、性质和组成分析

8 班 12 号

Name/姓名 王天一 Student ID/学号 20235110KX Date/日期 2024/11/29 页码 1

## 一. 预习思考题

## 1. 简述简单盐与配合物的区别

简单盐是由金属离子和非金属离子通过离子键形成的化合物,在水中完全解离为金属阳离子和非金属阴离子。配合物则是由中心金属离子与配体通过配位键结合形成的复杂化合物,具有内界和外界结构。内界中的金属离子和配体形成稳定的配位化合物,不易在水中解离,外界则存在可能可以电离的离子。

## 2. 列举两种实验室制备三草酸合铁酸钾的方法

一:将  $\text{FeCl}_3$  与草酸钾直接反应,生成三草酸合铁(III)酸钾

二:通过铁盐与草酸反应生成草酸亚铁,再在氧化剂存在下氧化成三价铁配合物,最后加入钾盐结晶析出三草酸合铁(III)酸钾

## 3. 草酸根合铁(III)酸钾固体和溶液应当如何保存

由于草酸根合铁(III)酸钾对光敏感,固体应当避光保存,放在暗处密封处保存;溶液也应避光,储存在棕色瓶中,低温保存,并避免长时间暴露在光线下,以防分解。

## 二. 仪器及试剂

仪器:电子天平,磁力搅拌器,水浴锅,结晶皿,烧杯(100mL, 250mL),量筒(10mL),玻璃棒,试管,布氏漏斗,抽滤瓶,三角漏斗,滤纸,搅拌子。

试剂:一水合草酸钾(A.R.), 三氧化铁(A.R.), 四苯硼酸钠(A.R.), 硫酸亚铁(A.R.), 铁氰化钾(A.R.), 氯化钙(A.R.), 硫酸(A.R.), 硫酸铝(A.R.), 乙醇(95%)

溶液: 0.1mol/L KSCN 溶液, 3mol/L 硫酸溶液, 0.1mol/L  $\text{FeCl}_3$  溶液, 0.5mol/L  $\text{CaCl}_2$  溶液, 0.4g/mL  $\text{FeCl}_3$  溶液,  $6 \times 10^{-3}$ mol/L 四苯硼酸钠溶液, 饱和草酸钾溶液。

## 三. 实验内容与步骤

## 1. 三草酸合铁(III)酸钾的制备

1. 溶解草酸钾: 称取 6.00g 一水合草酸钾, 放入 100mL 烧杯中, 加入搅拌子和 10mL 去离子水, 置于磁力搅拌器上, 在 100°C 的水浴中加热搅拌, 直至草酸钾完全溶解, 溶液呈无色透明。

SIGNATURE/签字

DATE/日期



ie/标题 三草酸合铁(II)酸钾的制备, 性质和组成分析

8 班 12 号

Name/姓名 王天 - Student ID/学号 2023511004 Date/日期 2024/11/29 页码 2

2. 加入三氯化铁: 在搅拌下, 缓慢加入 4ml 0.4g/ml 的三氯化铁溶液, 溶液颜色由无色变为淡绿色, 随着三氯化铁的加入, 颜色逐渐加深。

3. 冷却结晶: 将混合溶液置于冰水浴中冷却 10 分钟, 观察到有绿色晶体析出。

4. 第一次过滤: 用布氏漏斗进行减压过滤, 收集粗产物。

5. 重结晶: 将粗产物溶解于约 10ml 去离子水中, 在水浴中加热至晶体完全溶解。使用预先折好的菊花滤纸和预热的三角漏斗, 趁热进行过滤。

6. 再次冷却结晶: 将滤液置于冰水浴中冷却约 10 分钟, 观察到晶体再次析出。若未见晶体析出, 可用玻璃棒摩擦烧杯内壁促进结晶。

7. 第二次过滤与洗涤: 用布氏漏斗进行减压过滤, 收集晶体, 用少量冷的 95% 乙醇洗涤晶体, 除去水分和杂质。

8. 干燥与称量: 将晶体转移至表面皿, 在空气中干燥, 待晶体干燥后称量产物质量, 记录数据, 计算产率。

## 2. 三草酸合铁(II)酸钾的感光性质

1. 配制感光溶液: 在 25ml 烧杯中, 按以下比例混合:

