

2018 年全国职业院校技能大赛 高职组工业分析与检验赛项竞赛赛卷（赛题库） 实践考核及仿真考核赛卷

1、仿真考核试题

液相色谱与质谱联用仿真考核—虚拟样品的定性和定量测定

仿真软件：液相色谱与质谱联用仿真考核软件

仿真软件制作公司：北京东方仿真软件技术有限公司

2、实践考核试题

（1）化学分析操作方案

氧化还原法测定过氧化氢试样中过氧化氢的含量

（一）高锰酸钾标准滴定溶液的标定

1.操作步骤

用减量法准确称取 2.0g，精确至 0.0002g，于 105～110℃烘至恒重的基准草酸钠（不得用去皮的方法，否则称量为零分）于 100mL 小烧杯中，用 50mL 硫酸溶液（1+9）溶解，定量转移至 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管准确量取 25.00mL 上述溶液放入锥形瓶中，加 75mL 硫酸溶液（1+9），用配制好的高锰酸钾滴定，近终点时加热至 65℃，继续滴定到溶液呈粉红色保持 30s。

平行测定 4 次，同时作空白试验。

2.计算公式

$$c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) = \frac{m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \times \frac{25.00}{250.0} \times 1000}{[V(\text{KMnO}_4) - V_0] \times M\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4\right)}$$

式中:

$c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4)$ — $\frac{1}{5} \text{KMnO}_4$ 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

$V(\text{KMnO}_4)$ — 滴定时消耗 KMnO_4 标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 — 空白试验滴定时消耗 KMnO_4 标准滴定溶液的体积, mL;

$m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ — 基准物 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的质量, g ;

$M(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ — $\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 摩尔质量, 67.00g/mol。

(二) 过氧化氢含量的测定

1. 操作步骤

用减量法准确称取 x g 双氧水试样, 精确至 0.0002g, 置于已加有 100 mL 硫酸溶液 (1+15) 的锥形瓶中, 用 KMnO_4 标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = 0.1 \text{mol/L}$] 滴定至溶液呈浅粉色, 保持 30s 不褪即为终点。

平行测定 3 次, 同时作空白试验。

2. 计算公式

$$w(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) \times [V(\text{KMnO}_4) - V_0] \times M(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}_2) \times 1000}{m(\text{样品}) \times 1000}$$

式中:

$w(\text{H}_2\text{O}_2)$ — 过氧化氢的质量分数, g/kg;

$c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4)$ — $\frac{1}{5} \text{KMnO}_4$ 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

$V(\text{KMnO}_4)$ — 滴定时消耗 KMnO_4 标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 — 空白试验滴定时消耗 KMnO_4 标准滴定溶液的体积, mL;

$m(\text{样品})$ — H_2O_2 试样的质量, g;

$M(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}_2)$ — $\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}_2$ 的摩尔质量, 17.01g/mol。

注: 1. 所有原始数据必须请裁判复查确认后才有效, 否则考核成绩为零分。

2. 所有容量瓶稀释至刻度后必须请裁判复查确认后才可进行摇匀。

3.记录原始数据时，不允许在报告单上计算，待所有的操作完毕后才允许计算。

4.滴定消耗溶液体积若 $>50\text{mL}$ ，以 50mL 计算。

(2) 仪器分析操作方案

仪器分析操作考题

紫外-可见分光光度法测定未知物

(一) 仪器

1.紫外可见分光光度计(UV-1800PC-DS2); 配 1cm 石英比色皿 2 个(比色皿可以自带);

2.容量瓶: 100mL 15 个;

3.吸量管: 10mL 5 支;

4.烧杯: 100mL 5 个;

(二) 试剂

1.标准溶液: 任选四种标准试剂溶液(水杨酸、1,10-菲啰啉、磺基水杨酸、苯甲酸、维生素 C、山梨酸、硝酸盐氮、糖精钠)

2.未知液: 四种标准溶液中的任何一种。

(三) 操作步骤

1.吸收池配套性检查

石英吸收池在 220nm 装蒸馏水, 以一个吸收池为参比, 调节 τ 为 100% , 测定其余吸收池的透射比, 其偏差应小于 0.5% , 可配成一套使用, 记录其余比色皿的吸光度值。

2.未知物的定性分析

将四种标准试剂溶液和未知液配制成约为一定浓度的溶液。以蒸馏水为参比, 于波长 $200\sim 350\text{nm}$ 范围内测定溶液吸光度, 并作吸收曲线。根据吸收曲线的形状确定未知物, 并从曲线上确定最大吸收波长作为定量测定时的测量波长, $190\sim 210\text{nm}$ 处的波长不能选择为最大吸收波长。

3.标准工作曲线绘制

分别准确移取一定体积的标准溶液于所选用的 100mL 容量瓶中，以蒸馏水稀释至刻线，摇匀（绘制标准曲线必须是七个点，七个点分布要合理）。根据未知液吸收曲线上最大吸收波长，以蒸馏水为参比，测定吸光度。然后以浓度为横坐标，以相应的吸光度为纵坐标绘制标准工作曲线。

4.未知物的定量分析

确定未知液的稀释倍数，并配制待测溶液于所选用的 100mL 容量瓶中，以蒸馏水稀释至刻线，摇匀。根据未知液吸收曲线上最大吸收波长，以蒸馏水为参比，测定吸光度。根据待测溶液的吸光度，确定未知样品的浓度。未知样品平行测定 3 次。

（四）结果处理

根据未知样品溶液的稀释倍数，求出未知物的含量。

计算公式： $C_0 = C_x \times n$

C_0 ——原始未知溶液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

C_x ——查出的未知溶液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

n ——未知溶液的稀释倍数。