**实验题目：硫酸铝钾的制备及铝含量的测定**

**一、实验目的：**

1. 学习硫酸钾铝复盐晶体的制备原理和方法。
2. 掌握配位返滴定法测定铝含量的方法。

3. 熟练化学实验的基本操作。

**二、实验仪器：（抽屉里物品详单）**

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。

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 酒精灯 | 250mL | 1 | 铁三角架 | | 标准 | 1 | |
| 蒸发皿 | 75mm | 1 | 坩埚钳 | | 标准 | 1 | |
| 泥三角 | 长腿 | 1 | 抽滤瓶 | | 250mL | 1 | |
| 石棉网 | 120\*120mm | 1 | 容量瓶 | | 250mL | 2 | |
| 布氏漏斗 | φ7 | 1 | 洗瓶 | | 500mL | 1 | |
| 玻璃棒 | 15cm | 1 | | 胶头滴管 | 15cm | | 1 |
| 锥形瓶 | 250mL | 3 | | 量筒 | 10mL | | 1 |
| 白试剂瓶 | 500mL | 1 | | 量筒 | 100mL | | 1 |
| 烧杯 | 100mL | 2 | |  |  | |  |

**三、实验原理：**

**1、硫酸铝钾的制备：**

硫酸铝饱和溶液与同 体积的饱和硫酸钾溶液混合，搅拌放置，就有硫酸铝钾晶体生成。反应为：

Al2(SO4)3 + K2SO4 +24 H2O = K2SO4⋅ Al2(SO4)3⋅24 H2O（M.W.=948.7546）

**2、铝含量的测定原理⎯配位滴定返滴定法测定**

在试样中加入过量的EDTA，调节溶液的pH=3~4，加热煮沸使Al与EDTA完全配合。冷却后，加入缓冲溶液调节溶液的pH=5~ 6，以二甲酚橙做指示剂，此时溶液的颜色呈现黄色，用锌标准溶液滴定剩余的EDTA，稍过量的Zn2+与二甲酚橙指示剂配位形成红色配合物显示终点，记录消耗锌标准溶液的体积。由消耗锌标准溶液的体积和浓度计算铝的含量。

其反应为：

Al3+ + H2Y2-（过量）= AlY- + 2H+

H2Y2- + Zn2+ = ZnY2- + 2H+（滴定剩余的EDTA）

Zn2+ + In2- =ZnIn

（黄色）（红色）

该实验中EDTA加入量的多少、终点的正确判断是保证分析结果准确与否的关键，而恰恰是在这些步骤上容易出现问题，导致实验的失败。

**四、实验内容：**

**1、硫酸铝钾的制备**

称量3.5g的硫酸铝晶体置于100mL小烧杯中，加入9mL（8.6ml）去离子水配成室温下的饱和溶液。另称取2.0g K2SO4固体，在另一100mL小烧杯加入20mL去离子水加热溶解（加热溶解只需5min，不加热需要40min）配饱和溶液，然后将两溶液混合，倒入蒸发皿，加热浓缩12min后，立即停止加热，冰水冷却至室温（可稍微搅拌以加快结晶）有K2SO4⋅Al2(SO4)3⋅24H2O晶体析出，减压过滤，压干称重，计算产率。

**2、铝含量的测定**

(1) 用万分之一的电子天平准确称取0.10 g的分析纯ZnO（s），置于100mL小烧杯中，先用少量去离子水润湿，然后加2mL6mol/L的HCl溶液，用玻璃棒轻轻搅拌使其溶解。将溶液转移至250mL容量瓶中，用去离子水稀释至标线，摇匀。计算锌离子的摩尔浓度。

(2) 量取0.1mol/L EDTA二钠盐25ml于500ml试剂瓶中，加入475ml去离子水，摇匀备用。

(3) EDTA标准溶液的标定（约0.005mol/L）：用酸式滴定管量取25.00 mL Zn2+标准溶液，于250 mL的锥形瓶中，加入1-2滴0.5%二甲酚橙指示剂，滴加20%六甲基四胺溶液至溶液呈稳定的紫红色再加2mL；然后用配好的EDTA溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点，并记录消耗的EDTA溶液体积。

按照上述方法重复3次，要求极差小于0.05 mL，根据标定时消耗EDTA溶液的体积计算EDTA的准确浓度。

(4)准确称取硫酸钾铝晶体 0.45-0.71g，溶解稀释定容于250 mL容量瓶中。用移液管移取25.00ml硫酸钾铝溶液，用碱式滴定管准确加入EDTA标准溶液 45.00ml，再加入20%六亚甲基四胺缓冲溶液15 mL，再加入二甲酚橙指示剂4~6滴，用Zn2+标准溶液滴至溶液由黄转红，即为滴定终点。记录Zn2+标准溶液消耗的体积。平行测定三次。

**注意：**

1. 蒸发浓缩时间不宜过长，不必等出现晶膜，否则会失去结晶水。
2. 用Zn2+标准溶液润洗滴定管时，每次最多消耗5ml，否则标准溶液可能不够使用。

**五、实验记录及数据处理**

1. **硫酸铝钾的制备**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m (Al2（SO4）3)/g | m(K2SO4)/g | 产品质量/g | 理论产量/g | 产率/% |
|  |  |  |  |  |

1. **EDTA标准溶液的标定及铝含量的测定**

**（1）EDTA标准溶液的标定**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验 | 1 | 2 | 3 |
| m（ZnO） /g |  |  |  |
| V(EDTA)/mL |  |  |  |
| c（EDTA）/mol⋅L-1 |  |  |  |
| 平均浓度/mol⋅L-1 |  | | |
| 偏差/ % |  |  |  |

**（2）铝含量的测定**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验 | 1 | 2 | 3 |
| 样品质量m /g |  | | |
| V(EDTA)/mL |  |  |  |
| 铝含量/ % |  |  |  |
| 平均铝含量/ % |  | | |
| 偏差/ % |  |  |  |

**六、思考题**

1、控制一定的条件下能否用EDTA标准溶液直接滴定铝？

2、EDTA标准溶液的标定中，基准物ZnO的称量范围怎样计算？

3、写出铝含量的计算公式。

**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.将实验所用玻璃仪器清洗干净，整理好，摆在实验台上；

4.将实验台，包括边台擦干净；

5.拖地，垃圾倒到卫生间大桶！