四川技能大赛

首届化学检验员技能大赛

技术方案



四川理工技师学院

二零二零年七月

一、大赛名称

四川技能大赛—首届化学检验员技能大赛

二、大赛目的

为贯彻落实《四川省技能人才队伍建设“十三五”规划》、《关于加强技能人才队伍建设大力培养高素质产业大军的意见》和《“天府工匠”培养工程实施方案》文件精神，明确以习近平新时代中国特色社会主义思想为指导，全面贯彻党的十九大和十九届三中、四中全会精神，深入实施人才强国战略、创新驱动发展战略和就业优先战略，认真落实省委、省政府决策部署，围绕“5+1”现代工业、“10+3”现代农业以及“4+6”现代服务业发展需要，对接世界技能大赛标准，推动我省高技能人才队伍建设，充分发挥培养和选拔高技能人才的示范引领作用，大力营造技能成才的良好社会氛围，根据人力资源社会保障厅《关于组织开展四川技能大赛—2020年全省职业技能大赛活动的通知》有关要求，决定举办“四川技能大赛—首届化学检验员技能大赛”（以下简称大赛）。

三、大赛内容、形式和成绩计算

（一）大赛内容

本次大赛内容包含理论知识和现场实际操作两部分。

（二）参赛对象

从事分析检测工作的企业和职业学校（含技工院校）的在职人员。

（三）报名条件

1.思想品德优秀；

2.具备较高的分析检测技能水平；

3.学习能力较强，身体素质好；

4.具备较好的心理素质和较强的应变能力。

（四）大赛形式

本次大赛为个人赛，分初赛和决赛两个阶段。

1.初赛

由各市（州）经信局及省化工行业协会组织实施。

2.决赛

在四川理工技师学院集中竞赛。

（五）成绩计算（初赛成绩不计入决赛成绩）

理论知识竞赛满分为100分，按20%的比例折算计入大赛总成绩。赛题均为客观题，采用机考方式实现。

现场实际操作竞赛满分为100分，按80%的比例折算计入大赛总成绩。

折算后的理论知识竞赛成绩与现场实际操作竞赛成绩相加得出参赛选手大赛总成绩，满分为100分。

四、大赛命题原则

按照化学检验员国家职业标准（国家职业资格标准三级/高级工）要求，重点考察参赛选手从事分析检测的基本技能如称量、溶液配制、滴定、仪器操作规范，职业习惯和工匠精神。

五、大赛范围、赛题类型和其他

（一）理论知识竞赛

1.理论试题内容分布

理论试题内容分布比例表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 项目 | 序号 | 知识点 | 比例/% |
| 理论 | 1 | 职业道德 | 1 |
| 2 | 化验室基础知识 | 14 |
| 3 | 化验室管理与质量控制 | 10 |
| 4 | 滴定分析基础知识 | 9 |
| 5 | 酸碱滴定知识 | 9 |
| 6 | 氧化还原滴定知识 | 9 |
| 7 | 配位滴定知识 | 8 |
| 8 | 沉淀滴定知识 | 3 |
| 9 | 分子吸收光谱法知识 | 7 |
| 10 | 原子吸收光谱法知识 | 6 |
| 11 | 电化学分析法知识 | 6 |
| 12 | 色谱法知识 | 8 |
| 13 | 工业分析知识 | 4 |
| 14 | 有机分析知识 | 3 |
| 15 | 环境保护基础知识 | 3 |
| 合计 | | 100 |

2.赛题类型

赛题分为三种类型：单项选择题、多项选择题和判断题。

3.竞赛时间

理论竞赛时间为1小时。

4.命题方式

采用理论题库教材命题。

理论题库教材为化学工业职业技能鉴定指导中心组织编写的《化学检验工高级工》。本次赛事按照单选题40%，多选题30%，判断题30%从中随机选100道理论试题，组成理论考试试卷。临赛前，通过机选生成3套理论试题，在大赛领队会议上，通过抽签确定1套理论试题作为本次竞赛理论考题。

