湖南化工职业技术学院 学生专业技能考核题库

工业分析技术

二〇二〇年九月

湖南省高等职业院校工业分析与检验专业学生 专业技能抽查题库

目 录

一、检验准备模块.		1
	硫酸亚铁铵溶液的制备	
试题编号: T-1-2,	氢氧化钠标准滴定溶液的配制与标定	3
试题编号: T-1-3,	盐酸标准滴定溶液的配制与标定	5
试题编号: T-1-4	EDTA 标准滴定溶液的标定	7
试题编号: T-1-5	高锰酸钾标准滴定溶液的标定	9
试题编号: T-1-6	硫代硫酸钠标准滴定溶液的标定	11
试题编号: T-1-7,	硫酸铜标准溶液的制备	13
二、物理常数的测定	定模块	15
试题编号: T-2-1,	磷酸水溶液的密度测定	15
试题编号: T-2-2,	葡萄糖比旋光度的测定	17
	甘油折射率的测定	
试题编号: T-2-4,	柴油运动黏度的测定	21
三、化学分析模块.		23
试题编号: T-3-1,	草酸含量的测量	23
试题编号: T-3-2,	食醋中总酸度的测定	25
试题编号: T-3-3,	纯碱总碱量的测定	27
试题编号: T-3-4,	阿司匹林 (乙酰水杨酸) 含量的测量	29
试题编号: T-3-5,	混合碱(NaOH, Na ₂ CO ₃)含量的测定	31
试题编号: T-3-6,	碳酸钙纯度的测定	34
试题编号: T-3-7,	硫酸镁纯度的测定	36
试题编号: T-3-8,	氧化锌纯度的测定	38
试题编号: T-3-9,	工业硫酸铝中铝含量的测定	40
试题编号: T-3-10,	工业冷却循环水中钙、镁离子的测定	42
试题编号: T-3-11,	过氧化氢含量的测定	44
试题编号: T-3-12,	二水合草酸(草酸)含量的测定	46
试题编号: T-3-13,	、软锰矿中二氧化锰含量的测定	48
试题编号: T-3-14,	七水合硫酸亚铁(硫酸亚铁)含量的测定	50
试题编号: T-3-15,	五水合硫代硫酸钠含量的测定	52
试题编号: T-3-16,	,抗坏血酸(维生素 C)含量的测定	54
试题编号: T-3-17,	,五水合硫酸铜含量的测定	56
试题编号: T-3-18,	,碘酸钾含量的测定	58
试题编号: T-3-19,	锅炉用水中可溶性氯化物的测定	60
试题编号: T-3-20,	硫氰酸铵纯度的测定	62
试题编号: T-3-21,	碘化钾纯度的测定	64
试题编号: T-3-22,	镍盐中镍含量的测定	66
四、仪器分析模块.		68
试题编号: T-4-1,	邻菲罗啉分光光度法测铁曲线绘制	68

试题编号: T-4-2, 丁二酮肟分光光度法测镍的曲线绘制	70
试题编号: T-4-3, 1,10-菲啰啉分光光度法测锅炉水中铁	72
试题编号: T-4-4, 丁二酮肟分光光度法测定废水中镍	74
试题编号: T-4-5, 尿素中缩二脲含量测定	77
试题编号: T-4-6, 紫外分光光度法测苯胺含量	79
试题编号: T-4-7, 紫外可见分光光度法测定磺基水杨酸含量	81
试题编号: T-4-8, 紫外可见分光光度法测定苯甲酸含量	83
试题编号: T-4-9, 工业循环水 pH 值的测定	85
试题编号: T-4-10, 牙膏中氟离子含量的测定	87
试题编号: T-4-11, 电位滴定法测定工业硫酸中亚铁含量	89
试题编号: T-4-12, 工业废水酸度的测定	92
试题编号: T-4-13, 工业循环冷却水中镁含量的测定	
试题编号: T-4-14, 工业废水中铜含量的测定	97
试题编号: T-4-15, 混合物中正、仲、叔、异丁醇含量的测定	99
试题编号: T-4-16, 乙醇中甲醇含量的测定	101
试题编号: T-4-17, 乙醇中水分含量的测定	104
附 录	
附录1滴定分析考核标准	
附录 2 滴定分析考核标准 11	
附录3 滴定分析考核标准	
附录 4 滴定分析考核标准 IV	
附录 5 滴定分析考核标准 V	
附录 6 滴定分析考核标准 VI	
附录7 滴定分析考核标准 VII	
附录8 滴定分析考核标准 VIII	
附录9 密度测定 (密度瓶法) 考核标准	
附录 12 旋光度测定考核标准	
附录 13 折射率测定考核标准	
附录 14 粘度测定考核标准	
附录 18 重量分析考核标准	
附录 19 分光光度法曲线绘制考核标准	
附录 20 分光光度法考核标准	
附录 21 电位分析考核标准	
附录 22 电位滴定分析考核标准	
附录 23 原子吸收分光光度法考核标准	
附录 24 气相色谱分析考核标准	125

工业分析技术专业专业技能抽查题库

工业分析与检验专业技能题库分检验准备、物理常数测定、化学分析、仪器分析四个技能模块,四个模块共包含 29 个主要技能点,每个技能点都配有若干操作试题。其中检验准备模块列出了 3 个主要技能点,设计了 7 个操作考核题;物理常数测定模块列出了 4 个主要技能点,设计了 4 个操作考核题;化学分析模块列出了 12 个主要技能点,设计了 22 个操作考核题;仪器分析模块列出了 10 个技能点,设计了 17 个操作考核题,总计 50 道技能操作考核试题。

一、检验准备模块

试题编号: T-1-1, 硫酸亚铁铵溶液的制备

1 任务描述

硫酸亚铁铵溶液的配制与标定方法参照 GB/T603-2002。

1.1 操作步骤

称取 10 g 硫酸亚铁按[(NH₄)₂ Fe(SO₄)₂ • 6H₂O]溶于适量水中,加 10m 硫酸,稀释至 250mL。

量取 25.00ml 配制好的硫酸亚铁铵溶液,加 25ml 无氧的水,用高锰酸钾标准溶液[c(1/5KMnO₄)=0.1 mol/L]滴定至溶液呈粉红色,并保持 30S。平行标定三次(临用前标定)。

1.2 结果计算

$$c[(NH_4)_2 \text{ Fe}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O] = \frac{c_1 \cdot V_1}{V}$$

式中: $c[(NH_4)_2 \text{ Fe}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ —硫酸亚铁铵溶液的浓度, mol/L;

V—取硫酸亚铁铵溶液的体积, ml;

 V_1 ——高锰酸钾标准溶液的用量, ml;

c₁——高锰酸钾标准溶液的浓度, mol/L。

1.3 数据记录

原始数据记录表

次数 内 容	1	2	3
硫酸亚铁铵溶液的体积V(mL)			
标定消耗高锰酸钾标准溶液的体积 V_1 (mL)			
高锰酸钾标准溶液的浓度c _l (mol/L)			
硫酸亚铁铵溶液c (mol/L)			
硫酸亚铁铵溶液浓度c平均值(mol/L)			
相对平均偏差(%)			

2 实施条件

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	2 支/人	锥形瓶	250mL	3 只/人
量筒	50mL	1 只/人	洗瓶	500mL	1 只/人
玻璃仪器洗涤用具及其洗涤用试		公用			
剂		公用			

名称	规格	数量		名称	规格	数量
硫酸亚铁铵	固体			硫酸	98%	
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。						

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 2

试题编号: T-1-2, 氢氧化钠标准滴定溶液的配制与标定 |

1 任务描述

采用滴定法完成 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的标定,提交分析检测报告。 参照 GB/T601-2002。

1.1 操作步骤

用塑料管量取饱和氢氧化钠上层清液 2.7mL,用无二氧化碳的水稀释至 500mL,摇匀。

准确称取于 105°C~110°C电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾 0.75g,置于 250mL 锥形瓶中,加 50mL 无二氧化碳的水溶解,加 2 滴酚酞指示液(10g/L),用待标定的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色,并保持 30s。同时做空白试验。平行测定三次。

1.2 结果计算

$$c(NaOH) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2)M}$$

式中: m —— 邻苯二甲酸氢钾的质量, g;

 V_1 — 氢氧化钠溶液的体积, mL;

 V_2 — 空白试验氢氧化钠溶液的体积, mL;

M—— 邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量[204.22], g/mol。

1.3 数据记录

次数 内 容	1	2	3
称量瓶和基准物的质量(第一次读数)			
称量瓶和基准物的质量(第二次读数)			
基准物的质量m(g)			
消耗氢氧化钠标准溶液的体积 V_1 (m L)			
空白消耗氢氧化钠标准溶液的体积V2(mL)			
氢氧化钠标准溶液的浓度C(mol/L)			
氢氧化钠标准溶液浓度C的平均值(mol/L)			
相对平均偏差(%)			

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
碱式滴定管(附校正 曲线)	50mL	1 支/人	锥形瓶	250mL	3 只/人
量筒	50mL	1 只/人	洗瓶	500mL	1 只/人
玻璃仪器洗涤用具及其	其洗涤用试	公用			

表 2 试剂材料

20 - 200134341						
名称	规格	数量		名称	规格	数量
饱和氢氧化钠	500ml	公用		无 CO ₂ 水		500mL
邻苯二甲酸氢 钾	105℃~110℃电 烘箱中干燥至 恒重	500g		酚酞指示剂		10g/L
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。						

3 考核时量 120 分钟

4 考核标准 详见附录 1

试题编号: T-1-3. 盐酸标准滴定溶液的配制与标定 |

1 任务描述

采用滴定法完成 0.1mol/L 盐酸标准滴定溶液的标定,提交分析检验报告。参照 GB/T601-2002。

1.1 操作步骤

量取浓盐酸 4.5mL, 置于 500mL 试剂瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

准确称取于 270°C~300°C灼烧至恒重并于干燥器中冷却至室温的基准试剂 碳酸钠 0.2g, 置于 250mL 锥形瓶中,加 50mL 去离子水溶解,加 10 溴甲酚绿-甲基红指示液,用待标定的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。平行测定三次。

1.2 结果计算

$$c(HC1) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2) \times M}$$

式中:

 $m \longrightarrow 无水碳酸钠的质量, g;$

V1 — 滴定碳酸钠消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

 V_2 — 滴定空白溶液消耗盐酸标准滴定溶液的体积,mL。

M—— 无水碳酸钠的摩尔质量的数值,g/mol[M($\frac{1}{2}$ Na₂CO₃)=52.994]。

1.3 数据记录

尿知致循心水衣								
内 容	1	2	3					
称量瓶和基准物的质量(第一次读数)								
称量瓶和基准物的质量(第二次读数)								
基准物的质量m(g)								
消耗盐酸标准溶液的体积V1(mL)								
空白消耗盐酸标准溶液的体积V2(mL)								
盐酸标准溶液的浓度C(mol/L)								
盐酸标准溶液浓度C的平均值(mol/L)								
相对平均偏差(%)								

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	1 支/人	锥形瓶	250mL	3 只/人
量筒	50mL	1 只/人	试剂瓶	1000mL	1 只/人
玻璃仪器洗涤用具及其洗涤用试 剂		公用	电热板/电炉		公用

名称	规格	数量		名称	规格	数量
浓盐酸		500 mL		溴甲酚绿-甲基红指示剂		10g/L
无水碳酸钠	270℃~300℃高 温炉中灼烧至恒 重	50g				
各注, 未注明理	条注·未注明要求时、试剂均为 AR、水为国家规定的实验室三级用水规格。					

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-1-4 EDTA 标准滴定溶液的标定 |

1 任务描述

采用滴定法完成 0.02mol/L EDTA 标准滴定溶液的标定,要求每个抽查的学生在 120 分钟的时间内独立完成任务,最终提交标定结果。参照 GB/T601-2002。

