

11. KALIO TRIOKSALATOFERATO (III) TRIHIDRATO SINTEZĖ IR ANALIZĖ

Įvadas

Kalio trioksalatoferato (III) trihidratas $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ yra šviesiai žalia kristalinė medžiaga, gerai tirpstanti karštame vandenyje. Druska pasižymi fotojautrumu, nes šviesos spinduliai, kurių bangos ilgis mažesnis už 450 nm, kompleksiniame anijone sužadina intramolekulinę oksidacijos – redukcijos reakciją. Jos metu Fe (III) redukuojasi iki Fe (II), o viena iš oksalato grupių oksiduojasi iki CO_2 . Fotocheminės reakcijos metu atsiradę Fe (II) jonai kokybiškai aptinkami pagal jų reakciją su heksacianoferato (III) ($[Fe(CN)_6]^{-3}$) jonais susidarant ryškiai mėlynos spalvos kompleksui (Turnbulio mėlynajam).

Šio darbo tikslas – susintetinti kompleksinę druską, įsitikinti jos fotojautrumu bei nustatyti kristalizacinio vandens, oksalato ir geležies kiekius gautame produkte.

Darbo eiga

1. $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ sintezė

Apie 9,0 g kalio oksalato kristalohidrato ($K_2C_2O_4 \cdot 3H_2O$) ištirpinama 30 ml distiliuoto vandens. Kad druska ištirtų, tirpalas šildomas ant kaitlentės.

Kitoje stiklinėlėje minimaliame šalto vandens kiekyje (10 – 15 ml) ištirpinama 4,4 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$. pagamintas $FeCl_3$ tirpalas maišant supilamas į šiltą kalio oksalato tirpalą. Susidariusi kompleksinė druska iškristalinama atšaldžius tirpalą ledo vonioje (kristalizacija ir kitos tolimesnės operacijos atliekamos saugant susintetintą produktą nuo tiesioginių saulės spindulių). Gauti kristalai nufiltruojami per Büchnerio piltuvą, praplaunami 10 ml acetono ir nusiurbiami, kol išdžius. Produktas pasveriamas.

Druska gryninama, ją perkristalinant. Atsveriama 5,0 g gauto $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ ir šildant ištirpinama 13 ml distiliuoto vandens. Tirpalas greitai nufiltruojamas vakuuminio filtravimo įranga, o filtras praplaunamas maždaug 2ml karšto distiliuoto vandens. Filtratas nedelsiant perpilamas į švarią cheminę stiklinę ir atšaldomas ledo vonioje. Iškritę kristalai nufiltruojami vakuuminio filtravimo įranga ir du kartus praplaunami 5 ml šalto distiliuoto

vandens. Pabaigoje kristalai nusiurbiami iki sausumo ir džiovinimo krosnyje 50°C temperatūroje džiovinami apie 30 min. Išvalytas produktas pasveriamas.

2. $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ fotojautrumo tyrimai

1) Konusinėje kolbutėje 100 ml distiliuoto vandens ištirpinama 0,7 g susintetinto komplekso (kadangi tyrimas tik kokybinis, galima naudoti ir neperkristalintą druską). Į tirpalą pridedama 3 ml 2M H_2SO_4 .

Į tris pažymėtus mėgintuvėlius įpilama po 10 ml paruošto tirpalo. Vienas mėgintuvėlis laikomas tamsoje, o kiti du apšviečiami išlaikant juos atitinkamai tris ir dešimt minučių apie 10 cm nuo stipraus šviesos šaltinio, pvz., 100 – 150W lempos (mėgintuvėliai gali būti apšviečiami ir laikant juos ryškiuose saulės spinduliuose).

Po eksponavimo fotocheminės reakcijos rezultatai kokybiškai stebimi į kiekvieną mėgintuvėlį pridedant po 1ml 0,1M $K_3[Fe(CN)_6]$ tirpalo.

2) 25ml anksčiau pagaminto tirpalo supilama į Petri lėkštelę ir jame sumirkomas maždaug 5 X 5cm dydžio filtrinio popieriaus gabalėlis. Po to jis išimamas pincetu, leidžiama skysčiui nuvarvėti ir išdžiovinamas džiovinimo spintoje (visos operacijos atliekamos saugantis ryškios šviesos).

Ant tokiu būdu paruošto “fotopopieriaus” padedama keletas smulkių plokščių nepermatomų daiktų (monetų, raktų ir pan.) ir apie 30min. eksponuojama iš arti apšviečiant lempa.

Atspaudas “ryškinamas” pamerkiant eksponuotą popierių į Petri lėkštelę su 10 ml 0,1M $K_3[Fe(CN)_6]$ tirpalo. Po to gautas atspaudas išimamas, praplaunamas vandeniu ir išdžiovinamas.

3. $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ analizė

3.1. Kristalizacinio vandens nustatymas

Petri lėkštelėje analitinėm svarstyklėm atsveriamas 1,0 g perkristalintos kompleksinės druskos. Kaitinama 110°C temperatūroje džiovinimo spintoje iki pastovaus svorio (apie 30 min.).

3.2. Oksalato jonų nustatymas.

Standartizuoti 0,04M KMnO_4 tirpalui į konusinę kolbutę su 20 ml 0,1M $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ tirpalo pridedama 25 ml 1M H_2SO_4 ir pašildoma iki 80°C . Karštas tirpalas titruojamas kalio permanganato tirpalu, kol atsirandanti silpnai rožinė spalva nebeišnyksta per 30 s. Apskaičiuojama tiksli KMnO_4 koncentracija.

0,4 g perkristalintos kompleksinės druskos ištirpinama 25 ml 1M H_2SO_4 tirpalo konusinėje 100 ml kolbutėje. Tirpalas pašildomas iki iki 80°C ir titruojamas KMnO_4 tirpalu kaip ir standartizuojant. Apskaičiuojamas oksalato jonų kiekis druskoje.

3.3. Geležies jonų nustatymas

Ataušinus jau nutitruotą tirpalą, į jį pridedama metalinio cinko (apie 10 granulių) ir plakama 10min. Po to tirpalas nupilamas nuo cinko granulių į 100ml matavimo kolbutę, o granulės perplaunamos 30 ml 0,1M H_2SO_4 , kuri prijungiama prie nupilto tirpalo. Visas kolbutės turinys praskiedžiamas iki žymės. Gauta tirpalo 20 ml kambario temperatūroje titruojami 0,0008M KMnO_4 tirpalu iki silpnai rožinės spalvos. (0,0008M KMnO_4 tirpalą gaminama taip: su fiksuoto tūrio pipete paima 2 ml standartizuoto KMnO_4 tirpalo ir supilama į 100 ml matavimo kolbutę. Tada skiedžiama iki žymės.)

Nutitravus apskaičiuojamas geležies jonų kiekis druskoje. Apskaičiuojamas molinis oksalato ir geležies jonų santykis susintetintoje druskoje.