5.考试方式

采用计算机考试。

（二）现场实际操作竞赛

通过现场测定未知试样中铁含量实际操作竞赛，比赛时长为210分钟，以考核化学分析和仪器分析技能为主，包括实验室组织与管理和“HSE”安全文明生产。现场实际操作考核样题见附件5-1和5-2。（正式比赛内容及要求以竞赛当日公布的赛题为准。正式赛卷的格式与公布的样题格式会做适当的调整，经技术专家的一致同意后，可更改样题内容的30%。）

六、大赛场地与设施

（一）大赛场地

1.赛场设理论知识考场、现场实际操作考场。

2.理论知识考场共计2间，机位数120台。

3.现场实际操作考场3个，每间容纳赛位11个；天平称量室2个，每间容纳赛位20个。每个赛位1个选手，每个竞赛考场备用一个赛位。

（二）大赛设施

1.现场实际操作所需仪器、试剂与耗材

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 分类 | 序号 | 技术平台项目 |
| 仪器器材 | 1 | 紫外-可见分光光度计（UV-1800-PC-DS2 上海美谱达仪器有限公司） |
| 2 | 分析天平，精度0.1mg（梅特勒-托利多） |
| 3 | 玻璃量器（容量瓶100mL 12个、250mL 1个、500mL 1个） |
| 4 | 玻璃量器（滴定管50mL，聚四氟）**自带**（附校正值：校正曲线和温度补正值表） |
| 5 | 玻璃量器（吸量管10mL、移液管1 mL、2mL、25mL）**自带** |
| 6 | 烧杯（100mL 5个、500mL 1个） |
| 7 | 锥形瓶（300mL 3个） |
| 8 | 量筒（杯）（100mL、25mL、10mL、5mL各1只） |
| 9 | 实验室常见其他器材：滴定台1个，干燥器100mm 1个，称量瓶30×60 1个，洗耳球 中号 1个，表面皿 50mm 1个，玻璃棒 100mm 3根，胶头滴管 100mm 2支，温度计 100℃1支 ，洗瓶 500mL 1个 |
| 10 | 清洁整理用品：塑料收纳筐 3号 1个，反应物废液缸 1个，产物废液缸1个，废渣缸1个，反应物废液桶、产物废液桶、废渣桶实验室各一个，小方巾 1块，抹布 1条 |
| 药品试剂  耗材 | 11 | 未知铁试样溶液（I） |
| 12 | 基准试剂重铬酸钾 |
| 13 | 盐酸（1+1） |
| 14 | 氯化亚锡溶液：10% |
| 15 | 钨酸钠指示剂：25% |
| 16 | 三氯化钛溶液：2% |
| 17 | 硫磷混酸：浓硫酸：浓磷酸：水=2：3：5，V/V |
| 18 | 二苯胺磺酸钠指示液：0.2% |
| 19 | 未知铁试样溶液（II） |
| 20 | 抗坏血酸溶液：10 g/L |
| 21 | 缓冲溶液：pH 3.5 |
| 22 | 1,10-菲啰啉溶液：1g/L |
| 23 | 纸张：标签纸 普通 2张，pH试纸（带比色卡） 1本，擦镜纸 1本，吸水纸若干 |
| 文具 | 24 | 笔：黑色中性笔 1支，黑色记号笔 1支， |
| 25 | 计算草稿纸，A4 2张 |
| 26 | 普通计算器（不带工程计算功能） 1个 |

注：自带玻璃仪器与耗材数量规格与上述清单一致。

2.防护用品清单

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 类别 | 名称 | 数量 | 备注 |
| 1 | 防护用品 | 工作服 | 1件 | （**自带**需无明显标识） |
| 2 | 护目镜 | 1副 |  |
| 3 | 一次性口罩 | 2个 |  |
| 4 | 洗涤用长臂手套 | 1双 |  |
| 5 | 纱布手套、粗布手套、丁腈手套 | 各1双 | 丁腈手套2双 |
| 8 | 护理箱 | 1个 | 每个实验室1个 |
| 9 | 洗眼器 | 1个 | 每个实验室1个 |

