

导入：

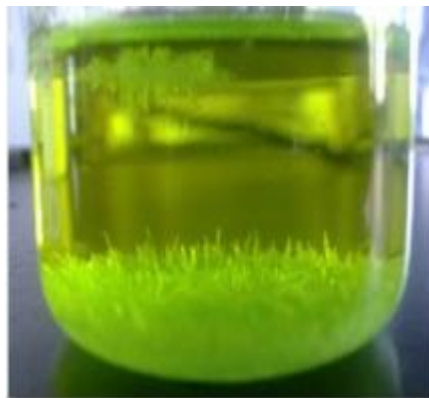
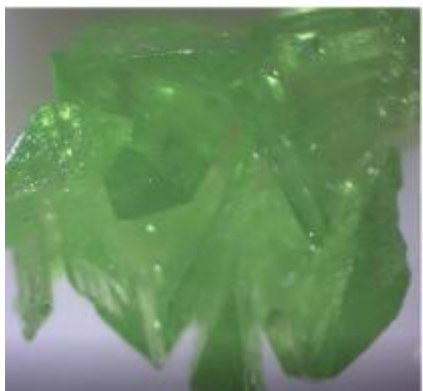
梵高作品



配位化合物的重要作用

实验4

三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备和组成测定

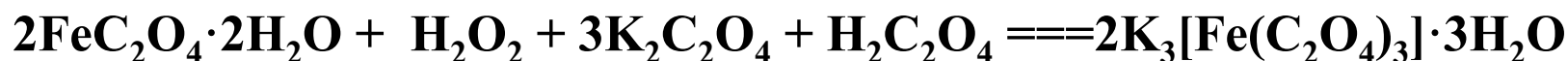
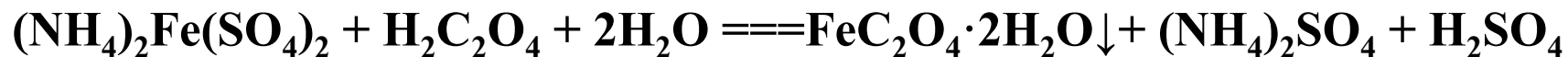


一、实验目的

1. 掌握合成 $\text{K}_3\text{Fe}[(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 的基本原理和操作技术;
2. 加深对铁(III)和铁(II)化合物性质的了解;
3. 掌握容量分析等基本操作。

二、实验原理

1、制备反应式



绿色单斜晶体

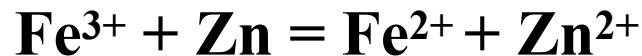
2、组成的测定

KMnO_4 滴定法.

$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 含量的测定:



Fe^{3+} 含量的测定:



