



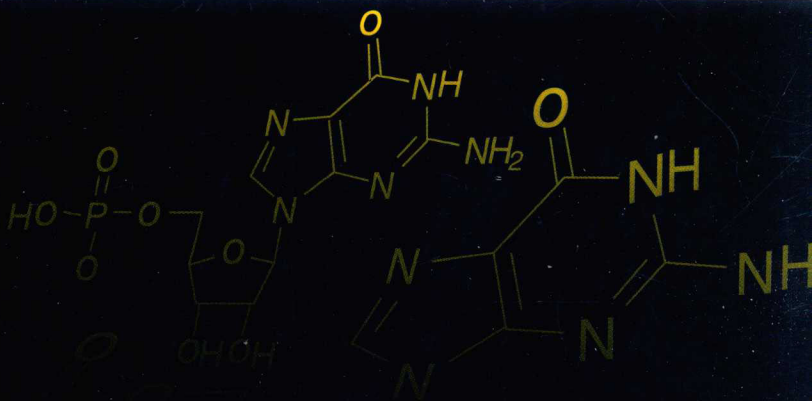
高等学校化学化工实验新课程体系系列教材

丛书主编 何红运

综合化学 实验 (一)

主编 何红运

湖南师范大学化学化工实验教学中心 组编



湖南师范大学出版社



高等学校化学化工实验新课程体系系列教材

丛书主编 何红运

综合化学 实验 (一)

主编 何红运

编者 何红运 余丽萍 李志强

张漫波 曾 跃

湖南师范大学化学化工实验教学中心 组编

图书在版编目 (CIP) 数据

综合化学实验 (一) / 何红运主编. —长沙: 湖南师范大学出版社, 2015. 10

ISBN 978 - 7 - 5648 - 2279 - 8

I. ①综… II. ①何… III. ①化学实验—高等学校—教材 IV. ①O6 - 3
中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 231596 号

综合化学实验 (一)

何红运 主编

◇策划组稿: 宋 瑛

◇责任编辑: 宋 瑛

◇责任校对: 胡晓军

◇出版发行: 湖南师范大学出版社

地址/长沙市岳麓山 邮编/410081

电话/0731. 88873070 8873071 传真/0731. 88872636

网址/http: //press. hunnu. edu. cn

◇经销: 湖南省新华书店

◇印刷: 湖南雅嘉彩色印刷有限公司

◇开本: 787 mm × 1092 mm 1/16

◇印张: 6

◇字数: 128 千字

◇版次: 2015 年 10 第 1 版 2015 年 10 月第 1 次印刷

◇书号: ISBN 978 - 7 - 5648 - 2279 - 8

◇定价: 15.00 元



高等学校化学化工实验新课程体系系列教材

编辑委员会

主 任 何红运

副主任 马 铭 曾 跃

委 员 胡瑞祥 谢祥林 徐广宇

徐 琼 陈 超 唐 敏

余丽萍 赵海红 孟 勇

前 言

化学化工实验教学是高校化学、化学工程与工艺、制药工程、应用化学、生物、农学、材料、资源循环、医学等多个专业教学体系的重要组成部分;是向学生传授知识,进行科学实验方法和技能训练,提高学生实践能力与分析解决问题的能力,培养学生科学精神与创新意识,形成科学的世界观和方法论的重要教学环节;是全面实施素质教育的有效形式。

为了适应新世纪人才培养的需要,我院于 2008 年组织教师编写出版了本科化学实验(一)、本科化学实验(二)和化学研究与设计性实验三本教材。全套教材内容由浅入深,由易到难,由简单到综合,涵盖了化学类专业各门实验课程基本内容,满足教育部化学与化工学科教学指导委员会提出的化学类专业实验教学基本内容要求,融合了我院和部分高等院校实验教学改革成果,内容丰富,结构新颖、合理,特别是在化学研究与设计性实验教材中,一批凝聚着我院大多教师心血与经验的许多科研成果恰当地转化成的研究设计性实验教学项目,使学生有更自由的空间在更高层次上主动学习,更好地启迪和培养了学生的创新意识和创新能力。该教材已在我校 8 届学生中使用,在培养高素质人才中发挥了重要作用。但随着科学技术的迅猛发展和生产水平的快速提高,化学与其他学科相互渗透、交叉融合,大大促进了其他学科的发展以及新兴交叉学科的形成,进一步确立了化学中心科学的地位,也促进了化学实验课程体系与教学内容的不断调整、优化与更新。为巩固近年实验教学改革成果,更好地指导今后的实验教学,我们感到很有必要再重新编写一套化学化工类实验系列教材。

