

# 关于硫酸亚铁铵的制备的实验报告

课程名称: 基础化学实验

课程日期: 2022年11月19日

第一作者: 安阳

班级: 22

学号: 22377264

邮箱: anyang@buaa.edu.cn

单位: 北京航空航天大学

地址: 北京市海淀区学院路37号



**摘要** 本实验利用等物质的量的  $\text{FeSO}_4$  和  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  制得  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 并简单估测产物中  $\text{Fe}^{3+}$  杂质的浓度, 利用了同一温度下复盐溶解度小于对应简单盐的性质. 这一制备方法也可以推广到一些其它复盐的制备. 经计算, 本实验产率为 118.4%, 产物等级在 I 级 — II 级之间. 本实验中实验者出现了部分操作错误, 将部分杂质与产物混合. 我们推测这是实验产率超过 100% 的主要原因.

**关键词** 硫酸亚铁 硫酸铵 硫酸亚铁铵 复盐 制备

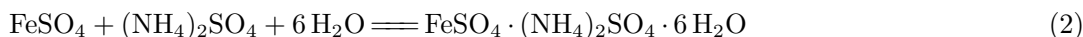
## 1 引言

本实验是制备硫酸亚铁铵  $\{\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}\}$  的实验. 考虑到同一温度下复盐的溶解度小于简单盐的溶解度, 我们可以用等物质的量的  $\text{FeSO}_4$  和  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  制得  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

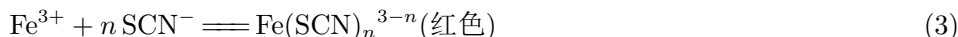
要制得  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 首先要制备  $\text{FeSO}_4$ .  $\text{FeSO}_4$  在常温下易溶于水, 难溶于乙醇, 在空气中不易被氧化, 故在分析化学中经常被用作氧化还原滴定法的基准物. 在实验室中用铁粉和稀硫酸发生反应式 1.



在得到  $\text{FeSO}_4$  之后, 可以将其与等物质的量的  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  反应制得  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 如式 2.



在制备出  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  后, 我们利用反应式 3 对产品中的痕量  $\text{Fe}^{3+}$  进行检测, 进而测定溶液中杂质  $\text{Fe}^{3+}$  的含量, 评估产品等级.



## 2 实验部分

### 2.1 仪器和试剂

**仪器:** 台秤、布氏漏斗、吸滤瓶、比色管 (25 mL).

**试剂:**  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $3\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ )、 $\text{KSCN}$  ( $1\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ )、 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4(\text{s})$ 、标准铁溶液 ( $\text{Fe}^{3+}$  含量为  $0.100\text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )、铁粉.

## 2.2 实验步骤

### 2.2.1 制备硫酸亚铁

称量 2 g 铁粉于小烧杯中, 并加入 14.3 mL  $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{H}_2\text{SO}_4$ <sup>1</sup>, 盖上表面皿, 用小火加热, 使铁粉和  $\text{H}_2\text{SO}_4$  反应, 直至不再有气泡冒出为止 (约需 20 min). 在加热过程中应补充少量水<sup>2</sup>, 以防  $\text{FeSO}_4$  结晶析出. 然后趁热抽滤, 用少量热去离子水洗涤. 将滤液转移至蒸发皿中, 此时滤液的 pH 应在 1 左右.

### 2.2.2 制备硫酸亚铁铵

称量出 4.0 g  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  固体, 加入到 5.4 g 水中, 制成  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  饱和溶液<sup>3</sup>, 并将此溶液加入到制备好的硫酸亚铁溶液中. 混合均匀, 用  $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{H}_2\text{SO}_4$  调至 pH 为 1 ~ 2. 用小火蒸发浓缩, 直到表面出现晶膜. 冷却后即可得到硫酸亚铁铵晶体<sup>5</sup>. 减压过滤后, 称量并计算得率.

### 2.2.3 检验产物的纯度

称取 1 g 产品, 放入 25 mL 比色管中, 用 15 mL 不含氧的去离子水 (将去离子水用小火煮沸 5 min 以去除所溶解的氧, 盖好表面皿, 冷却后取用) 溶解, 加入 1.0 mL  $3.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{H}_2\text{SO}_4$  和 1.0 mL  $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{KSCN}$ , 再加不含氧的去离子水至刻度, 摇匀. 用目测法与  $\text{Fe}^{3+}$  的标准溶液进行比较, 确定产品中  $\text{Fe}^{3+}$  的含量对应的质量等级.