1.1 操作步骤

称取乙二胺四乙酸二钠 2.4g,加 300m L水,加热溶解,冷却,摇匀。

准确称取 0.4g 于 800°C士 50°C的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氧化锌于 100mL 小烧杯中,用少量水湿润,加 10mL 盐酸溶液(20%)溶解,移入 250mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25.00mL 于 250mL 锥形瓶中,加 70 mL 水,用氨水溶液(10%)调节溶液 pH 至 7~8,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液用($pH\approx10$)及 5 滴铬黑 T 指示液(5 g/L),用待标定的 EDTA 溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。平行测定三次。

1.2 结果计

$$c(EDTA) = \frac{m \times \frac{25.0}{250} \times 1000}{(V_1 - V_2)M}$$

式中:

m — 氧化锌的质量的准确数值,单位为克(g);

 V_1 —— 乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

 V_2 — 空白试验乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M—— 氧化锌的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[M (ZnO)= 81.39]。

1.3 数据记录

内 容	1	2	3
称量瓶和基准物的质量(第一次读数)			
称量瓶和基准物的质量 (第二次读数)			
基准物的质量m(g)			
实际消耗盐酸EDTA标准溶液的体积V1(mL)			

空白消耗盐酸EDTA标准溶液的体积V2(mL)		
EDTA标准溶液的浓度C (mol/L)		
EDTA标准溶液浓度C的平均值(mol/L)		
相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

		• •	 		
名称	规格	数量	名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	1 支/人	容量瓶	250mL	1 只/人
量筒	100mL	1 只/人	移液管	25mL	1 支/人
洗瓶	500mL	1 只/人	锥形瓶	250mL	3 只/人
烧杯	100mL	1 只/人			
玻璃仪器洗涤用具及其洗涤用试		公用			
剂		公用 			

名称	规格	/数量		名称	规格	数量
EDTA 二钠 盐	固体	500g		氨-氯化铵缓冲溶 液		pH≈10
氧化锌	800℃±50℃高温 炉中灼烧至恒重	20g		盐酸溶液		20%
氨水溶液		10%		铬黑 T 指示剂		5g/L
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。						

- **3 考核时量** 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 4

试题编号: T-1-5 高锰酸钾标准滴定溶液的标定 |

1 任务描述

采用滴定法完成 $0.1 \text{mol/L} c(\frac{1}{\epsilon} KMnO_4)$ 高锰酸钾标准滴定溶液的标定,要求每个抽查的学生在 120 分钟的时间内独立完成任务,最终提交标定结果。参照 GB/T601-2002。

1.1 操作步骤

称取 3.3g 高锰酸钾,溶于 1050mL 水中,缓缓煮沸 15min,冷却,于暗处放置两周(由教师提前准备)。用已处理过的 4 号玻璃滤锅过滤。贮存于棕色瓶中。(玻璃滤锅的处理是指玻璃滤锅在同样浓度的高锰酸钾溶液中缓缓煮沸 5min。)

准确称取 0.25g 于 105°C~110°C电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂草酸钠于 250mL 锥形瓶中,加入 100mL 硫酸溶液(8+92)溶解,加热至约 70°C~80°C,用待标定的高锰酸钾溶液滴定,滴定至溶液呈粉红色,并保持 30s。同时做空白试验。平行测定三次。

1.2 结果计

$$c(\frac{1}{5}KMnO_4) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2)M}$$

式中:

m — 草酸钠的质量的准确数值,单位为克(g);

 V_1 — 高锰酸钾溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

 V_2 — 空白试验高锰酸钾溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M — 草酸钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[M ($\frac{1}{2}$ Na₂C₂O₄)=66.999]。

1.3 数据记录

内 容	1	2	3
称量瓶和基准物的质量(第一次读数)			
称量瓶和基准物的质量 (第二次读数)			
基准物的质量m(g)			

消耗盐酸高锰酸钾标准溶液的体积V1(mL)		
空白消耗盐酸高锰酸钾标准溶液的体积V2(mL)		
高锰酸钾标准溶液的浓度 $c(\frac{1}{5}KMnO_4)$ (mol/L)		
高锰酸钾标准溶液浓度 $c(\frac{1}{5}\mathit{KMnO_4})$ 的平均值(mol/L)		
相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量 名称		规格	数量	
酸式滴定管	50mL	1 支/人		锥形瓶	250mL	3 只/人
量筒	100mL	1 只/人		电炉		1台/人
洗瓶	500mL	1 只/人		玻璃滤锅		1 只/人
玻璃仪器洗涤用具及其洗涤用试		八田		电热板/电炉		公用
剂		公用				公用

名称	规格	数量		名称	规格	数量	
高锰酸钾	固体	500g		草酸钠	105℃-110℃烘 箱中烘干至恒重	2g	
硫酸	8+92	500 mL					
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。							

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-1-6 硫代硫酸钠标准滴定溶液的标定

1 任务描述

采用滴定法完成 0.1mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液的标定,要求每个抽查的学生在 120 分钟的时间内独立完成任务,最终提交标定结果。参照 GB/T601-2002。1.1 操作步骤

称取 13g 硫代硫酸钠 $(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ (或 16g 无水硫代硫酸钠),加 0.1g 无水碳酸钠,溶于 500mL,缓缓煮沸 10min,冷却,放置两周后过滤。(教师提前准备)

准确称取 0.15g 于 120°C±2°C干燥至恒重的工作基准试剂重铬酸钾,置于 500mL 碘量瓶中,溶于 25mL 水,加 2g 碘化钾及 20mL 硫酸溶液(20%),摇匀,于暗处放置 10min,加 150mL 水(15°C~20°C),用待标定的硫代硫酸钠溶液滴定,近终点时加 2mL 淀粉指示液(10g/L),继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色,同时做空白试验。平行测定三次。

1.2 结果计算

$$c(Na_2S_2O_3) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2)M}$$

式中:

m — 重铬酸钾的质量的准确数值,单位为克(g);

 V_1 — 硫代硫酸钠溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

 V_2 — 空白试验硫代硫酸钠的体积的数值,单位为毫升(mL);

M— 重铬酸钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔g/mol[M(1/6 K_2 Cr₂O₇)=49.031]。

1.3 数据记录

内 容	1	2	3
称量瓶和基准物的质量 (第一次读数)			
称量瓶和基准物的质量 (第二次读数)			
基准物的质量m(g)			
实际消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积V1(mL)			

空白消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积V2(mL)		
硫代硫酸钠标准溶液的浓度C(mol/L)		
硫代硫酸钠标准溶液浓度C的平均值(mol/L)		
相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

N - NH NH						
名称	规格	数量	数量名称		规格	数量
滴定管	50mL	1 支/人		碘量瓶	500mL	3 只/人
量筒	100mL	1 只/人		洗瓶	500mL	1 只/人
量筒	5mL	1 只/人		玻璃仪器洗涤用具及其 洗涤用试剂		公用

名称	规格	数量		名称	规格	数量		
硫代硫酸钠	固体	500g		重铬酸钾	120℃±2℃烘箱中 烘干至恒重	2g		
碘化钾		10g		淀粉指示剂		10g/L		
硫酸		20%						
备注, 未注明要求	备注,未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。							

- 留任: 不任仍安不时, 以刑均为 AK, 小为国家风足的关巡至二级用小风作
- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-1-7. 硫酸铜标准溶液的制备

1 任务描述

采用滴定法完成 62.4mg/mL 硫酸铜溶液标准溶液的制备,要求每个抽查的学生在 120 分钟的时间内独立完成任务,最终提交标定结果。参照 GB/T602-2002。1.1 操作步骤

称取 6.3g 五水合硫酸铜,溶于 900mL 盐酸溶液(1+39)中,并用盐酸溶液(1+39)稀释至 100mL。按下述方法标定,并通过计算加入一定量的盐酸溶液(1+39),使溶液的最终浓度为 62.4mg/mL(以 CuSO₄•5H₂O 计)。该溶液于暗处密封包存,有效期为半年。

准确量取 10.00mL 硫酸铜溶液(62.4mg/mL),置于碘量瓶中,加 100mL 水、5mL 乙酸溶液(30%)及 2g 碘化钾,摇匀,于暗处放置 5min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [c (Na₂S₂O₃)=0.1mo1/L]滴定,近终点时,加 2mL 淀粉指示液(10g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。

1.2 结果计算

A) 硫酸铜溶液的质量浓度 ρ_1 ,数值以毫克每毫升 mg/mL 表示,按下式计算:

$$\rho_1 = \frac{V_1 \times c_1 \times M_1}{V_{Y1}}$$

 V_1 — 硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值, mL;

 c_1 — 硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值, mol/L;

M₁ — 硫酸铜摩尔质量的数值, g/mol[M₁(CuSO₄·5H₂O)=249.7];

 V_{Y1} 量取硫酸铜溶液 (62.4mg/mL) 体积的数值, mL;

B) 盐酸溶液(1+39) 加入体积,以 mL 表示,按下式计算:

$$V = \frac{\rho_1 \times (100 - 10n)}{62.4} - 100 + 10n$$

式中:

n — 标定时所取 10mL 硫酸铜溶液 (62.4mg/mL)的次数。

 P_1 — 标定出的硫酸铜溶液的质量浓度, mg/mL。

1.3 数据记录

内 容	1	2	3

硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度c ₁ (mol/L)	
硫代硫酸钠标准滴定溶液体积V1 (mL)	
量取硫酸铜溶液体积的数值V _{Y1} (mL)	
硫酸铜溶液的质量浓度 ρ_1 (mg/mL)	
硫酸铜溶液的质量浓度 $ ho_1$ 的平均值(mg/mL)	
相对平均偏差(%)	
盐酸溶液(1+39)加入体积V	

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

			~ ~ ~			
名称	规格	数量		名称	规格	数量
滴定管	50mL	1 支/人		锥形瓶	250mL	3 只/人
量筒	50mL	1 只/人		洗瓶	500mL	1 只/人
玻璃仪器洗涤用具及其洗涤用试 剂		公用		吸量管	10mL	1 支/人

名称	规格	数量		名称	规格	数量	
五水硫酸铜	固体	500g		盐酸	(1+39)	500mL	
碘化钾	固体	500g		硫代硫酸钠标 准滴定溶液	0.1mol/L	500mL	
乙酸	30%	500mL		淀粉指示剂	10g/L		
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。							

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 2

二、物理常数的测定模块

试题编号: T-2-1, 磷酸水溶液的密度测定

1 任务描述

用密度瓶法对磷酸水溶液(浓度 $0.1\sim0.3$ mol/L)的密度进行测定,并提交分析检验报告。

1.1 操作步骤

称量己洗净干燥的带温度计和侧孔罩密度瓶的质量, mo。

将干燥的密度瓶装满已恒温的 20℃实验室用三级水,放于 20℃±0.1℃的恒温槽中,恒温 10min,并使侧管中的液面与侧管管口齐平,立即盖上侧孔罩。取出密度瓶后用滤纸迅速擦干瓶外壁上水,立即称量密度瓶与水的质量,m₁。

将密度瓶中水倒出,洗净后可用乙醚等易挥发溶剂少量洗涤密度瓶,干燥后用已恒温 20℃的试样注入密度瓶中,重复上述恒温的操作步骤后,称量密度瓶与试样的质量,m₂。

平行测定两次。

1.2 密度计算

试样在 20°C 时的密度为 :
$$\rho = \frac{(m_2 - m_o) + A}{(m_1 - m_o) + A} \times \rho_o$$

$$A = \rho_a \times \frac{m_1 - m_o}{0.9982}$$

式中: mo----密度瓶、温度计、侧孔罩的表观质量的准确数值, g;

m₁-----20℃ 时密度瓶和充满密度瓶三级水的表观质量的准确数值, g;

m₂----20°C 时密度瓶和充满密度瓶试样的表观质量的准确数值, g;

