

第 32 届中国化学奥林匹克（决赛）实验试题

二水合草酸亚铁制备及含量测定

注意事项：

1. 实验总分 100 分，竞赛时间为 4 小时，请仔细阅读实验内容，合理安排时间。4 小时后，每延长 5 分钟扣除 3 分；不足 5 分钟，以 5 分钟计，最多延时 30 分钟。
2. 实验前，按清单清点仪器、试剂和材料是否齐全、完好。若有问题，请及时向监考老师报告。
3. 如操作失败，欲重做，需向监考老师说明，按规定扣 20 分。
4. 若未得产品或产品不够分析所需量，可向监考教师索取样品测试，按规定扣分：
 - A. 完全索取测试样，按滴定操作部分评分，含量测定值不计入分数。
 - B. 样品不够测定要求，扣除含量测定结果所得分值的一半。
5. 实验中，公用仪器用毕复原；实验结束后，关闭仪器开关，打扫清理干净实验台，否则扣 5 分。
6. 实验中保持台面整洁，实验结束废弃物须放入指定容器内（否则扣 5 分）。
7. 实验中，要爱护仪器和设备。每损坏一件主要仪器扣 3 分。
8. 实验中应注意安全。因违反操作引起安全事故者扣 20 分。
9. 在实验中可向监考老师询问恒温磁力搅拌器和循环水泵使用方法。
10. 须将原始数据、必要的计算过程及实验结果记在实验报告指定位置，记在其他位置无效。若改动原始记录须经监考老师签字。
11. 对选手实验中的任何扣分事项，监考教师和选手本人均须签字确认。
12. 选手实验结束时间以向监考老师提交实验报告时间为准。
13. 实验结束后，选手将盛有产品的称量瓶贴上标签，写上营员号，放回干燥器中。
14. 试剂及清洗后的仪器放归原位。经监考老师同意方可离开实验室。
15. 选手实验中如有不适或因实验受伤，请及时告知监考老师。

一、实验原理及内容

1. 二水合草酸亚铁制备

铁粉与稀硫酸反应得到硫酸亚铁溶液，在酸性溶液中，硫酸亚铁和草酸反应得到二水合草酸亚铁沉淀，过滤分离、洗涤、晾干制得二水合草酸亚铁产品。

2. 二水合草酸亚铁含量测定：

在 2 mol dm^{-3} 硫酸溶液中，高锰酸钾可以将草酸亚铁氧化，用氧化还原滴定的办法，根据消耗的高锰酸钾的量，测定草酸亚铁的质量，从而测得二水合草酸亚铁产品的含量。

注：原子量 Fe: 55.84, C: 12.01, H: 1.01, O: 16.00.

二、主要仪器、试剂和材料

1. 主要仪器

实验用品	数量	实验用品	数量	实验用品	数量
恒温磁力搅拌器	1 台	250 cm ³ 容量瓶	1 个	漏斗架	1 个
50 cm ³ 量筒	1 个	25 cm ³ 移液管	1 个	滴定台(附蝴蝶夹)	1 套
500 cm ³ 量筒	1 个	50 cm ³ 滴定管(无色)	1 个	护目镜	1 付
100 cm ³ 烧杯	2 个	50 cm ³ 滴定管(棕色)	1 个	乳胶手套	1 双
250 cm ³ 烧杯	1 个	15 cm 表面皿	2 个	剪刀	1 把
400 cm ³ 烧杯	1 个	玻璃棒	2 根	移液管架	1 个
布氏漏斗(80 mm)	1 个	洗耳球	1 个	循环水泵	共用
250 cm ³ 抽滤瓶	1 个	洗瓶	1 个	电子台秤 (0.01g)	共用
250 cm ³ 锥形瓶	3 个	搅拌磁子	1 个	电子分析天平(0.1mg)	共用
150 cm ³ 锥形瓶	1 个	3M 口罩	1 个		
不锈钢药匙	1 个	称量瓶	1 个(已洗净, 放在通风橱干燥器内)		

