

实验：硫酸亚铁铵的制备

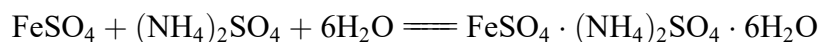
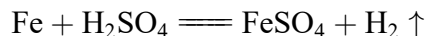
专业名称 姓名 学号 XXXXXXXXXXXXXXXX

20xx 年 xx 月 xx 日

一、实验原理与操作方法

（一）实验原理

六水合硫酸亚铁铵 ($\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，俗称“摩尔盐”，是一种浅蓝色的复盐，相较于绿矾 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 更为稳定，由于其溶解度小于 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ，使它能从 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的混合溶液中析出，制备 $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的反应式如下：



由于实验中所涉及到的三种盐类的溶解度均是随温度的降低而降低，且目标产物的溶解度最小，所以将 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的混合溶液在较高温度下浓缩，开始结晶之后降温冷却就可以使其析出 $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 晶体。在过滤时使用乙醇清洗，可以洗去杂质，纯化目标产物

二价铁 (Fe^{2+}) 被氧化之后会生成 Fe^{3+} ，它可以与 KSCN 作用，生成红色配合物，利用这个原理，实验可以采用目视比色法来判断产物中 Fe^{3+} 的含量。

（二）操作方法

(1) 取 2g 纯铁粉，置于锥形瓶中，另取 15mL $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 H_2SO_4 溶液，加入锥形瓶，在电热板上加热至完全反应，完全反应时溶液中无气泡出现，该步骤可以制得蓝绿色的 FeSO_4 溶液；

(2) 加水，稀释至溶液体积达到 25mL（锥形瓶上应当提前做好记号），然后趁热过滤，得到澄清滤液；

(3) 称量 4.50g(NH₄)₂SO₄，加入滤液中，加热搅拌至完全溶解，制得 FeSO₄ · 7H₂O 和 (NH₄)₂SO₄ 的混合溶液；

(4) 混合溶液转入蒸发皿，然后在水浴锅中加热蒸发，直至溶液表面出现固体薄膜，然后取出蒸发皿，使其自然冷却，产生更多的晶体；

(5) 进行减压抽滤，并使用少量乙醇冲洗固体，将晶体转移至玻璃表面皿上晾干，而后进行称重、拍照、装袋；

(6) 取 1g 自制产品置于 25mL 比色管中，加入 15mL 除氧（加热煮沸可以除氧，应提前准备）的去离子水溶解；

(7) 加入 1.00mL 6mol · L⁻¹ 的 HCl 溶液和 1.00mL 1mol · L⁻¹ 的 KSCN 溶液，加注去离子水至刻度线，摇匀，将比色管与标准色阶比较，确定产品到达的试剂级别。

(三) 产量与产率的计算

(1) 理论产量

查表可以得到以下数据：

化合物或单质	M/(g · mol ⁻¹)	化合物或单质	M/(g · mol ⁻¹)
Fe	55.845	H ₂ SO ₄	98.07
FeSO ₄ · (NH ₄) ₂ SO ₄ · 6H ₂ O	392.13	(NH ₄) ₂ SO ₄	132.13

那么，可以计算得出实验中所用物品的物质的量：

$$\text{Fe} : 0.036\text{mol}; \quad \text{H}_2\text{SO}_4 : 0.045\text{mol}; \quad (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 : 0.0341\text{mol}$$

所以，理论产量 m 应当使用 (NH₄)₂SO₄ 计算，理论产量 m 为：

$$m = n_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4} \times M_{\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{m_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4} \times M_{\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}}{M_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4}}$$

(2) 实际产量

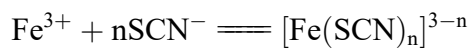
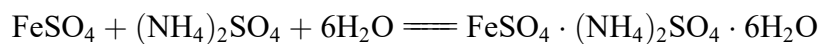
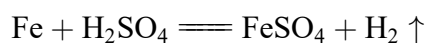
将自制的产品放在分析天平上称量，可以得到实际产量 m'。

(3) 产率

产率 η 采用如下方式计算：

$$\eta = \frac{m'}{m} \times 100\%$$

(四) 化学反应方程式



二、结果与讨论

由前述公式，计算得到理论产量 m 为： $m = \frac{4.50 \times 392.13}{132.13} \text{g} = 13.4 \text{g}$