ρ₀----20℃ 时三级水的密度, g/mL, (此时三级水的密度为 0.99820);

ρ_a----20℃ 和大气压为 1013.25hpa 时干燥空气的密度,g/mL,(此时干燥空气的密度 为 0.0012)。

1.3 数据记录

密度测定原始记录表

内 容	1	2
密度瓶、温度计、侧孔罩的表观质量m _o (g)		
20℃时密度瓶和充满密度瓶三级水的表观质量mı(g)		

20℃时密度瓶和充满密度瓶试样的表观质量m ₂ (g)	
试样在20℃时的密度ρ (g/mL)	
相对平均偏差(%)	

- 2.1 场地: 物理常数检测室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
电子天平	万分之一克	1 台/人	恒温水浴	20°C±0.1°C	1台/人
密度瓶带温度计及 侧空罩	15~25mL	1 只/人	洗瓶	500mL	1 只/人
玻璃仪器洗涤用具及其洗涤用试剂		公用			

名称	规格	数量		名称	规格	数量	
		C(H ₃ PO ₄)					
磷酸水溶液	ρ =1.005	=0.1253		实验室用水	三级	200mL	
		mol/L					
备注:未注明要求时,试剂均为AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。							

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 9

试题编号: T-2-2. 葡萄糖比旋光度的测定

1 任务描述

要求每个抽查的学生在90分钟的时间内独立完成葡萄糖比旋光度的测定,最终提交测定结果。

1.1 操作步骤

称取试样 10.00g 于 150mL 烧杯中, 称准至 0.0002g, 加 50mL 水于烧杯中, 使试样溶解。将上述溶液转移至 100mL 容量瓶中,每次用 10mL 水洗涤烧杯三次,将每次洗涤水并入容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

按圆盘仪器使用说明书开启仪器。调整旋光仪,待仪器稳定后,用水充满选定长度的旋光管中,应无气泡,将盖旋紧后放入旋光仪内,在温度为 20℃±0.5℃的条件下,旋转检偏器,直到三分视场左、中、右三部分亮度均匀一致,记录刻度盘读数,读准至 0.01°。若仪器正常,此读数即为零点。

将配好的试样溶液充满洁净、干燥的合适长度的旋光管中,小心地排出气泡,将盖旋紧后放入旋光仪内,在温度为 20℃±0.5℃ 的条件下,旋转检偏器,使三分视场的左、中、右的亮度均匀一致,记录刻度盘读数,读准至 0.01°。

将水和未知样的两次读数之差即为被测样品的旋光度。

被测物的左旋还是右旋的测定。将原配制的溶液浓度进行稀释 30%左右,再按上述步骤进行,旋转检偏器,使三分视场的左、中、右的亮度均匀一致,记录刻度盘读数,读准至 0.01°。若稀释后测得的读数降低,则被测物为右旋体;若稀释后测得的读数升高,则被测物为左旋体。左旋以"一"号表示,右旋以"十"号表示。

1.2 结果计算

$$\left[\alpha\right]_{D}^{20} = \frac{\alpha}{1C}$$

式中 α —测得旋光度的准确数值,单位为度 (°);

*l*一旋光管长度的准确数值,单位为分米(dm);

C一溶液中有效组分浓度的准确数值,单位为克每摩尔(g/mol)。

1.3 数据记录

次数 内容	1	2	3
称取试样的质量m(g)			
有效组分溶液的浓度c(mol/L)			
旋光管长度(dm)			
零点读数 (∘)			
零点平均值			
测得旋光度 (°)			
样品校正后旋光度(°)			
溶液的比旋光度			
比旋光度平均值			
相对平均偏差			
"左旋"或"右旋"?			

- 2.1 场地: 天平室, 物理常数检测室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

名称	规格	数量 名称		规格	数量	
圆盘旋光仪	精密度为	1 4/1		烧杯	150mL	1 只/人
四鱼灰儿仅	$\stackrel{\text{LQ}}{=} 0.01^{\circ}$ 1 台/人			元 化		1 六八
天平	万分之一	1 台/人		容量瓶	100mL	2 只/人
玻璃棒		2 支/人		洗瓶	500mL	1 只/人
滴管	2 去/			玻璃仪器洗涤用具及其		公用
個語		3 支/人		洗涤用试剂		公用

表 2 试剂材料

名称	规格	数量		名称	规格	数量
葡萄糖		公用		定性滤纸		1 本/人
脱脂棉花		公用		擦镜纸		1 本/人
タ汁 土汁明亜式叶 建刻切为 AD 水为国家坝空的实际会工仍田水坝均						

| 备注: 未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。

- 3 考核时量 90 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 12

试题编号: T-2-3, 甘油折射率的测定

1 任务描述

要求每个抽查的学生在60分钟的时间内独立完成甘油的折射率测定,最终提交检定结果。

1.1 操作步骤

将恒温水浴与棱镜连接,调节恒温水浴温度,使棱镜温度保持在 20 \mathbb{C} \pm 0.1 \mathbb{C} 。

用二级水或标准玻璃块校正折光仪。二级水的折光率=1.3330(或 1.33299)。在每次测定前用乙醚清洗棱镜表面,再用擦镜纸或脱籽棉将乙醚吸干。用干净滴管滴加数滴 20℃左右的被测样品,立即闭合棱镜并旋紧,使样品均匀、无气泡,并充满视场。使棱镜温度计读数恢复到 20℃±0.1℃。调节反光镜使视场明亮。调节棱镜组旋钮,使视场中出现明暗界线,调节补偿棱镜旋钮,使界线处所呈彩色完全消失,再调节棱镜组旋钮,使明暗界线与叉丝中心重合。

读出折光率值。估读至小数点后第四位。

进行平行测定三次。

1.2 结果计算

$$\overline{n_D^{20}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} n_{iD}^{20}}{n}$$

式中: n_{iD}^{20} 一未知物(1)的折光率第 i 次测定值的准确数值; n 一测定的次数。

1.3 数据记录

项目	1	2	3
未知物折光率			
平均折光率			
相对平均偏差			

- 2.1 场地: 物理常数检测室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量		名称	规格	数量										
折光仪	精密度为	1 台/人	1 4/1		1 4/1		1 4/1		1 4/1		1 4/1		1 4/1	恒温水浴	控制精度为	1 4/1
加几仅	± 0.0002			但価小佾	20°C±0.1°C	1台/人										
滴管		3 支/人		烧杯	100mL	1 只/人										
				玻璃仪器洗涤用具及其洗涤用		公用										
				试剂		公用										

名称	规格	数量		名称	规格	数量	
甘油		50ml/人		定性滤纸		1 本/人	
脱脂棉花		公用		擦镜纸		1 本/人	
实验室用二级水		校正用		乙醚		公用	

- 3 考核时量 60 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 13

试题编号: T-2-4, 柴油运动黏度的测定

1 任务描述

参照标准 GB/T256-1988, 用玻璃毛细管黏度计测定柴油的运动黏度, 并提交检验结果。要求每个抽查的学生在 60 分钟的时间内独立完成任务。

1.1 操作步骤

在测定试样的粘度之前,用合适的洗涤剂洗涤黏度计。然后放入烘箱中烘干或用通过棉花滤过的热空气吹干。运用正确的方法在内径符合要求且清洁、干燥的毛细管粘度计内装入试样。 将恒温浴调整到 20℃,把装好试样的粘度计浸在恒温浴内,经恒温 10min。利用毛细管粘度计管向口所套着橡皮管将试样吸入扩张部分,使试样液面稍高于标线α。此时观察试样在管身中的流动情况,液面正好到达标线α时,开动秒表,液面正好流到标线β时,停秒表。记录试样的流动时间,应重复测定至少四次,其中各次流动时间与其算术平均值的差数应不超过算术平均值,作为试样的平均流动时间。

1.2 结果计算

$V_t = c \cdot \tau_t$

式中: C—粘度计常数, mm^2/s^2 τ —试样的平均流动时间,s。

1.3 数据记录

原始数据记录表

实验次数	实验 温度	粘度计常数 c	测量 时间	算术平均 时间	相差	试样运动粘度
1.						
2.						
3.						
4.						
5.						

2 实施条件

- 2.1 场地:油品分析室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备:

ベ・									
名称	规格	数量		名称	规格	数量			
粘度计	1.2MM	支		玻璃水银温度计	38~42 度	支			
恒温浴	GB/T265			秒表	分度 0.1S	块			
玻璃仪器洗涤用具	及其洗涤用试	公用							
剂									

表 2 试剂材料:

名称	规格	浓度/数量	名称	规格	浓度/数量
车用柴油		300ml	石油醚		100ml

3 考核时量 60 分钟

4 考核标准 详见附录 14

三、化学分析模块

试题编号: T-3-1, 草酸含量的测量

1 任务描述

用酸碱滴定法测定草酸的含量,最终提交检验报告单。具体测定方法参照 GB/T1626-2008。

1.1 测定步骤

称取 1 克试样,准确至 0.0002g,置于 250ml 锥形瓶中,加 30ml 无二氧化碳的水溶解,加酚酞指示剂 2~3 滴,摇匀,用已标定的 NaOH 标准溶液滴定至溶液呈微红色,30s 内不褪色,即为终点。平行测定 3 份。

1.2 数据处理

草酸的质量浓度 ω ,数值以"%"表示。

$$\omega = \frac{C \times V \times M}{m \times 1000} \times 100\%$$

其中: C ——NaOH 标准滴定溶液的浓度, mol/l

V——NaOH 标准滴定溶液的体积, ml

M——草酸的摩尔质量, [1/2H₂C₂O₄·H₂O=63.04g·mol⁻¹]

m——草酸样品的质量, g

草酸平均质量分数ω:数值以"%"表示

$$\overline{\omega} = \frac{\omega_1 + \omega_2 + \omega_3}{3} \quad (\%)$$

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times x} \times 100\%$$

1.3数据记录

草酸含量的测定原始记录表

	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)(g)			

称量瓶和样品的质量(第二次读数)(g)		
样品的质量m(g)		
滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积V(ml)		
氢氧化钠标准溶液的浓度C(mol/l)		
样品中草酸含量 ω (%)		
样品中草酸的平均含量 (%)		
测定结果的相对平均偏差 $\overline{d_{\overline{x}}}$ (%)		

- 2.1 场地: 天平室、化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

			 HH 🖴 🛏		
名称	规格	数量	名称	规格	数量
碱式滴定管	50mL	1 支/人	烧杯	250mL	1 只/人
电子天平	万分之一	1台/人	量筒	100mL	1 只/人
洗瓶	500mL	1 只/人	锥形瓶	250mL	3 只/人
玻璃仪器洗涤用具	公用		滴管		1 支/人
及其洗涤用试剂			(向)目		

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量		
NaOH 标准 滴定溶液	浓度由考核 点标定好	C _(NaOH) =0.5m ol/L 左右		酚酞指示剂		1%		
考核试样								
备注: 未注明								

- **3 考核时量** 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-3-2, 食醋中总酸度的测定

1 任务描述

用酸碱滴定法测定食醋中醋酸的含量,最终提交检验报告单。具体测定方法 参照 GB 18187-2000。

1.1 测定步骤

用移液管从容量瓶中吸取稀释后的食醋试样 25.00mL, 转入至 250 mL 锥形瓶中,加蒸馏水 20 mL 左右,加酚酞指示剂 2~3 滴,摇匀,用已标定的 NaOH标准溶液滴定至溶液呈微红色,30s 内不褪色,即为终点。平行测定 3 份。

