全国职业院校技能大赛

ZZ035化学实验技术

（中职组）

赛题六

**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**

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** | 铁粒 |
| 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） |

1. **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：硫酸亚铁铵的制备过程，为什么采用水浴或蒸汽加热？在定量分析中,误差按照性质可分为哪几类？在采用紫外可见分光光度法进行产品纯度分析的过程中，参比为“以相同方式制备的不含铁（II）离子的空白溶液”，为什么？“完成 3 次平行实验”的目的是什么？

**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。