注：参赛选手必须正确穿戴由主办方提供的防护装备。

七、大赛关键环节与时间安排

## （一）关键环节

参赛选手报到→参赛选手赛前熟悉场地、领队会→理论知识竞赛→开幕式→现场实际操作竞赛→成绩评定→闭幕式（大赛技术点评、颁奖等）。

（二）大赛流程

参赛选手、裁判、工作人员准时进入比赛场地，严禁携带通讯、照相摄录设备。

领队会领队抽签确定参赛选手竞赛时间和竞赛项目时序→参赛选手和裁判检录确定赛位号→竞赛→成绩评定→解密→成绩公布。

（三）时间安排

决赛时间安排

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 日期 | 时间 | 工作内容 | 地点 | 携带证件 |
| 第  1  天 | 全天 | 裁判员，参赛队报到，发放裁判证，参赛证，安排住宿 | 金强华亨酒店 | 身份证  报名表 |
| 15:00～16:00 | 领队会议，现场实际操作考核顺序号抽签 | 行政楼二楼  一会议室 | 身份证  领队证 |
| 16:00～17:30 | 熟悉赛场 | 实训楼  一、二楼 | 身份证  参赛证 |
| 16:00～17:30 | 裁判培训 | 行政楼二楼  二会议室 | 身份证  裁判证 |
| 18:00～18:30 | 晚餐 | 学院食堂 | 就餐券 |
| 19:10～19:20 | 理论知识考核检录，加密 | 新实训楼四楼 | 身份证  参赛证 |
| 19:30～20:30 | 专业理论知识考核 | 新实训楼四楼 | 身份证  参赛证 |
| 第  2天 | 7:20～8:10 | 早餐 | 酒店 |  |
| 8:30～9:10 | 开幕式 | 多功能厅 |  |
| 9:15～9:45 | 裁判检录、选手检录 | 实验楼212 | 身份证  参赛证  裁判证 |
| 9:50～13:20 | 现场实际操作考核  （1-30号选手） | 实验楼  一楼、二楼 | 身份证  参赛证 |
| 11:30～13:50 | 午餐 | 学院食堂 | 就餐券 |
| 14:00～14:30 | 裁判检录、选手检录 | 实验楼212 | 身份证  参赛证  裁判证 |
| 14:40～18:10 | 现场实际操作考核  （31-60号选手） | 实验楼  一楼、二楼 | 身份证  参赛证 |
| 17:30～18:50 | 晚餐 | 学院食堂 | 就餐券 |
| 19:30～22:30 | 裁判员阅卷 | 新实训楼四楼 | 裁判证 |
| 22:30～次日00:30 | 成绩公布 | 酒店一楼大厅 |  |
| 第  3  天 | 7:30～8:30 | 早餐 | 学院食堂 | 就餐券 |
| 9:30～10:10 | 颁奖典礼及闭幕式 | 多功能厅 |  |
| 11:30～12:30 | 午餐 | 学院食堂 | 就餐券 |
| 13:00～ | 返程 | | |

# 八、大赛评分细则及技术规范

## （一）评分标准制定原则

依据《化学检验员》国家职业标准设定评分细则，按照大赛专家组制定的考核标准进行评分，全面评价参赛选手职业能力的要求，本着“科学严谨、公正公平、可操作性强、突出工匠精神”的原则制定评分标准。