1.2 数据处理

食醋的质量体积浓度 ρ ,数值以"g/l00ml"表示。

$$\rho = \frac{C \times V \times M}{V_{s}} \times 100$$

其中: C ——NaOH 标准滴定溶液的浓度, mol/l

V——NaOH 标准滴定溶液的体积, ml

M——HAC 的摩尔质量, 62.05g·mol⁻¹

Vs——吸取食醋样品的体积, ml

食醋中醋酸的平均含量 ρ :数值以"g/l00ml"表示

$$\frac{1}{\rho} = \frac{\rho_1 + \rho_2 + \rho_3}{3}$$
 (g/100ml)

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3数据记录

食醋中醋酸含量的测定原始记录表

次 数 内容	1	2	3
吸取食醋的体积V _S (ml)			
滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积V(ml)			
氢氧化钠标准溶液的浓度c(mol/l)			
食醋中醋酸的含量 ρ (g/l)			

食醋中醋酸的平均含量 $\overline{ ho}$ (g/l)	
测定结果的相对平均偏差 $\overline{d_{rac{1}{x}}}$ (%)	

2.1 场地: 化学分析检验室。

2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
碱式滴定管	50mL	1 支/人	移液管	25mL	1 只/人
量筒	100mL	1 只/人	烧杯	250mL	1 只/人
容量瓶	250mL	1 只/人	锥形瓶	250mL	3 只/人
洗瓶	500mL	1 只/人	玻璃仪器洗涤用具及其 洗涤用试剂		公用

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量
NaOH 标准 滴定溶液	浓度由考核 点标定好	C _(NaOH) =0.1m ol/L 左右		酚酞指示剂		1%
考核试样						
备注: 未注明	要求时,试剂均	为 AR, 水为国	家	规定的实验室三级	用水规格。	

3 考核时量 120 分钟

4 考核标准 详见附录 2

试题编号: T-3-3, 纯碱总碱量的测定

1 任务描述

采用酸碱滴定法,完成纯碱的测定,最终提交原始检验报告单。具体测定方法参照 GB/T 4348.1-2013。

1.1 测试步骤

称取三份 0.17g 于(250~270)℃下加热至恒重的试样于 250mL 锥型瓶中,精确至 0.0002 g。置于锥形瓶中,用 50mL 蒸馏水溶解试料,加 10 滴溴甲酚绿一甲基红混合指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至试验溶液由绿色变为暗红色。煮沸 2min,冷却后继续滴定至暗红色,此时 HCl 消耗体积为 V。计算试样中 Na₂CO₃含量,即为总碱度。测定的各次相对偏差应在±0.5%以内。

1.2 结果计算

总碱量以碳酸钠的质量分数 ω ,数值以"%"表示

$$\omega = \frac{C \times V \times M}{2m \times 1000} \times 100\%$$

式中: C——HCl标准滴定溶液的浓度, mol/l;

V——滴定至指示剂变色时消耗 HCl 标准滴定溶液的体积, mL;

M—— 碳酸钠的摩尔质量[$M(\frac{1}{2}Na_2CO_3) = 53.00$], g/mol;

m——试样的质量, g;

总碱量以碳酸钠的平均质量分数 α :数值以"%"表示

$$\overline{\omega} = \frac{\omega_1 + \omega_2 + \omega_3}{3} \quad (\%)$$

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times x} \times 100\%$$

1.3 数据记录

纯碱的测定的原始记录表

内 容	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)(g)			
称量瓶和样品的质量(第二次读数)(g)			
样品的质量m(g)			
滴定消耗盐酸标准溶液的体积(ml)			
盐酸标准溶液的浓度C (mol/l)			
样品中碳酸钠的含量 ω (%)			
样品中碳酸钠的平均含量 $\overline{\omega}$ (%)			•
测定结果的相对平均偏差 $\overline{d_{\overline{x}}}$ (%)			

2 实施条件

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

名称	规格	数量		名称	规格	数量	
酸式滴定管	50mL	1 支/人	支/人	1 支/人	电子天平	万分之一	1台/人
量筒	100mL	1 只/人		烧杯	100mL	1 只/人	
电炉	1000w	1 只/人	人	锥形瓶	250mL	3 只/人	
玻璃仪器洗涤用具及其洗涤用试剂		ΛΉ		滴管		1 支/人	
		公用		洗瓶	500mL	1 只/人	

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量	
HCI 标准滴定	浓度核	C _(HCI) =0.1mo		溴甲酚绿-甲基			
溶液	点标定好	1/L 左右		红指示剂			
考核试样	工业纯碱						

- 备注:未注明要求时,试剂均为AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。
 - 3 考核时量 120 分钟
 - **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-3-4, 阿司匹林(乙酰水杨酸)含量的测量

1 任务描述

参考进出口化妆品检验标准 SN/T 2290-2009, 完成阿司匹林含量的测定, 最终提交阿司匹林原始检验报告单。

1.1 测定步骤

准确称取阿司匹林粉末 1.0000g, 至于洁净的锥形瓶中,加入 20ml 冷藏至 10℃以下的中性乙醇溶液,充分溶解样品,加入酚酞指示剂 2-3 滴,用 0.1mol/l 的氢氧化钠标准溶液滴定至微红色 30s 不褪色,记下体积 V (平行 3 次)。

1.2 数据处理 乙酰水杨酸的质量分数 ω ,数值以"%"表示,

$$\omega = \frac{C \times V \times M}{m \times 1000} \times 100\%$$

式中: C ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/l;

V'——滴定至指示剂变色时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;

M——乙酰水杨酸的摩尔质量($C_9O_4H_7$), [$M_{Z_{m,k}M_{0}}=179.00$],g/mol;

m——试样 的质量, g;

测定结果的平均质量分数(%)

$$\overline{\omega} = \frac{\omega_1 + \omega_2 + \omega_3}{3}$$

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

阿司匹林测定的原始记录表

内 容	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)			
称量瓶和样品的质量 (第二次读数)			
样品的质量m(g)			
滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积(ml)			
氢氧化钠标准溶液的浓度C(mol/l)			

样品中乙酰水杨酸的含量w(%)		
样品中乙酰水杨酸的平均含量 $\frac{-}{w}$ (%)		
测定结果的相对平均偏差 $\frac{-}{d_{\overline{x}}}$ (%)		

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
碱式滴定管	50mL	1 支/人	电子天平	万分之一	1 台/人
量筒	50mL	1 只/人	烧杯	100mL	1 只/人
洗瓶	500mL	1 只/人	锥形瓶	250mL	3 只/人
玻璃仪器洗涤用具及其洗涤用试剂		公用			

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量	
NaOH 标准	浓度由考核	C _{NaOH} =0.1		中性乙醇	分析纯	95%	
滴定溶液	点标定好	mol/L 左右		考核试样			
酚酞指示剂 1%		1%					
备注:未注明要求时, 试剂均为 AR, 水为国家规定的实验室三级用水规格。							

- **3 考核时量** 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-3-5, 混合碱(NaOH, Na2CO3)含量的测定

考核技能点编号: J-3-2

1 任务描述

采用双指示剂法完成混合碱(NaOH, Na₂CO₃)含量的测定,提交原始检验报告单。

1.1 混合碱样品的处理

在天平上准确称取1.5-2.0g被测样品于烧杯中,用去离子水溶解,用玻璃棒引流转入250ml容量瓶中,洗涤烧杯5-8次,洗液一并转入容量瓶,用去离子水定容,摇匀。

1.2 混合碱样品的测定

用移液管移取处理好的混合碱溶液 25.00ml, 置于锥形瓶中, 去离子水 50ml, 加入酚酞指示剂 2 滴,用 HCl 标准溶液滴定至终点由红色刚好褪色,记下体积 V_1 ; 再加入甲基橙指示剂 2 滴,滴定管调零,在同一个锥形瓶中继续滴定,终点由黄色变为橙色,记下体积 V_2 。(平行测定 3 分)

1.3 数据处理

碳酸钠质量分数 w₁, 氢氧化钠质量分数 W₂,用%表示

$$W_{1} = \frac{C \times 2V_{2} \times M_{1}}{m \times \frac{25}{250} \times 1000} \times 100$$

$$W_2 = \frac{C \times (V_1 - V_2) \times M_2}{m \times \frac{25}{250} \times 1000} \times 100$$

式中: V_1 ——用酚酞作指示剂时消耗盐酸标准滴定溶液的体积, ml;

V2——用甲基橙作指示剂时消耗盐酸标准滴定溶液的体积, ml:

C——盐酸标准滴定溶液的浓度,mol/l;

 M_1 —— 碳酸钠的摩尔质量[$M(\frac{1}{2}Na_2CO_3) = 53.00$], g/mol;

 M_3 —— 氢氧化钠钠的摩尔质量[M(NaOH) = 40.00], g/mol;

m——混合碱样品的质量, g。

测定结果的平均含量(%)

$$\overline{\omega} = \frac{\omega_1 + \omega_2 + \omega_3}{3}$$

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3数据记录

混合碱测定的原始记录表

次 数 内容	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)(g)			
称量瓶和样品的质量(第二次读数)(g)			
样的质量m(g)			
盐酸浓度C _(HCl) mol/l			
第一次滴定消耗盐酸标准溶液的体积V ₁ (ml)			
第二次滴定消耗盐酸标准溶液的体积V2 (ml)			
碳酸钠的质量分数w1(%)			
氢氧化钠的质量分数w2(%)			
碳酸钠的平均质量分数(%)			
氢氧化钠的平均质量分数(%)			
碳酸钠测定结果的相对平均偏差 $\frac{1}{d_x}$ (%)			
氢氧化钠测定结果的相对平均偏差 $\overline{d_{\overline{x}}}$ (%)			

2 实施条件

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量		名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	1 支/人		移液管	25mL	1 只/人
量筒	50mL	1 只/人		烧杯	100mL	1 只/人
洗瓶	500mL	1 只/人		锥形瓶	250mL	3 只/人
玻璃仪器洗涤用具		公用		容量瓶	250ml	1 只/人
及其洗涤用试剂		公用		电子天平	万分之一	1 台/人

表 2 试剂材料

	名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量		
	HCI 标准滴定 溶液	度由考核 点标定好	C _(HCI) =0.1mo 1/L 左右		甲基橙指示剂		1g/L		
	考核试样	烧碱	6-8g/L		酚酞指示剂		1g/L		
备注:未注明要求时,试剂均为AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。									

3 考核时量 150 分钟

4 考核标准 详见附录 8

试题编号: T-3-6, 碳酸钙纯度的测定

1 任务描述

用 EDTA 直接滴定法测定碳酸钙试剂的纯度,提交分析检测报告。具体测定方法参照 GB 15897-1995。

1.1 操作步骤

称取 0.15g 试样,精确至 0.0001g,置于 250mL 锥形瓶中,用 2mL 水调湿,滴加 20% 盐酸溶液至试样全部溶解,加 50mL 水和 5mL 30%三乙醇胺溶液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定,标准滴定溶液消耗至 25mL 时,加 5mL 100g/L 氢氧 化钠溶液和 10mg 钙指示剂,继续用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为纯蓝色,平行测定三次。同时做空白试验。

1.2 结果计算

碳酸钙的质量分数W,数值以"%"表示

$$W = \frac{C \times (V - V_0) \times 10^{-3} \times M}{m} \times 100 \%$$

式中: C—— 乙二胺四乙酸二钠标准溶液的物质的量浓度, mol/L;

V—— 测定试样消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

 V_0 —— 测定空白消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

M── 碳酸钙的摩尔质量[M (CaCO₃)= 100.09], g/mol;

m — 碳酸钙试样的质量, g。

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

次 数 内容	1	2	3
EDTA标准溶液的浓度C(mol/L)			
称量瓶和碳酸钙试样的质量(g)(第一次读数)			