编写本系列教材的筹备工作从 2013 年下学期开始,我院领导对本套教材的编写工作给予了高度重视,成立了编委会,由化学化工实验教学中心国家示范实验室主任何红运教授担任编委会主任,并任总主编,同时选定了各册教材的主编与副主编。

本系列教材分为基础化学实验、综合化学实验和专业实验三大模块,基础化学实验分为无机化学实验、分析化学实验(含仪器分析实验)、有机化学实验、物理化学实验、化工原理实验和普通化学实验共 6 册,综合化学实验分为综合化学实验(一)和综合化学实验(二)共 2 册,专业实验分为化学工程与工艺、资源循环科学与工程、应用化学、制药工程专业实验和中学化学实验教学研究共 5 册。

本系列教材的特点是:(1)基础化学实验各册仍然保持与各相关学科理论课的讲授相互配合、相互促进,但不相互依赖的特点,实验基础知识和基本操作技能叙述全

面,便于在基础知识还不够全面的低年级学生中组织教学;(2)综合化学实验包含两个以上二级学科内容,从化学不同分支学科的结合上培养学生综合解决问题的能力,从而使他们的科学思维能力和创新意识得到进一步的培养;(3)专业实验结合学生的专业特色选择实验项目,使学生实验后,既具备扎实的综合基础知识,又掌握了某个特殊专业领域的实验研究与实际操作技能,以满足社会对各类特殊人才的需要。

本册教材为《综合化学实验(一)》,综合了无机化学、分析化学、有机化学和物理化学等化学分支学科中重要的实验原理、方法和技术,在化学一级学科的层面上开展无机物或有机物的制备、分离、分析、性能和应用实验,选编了18个实验项目,内容难度适中,适合作为综合性大学和高等师范院校化学类专业本科生做完基础实验后,准备进入创新实验研究过渡阶段的实验教材,也可用于低年级研究生的实验教学。由何红运教授任主编,并负责全书的统稿。参加本册教材编写工作的有:何红运(实验1~10、16、18)、余丽萍(实验11、14)、李志强(实验12)、张漫波(实验13)、曾跃(实验17)。

各册教材初稿完成后,由主编汇总修改,全套教材由何红运教授审阅定稿。

在本套教材编写过程中,我们借鉴了兄弟院校教材中许多有益的内容,院学术委员会对该书进行了审阅并提出了许多宝贵的建设性意见,湖南师范大学出版社给予了大力支持,在此一并致谢。

限于编者学识水平和经验,书中难免有错误和疏漏之处,敬请有关专家和读者批评指正。

丛书编委会

2015年9月

目 录

实验一	碘酸钙的制备及含量测定	(1)
实验二	由大理石制备过氧化钙及含量分析	(4)
实验三	铁离子和水杨酸配合物的形成及稳定常数的测定	(7)
实验四	磷酸二(2-乙基己基)酯合铜(Ⅱ)配合物的合成与组成分析	(10)
实验五	CuSalen 配合物的合成与结构确认	(13)
实验六	富血铁的制备与质量分数测定	(16)
实验七	固态过氧化氢的制备与分析	(19)
实验八	乙酰丙酮合铜(Ⅱ)的制备与分析	(22)
实验九	从硼镁泥中提取七水硫酸镁及含量分析	(25)
实验十	阿司匹林的制备及水解动力学分析	(29)
实验十一	一种无机高分子净化剂——聚合硫酸铁的合成及性质测定	(34)
实验十二	三(乙二胺)合钴(Ⅲ)盐光学异构体的制备与拆分	(40)
实验十三	A 型分子筛的水热合成及性能测定	(44)
实验十四	纳米氧化锌粉的制备及表征	(47)
实验十五	从烂版液中制备硫酸铜和三氯化铁	(50)
实验十六	铁氰化物氧化抗坏血酸的动力学分析	(52)
实验十七	在重水溶液中次磷酸根在镍电极上的电化学氧化动力学分析	(55)
实验十八	β 沸石的水热合成、组成测定及其结构表征	(60)
附录一	相对原子质量表(1993 年)	(63)
附录二	常见化合物的相对摩尔质量	(64)
附录三	酸碱指示剂	(66)
附录四	常用金属指示剂	(70)
附录五	常用酸碱试剂的密度和浓度	(71)