## （二）评分方法

1.基本评定方法

（1）专家组在坚持“公平、公正、公开、科学、规范”的原则上，按照制订的评分细则进行评分。

（2）现场评分

评判组在比赛过程中对参赛选手的答题情况及现场实际操作情况进行现场评分。

（3）成绩

比赛结束后，评判组根据各参赛选手提交的比赛结果进行评分，确定最终比赛成绩，经评判组审核后由具体负责人签字确认。

2.相同成绩处理

（1）总成绩相同时，以现场实际操作总成绩得分高的名次在前；

（2）总成绩和现场实际操作比赛总成绩相同时，以完成工作任务所用时间少的名次在前，用时少得分高的名次在前。

（三）评分细则

**铁试样溶液（I）中铁的含量**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **作业**  **项目** | **考核内容** | **操作要求** | | **考核**  **记录** | **配分** | **扣分** | **得分** | **签字** |
| 一 | 工作场地组织与管理  （8分） | HSE  （4分） | HSE内容描述正确 | |  | 1 |  |  |  |
| 正确穿戴实验服 | |  | 1 |  |  |
| 正确使用护目镜、口罩 | |  | 1 |  |  |
| 正确使用手套 | |  | 1 |  |  |
| 工作场地设备管理 （4分） | 工作过程中有无试剂洒出 | |  | 1 |  |  |  |
| 实验仪器与设备是否贴标签 | |  | 1 |  |  |
| 有无仪器设备损坏 | |  | 1 |  |  |
| 工作场地随时清理、整洁有序 | |  | 1 |  |  |
| 二 | 实验  技能  (17分) | 玻璃仪  器使用  （4分） | 正确使用滴定管 | |  | 1 |  |  |  |
| 正确使用移液管 | |  | 1 |  |  |
| 正确使用容量瓶 | |  | 1 |  |  |
| 是否正确清洗玻璃仪器 | |  | 1 |  |  |
| 称量操作  （5分） | 是否正确使用天平 | |  | 1 |  |  |  |
| 称量方法是否正确 | |  | 1 |  |  |
| 称量质量是否在范围内 | |  | 2 |  |  |
| 是否记录天平使用情况 | |  | 1 |  |  |
| 配制溶液  （2分） | 定容方式是否正确 | |  | 1 |  |  |  |
| 溶液转移操作是否规范 | |  | 1 |  |  |
| 实验过程  （6分） | 铁标准溶液配制是否正确 | |  | 1 |  |  |  |
| 滴定操作过程是否规范 | |  | 1 |  |  |
| 滴定管读数值是否正确 | |  | 2 |  |  |
| 终点判断是否准确 | |  | 2 |  |  |
| 三 | 实验  结果  (50分) | 样品中铁的含量测定精密度（20分） | |相对极差|≤0.10％ | |  | 扣0分 |  |  |  |