称量瓶和碳酸钙试样的质量(g)(第二次读数)		
碳酸钙试样的质量m(g)		
测定消耗EDTA标准溶液的体积V(mL)		
空白溶液消耗EDTA标准溶液的体积V ₀ (mL)		
碳酸钙的含量W(%)		
碳酸钙的含量的平均值(%)		
测定结果的相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.1 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
酸式滴定管	50 mL	1 支/人	锥形瓶	250 mL	4 只/人
量筒	10 mL	3 只/人	量筒	50 mL	1 只/人
洗瓶	500 mL	1 只/人	玻璃仪器洗涤用具及其		公用
电子天平	万分之一	1 台/人	洗涤用试剂		公用

表 2 试剂材料

V- VIVIVIII									
名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量			
EDTA 标准滴 定溶液	浓度由考核点标定好	C _(EDTA) =0.05 mol/L 左右		钙指示剂		与 NaCl 按 1:100 质量 比混合			
盐酸		20%		氢氧化钠		100g/L			
三乙醇胺		30%		考核试样	碳酸钙 试样	10 g			
タ沖 土沖明]	电光时 岩刻长	14 AD 14 4 E	景	知学的党队会二年	出が割ね				

备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-3-7. 硫酸镁纯度的测定

1 任务描述

用 EDTA 直接滴定法测定硫酸镁的含量,提交分析检测报告。具体测定方法 参照 GB 671-1998。

1.1 操作步骤

称取约 0.4g 试样,精确至 0.0002g, 溶于 100mL 水中,加 10mL pH=10 的氨水-氯化铵缓冲溶液甲,4 滴铬黑 T 指示剂,用 EDTA 标液滴定至溶液由红色变为纯蓝色,记下消耗体积 V,平行测定三次。同时做空白试验。

1.2 结果计算

硫酸镁的质量分数W,数值以"%"表示

$$W (MgSO_{4} \bullet 7 H_{2}O) = \frac{C \times (V - V_{0}) \times 10^{-3} \times M}{m} \times 100 \%$$

式中: C—— 乙二胺四乙酸二钠标准溶液的物质的量浓度, mol/L;

V—— 测定试样消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

 V_0 —— 测定空白消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积,mL;

M— 七水合硫酸镁的摩尔质量[M (MgSO₄·7H₂O)=246.5], g/mol;

m — 硫酸镁试样的质量, g。

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

次 数 内容	1	2	3
EDTA标准溶液的浓度C(mol/L)			
称量瓶和硫酸镁试样的质量(g)(第一次读数)			
称量瓶和硫酸镁试样的质量(g)(第二次读数)			
硫酸镁试样的质量m (g)			

测定消耗EDTA标准溶液的体积V(mL)		
空白溶液消耗EDTA标准溶液的体积V ₀ (mL)		
七水合硫酸镁的含量W(%)		
七水合硫酸镁的含量的平均值(%)		
测定结果的相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地 : 化学分析检验室。
- 2.1 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量		名称	规格	数量	
酸式滴定管	50 mL	1 支/人		锥形瓶	250 mL	4 只/人	
量筒	10 mL	1 只/人		量筒	100 mL	1 只/人	
洗瓶	500 mL	1 只/人		玻璃仪器洗涤用具及其		公用	
电子天平	万分之一	1 台/人		洗涤用试剂		公用	

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量	
EDTA 标准滴	浓度由考核	$C_{(EDTA)} = 0.05$		铬黑 T 指示剂		5 ∼/I	
定溶液	点标定好	mol/L 左右		始志 I 1910/11		5 g/L	
氨-氯化铵		"II—10		考核试样	硫酸镁试	5 ~	
缓冲溶液甲		pH=10		考核	样	5 g	
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。							

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-3-8. 氧化锌纯度的测定

1 任务描述

用 EDTA 直接滴定法测定氧化锌的纯度,提交分析检测报告。具体测定方法 参照 GB/T 4372.1-2001。

1.1 操作步骤

准确称取 0.15g 氧化锌试样,精确至 0.0001g,置于 300mL 烧杯中,加水润湿,加 10mL 1+3 的硫酸,盖皿,微热至完全溶解,取下稍冷,以水洗表面皿及杯壁。加入 1 滴甲基红,用 1+1 的氨水中和至黄色,再用 1+3 硫酸中和至红色,以水洗杯壁。加入 20mL 六次甲基四胺-硫酸缓冲溶液,加入 12.5mL 亚硫酸钠,加入 20mL 碘化钾,加入 0.1g 抗坏血酸,加 2~3 滴二甲酚橙指示剂,用 EDTA标准溶液滴定至亮黄色为终点,记录消耗 EDTA 的体积。同时做空白实验。

1.2 结果计算

氧化锌的质量分数W,数值以"%"表示

$$W(ZnO) = \frac{C(V - V_0) \times 10^{-3} \times M}{m} \times 100 \%$$

式中: C—— 乙二胺四乙酸二钠标准溶液的物质的量浓度, mol/L;

V—— 测定样品消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

 V_0 ——测定空白消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

M—— 氧化锌的摩尔质量[M (ZnO)=81.38], g/mol;

m — 工业氧化锌的质量, g。

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_x} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times x} \times 100\%$$

1.3 数据记录

次 数 内容	1	2	3
EDTA标准溶液的浓度C (mol/L)			
称量瓶和氧化锌样品的质量(g)(第一次读数)			

称量瓶和氧化锌样品的质量(g)(第二次读数)		
氧化锌样品的质量m(g)		
测定消耗EDTA标准溶液的体积V(mL)		
空白溶液消耗EDTA标准溶液的体积V ₀ (mL)		
氧化锌的含量W(%)		
氧化锌的含量的平均值(%)		
测定结果的相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	1 支/人	玻璃棒		4 支/人
量筒	25mL	4 只/人	烧杯	300mL	4 只/人
表面皿		4 个/人	洗瓶	500mL	1 只/人
电子天平	万分之一	1 台/人			
电炉或电热板		公用	玻璃仪器洗涤用具力	及其	公用
电子台秤		公用	洗涤用试剂		公用

本章 № (カラウィー							
名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量	
EDTA 标准滴	浓度由考核	C _(EDTA) =0.2		甲基橙指示剂		1 a/I	
定溶液	点标定好	mol/L 左右		中茎包18小川		1 g/L	
硫酸		1 + 2		二甲酚橙		2 ~/I	
19礼目交		1+3		指示剂		2 g/L	
氨水		1+1		碘化钾		200 g/L	
亚硫酸钠		15%+25 亚		六次甲基四胺-		II5 6	
业功能较材		硫酸		硫酸缓冲溶液		pH5~6	
抗坏血酸				考核试样	工业 氧化锌	10g	
备注: 未注明要	要求时,试剂均	为 AR,水为国	家	规定的实验室三级	以 用水规格。	1	

- 3 考核时量 150 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-3-9. 工业硫酸铝中铝含量的测定

1 任务描述

用 EDTA 返滴定法测定工业硫酸铝中铝的含量,提交分析检测结果。具体测定方法参照 HG/T 2225-2010。

1.1 操作步骤

准确称取工业硫酸铝试样 2.5g 于 250mL 小烧杯中,加水 100mL 和 2mL 盐酸溶液,加热溶解并煮沸 5 分钟,冷却后定量转入 250mL 容量瓶中,定容、摇匀。用移液管吸取 25.00mL 于锥形瓶中,加入 c(EDTA)=0.05mol/L EDTA 标准溶液 30.00mL,加百里酚蓝指示剂 4 滴,用氨水(1+1)调节恰好呈黄色(pH=3~3.5),煮沸后加六亚甲基四胺 20mL,流水冷却,加二甲酚橙指示剂 2 滴,用锌离子标准滴定溶液滴定至黄色变成紫红色。平行测定三份。同时做空白试验。

1.2 结果计算

铝的质量分数W,数值以"%"表示

$$W(Al_2O_3) = \frac{C_{Zn^{2+}}(V_0 - V_1) \times 10^{-3} \times M}{m \times \frac{25.00}{250.0}} \times 100 \%$$

 V_0 —— 空白试验消耗锌离子标准溶液的体积, mL;

V—— 样品消耗锌离子标准溶液的体积, mL;

M—— 三氧化二铝的摩尔质量[M (1/2Al₂O₃)=50.98], g/mol;

 $m \longrightarrow 工业硫酸铝的质量, g$ 。

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

	次数	1	2	2
内 容		1	2	3

锌离子标准溶液的浓度 C (mol/L)		
称量瓶和硫酸铝样品的质量(g)(第一次读数)		
称量瓶和硫酸铝样品的质量(g)(第二次读数)		
硫酸铝样品的质量m(g)		
测定消耗锌离子标准溶液的体积V(mL)		
空白消耗锌离子标准溶液的体积V(mL)		
三氧化二铝的含量W(%)		
三氧化二铝的含量的平均值(%)	·	
测定结果的相对平均偏差(%)		

2、实施条件

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.1 仪器、试剂

表1 仪器设备

名称	规格	数量		名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	2 支/人		移液管	25mL	1 只/人
量筒	5mL	1 只/人		烧杯	100mL	1 只/人
量筒	20mL	1 只/人		锥形瓶	250mL	4 只/人
量筒	100mL	1 只/人		滴管		1 支/人
容量瓶	250mL	1 个/人		洗瓶	500mL	1 只/人
电子天平	万分之一	1 台/人				
电炉或电热机	反	安用 玻璃仪器洗涤用具及其 洗涤用试剂		及其	公用	

1X 2 PA()13/13/17								
名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量		
EDTA 标准滴	浓度由考核	$C_{(EDTA)} = 0.05$		锌离子标准	浓度由考核	$C_{(Zn}^{2+})=0.025$		
定溶液	点标定好	mol/L 左右		滴定溶液	点提供	mol/L 左右		
氨水		1+1		六亚甲基四胺				
百里酚蓝		1 a/I		二甲酚橙		2 ~/I		
指示剂		1 g/L		1 g/L		指示剂		2 g/L
盐酸				考核试样	工业硫酸	10~		
血致 			写 / 风件	铝	10g			
备注: 未注明要	备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。							

- 3 考核时量 150 分钟
- 4 考核标准 详见附录 4

试题编号: T-3-10, 工业冷却循环水中钙、镁离子的测定

1 任务描述

用 EDTA 沉淀掩蔽法分别滴定工业冷却循环水中钙、镁离子含量,提交分析检测报告。具体测定方法参照 GB/T 15452-2009。

1.1 操作步骤

移取工业冷却循环水样 50.00mL,加 5mol/L NaOH 溶液 5mL,加水 25mL,钙指示剂适量,用 EDTA 标液滴定至溶液由红色变为纯蓝色,记下体积 V_1 。再同样取水样 50.00mL 于锥形瓶中,加 10mL pH=10 的氨水-氯化铵缓冲溶液甲,铬黑 T 指示剂 4 滴,用 EDTA 标液滴定至溶液由红色变为纯蓝色,记下体积 V_2 。1.2 结果计算

钙离子和镁离子的质量浓度ρ,数值以"mg/L"表示

$$\rho_{\text{qq}} = \frac{C \times V_1 \times 10^{3} \times M_1}{V} \text{(mg/L)}$$

$$\rho_{e} = \frac{C \times (V_1 - V_2) \times 10^3 \times M_2}{V} (mg / L)$$

式中: C——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的物质的量浓度, mol/L;

 V_1 —— 测定钙离子消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积,mL;

 V_2 —— 测定钙镁离子消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积,mL;

 M_1 — 钙的摩尔质量[M (Ca)=40.08], g/mol;

*M*₂— 镁的摩尔质量[M (Mg)=24.31], g/mol;

V—— 水样的体积, mL。

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_{i} - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

次 数 内容	1	2	3
EDTA标准溶液的浓度C(mol/L)			
移取水样的体积V (mL)			
测定钙离子消耗EDTA标准溶液的体积 V ₁ (mL)			
钙离子的含量ρ _{εε} (mg/L)			
钙离子的含量的平均值(mg/L)			
测定结果的相对平均偏差(%)			
测定钙镁离子消耗EDTA标准溶液的体积 V2 (mL)			
镁离子的含量ρ _ξ (mg/L)			
镁离子的含量的平均值(mg/L)			
测定结果的相对平均偏差(%)			