2. 主要试剂及材料

试剂和药品	试剂和药品
还原铁粉2.00g	丙酮(两人公用)
6 mol dm ⁻³ 硫酸	定性滤纸(每人6张)
1 mol dm ⁻³ 草酸	纸条(放置于干燥器旁)
KMnO ₄ 标准溶液	标签纸(放置于干燥器旁)
去离子水	

3. 安全以及废弃物回收

名称	数量或位置	名称	数量或位置
线手套	1 付	硫酸废液回收桶	塑料桶(公用)
急救药箱	实验室门旁	丙酮废液回收桶	塑料桶(公用)
洗眼器	水池旁边	其他废液回收杯	大烧杯(水池边)
喷淋器	实验室走廊	废纸回收桶	垃圾桶
		碎玻璃回收桶	垃圾桶

三、实验步骤

1. 二水合草酸亚铁制备

将 2.00g 铁粉放入 150cm³ 锥形瓶中，加入 25 cm³ 3mol dm⁻³ H₂SO₄ 水浴加热反应，反应完毕趁热抽滤，滤液转移到盛有 50 cm³ 1mol·dm⁻³ H₂C₂O₄ 溶液的 250 烧杯中，电磁搅拌下加热至沸，沉淀反应完全。静置，倾掉上层清液，加入 30cm³ 去离子水，并加热，充分洗涤沉淀，待产物静置沉降后，倾掉上层清液，重复洗涤一次。抽滤，尽量抽干；再用丙酮洗涤产品两遍，抽干并晾干（用玻棒检查，不沾玻棒）。待恒重后，称量其质量并计算产率。

2. 产品含量分析

根据提供的高锰酸钾标准溶液浓度，计算配制 250 cm³ 草酸亚铁溶液所需产品二水合草酸亚铁的质量，准确称取产物（称准至 0.0001g）于 100 cm³ 烧杯中，用 2 mol dm⁻³ H₂SO₄ 溶解，转移到 250 cm³ 容量瓶并用 2 mol dm⁻³ H₂SO₄ 定容。用 25 cm³ 移液管移取 25.00 cm³ 产物溶液至 250 cm³ 锥形瓶中，微热后，用标准高锰酸钾溶液滴定，至溶液呈微红色在 30 秒内不褪色即为终点，记下高锰酸钾溶液的体积。平行测定三次，求算二水合草酸亚铁含量。

四、回答问题（请将答案写于实验报告纸相应位置）

1. 如何检验产品中是否含有 Fe³⁺ 离子？
2. 在高锰酸碱滴定草酸亚铁的反应过程中，锥形瓶内溶液会出现黄绿色，随后慢慢变成无色，请解释这种颜色的变化。

第 32 届全国化学奥林匹克决赛

实验评分细则

一、样品制备(40 分)

1. 产量(40 分)

产量 m(g)	m=0	0<m≤1.00	1.00<m≤1.50	1.50<m≤2.00	2.00<m≤2.50
得分	0	5	10	15	20
产量 m(g)	2.50<m≤3.00	3.00<m≤3.50	3.50<m≤4.00	4.00<m≤4.50	4.50<m≤5.00
得分	25	30	35	40	35
产量 m(g)	5.00<m≤5.50	5.50m≤6.00	6.00m≤6.50	6.50<m	
得分	25	15	5	0	

二、FeC₂O₄·2H₂O 纯度测定(35 分)

1. 滴定消耗高锰酸钾溶液体积 V(10 分)

V(cm ³)	V<5	5<V≤10	10<V≤15	15<V≤20	20<V≤30
得分	2	4	6	8	10
质量 m(g)	30<V≤35	35≤40	40<V≤45	45<V≤50	50<V
得分	8	6	4	2	0

2. 结果的精密度(相对平均偏差)(5 分)

