

# 浙江大学 实验报告

日期: 2024.4.15

地点: 紫金港化学实验楼 90-928

课程名称: 普化实验(2)

指导老师: 陈晨

成绩: 93

实验名称: 三草酸合铁(IV)酸钾的制备

实验类型: 制备实验

同组学生姓名: \_\_\_\_\_

一、实验目的和要求(必填)

二、实验内容和原理(必填)

三、主要仪器设备(必填)

四、操作方法与实验步骤

五、实验数据记录和处理

六、实验结果与分析(必填)

七、讨论、心得

## 一、实验目的

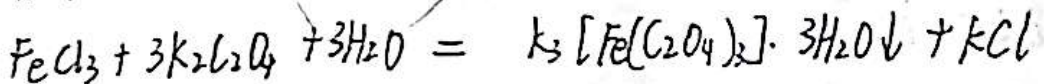
1. 了解利用配位反应制取三草酸合铁(IV)酸钾的方法
2. 了解并掌握无机制备实验的基本操作技能
3. 了解结晶条件对晶体外观的影响
4. 了解三草酸合铁(IV)酸钾的光化学性质及蓝晒法的应用

## 二、实验原理

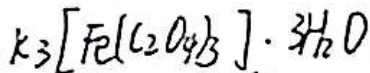
### 1. 关于目标产物

- 化学式  $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ , 相对分子量 491.26
- 碧绿色单斜晶体
- 易溶于水, 难溶于  $CH_3CH_2OH$
- 有光敏性, 光照分解(应用于蓝晒实验)

### 2. 目标物生成



反应类型: 配位反应



↑ 中心离子    ↑ 配体  $C_2O_4^{2-}$     配位数

$K_2C_2O_4$  略过量,  
用  $FeCl_3$  的量来计算产率

实验名称: \_\_\_\_\_

姓名: \_\_\_\_\_

学号: \_\_\_\_\_

### 3. 晶形结晶原理

- 结晶析出方法: ① 高温蒸发浓缩,  $S$  大且受  $T$  影响小:  $\text{NaCl}$
- ~~蒸发浓缩结晶~~: ② 蒸发浓缩结晶,  $S$  随  $T$  变化大:  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- ③ 改变溶剂性质, 不同溶剂中  $S$  不同
- ④ 反应析出, 反应出难溶物

### • 良好晶体形成技巧 (大晶体纯度高)

稀: 过饱和度不能太高

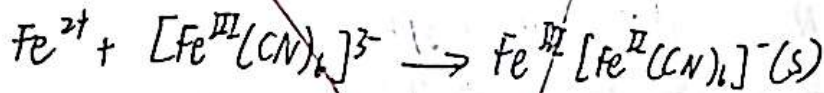
热: 热溶液

慢: 冷却速度慢

陈

### 4. 光敏性解释及蓝晒原理

- 光解  $2[\text{Fe}^{\text{III}}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]^{3-} \xrightarrow{h\nu} 2\text{Fe}^{2+} + 5\text{C}_2\text{O}_4^{2-} + 2\text{CO}_2 \uparrow$   
产生的  $\text{Fe}^{2+}$  遇六氰合铁酸钾生成不溶性普鲁士蓝



- 利用此原理可制备感光纸, 控制曝光时间冲印照片

### 5. 仪器与试剂

仪器: 电炉, 烧杯, 蒸发皿, 表面皿, 量筒, 水浴圈, 玻璃棒, 抽滤装置

试剂和材料:  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4(\text{s})$ ,  $\text{FeCl}_3$  溶液,  $0.2\text{mol/L}$  的铁氰化钾溶液,  
 $0.2\text{mol/L}$  的三草酸合铁(III)酸钾溶液 (含  $0.1\text{mol/L}$   $\text{H}_2\text{SO}_4$ )  
滤纸, 胶片, 紫外灯