· 0.1g  $K_2[Fe(C_2O_4)_2] \cdot 3H_2O$

· 0.1g  $K_3[Fe(CN)_6]$

· 0.1g 硅胶

· 2ml 去离子水 搅拌均匀至溶解

2. 制作感光纸: 将配制好的感光溶液均匀涂布在滤纸上, 待稍微干燥。

3. 图案遮盖: 使用不透光的纸板剪成所需图案, 部分遮盖在感光纸上。

4. 光照处理: 在日光灯或紫外灯下照射数分钟, 观察到曝光部分逐渐变蓝。

5. 显影与定影: 用自来水冲洗感光纸, 洗去未反应的物质, 曝光部分的蓝色图案得以显现。将感光纸烘干, 得到蓝色图案的成品。

## 3. 确定配合物的内外界原子

(1). 检验  $K^+$  是否在配合物的外界

在试管中加入少量产物, 加入 10 滴去离子水溶解。另取一试管加入 1 滴饱和草酸铵溶液和 9 滴去离子水。向两边试管中分别加入 2~3 滴  $6 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$  的四苯硼酸钠溶液, 振荡混合。

SIGNATURE/签字

DATE/日期



a/标题 三草酸合铁(II)酸钾的制备、性质和组成分析

8 班 12 号

name/姓名 王天 - Student ID/学号 2023511046 Date/日期 2024/11/29 页码 3

2). 检查  $Fe^{3+}$  是否存在配合物的外界

在试管中加入少量产物, 加入5滴去离子水, 溶解。另取一试管加入5滴  $0.1\text{mol/L}$  的  $FeCl_3$  溶液, 向两试管中分别加入1滴  $0.1\text{mol/L}$  的  $KSCN$  溶液, 混合, 观察溶液颜色变化。在产物溶液的试管中, 加入1滴  $3\text{mol/L}$  的硫酸溶液, 观察颜色变化。

3). 检查  $C_2O_4^{2-}$  是否存在配合物的外界

在试管中加入少量产物, 加入10滴去离子水, 溶解。另取一试管加入5滴饱和草酸钾溶液, 向两试管中分别加入2滴  $0.5\text{mol/L}$  的氯化钙溶液, 观察是否有白色沉淀生成。

#### 四. 实验数据与现象

(一) 所获产物质量为  $1.44\text{g}$

产率为  $1.44\text{g} / 4.8459\text{g} \times 100\% = 29.7\%$

(二) 感光实验现象: 曝光区域逐渐变蓝, 未曝光区域保持原状, 最终获得清晰图案的感光纸

(三). 内外界原子的检查

1). 检查  $K^+$

产物溶液: 1~2分钟后, 有白色晶体析出, 证明存在游离的  $K^+$

草酸钾对比溶液: 1~2分钟后, 有白色晶体析出

2). 检查  $Fe^{3+}$

产物溶液: 无明显颜色变化。

$FeCl_3$  溶液: 溶液立即变为血红色, 证明存在游离的  $Fe^{3+}$

产物溶液加硫酸: 溶液颜色加深并开始变红, 说明  $Fe^{3+}$  被释放出来

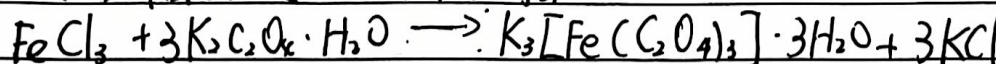
3). 检查  $C_2O_4^{2-}$

产物溶液: 无明显沉淀生成, 溶液仍然清澈

草酸钾对比溶液: 立刻生成白色沉淀, 证明存在游离的  $C_2O_4^{2-}$

#### 五. 关联的方程式

1. 三草酸合铁(II)酸钾的制备



SIGNATURE/签字 侯恩朝

DATE/日期

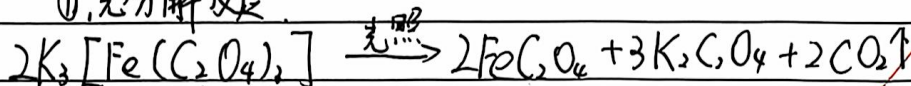
题/标题 三草酸合铁(II)酸钾的制备、性质和组成分析

8 班 12 号

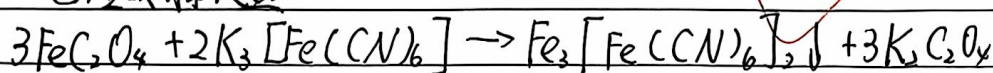
name/姓名 王天一 Student ID/学号 2023511044 Date/日期 2024/11/29 页码 4

