全国职业院校技能大赛

ZZ035化学实验技术

（中职组）

赛题五

**模块一：水样中金属镍含量的测定**

**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**

在碱性条件下，以紫脲酸铵为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液对样品中的镍进行定量测定。

**四、目标**

1.配制指定的实验试剂溶液

2.标定乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液

3.测定样品中的镍含量

4.完成实验报告

**完成工作的总时间是240分钟。**

**五、仪器设备、试剂和解决方案**

1.仪器设备、试剂清单

|  |  |
| --- | --- |
| **主要设备** | 电子天平（精度0.0001g，0.01g） |
| **玻璃器皿** | 容量瓶（250mL） |
| 滴定管（50mL，聚四氟乙烯塞） |
| 单标线吸量管（5mL、10mL、25mL） |
| 锥形瓶（250mL） |
| 量筒（5mL、10mL、25mL、100mL） |
| 烧杯（100mL） |
| 实验室常见其他玻璃仪器 |
| **试剂和溶液** | 基准试剂氧化锌 |
| 盐酸 |
| 氨水溶液 |
| 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 |
| 氨-氯化铵缓冲溶液（pH≈10） |
| 铬黑T指示剂（5g/L） |
| 镍样品溶液 |
| 紫脲酸铵指示剂 |
| 去离子水 |

2.溶液准备

根据现场提供的试剂完成溶液配制。

3.实验

（1）用锌标准溶液标定乙二胺四乙酸二钠溶液

减量法称取所需质量的基准试剂氧化锌，并用少量蒸馏水润湿，加入一定体积的盐酸溶液，搅拌，直到氧化锌完全溶解，然后定量转移至容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

移取一定体积的锌标准溶液于锥形瓶中，加入一定体积的去离子水，用氨水溶液将溶液pH值调至7～8，加入适量的氨-氯化铵缓冲溶液及铬黑T指示剂（5g/L），用待标定的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。

平行测定3次，同时做空白试验。

使用以下公式计算乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度*c*(EDTA) ，单位mol/L。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。

式中： *m* ——氧化锌质量，单位为克（g）;

*V* ——氧化锌定容后的体积，单位为毫升（mL）；

*V1* ——移取的氧化锌溶液体积，单位为毫升（mL）；

*V2* ——氧化锌消耗的乙二胺四乙酸二钠溶液体积，单位为毫升（mL）；

*V3*——空白试验消耗的乙二胺四乙酸二钠溶液体积，单位为毫升（mL）；

*M* ——氧化锌的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mo1） [*M*(ZnO)=81.408]。

（2）样品分析

根据提供的浓度范围，准确移取一定体积镍溶液样品，加入适量蒸馏水，加一定体积氨-氯化铵缓冲溶液及0.2 g紫脲酸铵指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液呈蓝紫色,平行测定3次。

4. 结果处理、分析和报告

（1）镍含量计算

按下式计算出溶液样品中金属组分的含量，计为浓度ρ，数值以g/L表示。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。

式中： *c*——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔/升（mol/L）；

*V*——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度体积的数值，单位为毫升（mL）；

*S*——移取的样品体积，单位为毫升（mL）

*M*——镍的原子质量，单位为克/摩尔（g/mol） [*M*(Ni)= 58.69 g/mol]。

（2）误差分析

对结果的精密度进行分析，以相对极差*A*（%）表示，计算公式如下：

式中：*X*1—平行测定的最大值；

*X*2—平行测定的最小值；

—平行测定的平均值。

（3）撰写报告

①请完成一份报告，应包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施；实验中的物料计算和过程记录、数据处理、结果的评价和问题分析。

②思考题：EDTA是一种酸，在配制其标准溶液时通常使用其二钠盐，为什么？

## 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**

硫酸亚铁铵，俗称摩尔盐，是一种复盐，为浅蓝绿色透明晶体，溶于水，不溶于乙醇。由于存放时不易被空气中的氧气氧化，比一般的亚铁盐稳定，应用十分广泛，工业上常用作废水处理的混凝剂，在农业上既是农药又是肥料，硫酸亚铁铵还是实验室中常用的试剂，在定量分析中常用它来制备亚铁离子的标准溶液。