### 三、实验步骤

实验步骤	操作注意事项
<p>1. 三草酸合铁酸钾的制备</p> <p>称取 12g <math>K_2C_2O_4</math> 20 mL <math>H_2O</math></p> <p>100 mL 烧杯</p> <p>加热搅拌 至溶解 (加热)</p> <p>加热至 近沸</p> <p>搅拌下滴加 8.0 mL <math>FeCl_3</math> 0.49 g/mL <math>FeCl_3</math></p> <p>冰水浴冷却</p> <p>抽滤、称重、记录外观</p>	<p>(1) 水均为去离子水</p> <p>(2) 称量直接在烧杯中称</p> <p>(3) 接近沸时加 <math>FeCl_3</math></p> <p>(4) 抽滤: ① 布氏漏斗最下端远离支管口</p> <p>② 滤纸比内径略小且覆盖全部洞</p> <p>③ 先拔导管, 后关开关</p> <p>④ 不从支管口转移液体</p> <p>⑤ 2张滤纸, 1张易破</p>
<p>2. 重结晶</p> <p>粗产品 <math>\xrightarrow{20\text{ mL 热水}}</math> 搅拌, 溶解, 趁热抽滤</p> <p>↓ 自然冷却</p> <p>抽滤、洗涤、称重、记录外观 ← 得到晶体</p>	<p>(1) 抽滤要趁热, 若完全溶解则无需抽滤</p> <p>(2) 冷却太快析出太快, 晶型不好</p> <p>(3) 洗涤用少量冷的去离子水</p>
<p>3. 蓝晒法</p> <p>三草酸合铁酸钾和铁氰化钾以混合</p> <p>↓ 用毛刷均匀刷在滤纸上</p> <p>得到感光纸(黄绿色)</p> <p>↓ 感光置于其上</p> <p>通风橱内曝光 10 min</p> <p>↓ 大量水冲洗至黄白色部分变白</p>	<p>(1) 混合要在暗处</p> <p>(2) 操作戴手套</p> <p>(3) 为保证曝光效果, 底片和感光纸要压实夹住</p> <p>(4) 图像不耐碱</p>

装订线

#### 四、实验现象

1.  $K_2C_2O_4$  溶液无色透明, 滴加黄褐色的  $FeCl_3$  后溶液变成绿色透明
2. 溶液冰水浴后有绿色晶体析出, 颜色较浅, 颗粒较小, 溶液颜色变浅
3. 加热水后粗产品又能溶解
4. 自然冷却析出晶体较慢, 先冷水浴, 后冰水浴, 得到翠绿色较大颗粒晶体
5. 析出过程中, 先在烧杯底部出现许多微小晶粒, 然后缓慢变大, 同时溶液颜色变浅, 最后晶体变大连成一片, 溶液几乎无色
6. 洗去黄色液体并晒干后得到一张蓝白色图像, 该图像为底片的反色图。

#### 五、实验数据及分析

表1. 实验数据记录表

$FeCl_3$ 溶液/ml	草酸铵/g	理论量/g	实际产品/g	产率%	产品外观
8.00	12.00	9.68	粗6.52	67.36	翠绿色晶体 外形不规则 颗粒小, 直径3mm左右
			终3.68	38.01	

$$m(FeCl_3) = 3.20g$$

$$n(FeCl_3) = \frac{3.20}{162.29/mol} = 0.0197mol$$

$$n(K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O) = n(FeCl_3)$$

$$m = 0.0197 \times 491.26g/mol = \cancel{9.689} 9.689g$$



实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_ 学号: \_\_\_\_\_

## 数据分析:

1. 粗产品产率一般, 为  $67.36\%$

原因: ① 虽然使用冰水浴, 但溶液中的  $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$  无法完全析出, 仍有一定溶解度

② 抽滤时加少量水洗涤烧杯使晶体倒入布氏漏斗过程中一部分产物溶解回去, 被抽滤进入滤液, 这部分被废弃, 无法回收

③ 从布氏漏斗转物到烧杯过程中有损失

2. 重结晶后产率偏低, 为  $38.01\%$ ,

原因: ① 加的热水温度不够高, 溶解后已经有些冷却了, 抽滤时溶液碰到较冷的布氏漏斗, 已有少量晶体在管壁析出

② 倾倒滤液时部分滤液洒出

③ 溶液过饱和度不高, 析出时间短

④ 最后一遍抽滤时又有损失, 样品转移不干净

## 六、实验感悟

这次实验主要学习了无机物制备的一些基本实验技能, 较为重点的是抽滤方法, 有许多细节要注意。在该实验中, 操作的时机也很重要, 如加入  $FeCl_3$  的时机, 趁热抽滤时机, 否则会影响产率。总而言之, 细节决定成败, 必须严谨完成每一个步骤, 精确控制, 才能保证实验成功。

## 七、思考题

1. 结晶冷却时不能过快,可自然冷却  
控制样品时减少损失,结晶时间适当长

2. 避光保存在于干燥处

3. 残留混合液在晾晒时避免日光,造成图片颜色变暗