

Title/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 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 FeCl_3 与草酸钾直接反应,生成三草酸合铁(Ⅱ)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(Ⅱ)酸钾

3. 草酸根合铁(Ⅱ)酸钾固体和溶液应当如何保存?

由于草酸根合铁(Ⅱ)酸钾对光敏感,固体应避光保存,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.), 硫氰酸钾(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 FeCl_3 溶液, 0.5mol/L CaCl_2 溶液, 0.4g/mL FeCl_3 溶液, 6×10^{-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(Ⅱ)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

Title/标题 三苯配合铁(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. 三苯配合铁(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 硫酸铝

• 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). 检查 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

Title/标题 三草酸根合铁(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 mol/L 的 FeCl_3 溶液, 向两试管中分别加入 1 滴 0.1 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 mol/L 的硫酸溶液, 观察颜色变化.

③. 检查 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 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 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

产率为

(二) 感观实验现象:

(三). 内外界原子的检查.

①. 检查 K^+

产物溶液

草酸钾对比溶液

②. 检查 Fe^{3+}

产物溶液

 FeCl_3 溶液

产物溶液加硫酸

③. 检查 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$

产物溶液

草酸钾对比溶液