2、实施条件

- 2.1 场地: 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	1 支/人	锥形瓶	250mL	6 只/人
量筒	5mL	1 只/人	洗瓶	500mL	1 只/人
量筒	10mL	1 只/人	量筒	25mL	1 只/人
I		1 支/人	玻璃仪器洗涤用具及其		公用
移液管	50mL	1 又/八	洗涤用试剂		公用

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量
EDTA 标准滴	浓度由考核	$C_{(EDTA)} = 0.01$		氨-氯化铵		"II—10
定溶液	点标定好	mol/L 左右		缓冲溶液甲		pH=10
氢氧化钠		5mol/L		铬黑 T 指示剂		1 g/L
钙指示剂		1:100NaCl		考核试样	工业冷却 循环水	300mL
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。						

- 3 考核时量 150 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 6

试题编号: T-3-11, 过氧化氢含量的测定

1 任务描述

采用氧化还原滴定法,完成过氧化氢含量的测定,提交分析检验报告单。 1.1 测定步骤

称取 0.2g (0.18mL) 样品,精确至 0.0001g,加 25 mL 水,加 10 mL 硫酸溶液 (质量分数为 20%),用高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5}KMnO_4)=0.1mol/L$]滴定至溶液呈粉红色,保持 30s。平行测定三次。

1.2 结果计算

过氧化氢的质量分数 w,数值以"%"表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{V \times c \times M}{m \times \frac{25}{250} \times 1000} \times 100$$

式中: V——高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c ——高锰酸钾标准滴定溶液[$c(\frac{1}{5}KMnO_4)$]的浓度,mol/L;

M—— 过氧化氢的摩尔质量[$M(\frac{1}{2}H_2O_2)=17.01$], g/mol;

m——样品的质量,g。

测定结果的相对平均偏差按式(2)计算

$$\overline{d_{\bar{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} |x_i - \overline{x}|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

过氧化氢含量测定原始记录表

内 容	1	2	3
滴瓶和样品质量 (第一次读数)			
滴瓶和样品质量 (第二次读数)			
样品的质量m(g)			
实际消耗高锰酸钾标准溶液的体积V(mL)			

高锰酸钾标准溶液的浓度c(mol/L)	
样品中过氧化氢的含量w(%)	
样品中过氧化氢的平均含量 (%)	
测定结果的相对平均偏差(%)	

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

			~ ~ .			
名称	规格	数量		名称	规格	数量
碱式滴定管	50mL	1 支/人		锥形瓶	250mL	3 只/人
量筒	50mL	1 只/人		洗瓶	500mL	1 只/人
里问 	10mL		JUNIL		JUHL	1 八八
由乙工亚	万分之一	1 台/人		玻璃仪器洗涤用具		公用
电子天平	カガとー	1百八		及其洗涤用试剂		公用

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量
高锰酸钾标准溶液 $c(\frac{1}{5}KMnO_4)$		约 0.1mol/L 250 mL		硫酸溶液		20%
过氧化氢样品		30%				
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。						

- 奋注: 木注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的头验至二级用水规格
- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-3-12, 二水合草酸(草酸)含量的测定

1 任务描述

采用氧化还原滴定法,完成维生素 C 含量的测定,提交分析检验报告单。

1.1 测定步骤

称取 0.2g 样品,精确至 0.0001g,溶于 100mL 含有 8 mL 硫酸的水中,用高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{5}KMnO_4)=0.1mol/L]$ 滴定,近终点时,加热至 65°C,继续滴定至溶液呈粉红色,保持 30s。平行测定三次,同时作空白试验。

1.2 数据处理

二水合草酸的质量分数 w,数值以"%"表示,按下式计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100$$

式中: V_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

 V_2 ——空白实验消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c ——高锰酸钾标准滴定溶液[$c(\frac{1}{5}\mathit{KMnO}_4)$]的浓度, $\mathsf{mol/L}$;

M——二水合草酸的摩尔质量[$M(\frac{1}{2}H_2C_2O_4\cdot 2H_2O)=63.04$], g/mol;

m——样品的质量,g。

测定结果的相对平均偏差按下式计算

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

维生素 C 含量测定原始记录表

内 容	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)(g)			
称量瓶和样品的质量(第二次读数)(g)			
样品的质量m(g)			
实际消耗高锰酸钾标准溶液的体积V(ml)			

空白消耗高锰酸钾标准溶液的体积V(ml)	
高锰酸钾标准溶液的浓度C(mol/L)	
样品中二水合草酸的含量w(%)	
样品中二水合草酸的平均含量 (%)	
测定结果的相对平均偏差(%)	

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

			_	-H ~ H		
名称	规格	数量		名称	规格	数量
碱式滴定管	50mL	1 支/人		锥形瓶	250mL	4 只/人
量筒	100mL	1 只/人		洗瓶	500mL	1 只/人
电子天平	万分之一			玻璃仪器洗涤用具及 其洗涤用试剂		公用

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量
高锰酸钾标准溶液 $c(\frac{1}{5}KMnO_4)$		约 0.1mol/L 250 mL		硫酸溶液		(8+92)
二水合草酸样品		3g				
各注,未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。						

- | 备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。
- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 1

试题编号: T-3-13, 软锰矿中二氧化锰含量的测定

1 任务描述

采用氧化还原滴定法,完成二氧化锰含量的测定,提交分析检验报告单。

1.1 测定步骤

准确称取软锰矿样品 0.5 克,三份,分别放入 400 毫升烧杯中,再准确称取固体 草酸钠约 0.7 克,三份,分别放入原烧杯中加入 25 毫升蒸溜水,再加入 3mol/l H₂SO₄ 溶液 50 毫升,盖上表面皿,缓慢加热至样品全部溶解,冲洗表面皿,溶液稀释至约 200 毫升,加热 75-850℃趁热用高锰酸钾标准溶液滴定至粉红色 30 秒不褪,记下消耗标准溶液体积(平行三份)。

1.2 数据处理

二氧化锰的质量分数 w,数值以"%"表示,按下式计算:

$$W_{(MnO_2)} = rac{\left[rac{m_{(Na_2C_2O_4)}}{M(rac{1}{2}Na_2C_2O_4)} - rac{C(rac{1}{5}KMnO_4) imes V(KMnO_4)}{1000}
ight] imes M_{(rac{1}{2}MnO_4)} imes 100\%$$
 式中: $V(rac{1}{5}KMnO_4)$ V ——高锰酸钾标准滴定溶液的体积,mL;
$$c(rac{1}{5}KMnO_4)$$
——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度,mol/L;
$$M(rac{1}{2}Na_2C_2O_4)$$
——草酸钠的基本单元[$M(rac{1}{2}Na_2C_2O_4)$ =49.02],g/mol;
$$m_{Na_2C_2O_4}$$
——草酸钠的质量,g。

$$M(\frac{1}{2}MnO_2)$$
 — 二氧化锰的基本单元[$M(\frac{1}{2}MnO_2)$ =43.47], g/mol; m — 样品的质量, g。

测定结果的相对平均偏差按下式计算

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

二氧化锰含量测定原始记录表

内 容	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)			
称量瓶和样品的质量(第二次读数)			
样品的质量m(g)			
称量瓶和草酸钠的质量(第一次读数)			
称量瓶和草酸钠的质量(第二次读数)			
草酸钠的质量m(g)			
实际消耗高锰酸钾标准溶液的体积V(ml)			
高锰酸钾标准溶液的浓度C(mol/L)			
软锰矿中二氧化锰的含量w(%)			
样品中二氧化锰的平均含量 (%)			
测定结果的相对平均偏差(%)			

2 实施条件

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

		•					
名称	规格	数量		名称	规格	数量	
酸式滴定管	50mL	1 支/人		烧杯及表面皿	250mL	3 只/人	
量筒	100mL	1 只/人		洗瓶	500mL	1 只/人	
	10 mL	2 只/人	յ քյևπւն 3		2 只/人		JUHL
由子工巫	万分之一	1台/人		玻璃仪器洗涤用具		公用	
电子天平	7772	1 日/八		及其洗涤用试剂		公用 	

表 2 试剂材料

		• • •	- • •	/19 1·9 1 1		
名称	规 格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量
高锰酸钾标准溶液 $c(\frac{1}{5}KMnO_4)$		约 0.1mol/L 250 mL		硫酸		3mol/l
软锰矿样品		5g		草酸钠		基准物
无氧的水		500 mL				

备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 1

试题编号: T-3-14, 七水合硫酸亚铁(硫酸亚铁)含量的测定

1 任务描述

采用氧化还原滴定法,完成硫酸亚铁含量的测定,提交分析检验报告单。

1.1 测定步骤

称取 1g 样品,精确至 0.0001g,溶于 100mL 无氧的水中,加 10mL 硫酸、5mL 磷酸,立即用高锰酸钾标准滴定溶液[$c(\frac{1}{5}KMnO_4)=0.1mol/L$]滴定至溶液呈粉红色,保持 30s。平行测定三次。

1.2 数据处理: 七水硫酸亚铁的质量分数 w, 数值以"%"表示, 按下式计算:

$$w = \frac{V \times c \times M}{m \times 1000} \times 100$$

式中: V——高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c——高锰酸钾标准滴定溶液[$c(\frac{1}{5}KMnO_4)$]的浓度,mol/L;

M— 七水合硫酸亚铁的摩尔质量[$M(FeSO_4 \cdot 7H_2O) = 278.0$], g/mol;

m——样品的质量, g。

测定结果的相对平均偏差按下式计算

$$\overline{d_{\bar{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} |x_i - \overline{x}|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

硫酸亚铁含量测定原始记录表

次数	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)			
称量瓶和样品的质量 (第二次读数)			
样品的质量m(g)			
实际消耗高锰酸钾标准溶液的体积V(ml)			
高锰酸钾标准溶液的浓度C(mol/L)			
样品中七水合硫酸亚铁的含量w(%)			
样品中七水合硫酸亚铁的平均含量 ~ (%)			
测定结果的相对平均偏差(%)			_

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	1 支/人	锥形瓶	250mL	3 只/人
EI. h/h	100mL	1 只/人	洗瓶	500mJ	1 只/人
量筒	10 mL	2 只/人	7元774	500mL	1 八八
由乙二亚	万分之一	1台/人	玻璃仪器洗涤用具		ΛШ
电子天平	カガユー 	1百/人	及其洗涤用试剂		公用

表 2 试剂材料

名称	规 格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量
高锰酸钾标准溶液 $c(\frac{1}{5}KMnO_4)$		约 0.1mol/L 250 mL		硫酸		1.84g/mL
七水合硫酸亚铁样品		5g		磷酸		1.69 g/mL
无氧的水		500 mL				
	1115-4		ے ہ		TT 1. LT 1.6	

备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 1

试题编号: T-3-15, 五水合硫代硫酸钠含量的测定

1 任务描述

采用氧化还原滴定法,完成硫代硫酸钠含量的测定,提交分析检验报告单。 1.1 测定步骤

称取 1g 样品,精确至 0.0001g,溶于 70mL 无二氧化碳的水中,用碘标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{2}I_2)=0.1mol/L]$ 滴定至近终点时,加 3mL 淀粉指示液(10g/L),继续滴至溶液呈蓝色。平行测定三次。

1.2 数据处理

五水合硫代硫酸钠的质量分数 w,数值以"%"表示,按下式计算:

$$w = \frac{V \times c \times M}{m \times 1000} \times 100$$

式中: V——碘标准滴定溶液的体积, mL;

c ——碘标准滴定溶液[$c(\frac{1}{2}I_2)$]的浓度,mol/L;

M—— 五水合硫代硫酸钠的摩尔质量[$M(Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O)=248.18$],

m——样品的质量, g。

测定结果的相对平均偏差按下式计算

$$\overline{d_x} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times x} \times 100\%$$

