## 硫酸亚铁铵的制备及质量评价

* **健康和安全**

请分析本模块是否涉及健康和安全问题，如有，请写出相应预防措施。

* **环境保护**

请问本模块在产品制备中，是否会产生环境问题？如有，请写出相关环境保护措施。

* **基本原理**

铁能溶于稀硫酸生成硫酸亚铁，但亚铁盐通常不稳定，在空气中易被氧化。若往硫酸亚铁溶液中加入与硫酸亚铁等物质的量（以mol计）的硫酸铵，可生成一种含有结晶水、不易被氧化、易于存储的复盐——硫酸亚铁铵晶体。

产品纯度分析可采用1,10-菲啰啉分光光度法，该方法基于特定pH条件下，二价铁离子可以与1,10-菲啰啉生成有色配合物。依据朗伯-比尔定律（Lambert-Beer law），可以通过测定该配合物最大吸收波长处的吸光度，计算二价铁离子含量，判定产品纯度。

三种硫酸盐的溶解度（单位为g／100g H2O）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 温度／℃ | FeSO4 | (NH4)2SO4 | (NH4)2SO4·FeSO4·6H2O |
| 10 | 20.5 | 73.0 | 18.1 |
| 20 | 26.6 | 75.4 | 21.2 |
| 30 | 33.2 | 78.0 | 24.5 |
| 50 | 48.6 | 84.5 | 31.3 |
| 70 | 56.0 | 91.0 | 38.5 |

* **目标**
* 准备实验方案所需的溶液
* 根据实验方案制备复盐硫酸亚铁铵晶体
* 计算硫酸亚铁铵的产率（%）
* 测定硫酸亚铁铵的产品纯度
* 完成报告

**完成工作的总时间是360分钟，分为两个考核阶段：包括制备操作（180分钟）、产品纯度分析和工作报告（180分钟）。**

* **实验操作的仪器设备、试剂**

**1．仪器设备、试剂清单**

|  |  |
| --- | --- |
| **主要设备** | 电子天平（精度0.01g、0.0001g） |
| 电炉（配石棉网） |
| 水浴装置 |
| 通风设备 |
| 减压抽滤装置 |
| 紫外-可见分光光度计（配备1cm石英比色皿2个） |
| **玻璃器皿** | 烧杯（50mL、100mL） |
| 量筒（5mL、10mL、25mL、100mL） |
| 普通漏斗 |
| 蒸发皿 |
| 表面皿 |
| 抽滤瓶 |
| 布氏漏斗 |
| 分刻度吸量管（2mL、5mL） |
| 容量瓶（100mL、250mL） |
| 实验室常见其他玻璃仪器 |
| **药品试剂** | 铁原料（还原铁粉、废铁屑或纯铁颗粒） |
| 碳酸钠 |
| 硫酸铵 |
| 硫酸 |
| 无水乙醇 |
| 氢氧化钠 |
| 氨基乙酸 |
| 氨三乙酸 |
| 1,10-菲啰啉盐酸盐（盐酸邻菲啰啉） |
| 铁（II）离子储备溶液 |
| 铁（III）离子标准溶液 |
| 去离子水 |
| 除氧水（去离子水热力除氧） |

* **第一阶段的解决方案**

**1. 溶液准备**

按赛题要求配制指定的实验试剂溶液。

**2. 产品制备**

**（1）原料净化**

取用一定量的废铁屑于烧杯，加入一定体积的碳酸钠溶液，加热煮沸一定时间，以除去废料上的油污。倾泻倒去碳酸钠溶液后，所得铁屑用用去离子水洗至中性，最后用适量无水乙醇洗涤，晾干备用。

**（2）硫酸亚铁的制备**

称取一定质量的净化铁原料于锥形瓶，加入一定体积的硫酸溶液，水浴加热至不再有气泡放出，动态调控反应温度以确保反应过程温和。反应结束后，用硫酸溶液调节pH值不大于1，趁热过滤至蒸发皿中。

未反应完的铁原料用滤纸吸干后称量，以此计算已被溶解的铁量。

**（3）硫酸亚铁铵的制备**

根据反应生成硫酸亚铁的量，按反应方程式计算并称取所需硫酸铵的质量。在室温下将硫酸铵配成饱和溶液，然后加入盛有硫酸亚铁溶液的蒸发皿中（或缓缓加入固体硫酸铵），混合均匀并用硫酸溶液调节pH值不大于1。