## 2. 感光性质

### ①. 光分解反应

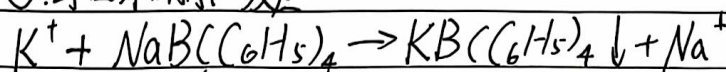


### ②. 生成滕氏蓝



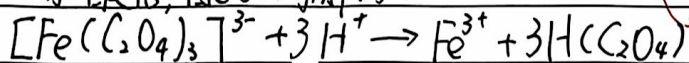
## 3. 确定外界原子

### ①. 与四苯硼酸钠反应

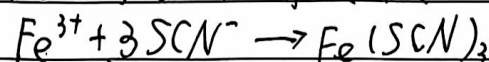


### ②. 鉴定 $Fe^{3+}$

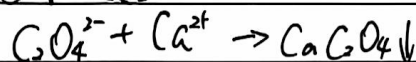
加酸后, 配合物解离



游离的  $Fe^{3+}$  与硫氰酸根反应



### ③. 鉴定 $C_2O_4^{2-}$



## 六. 思考题

### 1. 试用三草酸合铁(II)酸钾设计一个光量计

答: 三草酸合铁(II)酸钾会在光照下发生分解反应, 生成草酸亚铁、草酸钾和二氧化碳。利用这一化学反应, 可以设计一个光量计, 具体方法是:

- 配置一定浓度的三草酸合铁(II)酸钾溶液, 置于光照装置中
- 记录光照时间, 测定光照前后溶液中三草酸合铁(II)酸钾的浓度变化, 或生成产物的量
- 由于分解程度与光照强度和时间成正比, 可通过测定反应程度来计算光的强度
- 建立标准曲线, 将反应程度与光强度对应, 实现光强度的定量测定

### 2. 本实验中热过滤的目的是什么?

- ①. 防止溶液在过滤过程中因温度降低而析出晶体, 堵塞滤纸, 影响过滤速度和效果
- ②. 除去滤液中未溶解的杂质, 确保滤液纯净, 为后续的冷却结晶提供良好条件
- ③. 通过使用预热的滤纸和漏斗, 保持溶液温度, 避免晶体过早析出



title/标题 三苯氧根合铁(III)酸钾的制备、性质和组成分析

8 班 12 号

Name/姓名 王天 Student ID/学号 2023511060 Date/日期 2024/11/29 页码 5

3. 除了浓缩、冷却外,还有什么方法可促使三苯氧根合铁(III)酸钾晶体从母液中析出?

- ①. 用玻璃棒刮擦烧杯内壁,产生微小晶核,促进晶体析出
- ②. 加入少量纯净的三苯氧根合铁(III)酸钾晶体,作为晶种诱导结晶
- ③. 加入少量乙醇等有机溶剂,降低溶解度,促进晶体析出
- ④. 适当蒸发一部分溶剂,提高溶液的过饱和度

## 七. 分析与讨论

本实验的产率比预期略低,可能因素如下:

- ①.  $\text{FeCl}_3$  与苯氧钾未充分反应,部分  $\text{FeCl}_3$  未转化为产物
- ②. 过滤时晶体可能粘附在烧杯,漏斗,滤纸上,未能完全收集
- ③. 用乙醇洗涤晶体时可能过量,导致部分产物溶解或流失
- ④. 在将晶体从漏斗或滤纸上转移到表面皿时,可能有少量晶体遗失
- ⑤. 即使在冰水浴中,三苯氧根合铁(III)酸钾仍有一定溶解度,导致部分产物未能析出,残留在母液中
- ⑥. 在实验中未能进行避光操作,产物在光照下分解
- ⑦. 在加热溶解和热过滤时,温度过高可能导致产物分解或过度溶解

SIGNATURE/签字

DATE/日期