1.3 数据记录

g/mol;

硫代硫酸钠含量测定原始记录表

次 数 内容	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)(g)			
称量瓶和样品的质量(第二次读数)(g)			
样品的质量m(g)			
实际消耗碘标准溶液的体积V(ml)			
碘标准溶液的浓度C(mol/L)			

样品中五水合硫代硫酸钠的含量w(%)		
样品中五水合硫代硫酸钠的平均含量 (%)		
测定结果相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	1 支/人	锥形瓶	250mL	3 只/人
量筒	100mL	1 只/人	洗瓶	500mL	1 只/人
量筒	5mL	1 只/人	电子天平	万分之一	1台/人
			玻璃仪器洗涤用具		ΛШ
			及其洗涤用试剂		公用

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量
碘标准滴定溶液		约 0.1mol/L		治 州化二流		10-/Т
$\left[c(\frac{1}{2}I_2)\right]$		250 mL		淀粉指示液		10g/L
五水合硫代硫酸钠		3g		无二氧化碳的水		300 mL
样品		<i>J</i> g		70— F(1049X1177X		JOU IIIL
久分 土沙田西老叶 : 注刻执头 A.D. 业头国家恒克的党队之二级田业坝校						

备注:未注明要求时,试剂均为AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 1

试题编号: T-3-16, 抗坏血酸 (维生素 C) 含量的测定

1 任务描述

采用氧化还原滴定法,完成维生素 C 含量的测定,提交分析检验报告单。

1.1 测定步骤

称取 0.3g 样品,精确至 0.0001g,溶于 80mL 水,加 2mL 硫酸溶液(20%),摇匀,立即用碘标准滴定溶液[$c(\frac{1}{2}I_2)=0.1$ mol/L]滴定,近终点时,加 3mL 淀粉指示液(10g/L),继续滴定至溶液显蓝色,保持 30s。平行测定三次。数据处理: 抗坏血酸的质量分数 w,数值以"%"表示,按下式计算:

$$w = \frac{V \times c \times M}{m \times 1000} \times 100$$

式中: V——碘标准滴定溶液的体积, mL;

c ——碘标准滴定溶液[$c(\frac{1}{2}I_2)$]的浓度,mol/L;

M— 抗坏血酸的摩尔质量[$M(\frac{1}{2}C_6H_8O_6)=88.06$], g/mol;

m——样品的质量, g。

测定结果的相对平均偏差按下式计算

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

维生素C含量测定原始记录表

次 数 内 容	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)(g)			
称量瓶和样品的质量(第二次读数)(g)			
样品的质量m(g)			
实际消耗碘标准溶液的体积V(ml)			
碘标准溶液的浓度C(mol/L)			
样品中抗坏血酸的含量w(%)			

样品中抗坏血酸的平均含量 (%)	
测定结果相对平均偏差(%)	

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

71 1100 44 1							
名称	规格	数量		名称	规格	数量	
碱式滴定管	50mL	1 支/人		锥形瓶	250mL	3 只/人	
量筒	100mL	1 只/人		洗瓶	500mL	1 只/人	
	5mL	2 只/人		1) LTIL	South	1 八八	
由乙工亚	万分之一			玻璃仪器洗涤用具		公用	
电子天平	カガとー			及其洗涤用试剂		公用 	

	* * * * * * * * * * * * * * * * * * * *							
名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量		
碘标准滴定溶 液[$c(\frac{1}{2}I_2)$]		约 0.1mol/L 250 mL		硫酸溶液		20%		
抗坏血酸样品		3g		淀粉指示液		10g/L		
备注: 未注明要求时, 试剂均为 AR, 水为国家规定的实验室三级用水规格。								

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 1

试题编号: T-3-17. 五水合硫酸铜含量的测定

1 任务描述

采用氧化还原滴定法,完成硫酸铜含量的测定,提交分析检验报告单。

1.1 测定步骤

称取 0.8g 样品,精确至 0.0001g,置于 500mL 碘量瓶中,溶于 60 mL 水,加 5 mL 硫酸溶液(20%)及 3g 碘化钾,摇匀,于暗处放置 10min 后,用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]滴定,近终点时,加 3mL 淀粉指示液(10g/L),继续滴定至溶液蓝色消失,平行测定三次。同时做空白试验。

1.2 数据处理

五水合硫酸铜的质量分数 w, 数值以"%"表示, 按下式计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100$$

式中: V_I ——硫代梳酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

 V_2 ——空白实验消耗硫代梳酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代梳酸钠标准滴定溶液的[$c(Na,S,O_3)$]的浓度,mol/L;

M—— 五水合硫酸铜的摩尔质量[$M(CuSO_4 \cdot 5H_2O) = 249.7$], g/mol;

m ——样品的质量, g。

测定结果的相对平均偏差按下式计算

$$\overline{d_{\bar{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times x} \times 100\%$$

1.3 数据记录

硫酸铜含量测定原始记录表

次 数 内 容	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)(g)			
称量瓶和样品的质量(第二次读数)(g)			
样品的质量m(g)			
实际消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积V(ml)			

空白消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积V(ml)	
硫代硫酸钠标准溶液的浓度(mol/L)	
样品中五水合硫酸铜的含量w(%)	
样品中五水合硫酸铜的平均含量 ~ (%)	
测定结果的相对平均偏差(%)	

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

N = NH \propto H							
名称	规格	数量		名称	规格	数量	
酸式滴定管	50mL	1 支/人		碘量瓶	500mL	4 只/人	
量筒	100mL 1 只/人			洗瓶	500mL	1 只/人	
	5mL	2 只/人		- OLπt SOOIIL		1 八八	
由乙工亚	万八之一	1 台/人		玻璃仪器洗涤用具		八田	
电子天平	平 万分之一 1			及其洗涤用试剂		公用	

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量			
硫代梳酸钠标准滴									
定溶液		约 0.1mol/L		碘化钾		12~			
$[c(Na_2S_2O_3)]$		250 mL		一块化钾		12g			
五水合硫酸铜样品		5g		淀粉指示剂		10g/L			
硫酸溶液		20%							
7. 12 P. 12 P. 15									

备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 1

试题编号: T-3-18, 碘酸钾含量的测定

1 任务描述

采用氧化还原滴定法,完成碘酸钾含量的测定,提交分析检验报告单。

1.1 测定步骤

称取 1.2 样品,精确至 0.0001g,溶于水,移入 250mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。移取 25.00mL,注入 500mL 碘量瓶中,加 3g 碘化钾及 5mL 盐酸溶液(20%),摇匀,于暗处放置 5min,加 150mL 水(不超过 10°C),用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]滴定,近终点时,加 3mL 淀粉指示液(5g/L),继续滴定至溶液蓝色消失,平行测定三次。同时做空白试验。

1.2 数据处理

碘酸钾的质量分数 w,数值以"%"表示,按下式计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times \frac{25}{250} \times 1000} \times 100$$

式中: V1----硫代梳酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

 V_2 ——空白实验消耗硫代梳酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

c ——硫代梳酸钠标准滴定溶液的[$c(Na,S,O_3)$]的浓度,mol/L;

$$M$$
— 碘酸钾的摩尔质量[$M(\frac{1}{6}KIO_3) = 35.67$],g/mol;

m ——样品的质量, g。

测定结果的相对平均偏差按下式计算

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

碘酸钾含量测定原始记录表

次 数 内 容	1	2	3
称量瓶和样品的质量(第一次读数)(g)			
称量瓶和样品的质量(第二次读数)(g)			

样品的质量m(g)		
实际消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积V(ml)		
空白消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积V(ml)		
硫代硫酸钠标准溶液的浓度C(mol/L)		
样品中碘酸钾的含量w(%)		
样品中碘酸钾的平均含量 (%)		
测定结果的相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量		名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	1 支/人		容量瓶	250mL	1 只/人
量筒	100mL	1 只/人		移液管	25mL	1 支/人
里 问	5mL 2 只/人	/夕/仪 目	ZJIIL	1又/八		
洗瓶	500mL	1 只/人		碘量瓶	500mL	4 只/人
烧杯	200mL	1 只/人				
电子天平	万分之一	1 台/人		玻璃仪器洗涤用具 及其洗涤用试剂		公用

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量		
硫代梳酸钠标准								
滴定溶液		约 0.1 mol/L		盐酸溶液		20%		
$[c(Na_2S_2O_3)]$		250 mL						
碘酸钾样品		3g		淀粉指示剂		5g/L		
碘化钾		10g						
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。								

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 4

试题编号: T-3-19, 锅炉用水中可溶性氯化物的测定

1 任务描述

用莫尔法测定锅炉用水中可溶性氯化物的含量,提交分析检测报告。具体操作方法参照 GB/T 15453-2008。

1.1 操作步骤

准确移取 50.00mL 水样于 250mL 锥形瓶中,加 2 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调节水样 pH 值,使红色刚好变为无色,加 1mL 铬酸钾指示剂,在不断摇动下,用硝酸银标准溶液滴定至砖红色沉淀刚出现为终点,记录消耗的硝酸银标准溶液的体积 V。平行测定三次。同时做空白试验。

1.2 结果计算

氯离子的质量浓度ρ,数值以"mg/L"表示

$$\rho(Cl) = \frac{C \times (V - V_0) \times M \times 10^3}{V} (mg/L)$$

式中: C—— 硝酸银标准溶液的浓度, mol/L;

V—— 水样消耗硝酸银标准溶液的体积, mL,;

Vo—— 空白消耗硝酸银标准溶液的体积, mL;

M—— 氯的摩尔质量[M (Cl)=35.45], g/mol;

V—— 水样的体积, mL。

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

次 数 内容	1	2	3
硝酸银标准溶液的浓度C(mol/L)			
移取水样的体积V (mL)			
测定消耗硝酸银标准溶液的体积V(mL)			

测定空白消耗硝酸银标准溶液的体积 V ₀ (mL)		
氯的含量ρ(mg/L)		
氯的含量的平均值(mg/L)		
测定结果的相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地: 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
棕色酸式滴定管	50mL	1 支/人	移液管	50mL	1 只/人
量筒	5mL	1 只/人	洗瓶	500mL	1 只/人
玻璃仪器洗涤用 洗涤用试剂		公用			

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量
AgNO3标准	浓度由考核	$C_{(AgNO3)} = 0.01$	酚酞指示剂			10g/L
滴定溶液	点标定好	mol/L 左右				乙醇溶液
硝酸溶液		1+300		氢氧化钠溶液		2g/L
K ₂ CrO ₄		5%水溶液		考核试样	水样	200 mL
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。						

- **3 考核时量** 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 2

试题编号: T-3-20, 硫氰酸铵纯度的测定

1 任务描述

用福尔哈德法测定硫氰酸铵的纯度,提交分析检测报告。具体操作方法参照 GB 660-92。

1.1 操作步骤

称取 0.3g 硫氰酸铵样品,精确至 0.0001g,溶于 50mL 水中,加入 5mL 25% 硝酸溶液,在摇动下滴加 50.00mL 硝酸银标准滴定溶液,加入 1mL 硫酸铁铵指示剂,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定,终点前摇动溶液至完全清亮后,继续滴加滴定至溶液呈浅棕红色,保持 30s。平行测定三次。同时做空白实验。

1.2 结果计算

硫氰酸铵的质量分数 W,数值以"%"表示

$$W (NH_4SCN) = \frac{C (V_0 - V) \times 10^{-3} \times M}{m} \times 100 \%$$

式中: C—— NH_4SCN 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

 V_0 测定空白时滴定消耗 NH4SCN 标准滴定溶液的体积, mL;

V—— 测定试样时滴定消耗 NH4SCN 标准滴定溶液的体积, mL;

