

四川省职业院校技能大赛

SCZZ2024035 化学实验技术赛项

(中职组)

样题

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 EDTA 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 EDTA 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 210 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，自带）
	滴定管（50mL，聚四氟乙烯塞，自带）
	单标线吸量管（5mL、10mL、25mL，自带）
	锥形瓶（250mL，自带）
	量筒（5mL、10mL、25mL、100mL，自带）
	烧杯（100mL，自带）
	实验室常见其他玻璃仪器（选带）
试剂和溶液	基准试剂氧化锌
	盐酸
	氨水溶液
	EDTA 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 EDTA 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。记为锌标准溶液。

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 EDTA 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。

(2) 样品分析

根据提供的浓度范围，准确移取一定体积（或准确称取一定质量）的镍样品溶液，加入适量蒸馏水，加入一定体积氨-氯化铵缓冲溶液及 0.2 g 紫脲酸铵指示剂，用 EDTA 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) EDTA 标准滴定溶液的浓度计算

使用以下公式计算 EDTA 标准滴定溶液的浓度 $c(\text{EDTA})$ ，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。

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m \times \left(\frac{V_1}{V}\right) \times 1000}{(V_2 - V_3) \times M}$$

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）；

V_1 ——移取的氧化锌溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——氧化锌消耗的 EDTA 溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——空白试验消耗的 EDTA 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/mol） [$M(\text{ZnO})=81.408$]。

(2) 镍含量计算

按下式计算出样品溶液中镍的含量，计为浓度 ρ ，数值以 g/L（或 g/Kg）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。

$$\rho = \frac{c \times V \times M}{S \times 1000} \times 1000$$

式中：

c ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔/升（mol/L）；

V ——样品所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升（mL）；

S ——移取的样品体积，单位为毫升（mL）；或称取的样品质量，单位为克（g）；

M ——镍的原子质量，单位为克/摩尔（g/mol） [$M(\text{Ni})=58.69 \text{ g/mol}$]。

(3) 精密度分析

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：

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

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) 撰写报告

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。

模块二：样品中金属铁含量的测定

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，有色配合物在最大吸收波长处测量的吸光度符合朗伯比尔定律(Lambert-Beer)。

四、目标

1. 配制指定的实验试剂溶液
2. 测定样品中铁的浓度
3. 完成实验报告

完成工作的总时间是 **210 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	紫外-可见分光光度计，配备 1cm 石英或玻璃比色皿 2 个（选带）
玻璃器皿	容量瓶（100mL、250mL，自带）
	分刻度吸量管（10mL，自带）
	量筒（5mL、10mL、25mL、100mL，自带）
	烧杯（100mL，自带）
	实验室常见其他玻璃仪器（选带）
试剂和溶液	抗坏血酸溶液
	1,10-菲啰啉溶液
	铁样品溶液
	其他试剂和溶液以现场提供为准
	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）工作曲线绘制

① 配制铁（III）离子标准溶液系列：用吸量管准确移取不同体积的铁标准溶液（工作曲线绘制专用）至一组容量瓶中，配制不同浓度的铁（III）离子标准

系列溶液。

② 溶液显色：向上述标准系列溶液中加入适量的抗坏血酸溶液，摇匀后加一定体积的乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 1,10- 菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置一定时间。制作工作曲线的每个容量瓶中溶液采用此处理方式。

③ 测定最大吸收波长：以相同方式制备不含铁（Ⅲ）离子的溶液为空白溶液，任取一份已显色的铁（Ⅲ）离子标准系列溶液转移到比色皿中，选择相应波长范围进行测量，给出最大吸光度值的波长。

④ 绘制工作曲线：在最大吸收波长处，测定各铁（Ⅲ）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工作曲线。

（2）样品分析

确定样品溶液的稀释倍数，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相同溶液显色和测定方法，在最大吸收波长处进行吸光度测定。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的浓度，求出样品中的铁含量。

4. 结果处理、分析和报告

（1）铁含量计算

按下式计算出样品溶液中铁的含量，计为质量浓度 $\rho(\text{Fe})$ ，数值以 mg/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。

$$\rho(\text{Fe}) = \rho_x \times n$$

式中：

$\rho(\text{Fe})$ ——试样中铁的浓度， mg/L ；

ρ_x ——从工作曲线查得的待测溶液中铁浓度， mg/L ；

n ——试样溶液的稀释倍数。

（2）精密度分析

对样品溶液中铁含量测定结果的精密度进行分析，以相对极差 $A(\%)$ 表示，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。

(3) 撰写报告

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。