附录六 常用标准缓冲溶液在 0 ~ 95 ℃ 时的 pH	(72)
附录七 常见络合物稳定常数(配位滴定有关常数)	(73)
附录八 常见酸碱的电离常数(酸、碱在水中的电离常数)	(74)
附录九 常见难溶化合物的溶度积常数	(75)
附录十 标准电极电势表	(76)
附录十一 常见试剂溶液的配制	(81)
附录十二 常用有机试剂的纯化	(83)

实验一 碘酸钙的制备及含量测定^①

一、实验目的

1. 掌握碘酸钙的制备原理和方法,练习磁力搅拌、水浴加热、恒温回流等制备无机化合物的基本操作。
2. 通过测定碘酸钙的含量,学会运用碘量法测定无机物含量的分析方法。

二、实验原理

1. 碘酸钙的制备:碘在酸性条件下可被氯酸钾氧化成碘酸氢钾($\text{KIO}_3 \cdot \text{HIO}_3$),溶液经氢氧化钾中和后,可与氯化钙发生复分解反应生成碘酸钙。
2. 产品的分析:用间接碘量法测定。
3. 主要原料和产品的某些性质
- (1)几种盐的溶解度(g/100 g 水)

温度 物质	0 ℃	10 ℃	20 ℃	40 ℃	60 ℃	80 ℃
KIO_3	4.60	6.21	8.08	12.6	18.3	24.8
KCl	28.1	31.2	34.2	40.1	45.8	51.3
KClO_4	0.76	1.06	1.68	3.73	7.30	13.4
$\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$	0.119 (5 ℃)	0.195 (15 ℃)	0.307 (25 ℃)	0.520	0.621	0.669

(2)碘酸钙在不同温度下的存在形态

碘酸钙存在形态	无水盐	一水合物	六水合物
稳定的温度区域	>57.5 ℃	32 ~ 57.5 ℃	<32 ℃

(3)摩尔质量(g/mol)

碘酸钙:无水盐 389.88、一水合物 407.90、六水合物 497.98;五水合硫代硫酸钠:248.10;碘:253.80;碘酸钾:214.00;氯酸钾:122.55。

^① 本项目源于2000年全国化学奥林匹克竞赛实验试题。

三、实验仪器与试剂

1. 仪器:电热恒温磁力搅拌器水浴锅 1 台,电炉(800 W),100 mL 圆底烧瓶(带磨口)1 只,球形冷凝管(带磨口)1 支;温度计(100 °C)1 支,25 mL 移液管(胖肚)2 支,250 mL 碘量瓶 3 只,50 mL 碱式滴定管 1 支,250 mL 容量瓶 1 只,量筒、烧杯等其他常用玻璃仪器。

2. 公用仪器:电子天平(0.0001 g),电子天平(0.01 g),循环水式真空泵。

3. 试剂:碘(CP),0.02 mol/L 碘酸钾标准溶液,氯酸钾(CP),碘化钾(AR),0.2 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液,0.5% 淀粉溶液,30% 氢氧化钾溶液,无水乙醇(CP),0.5 mol/L 氢氧化钠溶液,6 mol/L 盐酸,1 mol/L 硫酸,1 mol/L 氯化钙溶液,1:1 高氯酸溶液,pH 试纸(1~14)。

四、实验步骤

1. 制备碘酸钙

在 100 mL 圆底烧瓶中依次加入 2.20 g 氯酸钾、2.20 g 碘和 45 mL 水,放入搅拌磁子,滴加 6 mol/L 盐酸 12 滴(pH=1)后,立即把烧瓶置入水浴锅内,用铁夹固定,装上冷凝管,通冷却水,开动搅拌器,用橡皮管把反应产生的气体导向盛有约 100 mL 氢氧化钠溶液的大烧杯内吸收。在水浴缸内加水后,开始通电加热,搅拌,使水浴温度保持在 85 °C 左右,直至反应完全(溶液变为无色)。在瓶颈处析出的碘,请设法并入溶液,继续反应至溶液呈无色。如果溶液至淡黄色在 5 min 内仍不褪色,向教师索取少许氯酸钾晶体加入溶液使其褪色。