$\text{Fe}^{3+}$  标准溶液的配制: 依次取每毫升  $\text{Fe}^{3+}$  含量为  $0.100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  的溶液 0.50 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 分别置于三个 20 mL 比色管中, 并各加入 1.0 mL  $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{H}_2\text{SO}_4$  和 1.0 mL  $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{KSCN}$ , 最后用不含氧的去离子水稀释至刻度, 摇匀, 配成不同等级的标准溶液. 如表 1 所示.

规格	I级	II级	III级
$\text{Fe}^{3+}$ 含量 / mg	0.05	0.10	0.20

表 1: 不同等级  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  中  $\text{Fe}^{3+}$  含量

## 3 数据分析

### 3.1 数据处理与计算

原始数据见附表. 经计算, 理论产量应为 11.9 g<sup>6</sup>. 实际得到产物 14.09 g, 产率为 118.4%. 目测法估计产物质量等级在 I 级 — II 级之间.

### 3.2 误差分析

考虑到实验产率超过 100%, 产物中一定存在杂质干扰. 推测实验误差主要原因在于在制备硫酸亚铁铵固体时, 实验者将蒸发皿壁上的浓缩固体一同混合抽滤至产物中而导致的. 推测蒸发皿壁上的固体应当是一些  $\text{Fe}^{2+}$  和  $\text{SO}_4^{2-}$  化合成的一些其它产物, 由于实验中  $\text{SO}_4^{2-}$  过量而导致最终杂质和产物总重量超过理论产量.

<sup>1</sup>此处  $\text{H}_2\text{SO}_4$  的用量为自行计算, 标准为过量 20%.

<sup>2</sup>此处加水不宜太多, 否则会延长后续蒸发浓缩阶段的用时.

<sup>3</sup>按照理论硫酸亚铁产量的 85% 称量  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  固体, 考虑  $\text{FeSO}_4$  在过滤操作中的损失.

<sup>4</sup>此处加水量按照测得室温  $25^\circ\text{C}$  下的  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  溶解度计算[1][2].

<sup>5</sup>蒸发过程中蒸发皿壁上浓缩出的不是所需产物, 应避免将其与产物混合.

<sup>6</sup>此处理论产量按照加入 Fe 元素的 85% 计算, 即按照  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  固体计算.

## 4 结论

本实验中实验者出现操作错误，将杂质和产物混合，从而导致了产率高达 118.4%。产物等级在 I 级 — II 级之间，即  $\text{Fe}^{3+}$  含量在 0.05 mg – 0.10 mg 之间，产率等级尚可接受。

## 5 体会与建议

在吸收了以往的规范操作的经验后[3, 4, 5, 6, 7]，本次实验中操作者着重注意了实验操作的规范性。但本次实验中操作者出现了较为严重的错误，从而导致产率出现大幅偏移。但是获得的产物等级尚可，这说明操作错误是影响实验结果的主要因素。

建议在下届的教学中强调蒸发皿壁上的浓缩杂质问题，避免同样的操作失误。

## 6 致谢

感谢王广胜老师、辛月助教对我们实验的指导。

## 参考文献

- [1] 华东理工大学无机化学教研组. 无机化学实验[M]. 第四版. 北京：高等教育出版社, 2007. 4
- [2] 宋天佑, 程鹏, 徐家宁, 等. 无机化学上册[M]. 第四版. 北京：高等教育出版社, 2019. 4
- [3] 安阳, 伊治同, 谢池. 关于硫酸钡溶度积常数的测定的实验报告[R]. 北京：北京航空航天大学, 2022. 5
- [4] 安阳. 关于醋酸解离平衡常数的测定的实验报告[R]. 北京：北京航空航天大学, 2022. 5
- [5] 安阳, 伊治同. 关于三草酸合铁(III)酸钾的合成的实验报告[R]. 北京：北京航空航天大学, 2022. 5
- [6] 安阳, 谢池. 关于三氯化六氨合钴(III)的制备的实验报告[R]. 北京：北京航空航天大学, 2022. 5
- [7] 安阳, 谢池. 关于食品中亚硝酸盐含量的测定的实验报告[R]. 北京：北京航空航天大学, 2022. 5