相对平均偏差	≤0.3%	≤0.5%	≤0.7%	≤0.9%	>1%
得数	5	4	3	2	1

3. 含量(x%)(20 分)

含量	x≤90.00	90.00<x≤95.00	95.00<x≤97.00	97.00<x≤100.00
得分	5	10	15	20
含量	100.00<x≤102.00	102.00<x≤105.00	105<x	
得分	15	10	5	

注:完全索取测试样,按测定操作标准评分,不得含量测定结果分。

三、实验操作(20 分)

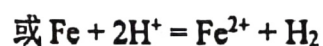
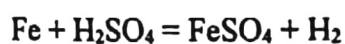
操作得分	扣分点(同类错误只扣一次)	扣分
称量药品(4 分)	1.药品洒于桌面或天平上	1
	2.差减法称取产品将烧杯置天平托盘上	1
	3.电子天平读数时未关门	1
	4.直接用手持称量瓶及瓶盖进行称量	1

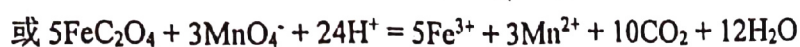
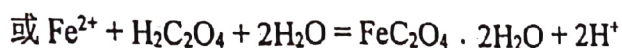
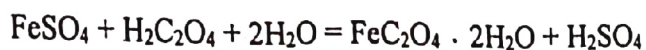
沉淀分离(4分)	5.洗涤沉淀时未断开抽滤管	1
	6.先关循环水泵后取布氏漏斗	1
	7.漏斗颈斜面位置不正确	1
	8.透滤(丙酮洗涤产生沉淀除外)	1
溶液配制(4分)	9.稀释硫酸时将水加入硫酸中	1
	10.产物未完全溶解即转移到容量瓶中	1
	11.溶液定容前未初步摇匀 溶液未稀释到刻度即盖瓶塞	1 1
移液(3分)	12.移液时移液管不垂直	1
	13.用大拇指堵移液管上口	1
	14.移液时移液管下嘴未接触容器内壁	0.5
	调零后移液管下端有气泡	0.5
滴定(5分)	15.滴定管未用高锰酸钾溶液润洗三次	0.5
	16.滴定时滴定管中有气泡	1
	17.终点前未用去离子水冲洗锥形瓶内壁	0.5
	18.读数时未手持滴定管上端自然垂直	1
	19.滴定终点判断错误	1
	20.滴定管选择错误	1
其他		

四、实验报告(5分)

得分项目	正确答案及扣分点	扣分
反应式(1.5分)	反应原理方程式, 共三个。	0.5
	未写或写错, 每个方程式扣	0.5
	0.5分	0.5
实验结果(1.5分)	有效数字不正确	0.5
	计算公式不正确	1
回答问题(2分)	将草酸亚铁用稀硫酸溶解, 用 KSCN 溶液检验, 如显示红色则有 Fe ³⁺ , 用其他仪器分析方法, 只要正确, 同得分。	1
	Fe ²⁺ 先被氧化成 Fe ³⁺ , 中间生成 Fe(C ₂ O ₄) ₃ ³⁻ 显黄绿色。	1

反应方程式:





草酸亚铁纯度计算公式

$$Wt\% = \frac{5V_{\text{KMnO}_4} \times C_{\text{KMnO}_4} \times 179.9}{3m_{\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \times 1000} \times \frac{250.00}{25.00} \times 100\%$$

五、其他规定(从总分中扣除)

1. 制备实验失败，重做扣 20 分；溶液配制失败重配，扣 2 分；平行滴定每多做一份扣 2 分。
2. 实验时间为 4 小时，之后每延长 5 分钟扣除 3 分。总延时不得超过 30 分钟。
3. 损坏仪器者，每件扣 3 分。
4. 废液、废渣不按规定收集，要扣 5 分。
5. 公用仪器使用完后未复原，或实验完后未打扫清理实验台，扣 5 分。
6. 因违反操作规程引起安全事故者扣 20 分。