将溶液转入 150 mL 烧杯中,边搅拌边滴加 30% 氢氧化钾溶液(约 3 mL),使溶液 pH 约为 10。用滴管逐渐加入 1 mol/L CaCl_2 溶液 10 mL,并不断搅拌,有白色沉淀生成。反应混合物先用水冷却,再在冰水中静置 10 min,用两层滤纸抽滤,用少量经冰水冷却的水洗涤沉淀 3 次,再用少量无水乙醇洗 1 次,抽干后,将产品转移到滤纸上,晾干后进行称重。

2. 产品纯度测定

(1) 移取 25.00 mL 碘酸钾标准溶液于 250 mL 碘量瓶中,加入 2 g 碘化钾、5 mL 1 mol/L 硫酸,盖上瓶塞,在暗处放置 3 min,加 25 mL 水,用硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液呈浅黄色,加入 2 mL 0.5% 淀粉溶液,继续滴定至溶液蓝色消失为终点。平行测定 3 份。计算每次标定硫代硫酸钠溶液的浓度和平均浓度。(注:已知空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积为 0.02 mL。)

(2) 产品质量分数测定。用差减称量法准确称取产品 1.2~1.3 g(精确至 0.0001 g),置于 100 mL 烧杯中,加 1:1 高氯酸 20 mL,微热溶解试样,冷却后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取试液 25.00 mL 置于 250 mL 碘量瓶中,加入 1:1 高氯酸 2 mL,加入 10 mL

20% 碘化钾溶液, 盖上瓶塞, 在暗处放置 5 min, 加 30 mL 水, 用硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液呈浅黄色, 再加 50 mL 水, 加入 2 mL 0.5% 淀粉溶液, 继续滴定至溶液蓝色消失为终点。平行测定 3 份。计算样品中碘酸钙的质量分数和相对极差。

五、思考题

1. 写出产品制备和含量测定中的主要化学反应方程式。
2. 在制备操作中, 氯化钙溶液为什么要逐渐加入和冷却静置?

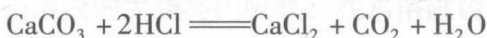
实验二 由大理石制备过氧化钙及含量分析

一、实验目的

1. 掌握过氧化钙的制备原理和方法,练习无机化合物制备的一些操作。
2. 掌握测定过氧化钙含量的分析方法。学习量气法的基本操作。

二、实验原理

本实验以大理石、过氧化氢为原料,制备过氧化钙。大理石的主要成分是碳酸钙,还含有其他金属离子(铁、镁等)及不溶性杂质。首先制取纯的碳酸钙固体,再将碳酸钙溶于适量的盐酸中,在低温和碱性条件下,与过氧化氢反应制得过氧化钙。



从溶液中制得的过氧化钙含有结晶水,其结晶水的含量随制备方法不同而有所变化,最高可达8个结晶水,含结晶水的过氧化钙呈白色,在100℃下脱水生成米黄色的无水过氧化钙。

三、实验仪器与试剂

1. 仪器:250 mL 锥形瓶,量气管,酸式滴定管,量筒、烧杯等常用玻璃仪器。
2. 试剂:大理石,碳酸铵(AR),6 mol/L 盐酸,6% 过氧化氢,浓氨水(AR),pH 试纸,0.05 mol/L MnSO_4 ,0.02 mol/L KMnO_4 标准溶液。

四、实验步骤

1. 制取纯的碳酸钙

称取5 g 大理石溶于20 mL 6 mol/L 的盐酸溶液中,反应减慢后,将溶液加热至60~80℃,待反应完全,加50 mL 水稀释,往稀释后的溶液中滴加2~3 mL 6% 的过氧化氢溶液,并用6 mol/L 的氨水调节溶液的pH至弱碱性(pH=8~9),以除去杂质铁,再将溶液用小火煮沸数分钟,趁热普通过滤。另取7.5 g 碳酸铵固体,溶于35 mL 水中,将其慢慢加入到上述热的滤液中,边加入边搅拌,并保持加热,碳酸铵溶液加完后,