可由铁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）的硫酸铵的方法制备。

化学反应式如下：

Fe + H2SO4= FeSO4 + H2↑

FeSO4 + (NH4)2SO4 + 6H2O = (NH4)2SO4·FeSO4·6H2O

产品等级分析可采用限量分析—目测比色法，该方法基于酸性条件下，三价铁离子可以与硫氰酸根离子生成红色配合物，将产品溶液与标准色阶进行比较，可以评判产品溶液中三价铁离子的含量范围，以确定产品等级。

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 |

**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）。**

**产品等级鉴定由3名专项裁判共同完成，选手配制好待测样品并填写送样单，由工作人员统一送至裁判组进行产品等级判断。**

**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、10mL） |
| 比色管（25mL） |
| 容量瓶（100mL、250mL） |
| 实验室常见其他玻璃仪器 |
| **药品试剂** | 铁粉 |
| 硫酸铵 |
| 硫酸 |
| 无水乙醇 |
| 盐酸 |
| 氢氧化钠 |
| 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 |
| 铁（III）离子标准溶液 |
| [去离子水](javascript:void(null);) |
| [除氧水](javascript:void(null);)（[去离子水](javascript:void(null);)热力除氧） |

**（二）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）硫酸亚铁的制备**

称取一定质量的铁原料于锥形瓶，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。

**（2）硫酸亚铁铵的制备**

根据铁原料的质量，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。

称量晶体质量并记录。产品保存在自封袋或称量瓶中，备用。

**3. 产品等级分析**

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，然后加入一定体积的盐酸溶液和硫氰化钾溶液，最后用除氧水定容，摇匀。

同法平行配制三份。

选手填写待测样品送样单，由专项裁判组将样品与标准色阶进行目视比色，并根据下表确定产品等级。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 规格 | 一级 | 二级 | 三级 |
| Fe3+含量（mg/g） | < 0.1 | 0.1~0.2 | 0.2~0.4 |

1. **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，加入一定体积硫酸溶液，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**

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。

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，392.14 g/mo1。

**（2）产率**

按下式计算产率，结果保留3位有效数字。

**（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：

式中：

*X*1 ——平行测定的最大值；

*X*2 ——平行测定的最小值；

——平行测定的平均值。

**（4）填写原始数据记录单并撰写报告**

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：计算配制100mL 3mol/L的稀硫酸需要18 mol/L浓硫酸的体积，并阐述配制过程；请阐述分光光度法定量分析时为什么选择最大吸收波长做为测定波长？

**模块三：有机物含量测定（色谱法仿真操作）**

**——水样中多氯联苯类化合物含量的测定**

**一、目标**

完成水样中多氯联苯类化合物含量的仿真测定，完成时间为60分钟。

**二、水样中多氯联苯类化合物含量的仿真测定**

1.实验室安全

（1）回答实验室安全管理规范相关问题；

（2）在色谱实验室中，进行安全风险识别，指出安全隐患。

2.气相色谱定量分析

（1）准备试验和校准仪器：熟悉实验方案、仪器日常维护、标准样品准备。

（2）样品预制及标准样品配制：样品预制、标准样品配制。

（3）采样与分析、分析方法优化：样品采集、分析方法设置、分析方法优化。

（4）数据记录、数据处理与报告编写：原始数据记录、数据处理。

（5）结果识别与结果评判：结果判断、不正确结果原因分析。

3.气相色谱故障排查

（1）确认故障现象：观察仪器显示屏、指示灯、工作站等，分析故障出现的原因。

（2）故障排查：检查仪器各部件之间的连接情况，如电源、气源、进样口、柱子等是否连接良好，对进样口、检测器、待测样品、色谱柱进行故障排查操作。

（3）故障处理：选择仪器维修工具，如扳手、螺丝刀、钳子等，对气相色谱仪进行简单的维修和调整操作，如更换玻璃衬管、隔垫等。