三、实验仪器与试剂

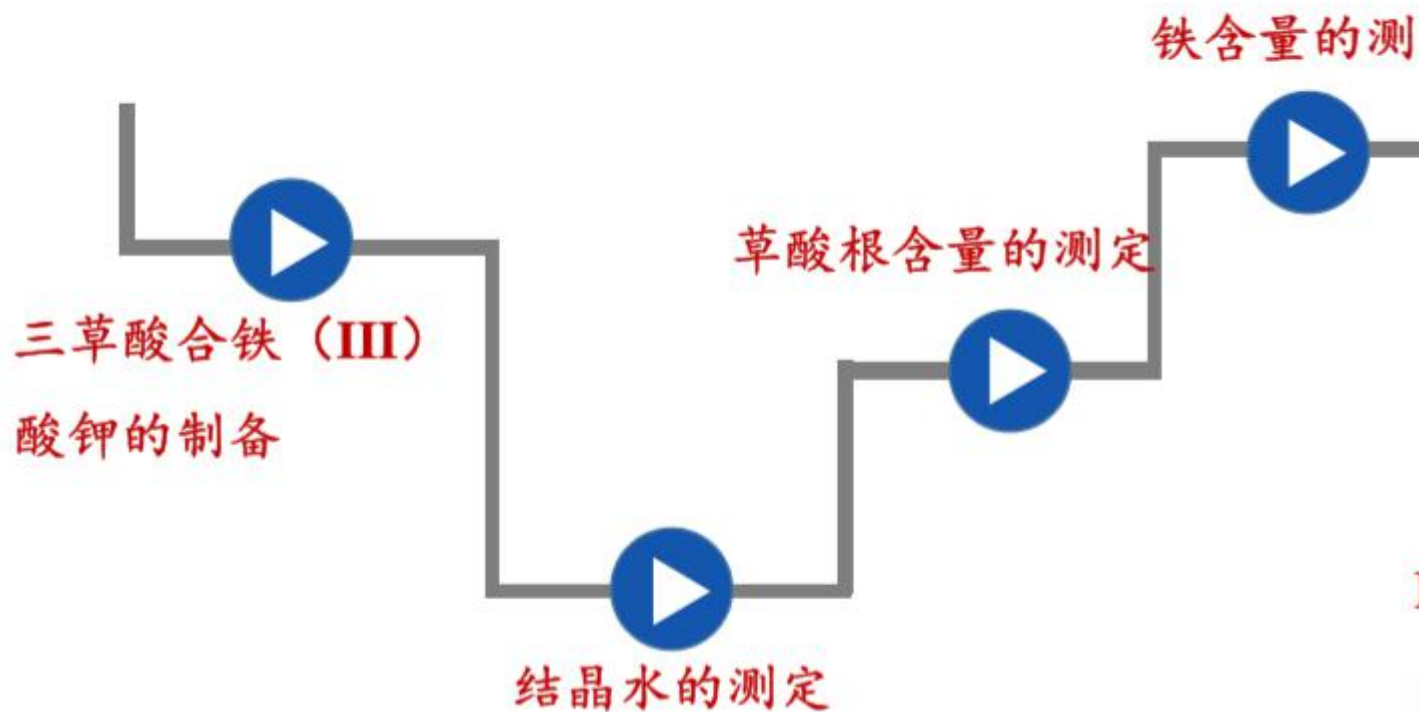
仪器：

托盘天平，分析天平，抽滤装置，烧杯（100mL），电炉，移液管（25mL），容量瓶（50mL, 100mL），锥形瓶（250mL）。

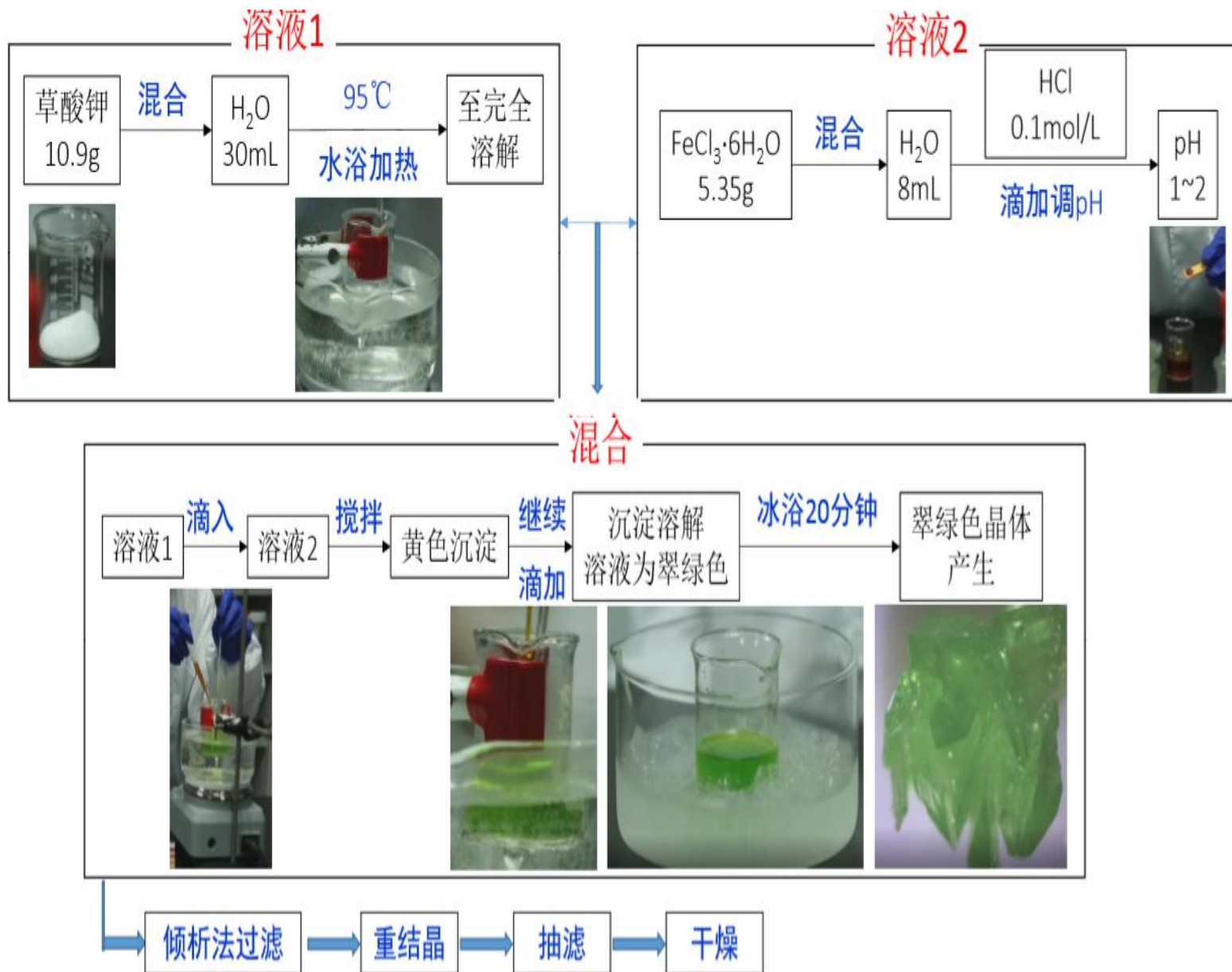
试剂：

$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ， $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$ ， $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ （饱和）， $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ （饱和）， KCl (A. R)， $\text{KNO}_3(300\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$ ，乙醇（95%），乙醇-丙酮混合液（1 : 1）， $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (5%)， H_2O_2 (3%)。

四、实验步骤

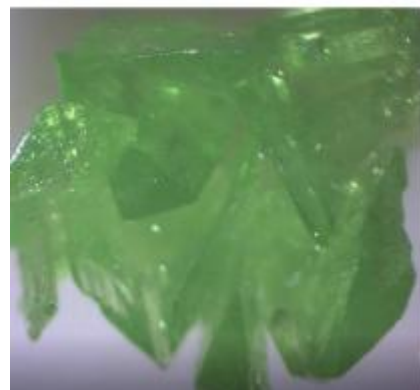
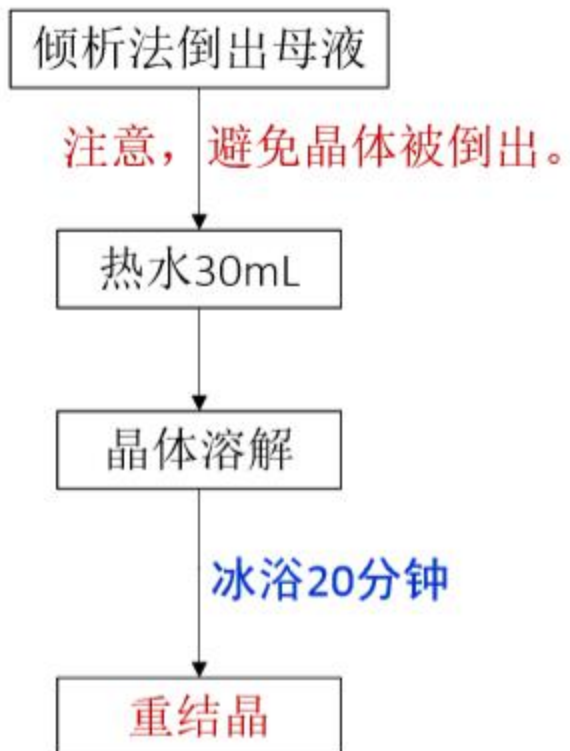