| 0.10％<|相对极差|≤0.20％ | |  | 扣5分 |  |  |
| 0.20％<|相对极差|≤0.30％ | |  | 扣10分 |  |  |
| 0.30％<|相对极差|≤0.40％ | |  | 扣15分 |  |  |
| |相对极差|＞0.40％ | |  | 扣20分 |  |  |
| 样品中铁的含量测定准确度（30分） | |相对误差|≤0.10％ | |  | 扣0分 |  |  |  |
| 0.10％<|相对误差|≤0.20％ | |  | 扣6分 |  |  |
| 0.20％<|相对误差|≤0.30％ | |  | 扣12分 |  |  |
| 0.30％<|相对误差|≤0.40％ | |  | 扣18分 |  |  |
| 0.40％<|相对误差|≤0.50％ | |  | 扣24分 |  |  |
| |相对误差|>0.50％ | |  | 扣30分 |  |  |
| 四 | 实验  报告(20分） | 报告内容（16分） | HSE描述  （4分） | 药品、试剂描述是否正确 |  | 2 |  |  |  |
| 环境保护描述是否正确 |  | 2 |  |  |
| **上述项每错一次扣1分，扣完为止** | | | | | |
| 实验过程数据记录及结果计算  （10分） | 重铬酸钾标准滴定溶液称量过程数据是否完整 |  | 2 |  |  |  |
| 样品测定过程数据是否完整 |  | 2 |  |  |
| 计算重铬酸钾标准滴定溶液浓度结果是否正确 |  | 2 |  |  |  |
| 计算样品中铁的含量精密度数据是否正确 |  | 2 |  |  |
| 计算样品中铁的含量准确度数据是否正确 |  | 2 |  |  |
| **上述各项每错一次扣1分，扣完为止** | | | | | |
| 结论  （2分） | 是否有样品组分含量表述 |  | 1 |  |  |  |
| 是否有样品测定重现性表述 |  | 1 |  |  |
| 报告表达  （4分） | 有效数字  （2分） | 有效数字保留是否正确 |  | 2 |  |  |  |
| **每错1处扣1分，扣完为止** | | | | | |
| 记录规范  （2分） | 是否使用给定计量单位 |  | 1 |  |  |  |
| 记录是否有涂改现象 |  | 1 |  |  |
| **各项每错1处扣1分，扣完为止** | | | | | |
| 五 | 结束实验管理  （5分） | 整理实验台  （3分） | 玻璃仪器是否清洗 | |  | 1 |  |  |  |
| 仪器、设备是否恢复原状 | |  | 1 |  |  |
| 实验台面是否清洁 | |  | 1 |  |  |
| 环境保护  （2分） | 废液、废固、废弃物是否正确处置 | |  | 2 |  |  |  |
| 合计 | |  | | | | | | | |

