

模块二：硫酸亚铁铵的制备及质量评价

一、健康和安全

请描述本模块涉及的健康和安全问题及预防措施。

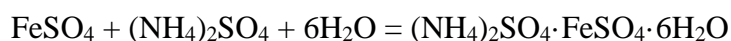
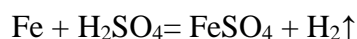
二、环保

请描述本模块可能产生的环保隐患和所需采取的预防措施。

三、基本原理

铁原料溶于稀硫酸生成硫酸亚铁，再往硫酸亚铁溶液中加入与硫酸亚铁等物质的量（以 mol 计）的硫酸铵制备硫酸亚铁铵。

化学反应式如下：



产品等级分析可采用限量分析-目测比色法，在酸性条件下，三价铁离子可以与硫氰酸根离子生成红色配合物，与标准色阶进行比较，以确定产品等级。

产品纯度分析可采用 1,10-菲罗啉分光光度法，在酸性条件下，二价铁离子可以与 1,10-菲罗啉生成有色配合物。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/℃	FeSO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄ ·FeSO ₄ ·6H ₂ O
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

四、目标

1. 准备实验方案所需的溶液
2. 根据实验方案制备复盐硫酸亚铁铵晶体
3. 计算硫酸亚铁铵的产率（%）
4. 评判硫酸亚铁铵的产品等级
5. 测定硫酸亚铁铵的产品纯度
6. 完成报告

完成工作的总时间是 390 分钟，分为两个考核阶段：包括制备操作和产品等级鉴定（180 分钟）、产品纯度分析和完成工作报告（210 分钟）。

五、实验操作的仪器设备、试剂和解决方案

（一）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）
	恒温水浴装置
	通风设备
	减压抽滤装置
	紫外-可见分光光度计（配备 1cm 比色皿 2 个）
玻璃器皿	烧杯（100mL、250mL、500mL），分别（5 个、2 个、1 个）
	量筒（5mL、25mL），各 2 个；量筒（10mL、100mL），各 1 个
	普通漏斗（75mm（外径，长颈）），1 个
	蒸发皿（125mL），1 个
	抽滤瓶（250mL），1 个
	布氏漏斗（80mm），1 个
	分刻度吸量管（5mL、10mL），各 1 支
	移液管（2mL），1 个
	比色管（25mL），3 个
	容量瓶（250mL），1 个；容量瓶（100mL），17 个
	锥形瓶（250mL），1 个
	试剂瓶（3000mL），1 个
	试剂瓶（500mL），1 个
	烧杯（1000mL），5 个
药品试剂	还原铁粉，含量以 100% 计
	硫酸铵，含量以 100% 计
	3 mol/L 硫酸
	无水乙醇
	盐酸（1+1）
	氢氧化钠
	25% 硫氰化钾溶液
	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，1.600g/L
	去离子水

（二）第一阶段的解决方案

1. 产品制备

（1）硫酸亚铁的制备

称取 1.20g（ ± 0.02 g）铁原料于锥形瓶，加入一定体积的硫酸溶液（反应组分的物质的量之比 $n_{\text{铁}} : n_{\text{硫酸}} = 1:1.1 \sim 1:1.5$ ），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，用普通玻璃漏斗趁热过滤至蒸发皿中。 $M(\text{Fe}) = 55.84\text{g/mol}$

（2）硫酸亚铁铵的制备

根据称取铁原料的质量，计算并称取所需硫酸铵的质量（ $\pm 0.02\text{ g}$ ）。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。 $M[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4] : 132.14\text{g/mol}$

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。

称取制备的硫酸亚铁铵的质量。

2. 产品外观及等级分析

称取 0.50g 硫酸亚铁铵产品，置于 25mL 比色管中，加入一定体积的除氧水溶解晶体，然后加入 2mL 3mol/L 盐酸溶液，准确加入 2.00mL 25% 硫氰化钾溶液，最后用除氧水定容，摇匀。同法平行配制三份。

填写待测样品送样单，送至指定地点，由专项裁判确定产品等级。

规格	一级	二级	三级
Fe^{3+} 含量（mg/g）	< 0.1	0.1~0.2	0.2~0.4

称取 1g 左右产品于自封袋中，用于产品外观评价。剩余产品保存在另一个自封袋中，备用。

（二）第二阶段的解决方案

1. 缓冲试剂混合溶液的准备

①盐酸邻菲罗啉（0.025mol/L）：称取 0.59g 盐酸邻菲罗啉溶解于 100mL 的除氧水中。

②氨基乙酸溶液（0.5mol/L）：称取 3.75g 氨基乙酸溶解于 100mL 除氧水中，用盐酸溶液调节 pH 为 2.9。

③氨三乙酸溶液（0.1mol/L）：称取 0.38g 氨三乙酸于烧杯中，加入 20mL 除氧水，在不断搅拌下先加入适量固体氢氧化钠，至氨三乙酸全部溶解，用盐酸溶液（或氢氧化钠溶液）调节溶液 pH 为 6。

④缓冲试剂混合液：将上述溶液按盐酸邻菲罗啉溶液：氨基乙酸溶液：氨三乙酸溶液=5：5：1 的比例混合。

2. 产品纯度分析

（1）工作曲线绘制

①铁离子标准使用溶液配制：准确移取一定体积的铁（II）离子储备溶液注入容量瓶中，加入一定体积硫酸溶液，用除氧水稀释至刻度，摇匀。

②配制标准系列溶液：用吸量管准确移取不同体积的铁（II）离子标准使用溶液至一组 7 个容量瓶中，然后加入 20mL 缓冲试剂混合溶液，用除氧水稀释至刻度，摇匀、静置。

③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。

④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 0.95g、1.00g、1.05g 的硫酸亚铁铵产品各一份，加入一定体积的硫酸溶液，搅拌、溶解，然后定量转移至 100mL 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

（1）产率

按下式计算产率，结果保留 3 位有效数字。

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量(g)} \times \text{纯度}}{\text{理论产量 (g)}} \times 100\%$$

（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。

$$\text{纯度} = \frac{\rho_x \times n \times V \times 10^{-6} \times M_2}{m \times M_1} \times 100\%$$

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/mol；

M_2 ——六水合硫酸亚铁铵的摩尔质量，392.14 g/mol。

（3）精密度分析

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：

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\bar{X}} \times 100\%$$

式中：

X_1 ——平行测定的最大值；

X_2 ——平行测定的最小值；

\bar{X} ——平行测定的平均值。

4.报告撰写

(1)请填写原始记录单并完成一份工作报告（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。

(2)思考题

①为什么制备硫酸亚铁铵时，溶液必须是酸性的？②请阐述分光光度法定量分析时为什么常选择最大吸收波长做为测定波长？