1. 三草酸合铁(III)酸钾的制备



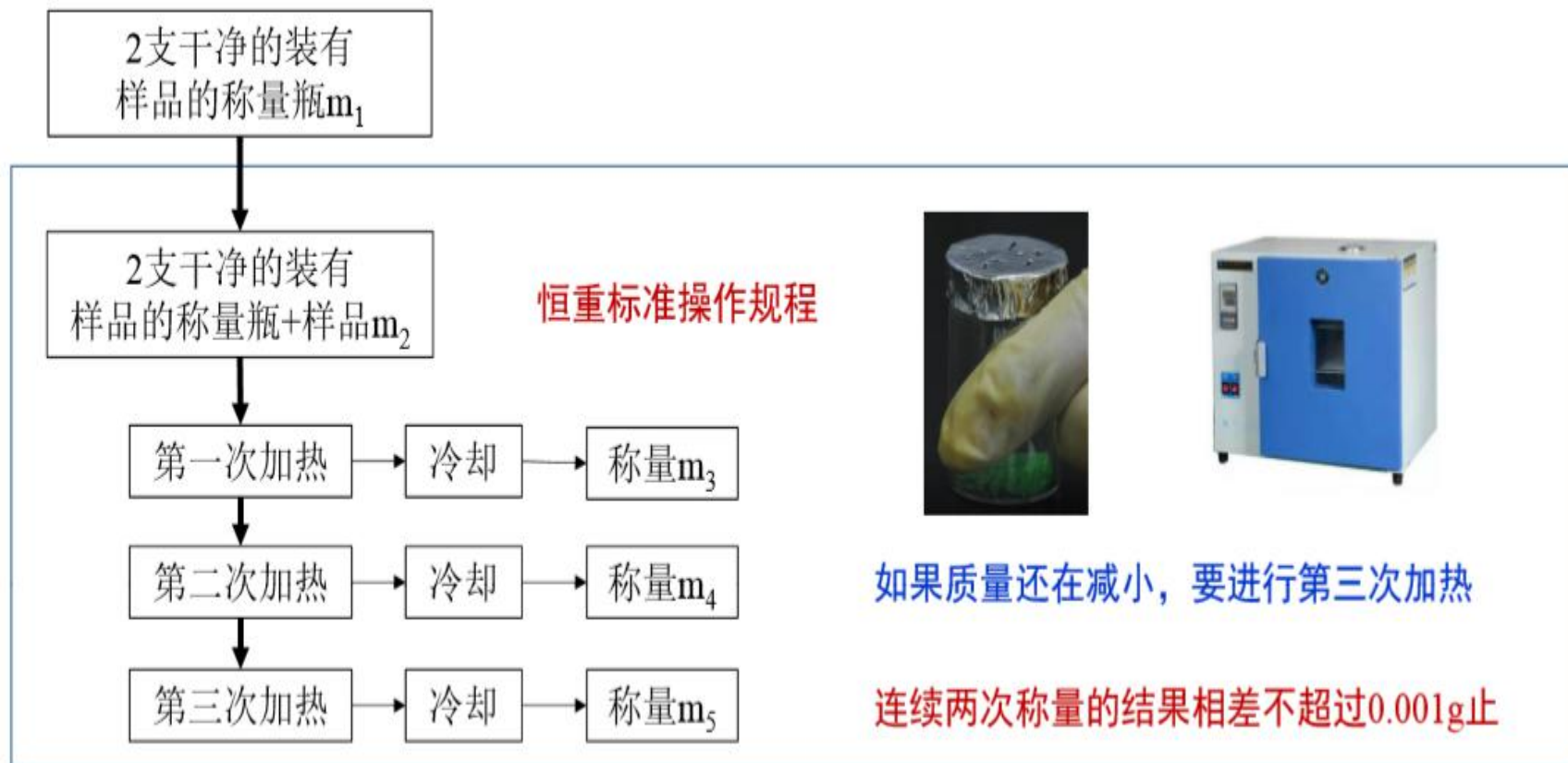
用乙醇—丙酮的混
合液淋洒滤饼

2 重结晶



3. 三草酸合铁酸钾组成的测定

① 结晶水的测定



✓ 0.5-0.6g样品，110℃，70min，烘箱中冷却，称量。（大气中自然冷却吸收大气中水分）

②草酸根含量的测定:

➤ KMnO_4 溶液的标定

准确称取 $0.13\sim 0.17\text{gNa}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 三份→ 3个 250mL 锥形瓶中，加水 50mL →加入 $10\text{mL } 3\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液， $75\sim 85^\circ\text{C}$ 下水浴加热→趁热用待标定的 KMnO_4 溶液滴定, 开始时滴定速率应慢→产生了淡粉色 Mn^{2+} 后， 滴定速率可适当加快，但仍须逐滴加入→至溶液呈现微红色并持续 30s 内不褪色→终点。