停止加热,同时加入 5 mL 浓氨水,搅拌均匀后,放置、减压过滤(双层滤纸),用 75 mL 热水分 3 次洗涤沉淀物,抽干。

2. 过氧化钙的制备

将以上制得的碳酸钙置于烧杯中,逐滴加入 6 mol/L 的盐酸(约 16 mL),直至烧杯中仅剩余极少量的碳酸钙固体为止,将溶液加热煮沸,趁热过滤除去未溶的碳酸钙(无沉淀可不过滤)。另外量取 30 mL 6% 的过氧化氢,加入到 15 mL 浓氨水中,将制得的氯化钙溶液和过氧化氢-氨水混合液分别置于冰水中冷却。待溶液充分冷却后,在剧烈搅拌下将氯化钙溶液逐滴滴入过氧化氢-氨水溶液中(滴加时溶液仍置于冰水浴内)。滴加完后,继续在冰水浴内放置半小时,观察白色的过氧化钙晶体的生成;抽滤,用少量冰水洗涤 2~3 次,将晶体抽干。

将抽干后的过氧化钙晶体放在表面皿上,于烘箱内在 140 °C 下烘 1 h,将产品转入干燥的小烧杯中,放于干燥器中冷却后称重,计算产率。

3. 滴定法测定过氧化钙的含量

(1) 标定约 0.02 mol/L 的 KMnO_4 溶液

准确称取 0.12~0.15 g 草酸钠于 250 mL 锥形瓶中,加入 80 mL 水和 20 mL 3 mol/L 硫酸,于热水浴中加热至 75~85 °C,趁热用 0.02 mol/L 的 KMnO_4 标准溶液滴定至微红色,30 s 内不褪色即为终点。平行测定 3 次。计算 0.02 mol/L 的 KMnO_4 标准溶液的准确浓度。

(2) 过氧化钙含量的测定

准确称取 0.11~0.13 g 样品于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 水和 15 mL 2 mol/L HCl ,振荡使其溶解,再加入 1 mL 0.05 mol/L MnSO_4 ,立即用 0.02 mol/L 的 KMnO_4 标准溶液滴定溶液至呈微红色并且在半分钟内不褪色为止。平行测定 3 次(注:每次溶解样品的时间和滴定速度应保持基本一致)。计算样品中过氧化钙的含量。

4. 量气法测定过氧化钙的含量

准确称取 0.25~0.28 g 无水过氧化钙,加入试管中(或 100 mL 圆底烧瓶中)。转动试管使 CaO_2 在试管内均匀地铺成薄层。把试管连接到量气管上,塞紧橡皮塞(或磨口塞)。把水准管的液面与量气管的液面调至同一水平面,记下量气管液面的初读数。

用小火缓缓加热试管, CaO_2 逐渐分解放出氧气,量气管内的液面随即下降。为了避免系统内外压差太大,水准管也应相应地向下移动,保持与量气管的液面持平。待 CaO_2 大部分分解后,加大火焰使之完全分解。然后停止加热。当试管完全冷却后,保持量气管与水准管的液面在同一水平面上,记下量气管内液面的读数,并记录实验时的温度和大气压。计算样品中过氧化钙的含量。

五、思考题

1. 所得产物中的主要杂质是什么? 如何提高产品的产率与纯度?

2. KMnO_4 滴定常用 H_2SO_4 调节酸度,而测定 CaO_2 产品时为什么要用 HCl ? 对测定结果会有影响吗? 如何证实?

3. 测定时加入 MnSO_4 的作用是什么? 不加可以吗?

二、实验原理

1. CaO_2 溶于水生成 Ca(OH)_2 和 H_2O_2 。在酸性条件下, H_2O_2 被 KMnO_4 氧化,生成 O_2 和 H_2O 。反应方程式如下:

$$\text{CaO}_2 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{H}_2\text{O}$$

$$2\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{Mn}^{2+} + 6\text{H}^+ \rightarrow 2\text{Mn}^{4+} + 4\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2 \uparrow$$

2. 在酸性条件下, KMnO_4 被 H_2O_2 还原,生成 Mn^{2+} 和 H_2O 。反应方程式如下:

$$2\text{MnO}_4^- + 5\text{H}_2\text{O}_2 + 6\text{H}^+ \rightarrow 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{O}_2 \uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$$

3. 在酸性条件下, KMnO_4 被 H_2O_2 还原,生成 Mn^{2+} 和 H_2O 。反应方程式如下:

$$2\text{MnO}_4^- + 5\text{H}_2\text{O}_2 + 6\text{H}^+ \rightarrow 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{O}_2 \uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$$

