

导入：



屠呦呦



影响人类进步的化学家

课题6 硫酸亚铁铵的制备



一、实验目的

- 1.通过制备实验，进一步了解分离和提纯化合物常用的一些方法。
- 2.了解、学习并尝试有关制备实验方案的设计。
- 3.训练物质的称量、溶解、加热、结晶、抽滤、水浴加热、倾析法分离或洗涤等操作技能。
- 4.了解复盐硫酸亚铁铵的制备原理和方法。

二、实验原理

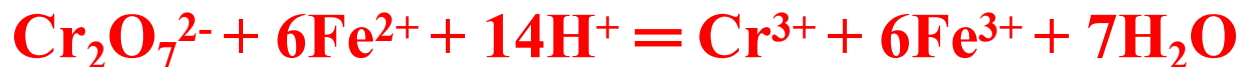
1、硫酸亚铁的制备：



2、硫酸亚铁铵的制备：



3、 Fe^{3+} 含量的测定： 重铬酸钾法氧化法测定 Fe^{3+} 。



指示剂：二苯胺磺酸钠

滴定终点：紫色

滴定介质： H_3PO_4 — H_2SO_4 混合酸

硫酸铵、水合硫酸亚铁、硫酸亚铁铵的溶解度：

	10 °C	20 °C	30 °C	40°C	50°C	70 °C
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	73.0	75.4	78.0	81.0	84.5	91.9
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	40.0	48.0	60.0	73.3	—	—
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	18.1	21.2	24.5	27.9	31.3	38.5

【思考题】：

为什么硫酸铵溶液和硫酸亚铁溶液混合，浓缩后会析出硫酸亚铁铵晶体？

【提示】 因为溶液中存在的是 NH_4^+ 、 Fe^{2+} 和 SO_4^{2-} ，浓缩时，溶解度小的盐会先析出。 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的溶解度比 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 和 FeSO_4 都小。

三、实验步骤

1、硫酸亚铁铵的制备

(1) 铁屑的洗涤

取一只小烧杯，放入约5 g铁屑，向其中注入15 mL $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液，浸泡或小火加热数分钟，以除去铁屑表面的油污，然后用倾析法分离并洗涤铁屑，晾干。
即：浸泡(煮沸)→倾析法分离→洗涤→晾干(烘干)。

三、实验步骤

(2) 硫酸亚铁的制备

称量4.2 g洗净的铁屑→加25 mL 3 mol·L⁻¹ H₂SO₄溶并加热→振荡→补充水，保持体积不变→加硫酸，抑制水解→趁热过滤(抽滤)→滤液转移至蒸发皿中
→滤渣（剩余的铁屑）洗净后，烘干，称重。

三、实验步骤

(3) 硫酸亚铁铵的制备

计算制得的硫酸亚铁的质量→加对应量的硫酸铵饱和溶液→蒸发浓缩(出现晶膜)→冷却结晶→抽滤→酒精洗涤晶体。

(4) 取出晶体，用干净的滤纸吸干，称重并计算产率。

$$\text{理论产量: } m(\text{硫酸亚铁铵}) = \frac{m(\text{Fe})}{M(\text{Fe})} \times M(\text{硫酸亚铁铵})$$

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$$

三、实验步骤

2、Fe³⁺含量的测定

(1) 准确称取1~1.5g (NH₄)₂SO₄•FeSO₄•6H₂O样品，置于250 mL烧杯中，加入8 mL 3 mol•L⁻¹H₂SO₄防止水解，再加入蒸馏水加热溶解，转移至250mL容量瓶中定容，充分摇匀。

(2) 平行移取三份25.00 mL上述样品溶液分别置于三个锥形瓶中，各加50 mL H₂O、10 mL 3 mol•L⁻¹ H₂SO₄，再加入5~6滴二苯胺磺酸钠指示剂。

三、实验步骤

(3) 摇匀后用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液滴定，至溶液出现深绿色时，加5.0 mL 85% H_3PO_4 ，继续滴至溶液呈紫色或紫蓝色。

(4) 计算试液中 Fe^{3+} 的含量。

四、实验注意事项

1. 在制备硫酸亚铁铵的过程中

(1) 加入过量的铁:

防止 Fe^{2+} 被氧气等氧化成 Fe^{3+} 。同时还可除去废铁屑中铁锈带入的 Fe^{3+} 。另外，蒸发浓缩溶液时要少搅拌，浓缩后溶液转移到密封容器中冷却结晶，以减少接触空气的时间。

(2) 保持溶液的酸性:

溶液中 Fe^{2+} 可发生水解：
$$\text{Fe}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_2 + 2\text{H}^+$$
，在反应过程中应加入过量稀硫酸，保持溶液一定的酸性，抑制 Fe^{2+} 发生水解。

2. 制备 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 宜采用水浴加热。

水浴加热浓缩易控制加热温度，温度过高 Fe^{2+} 易被空气中的 O_2 氧化。蒸发浓缩时会发生水解反应。

拓展课题：用制氢废液制备硫酸锌晶体

利用实验室制氢废液，过滤除去 PbSO_4 等杂质后,用 ZnO 调节滤液使其 pH 约为2，过滤取滤液加热、蒸发、浓缩溶液，制得较高温度下的硫酸锌饱和溶液，快速冷却结晶可制得硫酸锌晶体，通过重结晶的方法可得到纯度较高的硫酸锌晶体。

小结：

无机制备实验的原则

- 1、科学性：原理正确、方案合理
- 2、安全性：无危险、毒性小、绿色化
- 3、可行性：方法可行、原料易得
- 4、简约性：操作方便、装置简单
- 5、高效性：速率快、产率高

课后思考题：

找错误！

绿矾是一种重要的食品和饲料添加剂。某同学通过如下操作由废铁屑制备绿矾晶体：

- ① 将15%的 Na_2CO_3 溶液加入到盛有一定量废铁屑的烧杯中，加热数分钟，用倾析法除去 Na_2CO_3 溶液，然后将废铁屑用水洗涤2~3遍；
- ② 向洗涤过的废铁屑中加入过量的稀硫酸，控制温度在50~80℃之间至铁屑耗尽；
- ③ 趁热过滤，将滤液转入到烧杯中，静置、冷却结晶；
- ④ 待结晶完毕后，滤出晶体，用少量热水洗涤2~3次，再用置于蒸发皿中将晶体蒸干；
- ⑤ 将制得的绿矾晶体放在细口瓶中，密闭保存。