**Synthèse de l'oxalate ferrique**

- Reprendre l'oxalate ferreux obtenu à la manipulation précédente ( environ 6 g )
- Dissoudre dans 30 $cm^3$ d'une solution chaude ( 60 – 70 °C ) contenant 10 g de $K_2C_2O_4$ , $H_2O$
- Ajouter lentement , en agitant constamment et en maintenant la température inférieure à 40 °C 25 $cm^3$ d' $H_2O_2$ à 20 volumes .
- Chauffer et amener à ébullition : un précipité de $Fe(OH)_3$ apparaît .
- Faire disparaître le précipité de $Fe(OH)_3$ en ajoutant 20 $cm^3$ d' $H_2C_2O_4$ à 10 g / 100 $cm^3$ ; terminer en ajoutant goutte à goutte et en agitant énergiquement la solution d'$H_2C_2O_4$ jusqu'à disparition complète du précipité . Pendant cette addition , la température est maintenue au voisinage de l'ébullition . ( Il faut éviter un excès d' $H_2C_2O_4$ . )
- Ajouter 30 $cm^3$ d'éthanol ( prudence ! ! ) ; si des cristaux apparaissent , les redissoudre en chauffant doucement .
- Laisser reposer 1 h ( au moins ) à l'abri de la lumière .
- Filtrer sous vide et laver les cristaux avec 40 $cm^3$ d'un mélange 1 / 1 d'éthanol – eau puis avec 30 $cm^3$ d'acétone . Laisser l'aspiration se poursuivre pendant 5 min .
- Sécher et peser le produit obtenu et le conserver à l'abri de la lumière .

**Dosage de l'oxalate ferrique**

- Dissoudre exactement environ 0,2 g d'oxalate ferrique dans 50 $cm^3$ d' $H_2SO_4$ 1/5 ( en volume ) . Ajouter 3 $cm^3$ d' $H_3PO_4$ concentré .
- Amener la solution à ébullition .
- Doser par $KMnO_4$ 0,02 mol / L jusqu'à coloration rose persistante . ( Au début du dosage , la décoloration peut prendre quelques secondes , puis elle devient rapide après les premiers mL de $KMnO_4$ versés .)
- Peser exactement environ 0,7 à 1 g d'oxalate ferrique . Décomposer le complexe par 30 cm3 d'$H_2SO_4$ concentré et chaud ( PRUDENCE ! ! )
- Laisser refroidir .
- Ajouter 2 à 3g de zinc et 5 $cm^3$ d' $H_2SO_4$ concentré . ( Prudence ! ! ) Laisser la réaction se poursuivre jusqu'à disparition du zinc . ( La solution doit se décolorer ) . Porter à ébullition . Vérifier que la réduction est complète par un test au thiocyanate . ( Le test au thiocyanate est extrêmement sensible et l'on considèrera la réduction comme complète même si une goutte de la solution à doser colore **TRES** légèrement la solution de KSCN . )
- Doser par $KMnO_4$ 0,02 mol / L comme précédemment .

**Compte rendu** ( voir données à la fin )

- Demi-équations électroniques et bilan redox des réactions mises en œuvre aux cours des dosages .
- Résultats expérimentaux
- Calculs et stœchiométrie du complexe
- Calcul du rendement de la synthèse

**Données**

$E^o$ des couples redox mis en œuvre :

$MnO_4^-$ / $Mn^{2+}$ : 1,51 V

$Fe^{3+}$ / $Fe^{2+}$ : 0,77 V

$H^+$ / $H_2$

$CO_2$ / $H_2C_2O_4$ : -0,49 V

$Zn^{2+}$ / Zn : -0,76 N

# Les oxalates de fer

## Synthèse de l'oxalate ferreux

- 60 $cm^3$ d'eau chaude ( 60 – 70 °C ) + 5 $cm^3$ d' $H_2SO_4$ 1/5 ( en volume ) + 15 g de sel de Mohr .
- Ajouter 75 $cm^3$ d'une solution d'acide oxalique à 10 g / 100 $cm^3$ .
- Chauffer doucement jusqu'à la température d'ébullition : un précipité jaune d'oxalate ferreux apparaît .
- Laisser décanter et éliminer la solution surnageante .
- Ajouter 50 $cm^3$ d'eau chaude ( 60 °C ) , agiter , décanter puis filtrer sous vide .
- Laver le solide jaune avec 50 $cm^3$ d'eau chaude , puis avec 50 $cm^3$ d'acétone . Laisser l'aspiration se poursuivre pendant 5 min .
- Sécher et peser le produit obtenu .

## Dosage de l'oxalate ferreux

- Dissoudre exactement environ 0,2 à 0,3 g d'oxalate ferreux dans 25 $cm^3$ d' $H_2SO_4$ 1/5 ( en volume ) . Ajouter 3 $cm^3$ d' $H_3PO_4$ concentré .
- Porter presque à ébullition .
- Doser par $KMnO_4$ 0,02 mol / L jusqu'à coloration rose persistante . ( Au début du dosage , la décoloration peut prendre quelques secondes , puis elle devient rapide après les premiers mL de $KMnO_4$ versés .)
- Ajouter 2 à 3g de zinc et 5 $cm^3$ d' $H_2SO_4$ concentré . ( Prudence ! ! ) Laisser la réaction se poursuivre jusqu'à disparition du zinc . ( La solution doit se décolorer ) . Porter à ébullition . Vérifier que la réduction est complète par un test au thiocyanate . ( Le test au thiocyanate est extrêmement sensible et l'on considèrera la réduction comme complète même si une goutte de la solution à doser colore **TRES** légèrement la solution de KSCN . )
- Doser par $KMnO_4$ 0,02 mol / L comme précédemment .

## Compte rendu

( voir données à la fin )

- Demi-équations électroniques et bilan redox des réactions mises en œuvre aux cours des dosages .
- Résultats expérimentaux
- Calculs et stœchiométrie du complexe
- Calcul du rendement de la synthèse