附件1

**第十届****全国石油和化工行业职工职业技能竞赛**

**“化学检验员”赛项公布内容**

分光光度法测定未知试样中铁含量

注意事项：1.分析可能用到酸碱等腐蚀性试剂，操作时注意安全。

 2.竞赛时间210min，到时收卷。

 3.每位选手给的未知铁试样溶液(1)体积150mL，不补液。

 4.仪器中1～4项请选手自带。

 5.本文规定附体积校正值的玻璃计量器具按实际值使用。

**一、仪器(每位选手必用)**

1、滴定管，50mL，最小分度0.10mL，1支；附有体积校正曲线或校正数表，1支；

2、单标线吸量管，1 mL、2 mL、25mL 各1支；附体积校正值；

3、分度吸量管，10mL，1支；

4、容量瓶，100mL、500mL各1只和250mL，2只，附体积校正值；

50mL，11只；

5、锥形瓶，250mL，3只；

6、烧杯，100mL，2只；250mL、500mL各1只；

7、量筒，10mL、25mL、100mL各1只；

8、量杯，5mL，1只；

9、玻璃棒、滴管，各2支；

10、洗瓶，1只；

11、洗耳球，1只；

12、分光光度计，型号TU-1900，附吸收池1cm、2cm；

13、分析天平，精度0.1mg；

14、加热用电炉，500 W；

15、标准滴定溶液温度测定装置[150mL锥形瓶1只，温度计(0到50oC)一支，不同温度下标准滴定溶液的体积的补正值表]。

**二、试剂和药品(除另有说明外所用试剂均为AR级、水为实验室三级)**

1、铁粉，标准物质；

2、K2Cr2O7，基准试剂，120±2℃烘干2h至恒重；

3、未知铁试样溶液(1)*c*≈0.05mol/L；

4、未知铁试样溶液(2)*ρ*≈50～80μg/mL；

5、钨酸钠指示液，*ρ*=0.25g/mL；

6、氯化亚锡溶液，*ρ*=100g/L；

7、三氯化钛溶液，*ρ*=15g/L；

8、稀重铬酸钾溶液，*ρ*=0.5g/L；

9、硫磷混酸，边搅拌边将200 mL磷酸（*ρ*=1.70 g/mL）注入约500mL水中，再加300mL硫酸（*ρ*=1.84 g/mL），混匀，流水冷却；

10、二苯胺磺酸钠指示液，*ρ*=2g/L。将0.2 g二苯胺磺酸钠（C5H5NHC6H4SO3Na）溶于少量水中，然后稀释至100 mL。将该溶液贮存于棕色玻璃瓶中；

11、抗坏血酸溶液，*ρ*=100g/L；

12、HAc-NaAc缓冲溶液，25℃时pH=4.5。称取164g无水乙酸钠用500mL水溶解，加240mL冰乙酸，用水稀释至1000mL；

13、1,10-邻菲啰啉溶液，*ρ*=1g/L。用水溶解1g 1,10-邻菲啰啉一水合物（C12H8N2·H2O），并稀释至1000mL，避光保存；

14、浓盐酸；

15、盐酸溶液，1+1（相当于180g/L）；

16、氨水溶液，1+2；

17、定性滤纸；

18、擦镜纸；

19、pH试纸。

**已知铁原子相对摩尔质量为：55.85g/mol**；

**已知1/6K2Cr2O7的基本单元的相对摩尔质量为：49.031g/mol。**

**三、操作步骤(供参考)**

**1.氧化还原滴定法测量未知铁试样溶液(1)浓度**

(1)配制重铬酸钾标准滴定溶液。称取适量的己在120OC±2 OC的电烘箱中干燥至恒量的基准试剂重铬酸钾，溶于水，移入250mL容量瓶中，用水定容並摇匀。

计算重铬酸钾标准滴定溶液的浓度按（1）式计算：



(2)测定：移取未知铁试样溶液(1)25mL于250mL锥形瓶中，加12mL盐酸，加热至沸，趁热滴加氯化亚锡溶液还原三价铁，并不时摇动锥形瓶中溶液，直到溶液保持淡黄色，加水约100mL，然后加钨酸钠指示液10滴，用三氯化钛溶液还原至溶液呈蓝色，再滴加稀重铬酸钾溶液至钨蓝色刚好消失。冷却至室温，立即加30mL硫磷混酸和15滴二苯胺磺酸钠指示液，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液刚呈紫色时为终点，记录重铬酸钾标准滴定溶液消耗的体积mL数。同时进行二平行测定和空白试验。

(3)空白试验：移取未知铁试样溶液(1) 1mL于250mL锥形瓶中，以下其他步骤按上述（2）进行测定。

空白试验消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积按（2）式计算：



(4)未知铁试样溶液(1)中铁的物质量浓度按（3）式计算：

 (5)计算被测未知铁试样溶液(1)中铁的物质量浓度和平行测定极差相对值。

**2.分光光度法测定未知铁试样(2)中铁含量**

 (1)工作曲线制作。

①将上述测定的未知铁试样溶液(1)配制成适合于分光光度法对未知铁试样(2)中铁含量测定的工作曲线使用的铁标准溶液，控制pH≈2。

②色阶溶液配制：用分刻度吸量管分取工作曲线使用的铁标准溶液不同的体积于7个50mL容量瓶中，配制成分光光度法测定未知铁试样溶液(2)中铁含量的标准系列溶液。

③显色：制作工作曲线的每个容量瓶中溶液按以下规定同时同样处理：加2mL抗坏血酸溶液，摇匀后加20mL缓冲溶液和10mL 1，10-菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置不少于15min。

④测定：以不加铁标准溶液的一份为参比,在510nm波长处进行吸光度测定。

⑤绘制工作曲线，计算工作曲线的相关系数γ。（可用计算机软件制作并打印）

(2)未知铁试样溶液(2)中铁含量的测定。

①显色与测定：取一定量的未知铁试样溶液(2)三份，另取同样体积的试剂空白溶液一份，分别于四只50mL容量瓶中，加2mL抗坏血酸溶液，摇匀后加20mL缓冲溶液和10mL 1，10-菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置不少于15min后，在510nm波长处进行吸光度测定。

②由测得吸光度从工作曲线查得未知铁试样溶液(2)中铁含量，以μg/mL表示。同时计算平行测定的极差的相对值。

附件2

**化学检验员赛项参赛队住宿安排回执**

|  |  |
| --- | --- |
| 单位名称 |  |
| 单位税号 |  |
| 住宿宾馆 |  |
| 住宿房型 | 单人间（ ）间 标准间（ ）间 |
| 住宿时间 | 入住日期10月（ ）日，退房日期11月（ ）日 |
| 来程时间及车次 |  |
| 返程时间及车次 |  |
| 联 系 人 |  |
| 联系电话 |  |
| 是否需要接站 |  |

注：滕州宾馆价格为300元/间,滕州尚贤宾馆价格为220元/间。每个参赛队最多报3个房间。请于10月15日前发送至会务组邮箱zghgds@126.com并与会务组联系人戴雪15863213422短信确认。