所得混合溶液用沸水浴或蒸汽浴加热浓缩，至溶液表面刚出现结晶薄层为止。静置自然冷却至室温，待硫酸亚铁铵晶体完全析出。

减压过滤，用少量无水乙醇洗涤晶体，取出晶体，用滤纸吸除晶体表面残留的水和乙醇，滤液回收。

称量晶体质量，计算产率。产品保存在自封袋或称量瓶中，备用。

* **第二阶段的解决方案**

**1. 溶液准备**

**（1）铁（II）离子标准溶液**

准确移取一定体积的铁（II）离子储备溶液注入容量瓶中，加入一定体积浓硫酸，用除氧水稀释至刻度，摇匀。

**（2）缓冲试剂混合溶液的准备方法**

①盐酸邻菲啰啉（0.025mol/L）：称取一定质量的1,10-菲啰啉盐酸盐溶解于一定体积的除氧水中。

②氨基乙酸溶液（0.5mol/L）：称取一定质量的氨基乙酸溶解于除氧水中，用盐酸溶液调节pH 值至2.9后，移入容量瓶，用除氧水稀释至刻度摇匀。

③氨三乙酸溶（0.1mol/L）液：称取一定质量的氨三乙酸于烧杯中，加入一定体积的除氧水，在不断搅拌下先加入固体氢氧化钠，再加入氢氧化钠溶液至氨三乙酸全部溶解，用氢氧化钠调节溶液pH为6，移入容量瓶用除氧水稀释至刻度。

④缓冲试剂混合液：盐酸邻菲啰啉溶液、氨基乙酸溶液、氨三乙酸溶液按体积比5:5:1混合。

**2. 产品纯度分析**

**（1）工作曲线绘制**

①配制标准溶液系列：用吸量管准确移取不同体积的铁（II）离子标准溶液至一组7个容量瓶中，然后加入一定体积的缓冲试剂混合溶液，用除氧水稀释至刻度，摇匀、静置。

②测定最大吸收波长：以相同方式制备不含铁（II）离子的溶液为空白溶液，任取一份已显色的铁（II）离子标准系列溶液转移到比色皿中，选择一定的波长范围进行测量，确定最大吸收波长。

③绘制标准曲线：在最大吸收波长处，测定各铁（II）离子标准系列溶液的吸光度。以浓度为横坐标，以相应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

**（2）产品纯度分析**

准确称取一定质量的硫酸亚铁铵产品（自制），加入一定体积的硫酸溶液，搅拌、溶解，然后定量转移至容量瓶中，用除氧水稀释至刻度，摇匀。

确定产品溶液的稀释倍数，配制待测溶液于所选用的容量瓶中，按照工作曲线绘制时的溶液显色方法和测定方法，在最大吸收波长处进行吸光度测定。

产品纯度分析平行测定3 次。

由测得吸光度从工作曲线查出待测溶液中铁（II）离子的浓度，计算得出产品纯度。

**3. 结果处理、分析和报告**

**（1）产率**

按下式计算产率，结果保留3位有效数字。

$$产率 =\frac{实际产量（g）}{理论产量（g）}×100\%$$

**（2）产品纯度**

按下式计算出产品纯度，取3次测定结果的算术平均值作为最终结果，结果保留4位有效数字。

$$纯度=\frac{ρ\_{x}×n×V×M\_{2}}{m×M\_{1}}×100\%$$

式中：

*ρ*x ——从工作曲线查得的待测溶液中铁浓度，mg/L；

*n* ——产品溶液的稀释倍数；

*V*——产品溶液定容后的体积，mL；

*m* ——准确称取的产品质量，g；

*M*1 ——铁元素的摩尔质量，55.84 g/mo1；

*M*2 ——六水合硫酸亚铁铵的摩尔质量，391.97 g/mo1。

**（3）误差分析**

对产品纯度测定结果的精密度进行分析，以相对极差A表示，结果精确至小数点后2位。

计算公式如下：

$$A=\frac{(X\_{1}-X\_{2})}{\overbar{X}}×100\%$$

式中：

*X*1 ——平行测定的最大值；

*X*2 ——平行测定的最小值；

$\overbar{X}$——平行测定的平均值。

**（4）撰写报告**

请完成一份工作报告（电子文档），存档并打印。

报告格式自行设计，内容应包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施，实验原理，关键物料计算和过程简述，数据记录和处理，结果评价和问题分析等。