**模块一**：水样中金属镍含量的测定

* **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。

* **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镍进行定量测定。

* **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。**

* **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)=81.38]。

（2）样品分析

根据提供的浓度范围，准确称取一定质量的镍溶液样品，加入适量蒸馏水，加一定体积氨-氯化铵缓冲溶液及0.2g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——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(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：

X1—平行测定的最大值；

X2—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：**样品铁溶液浓度测定

* **健康和安全**

请分析本模块是否涉及健康和安全问题，如有，请写出相应预防措施。

* **环境保护**

请描述本模块可能产生的环保隐患，并写出所需采取的预防措施。

* **基本原理**

样品铁溶液浓度测定可采用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，计算样品溶液中二价铁离子的浓度。

* **目标**
* 准备实验方案所需的溶液
* 测定样品溶液中铁的浓度
* 完成报告

**完成工作的总时间是180分钟**

* **实验操作的仪器设备、试剂**

**1．仪器设备、试剂清单**

|  |  |
| --- | --- |
| **主要设备** | 紫外-可见分光光度计 |
| **玻璃器皿** | 烧杯（100mL、500mL） |
| 量筒（10mL、25mL、100mL） |
| 分刻度吸量管（2mL、5mL、10mL） |
| 容量瓶（100mL、250mL） |
| 实验室常见其他玻璃仪器 |
| **药品试剂** | 硫酸溶液 |
| 氨基乙酸溶液 |
| 氨三乙酸溶液 |
| 1,10-菲啰啉盐酸盐（盐酸邻菲啰啉）溶液 |
| 铁（II）离子储备溶液 |
| 样品铁（II）溶液 |
| [去离子水](javascript:void(null);) |

* **解决方案**

**1.溶液准备**

**（1）铁（II）离子标准溶液准备**

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，用去离子水稀释至刻度，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.样品浓度分析**

**（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，用去离子水稀释至刻度，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）****样品浓度分析**

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。

样品浓度分析平行测定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，计算得出样品浓度。

**3.结果处理、分析和报告**

**（1）样品浓度**

根据未知样品溶液的稀释倍数，求出其原始浓度。

计算公式：

式中：

——原始未知溶液浓度，μg/mL；

——查出的未知溶液浓度，μg/mL；

——未知溶液的稀释倍数。

**（2）误差分析**

对样品浓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。

**（3）撰写报告**

①请完成一份工作报告。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，数据记录和处理，结果评价和问题分析等。

②思考题（样例）：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？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？