4. 在酸性条件下, KMnO_4 被 H_2O_2 还原,生成 Mn^{2+} 和 H_2O 。反应方程式如下:

$$2\text{MnO}_4^- + 5\text{H}_2\text{O}_2 + 6\text{H}^+ \rightarrow 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{O}_2 \uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$$

5. 在酸性条件下, KMnO_4 被 H_2O_2 还原,生成 Mn^{2+} 和 H_2O 。反应方程式如下:

$$2\text{MnO}_4^- + 5\text{H}_2\text{O}_2 + 6\text{H}^+ \rightarrow 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{O}_2 \uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$$

6. 在酸性条件下, KMnO_4 被 H_2O_2 还原,生成 Mn^{2+} 和 H_2O 。反应方程式如下:

$$2\text{MnO}_4^- + 5\text{H}_2\text{O}_2 + 6\text{H}^+ \rightarrow 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{O}_2 \uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$$

实验三 铁离子和水杨酸配合物的形成及稳定常数的测定

一、实验目的

1. 了解光度法测定溶液中配合物组成及稳定常数的原理与方法。
2. 学习可见分光光度计的使用方法。

二、实验原理

本实验中我们将研究 Fe^{3+} 和水杨酸配合物在水溶液中的形成,并通过实验确定这个配合物的经验式以及它的稳定常数。

铁离子和水杨酸 H_2Sal 可形成稳定的配合物。它们的结构和组成很大程度上取决于溶液的 pH。在酸性溶液中,形成紫色的配合物;在中性条件下,形成深红色的配合物;而在碱性条件下,形成橙色的配合物。本次实验将在 $\text{pH} = 2$ 的条件下进行。在此条件下,铁离子的水解将会被极大地抑制。为了简化计算,我们将忽略配合物形成过程中 H_2Sal 的解离。因此,不论形成的配合物为何结构,配合物形成的方程式可以表示为:



因此,稳定常数可以表示为:

$$K_f = \frac{[\text{Fe}(\text{H}_2\text{Sal})_n^{3+}]}{[\text{Fe}^{3+}][\text{H}_2\text{Sal}]^n} \quad (1)$$

其中 $[\text{Fe}^{3+}]$ 和 $[\text{H}_2\text{Sal}]$ 分别代表相应的自由物种的浓度。配合物 $\text{Fe}^{3+}(\text{H}_2\text{Sal})_n$ 的最大吸收波长为 528 nm (Fe^{3+} 和 H_2Sal 在此波长均不吸收)。其浓度与吸光度相关并且符合比尔定律:

$$A = \varepsilon \times l \times [\text{Fe}(\text{H}_2\text{Sal})_n^{3+}] \quad (2)$$

其中 ε 是配合物的摩尔吸光系数, l 是光程长度。可以用乔布斯法来确定配合物的经验式。遵循此方法,配置等浓度的 Fe^{3+} 和 H_2Sal 溶液,并分别按照 1:9、2:8……9:1 的比例混合。因此,每份溶液中化学试剂的总摩尔浓度相等。如果两种试剂的比例符合配合物的经验式,则平衡时会形成最多的配合物,这可以由测量吸光度来确定。

三、实验仪器与试剂

1. 仪器:小烧杯(50 mL、100 mL),移液管(10 mL、5 mL),容量瓶(250 mL),UV-vis 分光光度计,电子天平(精确度 0.0001 g),量筒、烧杯等其他常用玻璃仪器。

2. 试剂:硫酸铁氨(AR),水杨酸(AR),0.0025 mol/L 硫酸,0.0025 mol/L HCl。

四、实验步骤

1. 配置溶液

(1) 在电子天平上准确称取一定量的硫酸铁氨,溶解在 0.0025 mol/L 硫酸中;将溶液转移至 250 mL 容量瓶中,用 0.0025 mol/L 硫酸稀释至刻度,配制成 0.0025 mol/L Fe^{3+} 溶液。

(2) 在电子天平上准确称取一定量的水杨酸,溶解于 0.0025 mol/L 硫酸中;将溶液转移至 250 mL 容量瓶中,用 0.0025 mol/L 硫酸稀释至刻度,配制成 0.0025 mol/L 水杨酸溶液。

(3) 在 0.0025 mol/L 硫酸中配置饱和水杨酸溶液(约 50 mL)。

2. 根据乔布斯法确定配合物的经验式。

(1) 在 100 mL 的烧杯中配置 9 种不同比例的 0.0025 mol/L $\text{Fe}(\text{III})$ 和 0.0025 mol/L 水杨酸溶液的混合物,加入 10 mL 0.0025 mol/L HCl:

