# 附件：竞赛样题

## A模块样题：样品中金属组分（钴或镍）含量的测定

* 健康和安全

请描述本模块设计的健康和安全问题及预防措施

* 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

* 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金属组分（钴或镍）进行定量测定。

* 目标
* 配制指定的实验试剂溶液
* 标定乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液
* 测定样品中的金属组分（钴或镍）含量
* 完成报告

**完成工作的总时间是210分钟。**

* 仪器设备、试剂和解决方案

1.仪器设备、试剂清单

|  |  |
| --- | --- |
| **主要设备** | 分析天平（精度0.0001mg） |
| **玻璃器皿** | 容量瓶（250mL，4只） |
| 滴定管（500mL，聚四氟乙烯塞，4只） |
| 单标线吸量管（5 mL,10 mL,25 mL,各1只） |
| 锥形瓶（250 mL，8只） |
| 量筒（5 mL,10 mL,25 mL,100 mL，各1只） |
| 烧杯（100mL，6只） |
| 实验室常见其他玻璃器皿 |
| **试剂和溶液** | 基准试剂氧化锌 |
| 盐酸溶液 |
| 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 |
| 氨水溶液 |
| 氨-氯化铵缓冲溶液 |
| 铬黑T指示剂 |
| 含金属组分（钴或镍）溶液样品 |
| 紫脲酸铵指示剂 |
| 去离子水 |

2.溶液准备

按赛题要求配制指定的实验试剂溶液。

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。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*p*H值调为适当后，加入适量的氨-氯化铵缓冲溶液及铬黑T指示剂，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。

$$c \left(EDTA\right)=\frac{m×(\frac{V\_{1}}{V})×1000}{(V\_{2}-V\_{3})×M}$$

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）；

*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）含金属组分的溶液样品分析**

钴溶液样品分析：准确移取一定体积钴溶液样品，加入适量蒸馏水，调溶液pH为适当后，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定，临近终点前，加一定体积氨-氯化铵缓冲溶液和紫脲酸铵指示剂，继续滴定至溶液呈紫红色。

平行测定3次。允许预滴定一次。

镍溶液样品分析：准确称取一定质量的镍溶液样品，加入适量蒸馏水，再加入一定体积的氨-氯化铵缓冲溶液和紫脲酸铵指示剂，然后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）金属组分含量计算**

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。

$$ρ =\frac{cV×M}{S×1000}×1000$$

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* ——移取试样的体积，单位为毫升（mL）； 或者是称取的样品质量，单位为克（g）;

*M* ——金属元素的原子质量，单位为克/摩尔（g/mol） [M(Co)=58.93，M(Ni)=58.69]。

**（2）误差分析**

对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：

$$A=\frac{(X\_{1}-X\_{2})}{\overbar{X}}\*100$$

式中：

*X1* ——平行测定的最大值；

*X2* ——平行测定的最小值；

$\overbar{X}$ ——平行测定的平均值。

**（3）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；实验过程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。

## B模块样题：样品中铁含量的测定

* 健康和安全

请描述本模块设计的健康和安全问题及预防措施

* 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

* 基本原理

该方法基于特定*p*H条件下，不同价态的铁离子可以与特定显色剂（1,10-菲啰啉或磺基水杨酸）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)。

* 目标
* 配制指定的实验试剂溶液
* 测定样品中铁的浓度（mg/ L）
* 完成报告

**完成工作的总时间是190分钟。**

* 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） |
| **玻璃器皿** | 容量瓶（100mL,14只；250 mL,1只） |
| 分刻度吸量管（10 mL,1只） |
| 量筒（5 mL、10 mL、25 mL、100 mL，各1只） |
| 烧杯（100 mL，6只） |
| 实验室常见其他玻璃器皿 |
| **试剂和溶液** | 冰醋酸（冰乙酸） |
| 三水合乙酸钠（乙酸钠） |
| 抗坏血酸溶液 |
| 氨水溶液 |
| 氯化铵 |
| 1,10-菲啰啉溶液 |
| 磺基水杨酸溶液 |
| 铁（III）离子标准储备溶液 |
| 铁样品溶液 |
| 去离子水 |

2.溶液准备

按赛题要求配制指定的实验试剂溶液。

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1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（两种方法）：

* 1,10-菲啰啉分光光度法：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均采用此处理方式。
* 磺基水杨酸分光光度法：向上述标准系列溶液中加入一定体积的磺基水杨酸溶液和氨-氯化铵缓冲溶液，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均采用此处理方式。

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绘制标准曲线：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标准曲线。

**（2）样品分析**

确定试样溶液的稀释倍数，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，求出试样中的铁含量。

4.结果处理、分析和报告

**（1）试样中铁含量计算**

按下式计算出试样中铁含量，以质量浓度*ρ(Fe)*计，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。

$$ρ \left(Fe\right)=ρ\_{x}×n$$

式中：

*ρ(Fe)* ——试样中铁的浓度，mg/L；

*ρx* ——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）误差分析**

对试样中铁含量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：

$$A=\frac{(X\_{1}-X\_{2})}{\overbar{X}}×100$$

式中：

*X1* ——平行测定的最大值；

*X2* ——平行测定的最小值；

$\overbar{X}$——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；实验过程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。