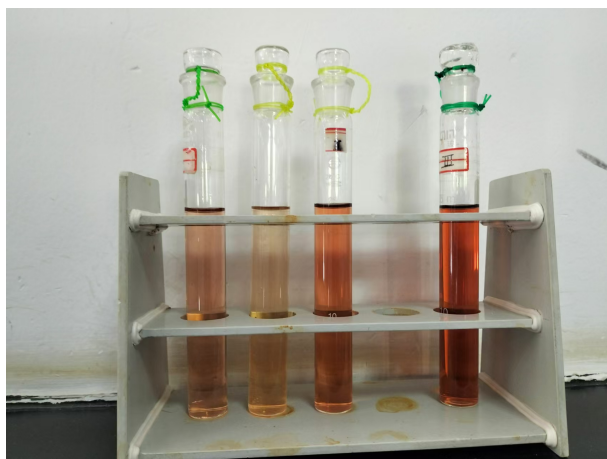
实验中，测量自制产品的质量，得到实际产量 m' 为 12.15g(见下图)。



因此，得到的产率 η 为：

$$\eta = \frac{m'}{m} \times 100\% = \frac{12.15}{13.4} \times 100\% = 90.7\%$$

采用目视比色法，比较结果如下图：



由此可见，自制的产品中， Fe^{3+} 的含量较低，产品质量优于 I 级。

三、实验分析与总结

(一)、实验分析

查阅相关文献^[1]，并且和同学进行交流，本实验的产品产率偏高，但仍在正常范围内。结合实验中的实际操作，原因可能为：

(1) 做实验时，称量的 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量大于 4.50g，导致产率偏大；

(2) 由于没有冷却完全，对晶体抽滤时，滤液中形成晶体，实验时重新进行抽滤，从而回收了一部分晶体，使得产率相较于同学的数据偏大；

(3) 晶体未完全晾干，使得称重的时候质量偏大；

另，产品中的 Fe^{3+} 含量较低，可能是因为实验操作比较迅速，使得被空气氧化的 Fe^{2+} 较少。

(二)、实验改进

关于产率略高，可以有以下改进：

(1) 严格称量原料的质量与体积，防止 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的质量偏大；

(2) 采用冰水进行降温，保证完全冷却，且在冷却完全之后才开始抽滤；

(3) 加大乙醇用量，便于冲洗杂质和晾干；

关于提升产率，参考相关文献，可以有以下改进：

(1) 不直接加入 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 固体，而是加入 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 饱和溶液^[1]，可以使得制备出的晶体质量大，产率高；

(2) 生成硫酸亚铁后使用吸铁石吸附去除剩余铁粉，不需要减压抽滤^[2]，有效减少硫酸亚铁的损失与氧化；

(3) 硫酸亚铁合成过程中加入 0.5 mL 浓度为 0.05 mol/L 硫酸铜催化剂^[2]，构成原电池反应，加快铁的溶解；

(4) 硫酸亚铁铵合成时，反应温度控制于 75°C ^[2]，温度过高会使得 Fe^{2+} 容易被氧化，温度较低时会使得反应不充分，该温度下，产品收率最高。

四、思考题

(1) 制备硫酸亚铁铵时，在蒸发、浓缩过程中，若发现溶液变黄，是什么原因？应如何处理？

若发现溶液变黄，这是因为操作不当导致 Fe^{2+} 被氧化为 Fe^{3+} ，使得溶液显示出 Fe^{3+} 的颜色，即黄色；此时应当重做实验，并在新一次实验中严格按步骤操作，避免氧化，或者加入还原剂，比如维生素 C 等，又或者加入过量铁粉，将 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} 。

(2) 干燥硫酸亚铁铵晶体时应注意哪些问题？

干燥晶体时，需要保证通风，并将晶体平摊，增大表面积，便于水分和乙醇的挥发。

(3) 以 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 为基准物标定 KMnO_4 溶液的浓度时应注意哪些反应条件？

需要注意“三度”即温度、酸度、滴定速率以及终点的判断。试液温度控制 $75 \sim 85^\circ\text{C}$ 之间；用硫酸调节酸度，一般滴定开始的最宜酸度约为 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ；开始滴定阶段滴定速率应很慢，减少热分解，后续有了 Mn^{2+} 催化后，可逐渐加快直至正常速率；滴定终点不稳定，空气中的还原性物质等能使 KMnO_4 褪色，所以滴到试液呈微红色且半分钟内不褪色即可认为终点已到。

参考文献

- [1] 杜意恩, 郭少华, 兰姝宁, 高润凤, and 何婧, “无机化学实验“硫酸亚铁铵的制备”教学案例的设计,” 广州化工, vol. 52, no. 01, pp. 207–210+216, 2024.
- [2] 沈凤翠, 王雨萍, 彭鑫, 陈刚, and 刘倩, “硫酸亚铁铵制备的改进实验,” 高师理科学刊, vol. 43, no. 11, pp. 101–105, 2023.