Mixture	1	2	3	4	5	6	7	8	9
$V_{\text{mL}} \text{ Iron(III) / mL}$	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	6.00	7.00	8.00	9.00
$V_{\text{mL}} \text{ Salicylic acid / mL}$	9.00	8.00	7.00	6.00	5.00	4.00	3.00	2.00	1.00
$V_{\text{mL}} \text{ 0.0025 mol/L HCl / mL}$	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	1.00

(注:使用滴定管测量溶液体积)

(2) 测量每种溶液的吸光度。

(3) 以 Fe^{3+} 体积对吸光度作图。吸光度最高的混合溶液的比例对应配合物的化学计量比。

3. 确定配合物的摩尔吸光系数

(1) 用移液管分别量取 1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00 mL 0.0025 mol/L $\text{Fe}(\text{III})$ 溶液至 100 mL 烧杯中。每个烧杯中加入 10.00 mL 饱和水杨酸溶液,并加入足量的 0.0025 mol/L HCl 溶液使得总体积达到 20.00 mL。

(2) 测量每种溶液的吸光度。

(3) 以 Fe^{3+} 体积对吸光度作图(由于水杨酸过量,因此假设铁离子的浓度与配合物的浓度相等)。

(4) 由呈线性关系的图来计算摩尔吸光系数 ϵ 。

4. 确定配合物稳定常数 K_f

(1) 分别在 3 个 100 mL 烧杯中配置等体积混合的 0.0025 mol/L Fe(Ⅲ) 和 0.0025 mol/L 水杨酸溶液, 加入 0.0025 mol/L HCl 溶液至总体积为 20 mL:

Mixture	1	2	3
$V_{\text{mL}} 0.0025 \text{ mol/L Iron(Ⅲ)} / \text{mL}$	5.00	4.00	3.00
$V_{\text{mL}} 0.0025 \text{ mol/L Salicylic acid} / \text{mL}$	5.00	4.00	3.00
$V_{\text{mL}} 0.0025 \text{ mol/L HCl} / \text{mL}$	10.00	12.00	14.00

- (2) 测量每份溶液的吸光度。
- (3) 计算每种溶液中 Fe(Ⅲ) 和 H₂Sal 的初始浓度。
- (4) 根据测量的吸光度以及步骤 3. (4) 中的摩尔吸光系数 ϵ 来计算每种溶液中配合物的浓度。

(5) 计算 Fe(Ⅲ) 和水杨酸的平衡浓度。假设:

$$[\text{Fe}^{3+}]_{\text{equilibrium}} = [\text{Fe}^{3+}]_{\text{initial}} - [\text{Fe}(\text{H}_2\text{Sal})_n^{3+}]$$
$$[\text{H}_2\text{Sal}]_{\text{equilibrium}} = [\text{H}_2\text{Sal}]_{\text{initial}} - n \times [\text{Fe}(\text{H}_2\text{Sal})_n^{3+}]$$

计算每种溶液的平衡常数 K_f [用式(1)] 并取平均值。

五、思考题

- 配合物的经验式是什么?
- 以上配合物通常被表示成 $[\text{Fe}(\text{Sal})]^+$, 其中配体水杨酸失去两个质子。
 - 写出 $[\text{Fe}(\text{Sal})]^+$ 形成的方程式的离子形式。
 - 列出由 $K_{\text{eq}}, [\text{H}^+], \text{H}_2\text{Sal}$ 的 K_{a1} 和 K_{a2} 求配离子 $[\text{Fe}(\text{Sal})]^+$ 的稳定常数的算式。
 - H_2Sal 的 $\text{p}K_{\text{a1}}$ 和 $\text{p}K_{\text{a2}}$ 分别为 2.98 和 13.60。计算每种溶液 [见四、4. (1)] 配离子 $[\text{Fe}(\text{Sal})]^+$ 的稳定常数 K_f , 并确定平均值。假设 H_2Sal 的解离可以忽略。(提示: $[\text{H}^+]_{\text{eq}} = 0.0025 + 2 \times n \times [\text{Fe}^{3+}(\text{H}_2\text{Sal})_n]$)
 - 评价你所求的 K_f 值, 并解释可能的误差。