第一裁判： \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 第二裁判： \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

总裁判长： \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

年 月 日

**铁试样溶液（**Ⅱ**）中铁的含量**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **作业**  **项目** | **考核内容** | **操作要求** | | **考核**  **记录** | **配分** | **扣分** | **得分** | **签字** |
| 一 | 工作场  地组织  与管理  (8分) | HSE  （4分） | HSE内容描述正确 | |  | 1 |  |  |  |
| 正确穿戴实验服 | |  | 1 |  |  |
| 正确使用手套 | |  | 1 |  |  |
| 正确使用护目镜、口罩 | |  | 1 |  |  |
| 工作场地设备管理 （4分） | 工作过程中有无试剂洒出 | |  | 1 |  |  |  |
| 是否正确贴置标签 | |  | 1 |  |  |
| 有无仪器、设备损坏 | |  | 1 |  |  |
| 工作台面是否整洁有序 | |  | 1 |  |  |
| 二 | 实验  技能  (15分) | 溶液配制  （1分） | 铁标准工作溶液配制是否正确 | |  | 1 |  |  |  |
| 玻璃仪器使用  （3分） | 计量仪器是否洗涤、试漏 | |  | 1 |  |  |  |
| 容量瓶使用是否正确 | |  | 1 |  |  |
| 移取管使用是否正确 | |  | 1 |  |  |
| 分光光度计操作  （5分） | 是否检查分光光度计预热情况 | |  | 1 |  |  |  |
| 是否进行比色皿校正或配对 | |  | 2 |  |  |
| 使用比色皿是否规范 | |  | 1 |  |  |
| 参比溶液选择是否正确 | |  | 1 |  |  |
| 实验过程  （6分） | 加入各种溶液的方式是否正确 | |  | 1 |  |  |  |
| 测吸光度前溶液是否放置15min以上 | |  | 1 |  |  |
| 是否测定溶液的最大吸收波长 | |  | 2 |  |  |
| 是否进行平行实验 | |  | 2 |  |  |
| 三 | 实验  结果  (55分) | 标准曲线  线性关系（18分） | r≥0.999995 | |  | 扣0分 |  |  |  |
| 0.999995＞r≥0.999990 | |  | 扣3分 |  |  |
| 0.999990＞r≥0.999950 | |  | 扣6分 |  |  |
| 0.999950＞r≥0.999900 | |  | 扣9分 |  |  |
| 0.999900＞r≥0.999500 | |  | 扣12分 |  |  |
| 0.999500＞r≥0.999000 | |  | 扣15分 |  |  |
| r＜0.999000 | |  | 扣18分 |  |  |
| 样品吸光度值（2分） | 不在标准曲线的线性范围内 | |  | 扣2分 |  |  |  |
| 铁含量  测定  （35分） | 铁的含量测定结果的重现性  （10分） | |相对极差|≤0.5％ |  | 扣0分 |  |  |  |
| 0.5％<|相对极差|≤1.0％ |  | 扣2分 |  |  |
| 1.0％<|相对极差|≤1.5％ |  | 扣4分 |  |  |
| 1.5％<|相对极差|≤2.0％ |  | 扣6分 |  |  |
| 2.0％<|相对极差|≤2.5％ |  | 扣8分 |  |  |
| |相对极差|＞2.5％ |  | 扣10分 |  |  |
| 铁的含量测定的准确度  （25分） | |相对误差|≤0.5％ |  | 扣0分 |  |  |  |
| 0.5％<|相对误差|≤1.0％ |  | 扣5分 |  |  |
| 1.0％<|相对误差|≤1.5％ |  | 扣10分 |  |  |
| 1.5％<|相对误差|≤2.0％ |  | 扣15分 |  |  |
| 2.0％<|相对误差|≤2.5％ |  | 扣20分 |  |  |
| |相对误差|＞2.5％ |  | 扣25分 |  |  |
| 四 | 实验  报告  (18分) | 报告内容（13分） | HSE描述  （3分） | 药品、试剂描述是否准确 |  | 1 |  |  |  |
| 设备及用电安全描述是否准确 |  | 1 |  |  |
| 环境保护描述是否准确 |  | 1 |  |  |  |
| 实验数  据处理  （8分） | 最大吸收波长的选择是否正确 |  | 2 |  |  |  |
| 标准曲线的表达是否正确 |  | 2 |  |  |
| 铁的含量计算是否正确 |  | 2 |  |  |
| 平行实验极差计算是否正确 |  | 2 |  |  |
| 结论表达（2分） | 铁的含量及平行实验的极差表达是否正确 |  | 2 |  |  |  |
| 报告表达  （5分） | 有效数字（2分） | 有效数字处理及保留是否正确 |  | 2 |  |  |  |
| 记录规范（3分） | 是否使用给定计量单位 |  | 1 |  |  |  |
| 记录是否有涂改现象 |  | 2 |  |  |
| 五 | 结束实验管理（4分） | 整理  实验台  （3分） | 是否及时关闭仪器、设备、电源 | |  | 1 |  |  |  |
| 玻璃仪器清洗是否干净 | |  | 1 |  |  |  |
| 实验台面是否恢复原状 | |  | 1 |  |  |  |
| 环境保护  （1分） | 废液、废固、废弃物是否正确处置 | |  | 1 |  |  |  |
| 合计 | |  | | | | | | | |