➤ 草酸根含量的测定

- 把制得的 $\text{K}_3\text{Fe}[(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 在 $50\text{-}60^\circ\text{C}$ 于恒温干燥箱中干燥1h，在干燥器中冷却至室温。
- 精确称取样品约 $0.2\text{-}0.3\text{g}$ ，放入 250mL 锥形瓶中，加入 25mL 水和 5mL $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ H_2SO_4 ，用标准 $0.02000\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ KMnO_4 溶液滴定。
- 滴定时先滴入 8mL 左右的 KMnO_4 标准溶液，然后加热到 $343\sim 358\text{K}$ （不高于 358K ）直至紫红色消失。

- 再用 KMnO_4 滴定热溶液，直至微红色在30s内不消失。记下消耗 KMnO_4 标准溶液的总体积。滴定后的溶液保留待用。
- 平行滴定3份样品。
- 计算 $\text{K}_3\text{Fe}[(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 中草酸根的质量分数，并换算成物质的量。
- 计算相对误差及相对偏差。

➤ 铁含量测定

在上述滴定过草酸根的保留液中加锌粉还原，至黄色消失。加热3min，使 Fe^{3+} 完全转变为 Fe^{2+} ，抽滤，用温水洗涤沉淀。滤液转入250mL锥形瓶中，再利用 KMnO_4 溶液滴定至微红色，计算 $\text{K}_3\text{Fe}[(\text{C}_2\text{O}_4)_3]$ 中铁的质量分数，并换算成物质的量。

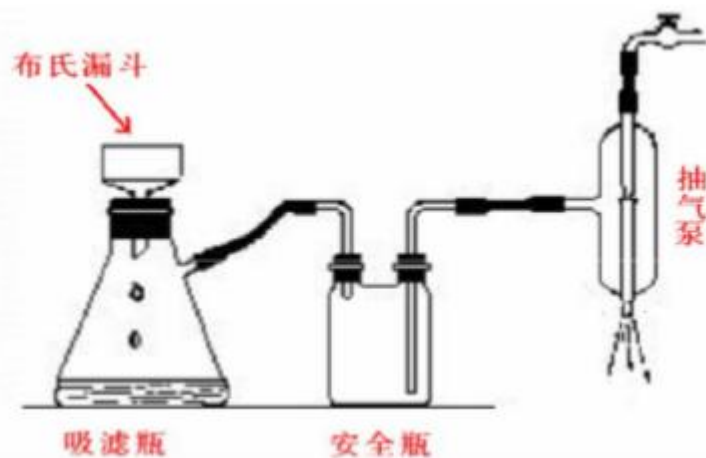
结论：

在1mol产品中含 H_2O ___mol， $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ___mol，
 Fe^{3+} ___mol， K^+ ___mol，该物质的化学式为___。

五、注意事项

1. 减压过滤要规范。尤其注意在抽滤过程中，勿用水冲洗粘附在烧杯和布氏滤斗上的少量绿色产品，否则，将大大影响产量。
2. 高锰酸钾滴定过程中，开始要慢，水浴加热促进反应进行，出现浅粉色以后，才能加快滴定速率。

减压抽滤:



减压抽滤注意事项:

1. 首先检查减压抽滤系统气密性。
2. 抽滤时，将滤纸润湿，打开真空泵，使滤纸紧贴抽滤漏斗，将烧杯中反应液倒入布氏漏斗中，注意抽滤瓶中的液面不得高于瓶侧的细颈。
3. 布氏漏斗的斜切面对着支管的一侧。
4. 抽滤开始，先接好装置，再打开抽滤；抽滤完成，先拔下胶管，再关闭抽滤。

六、思考题

1. $\text{K}_3\text{Fe}[(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 还有哪些制备方法？如用 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 做原料，可否用 HNO_3 代替 H_2O_2 作氧化剂，写出用 HNO_3 作氧化剂的主要反应式。你认为用哪个作氧化剂较好？为什么？使用该氧化剂时，应注意什么？如何保证 Fe(II) 转化完全？

2. 根据三草酸合铁（III）酸钾的合成过程及它的TG曲线，你认为该化合物应如何保存？

3. 用标准 KMnO_4 溶液滴定草酸根时，在滴定时先滴入8mL左右的 KMnO_4 标准溶液，然后加热到343~358K（不高于358K）直至紫红色消失，再用 KMnO_4 滴定热溶液。这是什么道理？滴定过程中要注意什么？

4. 减压 抽滤后，用什么溶剂润洗晶体？可以用水润洗所得的晶体吗？