**2-3（2）实验题目：硫酸亚铁铵中Fe2+含量的测定**

（需要用热水，可让学生两人自带一暖壶，或者在楼道内接热水）

**一、实验目的**

1.掌握KMnO4法测定铁(II)的原理和方法。

2.了解KMnO4标准溶液的配制及其以Na2C2O4为基准物的标定方法。

3.通过用KMnO4标准溶液对硫酸亚铁铵的氧化还原定量滴定，确定学生在制备实验中所得产品硫酸亚铁铵的含铁量。

**二、实验原理**

1. KMnO4标准溶液的配制与标定

标定基准物为Na2C2O4，标定反应如下：

2MnO4- + 5C2O42- + 16H+ = 2Mn2+ + 10CO2 + 8H2O

(1) 反应的温度应在60~90°C之间

(2) 反应的酸度应控制在1mol/L

(3) 反应的速度开始不能太快

2. KMnO4法测定硫酸亚铁铵中的Fe2+含量

测定的反应原理如下：

5Fe2+ + MnO4- + 8H+ = Mn2+ + 5Fe3+ +4H2O

根据KMnO4标准溶液的浓度和滴定所消耗的体积，即可计算出试样中亚铁的摩尔数，进而计算出试样中Fe2+的百分含量

**三、实验仪器（抽屉中白盒子中仪器详单）**

请同学们务必在实验结束后清洗干净，摆放整齐，方便下一个班级使用。

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格 | 数量 | 仪器名称 | 规格 | 数量 |
| 锥形瓶 | 250mL | 3 | 量筒 | 100mL | 1 |
| 棕色试剂瓶 | 500mL | 1 | 容量瓶 | 250ml | 1 |
| 烧杯 | 100mL | 1 | 洗瓶 | 500mL | 1 |
| 烧杯 | 250mL | 1 | 胶头滴管 | 15cm | 1 |
| 烧杯 | 500或400mL | 1 | 玻璃棒 | 15cm | 1 |
| 量筒 | 10mL | 1 |  |  |  |

**四、实验内容**

**1. KMnO4标准溶液的配制与标定**

**(1)KMnO4标准溶液的配制: （以下两者选一）**

①用移液管从边台试剂瓶量取8mL高锰酸钾（浓），稀释到400mL。

②从高锰酸钾回收桶中直接取大概400mL的高锰酸钾（稀），不用稀释，直接滴定。

**(2) KMnO4标准溶液的标定：**

准确称取Na2C2O4 g左右，定容到250.0mL容量瓶中，摇匀备用。移取25.00mL Na2C2O4溶液于250mL烧杯中，加入3mol/L H2SO4 10mL，置于大烧杯中水浴加热，当溶液出现浅粉色并保持1min不消失时即为滴定终点，记录消耗KMnO4的体积，重复三次，要求极差小于0.05mL。

**2. KMnO4法测定硫酸亚铁铵中的Fe2+含量**

（1）准确称取硫酸亚铁铵试样3份，每份约为 g ，分别放入洁净干燥的锥形瓶中。

（2）取1份称好的硫酸亚铁铵试样，加入3mol/L H2SO4溶液5mL，去离子水20mL，用KMnO4标准溶液滴定至浅粉色，且保持1min不消失即为滴定终点，记录消耗 KMnO4溶液的体积。注意：应将锥形瓶编好号码，要溶解一份滴定一份。

数据记录

1. KMnO4标准溶液的标定

表1 KMnO4溶液的标定数据表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| m(Na2C2O4)/g |  | | |
| V(KMnO4)/mL | 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |
| c(KMnO4)/mol⋅L-1 |  |  |  |
| c(KMnO4)/mol⋅L-1 |  | | |
| 绝对偏差di |  |  |  |
| 平均偏差d |  | | |

2. KMnO4法测定硫酸亚铁铵中的Fe2+含量

表2 测定硫酸亚铁铵中的Fe2+含量数据表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| m(试样)/g | 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |
| V(KMnO4)/mL | 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |
| Fe2+的含量/% |  |  |  |
| Fe2+的平均含量/% |  | | |
| 绝对偏差di |  |  |  |
| 平均偏差d |  | | |

**五、注意事项**

1. 注意标定KMnO4溶液的反应条件；
2. 标定过程中，切勿将水浴直接放到酸管下，以防酸管中的凡士林受热融化导致酸管漏液；
3. 标定过程中三次体积的极差应不大于0.05mL；

4. 测定硫酸亚铁铵时，应将锥形瓶编好号码，要溶解一份滴一份。

**六、思考题**

1. 以Na2C2O4为基准物标定KMnO4溶液的浓度时应注意哪些反应条件？
2. 用KMnO4溶液滴定Na2C2O4 时，为什么开始滴定褪色很慢，随着滴定的进行而褪色愈来愈快？如果在开始滴定前加入1~2滴MnSO4溶液，会发生什么现象？为什么？
3. KMnO4法测定亚铁的方法、原理是什么？
4. 请举出类似的用氧化还原滴定法测定亚铁的实例，并说明其与KMnO4法的异同？

**七、值日生职责**

1.将去离子水下口瓶打满，去离子水龙头在黑板对面的墙上一侧

2.将试剂瓶溶液加满

3.将抽屉按照上面详单整理好

4.将实验台，包括边台擦干净

5.拖地，垃圾倒到卫生间大桶