第一裁判： \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 第二裁判： \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

总裁判长： \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

年 月 日

（四）技术规范

竞赛项目依据行业、职业技术标准：GB/T601-2016化学试剂标准滴定溶液的制备；JJG196-2006常用玻璃仪器量程检定规程；GB/T603-2002试验方法中所用制剂及制品的制备；GB/T6730.5-2007 铁矿石全铁含量的测定三氯化钛还原法；GB/T3049-2006 工业用化工产品铁含量测定的通用方法1,10-菲啰啉分光光度法。

九、申诉与仲裁

1.本赛项在比赛过程中若出现有失公正或有关人员违规等现象，代表队领队可在比赛结束后2小时之内向仲裁组提出书面申诉。

2.书面申诉应对申诉事件的现象、发生时间、涉及人员、申诉依据等进行充分、实事求是的叙述，并由领队亲笔签名。非书面申诉不予受理。

3.赛项仲裁工作组在接到申诉后的2小时内组织复议，并及时反馈复议结果。

4.申诉方对复议结果仍有异议，可由领队向仲裁委员会提出申诉。仲裁委员会的仲裁结果为最终结果。

附件1

**任务一：氧化还原滴定法测定铁试样溶液（I）中铁的含量**

**一、HSE要求**

请按照行业规范,说明本实验中应注意的可能对本人及他人造成伤害的因素及防护措施。

**二、选手应完成的工作**

1.配制重铬酸钾标准滴定溶液；

2.测定铁试样溶液（I）中铁的含量；

3.完成报告。

**三、设备、溶液与试剂**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 分析天平,精确到0.1mg；  加热装置；  实验辅助设备。 | 50mL滴定管；  各种规格移液管；  各种规格容量瓶；  烧杯；  量筒；  锥形瓶；  洗瓶、滴管、洗耳球、标签纸、移液管架。 | K2Cr2O7，基准物质；  稀K2Cr2O7溶液；  铁试样溶液（I）；  二苯胺磺酸钠, 0.2%；  钨酸钠，25%；  HCl酸，（1：1，V/V）；  (S+P)混酸，（浓硫酸：浓磷酸：水=2：3：5，V/V）；  SnCl2，10%；  TiCl3，2%；  蒸馏水或去离子水。 |

**注：玻璃量器(滴定管、移液管、容量瓶）自带，滴定管附校正值：校正曲线和温度补正值表。**

**四、实验**

**1. 配制重铬酸钾标准滴定溶液**

准确称取适量的干燥至恒量的重铬酸钾基准试剂，溶于水，移入250mL容量瓶中，用蒸馏水或去离子水定容。

**2.样品测定**

准确移取25mL铁试样溶液（I）于250mL锥形瓶中，加12mLHCl酸（1+1，V/V），加热至沸，趁热滴加10% SnCl2溶液还原三价铁，摇动锥形瓶直到溶液保持淡黄色。加水约100mL，加25%钨酸钠指示液10滴，用2% TiCl3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(S+P)混酸和15滴0.2%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。

平行测定2次。同时做空白试验。

空白试验用未知铁试样溶液（I）进行测定，取样为1mL，其余步骤同上。

空白试验消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积按下式计算：



**五、计算**

**1. 重铬酸钾标准滴定溶液浓度计算**

按下式计算重铬酸钾标准滴定溶液浓度：



式中：c()——标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V实——250 mL容量瓶实际体积，mL；

m()——基准物K2Cr2O7的质量，g；

M()——摩尔质量，49.031g/mol。

**2.铁的含量计算**

式中 ——铁试样溶液（I）铁组分质量含量，g/L

c()——标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V实——滴定消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

V0——空白所消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

MFe——Fe元素的摩尔质量，55.85g/mol；

Vs——移取铁试样溶液（I）的体积，mL。

**3.结果重现性A（%）计算**



式中 A——相对极差值；

X1——平行测定结果的较大值，g/L;

X2——平行测定结果的较小值，g/L；

数据保留小数点后两位。

**六、实验报告**

**1.数据原始记录**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数  项目 | | 1 | 2 | 空白 |
| 基准物  称量 | m倾样前/g |  | | |
| m倾样后/g |  | | |
| m(重铬酸钾)/g |  | | |
| *Vs*移取铁试样溶液（**I**）体积/mL | |  |  |  |
| 滴定管初读数/mL | |  |  |  |
| 滴定管终读数/mL | |  |  |  |
| 滴定消耗重铬酸钾体积/mL | |  |  |  |
| 体积校正值/mL | |  |  |  |
| 溶液温度/℃ | |  |  |  |
| 温度补正值 | |  |  |  |
| 溶液温度校正值/mL | |  |  |  |
| *V实* （实际消耗重铬酸钾体积）/mL | |  |  |  |
| *V0*/mL | |  |  |  |
| *ρ/*（g/L） | |  |  |  |
| */*（g/L） | |  | | |
| 相对极差值/% | |  | | |

**2.数据处理计算过程**

**3.结果报告**

|  |  |
| --- | --- |
| 平行测定次数 |  |
| 铁试样溶液（I）中铁的平均浓度ρ（g/L） |  |
| 相对极差值/% |  |

附件2

**任务二：分光光度法测定铁试样溶液（Ⅱ）中的总铁含量**

**一、HSE要求**

请按照行业规范,说明本实验中应注意的可能对本人及他人造成伤害的因素及防护措施。

**二、选手应完成的工作**

1.预处理铁试样溶液（Ⅱ）和利用铁试样溶液（I）配制标准工作曲线溶液；

2.比色皿配对实验；

3.绘制铁试样溶液（Ⅱ）中的总铁含量测定的标准工作曲线；

4.测定铁试样溶液（Ⅱ）中的总铁含量；

5.完成报告。

**三、仪器与试剂**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 紫外-可见分光光度计，UV-1800-PC-DS2；  比色皿；  其他实验辅助设备。 | 各种规格的容量瓶；  各种规格的吸量管；  烧杯、滴管、洗瓶、洗耳球、吸量管架；  吸水纸；  擦镜纸。 | 铁试样溶液（I）；  铁试样溶液（Ⅱ）；  抗坏血酸溶液，10 g/L；  HAc-NaAc缓冲溶液，pH 3.5；  1,10-菲啰啉溶液， 1g/L；  蒸馏水或去离子水。 |

**注：玻璃量器(吸量管、容量瓶）自带**

**四、实验**

**1.溶液的配制**

（1）试样：将上述测定的铁试样溶液（Ⅱ）配制成适合于分光光度法对未知铁试样溶液（Ⅱ）中铁含量测定的试样溶液，控制pH≈2。

（2）标准工作曲线溶液：用铁试样溶液（I）配制适合铁试样溶液（Ⅱ）铁含量测定的标准工作曲线溶液，备用。

**2.比色皿配对实验**

进行比色皿配对实验。

**3.绘制铁标准工作曲线**

移取不同体积的铁试样溶液（I）至6个容量瓶中，分别加2mL 10 g/L抗坏血酸溶液，摇匀后加20mL HAc-NaAc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。以不加铁标准工作溶液的一份为参比，用1cm的比色皿，在最大吸收波长510nm处进行吸光度测定，绘制标准曲线。

**4.测定铁的含量**

移取预处理后的铁试样溶液（Ⅱ）于容量瓶中，加2mL 10 g/L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，按照标准工作曲线制作时相同的测定方法，在波长510nm处进行吸光度测定。

平行测定2次。

**五、计算**

**1.铁的含量计算**

根据分光光度计检测的数据，利用标准工作曲线，计算铁试样溶液（Ⅱ）中的总铁含量。

**2.结果重现性计算**

结果的重现性用下列公式计算：



式中 X1 ——平行实验中的结果较大值，g/L；

X2 ——平行实验中的结果较小值，g/L；

数据保留小数点后两位。

**六、实验报告**

（一）比色皿配套性检验

A1=0.000 A2=\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 匹配波长： \_\_\_\_\_\_\_\_ nm

（二）铁试样溶液（Ⅱ）中的总铁含量定量测量

1.标准溶液的配制

铁试样溶液（I）中的铁浓度：\_\_\_\_\_\_\_ 标准溶液浓度：\_\_\_\_\_\_\_\_\_

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 稀释次数 | 吸取体积（mL） | 稀释后体积（mL） | 稀释倍数 |
| 1 |  |  |  |
| 2 |  |  |  |

2.标准工作曲线的绘制

测量波长：\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ nm

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 容量瓶编号 | 吸取标液体积（mL） | ρ（μg/mL） | A |
| 0 |  |  |  |
| 1 |  |  |  |
| 2 |  |  |  |
| 3 |  |  |  |
| 4 |  |  |  |
| 5 |  |  |  |
| 6 |  |  |  |

3.铁试样溶液（Ⅱ）配制

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 稀释次数 | 吸取体积（mL） | 稀释后体积（mL） | 稀释倍数 |
| 1 |  |  |  |
| 2 |  |  |  |

4.铁试样溶液（Ⅱ）中的总铁含量测定

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 平行测定次数 | 1 | 2 |
| A |  |  |
| 查得的浓度(μg/mL) |  |  |
| 原始试液浓度(μg/mL) |  |  |
| 原始试液的平均浓度(μg/mL) |  | |

（三）计算公式：

（四）计算过程：

（五）结果报告

|  |  |
| --- | --- |
| 平行测定次数 |  |
| 铁试样溶液（Ⅱ）中的总铁含量平均浓度  ρ（μg/mL） |  |
| 相对极差值/% |  |