M—— NH₄SCN 毫摩尔质量[M (NH₄SCN)=76.11], g/mol;

m—— 硫氰酸铵样品的质量, g。

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

次 数 内容	1	2	3
硫氰酸铵标准溶液的浓度 C (mol/L)			
称量瓶和硫氰酸铵样品的质量 (g) (第一次读数)			
称量瓶和硫氰酸铵样品的质量 (g) (第二次读数)			

硫氰酸铵样品的质量m (g)		
测定消耗硫氰酸铵标准溶液的体积V(mL)		
空白消耗硫氰酸铵标准溶液的体积V ₀ (mL)		
硫氰酸铵的含量W(%)		
硫氰酸铵的含量的平均值(%)		
测定结果的相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
酸式滴定管	50mL	2 支/人	锥形瓶	250mL	4 只/人
量筒	50mL	1 只/人	洗瓶	500mL	1 只/人
量筒	5mL	2 只/人	玻璃仪器洗涤用具及其		公用
电子天平	万分之一	1 台/人	洗涤用试剂		

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数量	名称	规格	浓度/数量
AgNO3标准	浓度由考核	$C_{(AgNO3)} = 0.1$	NH4SCN 标准	浓度由考核	$C_{(NH4SCN)}=0.1$
滴定溶液	点标定好	mol/L 左右	滴定溶液	点标定好	mol/L 左右
硫酸铁铵		90 a/I	HNO3 溶液		25%
指示剂		80 g/L	HNO3 恰似		25%
考核试样	工业 硫氰酸铵	10 g			

备注:未注明要求时,试剂均为AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-3-21, 碘化钾纯度的测定

1 任务描述

用法扬司法测定碘化钾的纯度,提交分析检测报告。具体操作方法参照 GB/T 1272-2007。

1.1 操作步骤

称取 KI 试样 0.5g, 精确至 0.0002g, 置于锥形瓶中,加 50mL 纯水溶解,加 lmol/L 醋酸溶液 10mL,曙红指示液 2~3 滴,用 AgNO3标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为玫瑰红色即为终点。平行测定三次。同时做空白试验。

1.2 结果计算

碘化钾的质量分数 W,数值以"%"表示

$$W(KI) = \frac{C(V - V_0) \times 10^{-3} \times M}{m} \times 100 \%$$

式中: C——AgNO3标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V—— 滴定样品时消耗 AgNO3 标准滴定溶液的体积, mL;

 V_0 — 滴定空白时消耗 AgNO₃ 标准滴定溶液的体积, mL;

M——KI 的摩尔质量 [M (KI)=166.0], g/mol;

m— 称取 KI 试样的质量, g。

测定结果的相对平均偏差

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times x} \times 100\%$$

1.3 数据记录

次 数 内容	1	2	3
硝酸银标准溶液的浓度C(mol/L)			
称量瓶和碘化钾样品的质量(g)(第一次读数)			
称量瓶和碘化钾样品的质量(g)(第二次读数)			
碘化钾样品的质量m(g)			

测定消耗硝酸银标准溶液的体积V(mL)		
空白消耗硝酸银标准溶液的体积 V_0 (mL)		
碘化钾的含量W(%)		
碘化钾的含量的平均值(%)		
测定结果的相对平均偏差(%)		

- 2.1 场地: 天平室, 化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

			 н У H		
名称	规格	数量	名称	规格	数量
棕色酸式滴定管	50mL	1 支/人	锥形瓶	250mL	4 只/人
量筒	50mL	1 只/人	洗瓶	500mL	1 只/人
量筒	10mL	1 只/人	玻璃仪器洗涤用具及其		公田
电子天平	万分之一	1台/人	洗涤用试剂		公用

名称	规格	浓度/数量	名称		规格	浓度/数量		
AgNO3标准滴	浓度由考核	$C_{(AgNO3)} = 0.1$	(AgNO3)=0.1			5g/L 的 70%		
定溶液	点标定好	mol/L 左右		曙红指示液		的乙醇溶液		
醋酸溶液		5%水溶液		考核试样	KI 试样	5g		
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。								

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 1

试题编号: T-3-22, 镍盐中镍含量的测定

1 任务描述

用沉淀重量法测定硫酸镍等镍盐中的镍含量,提交分析检测报告。具体操作方法参照 GB/T 21933.1-2008。

1.1 操作步骤

准确称量样品七水硫酸镍0.15-0.2g,置于烧杯中(烧杯容积250-500mL),加几滴稀盐酸防镍盐水解,加去离子水约100mL溶解样品,加5mL200g/L的氯化铵和5mL200g/L的柠檬酸,加热至沸腾,立即用去离子水约20~30mL洗涤烧杯内壁,至温度70~80℃,边搅拌便缓慢加入10g/L的丁二酮肟酒精溶液溶液40mL,滴加1+1氨水至pH值为9,再过量2mL氨水,在70~80℃保温陈化30min,准备过滤。

用预先在 140°C干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器中减压抽滤。先抽清液,再用柠檬酸洗液洗涤烧杯和沉淀 8~10 次,再用温热水洗涤沉淀至无 Cl-为止(检查 Cl-时,可将滤液以稀硝酸酸化,用硝酸银检查)

将盛有沉淀的过滤器置于烘箱中,140℃干燥1h,取出,冷却称重,并恒重。

1.2 结果计算

镍的质量分数 w,数值以"%"表示

$$W(Ni) = \frac{(m_2 - m_1) \times M_{Ni}}{m_S \times M_{Ni(HD)_2}} \times 100 \%$$

式中: m_1 —— 空坩埚的质量, g;

m2—— 空坩埚+丁二酮肟镍沉淀的质量, g;

M_{Ni} 镍的摩尔质量[M (Ni)=58.69], g/mol;

 $M_{Ni(HD)_2}$ —丁二酮肟镍的摩尔质量{M [$Ni(HD)_2$]=288.91}, g/mol;

ms—— 试样的质量, g。

1.3 数据记录

次 数 内 容	1
称量瓶和硫酸镍样品的质量(g)(第一次读数)	
称量瓶和硫酸镍样品的质量(g)(第二次读数)	

硫酸镍的质量m _S (g)	
空坩埚的质量 m _l (g)	
空坩埚+丁二酮肟镍沉淀的质量 m2(g)	
丁二酮肟镍的质量m(g)	
镍的含量W(%)	

2、实施条件

- 2.1 场地:天平室,化学分析检验室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

农工 									
名称	规格	数量		名称	规格	数量			
烧杯	500mL	1 个/人		量筒	10mL、100mL	各1只/人			
表面皿		1 个/人		滴管		1 只/人			
定量滤纸	90mm			长颈漏斗		1 只/人			
玻璃棒		1根/人		洗瓶	50mL	1 个/人			
玻璃砂芯坩埚		1 只/人		电子天平	万分之一	1台/人			
电热板及烘箱		公用		玻璃仪器洗涤用具及其洗涤用试		公用			
减压抽滤装量	置	公用		剂					

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量			
盐酸		1+10		氯化铵		200g/L			
柠檬酸		200g/L		丁二酮肟		10 g/L 酒精 溶液			
柠檬酸		20g/L (热)		氨水					
硝酸银		10g/L		测试样品	工业 硫酸镍	5 g			
备注:未注明要求时,试剂均为AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。									

- 3 考核时量 240 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 18

四、仪器分析模块

试题编号: T-4-1. 邻菲罗啉分光光度法测铁曲线绘制

1 任务描述

采用可见分光光度法,完成邻菲罗啉测铁曲线绘制,提交分析检验报告单。 参照 GB/T 2441.4-2010。

1.1 标准溶液的配制

分别移取铁的标准溶液($10\mu g/mL$)0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL于 6只 50mL 容量瓶中,依次分别加入 5.0mL HAc \sim NaAc 缓冲液、2.5mL 盐酸羟胺、5.0mL 邻菲罗啉溶液,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,放置 10min。

1.2 吸收曲线的绘制

取上述 8.00mL 铁标样溶液,以 0.00mL 容量瓶溶液为参比,放置 10min,用 1cm 比色皿在 400~600nm 波长区间,测定其吸光度,绘制吸收曲线,并找出最大吸收波长。

1.3 工作曲线的绘制

以 0.00 m L 为参比,用 1 cm 比色皿,在最大吸收波长处,测定吸光度,每个实验点重复 2 次,以每个容量瓶中铁标准溶液浓度(mg/L)作为横坐标,吸光度 A 平均值作为纵坐标,绘制工作曲线。用计算机 excel 等软件计算出回归方程和相关系数 R。

1.4 数据记录

开始时间: 结束时间:												
铁标液不同吸收波长吸光度												
波长/nm												
吸光度												•

结论:最大吸收波长为_____ nm

最大吸收波长下不同浓度铁标液吸光度及其曲线相关性

试样编号	1	2	3	4	5	6
铁标液加入量(mL)						

铁标液浓度(μg/mL)				
比色皿校正值 A ₀		•		
校正后吸光度 A				
回归方程				
相关系数 R				

- 2.1 场地:分光光度室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

		- PC I	 # * * * * * * * * * * * * * * * * * * *		
名称	规格	数量	名称	规格	数量
容量瓶	50mL	6 只/人	移液管	10 mL	1 支/人
洗瓶	500mL	1 只/人	移液管	5 mL	3 支/人
电脑	不限	公用	可见分光光度计		1台/人
比色皿	1cm	2 个/人	胶头滴管		1 只/人
烧杯	500mL	1 只/人	玻璃仪器洗涤用具及其		公用
为17个	SOUTH	1 六八	洗涤用试剂		公用

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量		
铁标液	由考核点配置	10μg/mL		HAc ~ NaAc 缓 冲液		PH=4.6		
盐酸羟胺	新配	m%=10%		邻菲罗啉	新配	m%=0.15%		
乙醇		98%						
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。								

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 19

试题编号: T-4-2, 丁二酮肟分光光度法测镍的曲线绘制

1 任务描述

采用丁二酮肟可见分光光度法完成镍标准溶液吸收曲线和工作曲线的绘制, 提交分析检验报告单。参照 GB/11910-89。

1.1 标准溶液的配制

准确移取 5.00mL 镍标准储备液(1mg/mL)于 250mL 容量瓶中,用水稀释制备得到 20mg/L 镍标准液。

准确移取上述 20 mg/L 镍标准液 0.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,加水至 20.0 mL,依次加入 500 g/L 柠檬酸铵溶液 4 mL, 0.05 mol/L I_2 溶液 2 mL,加水至约 40 ml,再加 4 mL 丁二酮肟溶液,混匀,再加入 4 mL 乙二胺四乙酸钠溶液,用水定容至标线,摇匀待用。

1.2 吸收曲线的绘制

取上述 8.00mL 镍标准液,以 0.00 做参比,用 1cm 比色皿,从 400~500nm,每隔 10nm 测定其吸光度值,绘制吸收曲线,确定溶液最大吸收波长。

1.3 工作曲线的绘制

以试剂空白为参比,用 1cm 比色皿于最大吸收波长处测定吸光度,每个实验点重复 2 次,以镍标液浓度(mg/L)作为横坐标,吸光度 A 平均值作为纵坐标,绘制工作曲线,计算机算出回归方程和相关系数 R。

吸光度	波长/nm							
			·	·	·			

结论: 最大吸收波长为 ______

最大吸收波长下不同浓度镍标液吸光度及其线性关系

试样编号	1	2	3	4	5	6
20mg/L 镍标液加入量(mL)						

镍标液浓度(mg/L)			
比色皿校正值 A ₀			
校正后吸光度 A			
相关系数 R			
回归方程			

2 实施条件

2.1 场地:分光光度室。

2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
容量瓶	50.0 mL	7 只/人	移液管	5 mL	3 支/人
容量瓶	250mL	2 只/人	移液管	10 mL	1 支/人
量筒	5mL	2 只/人	洗瓶	500mL	1 只/人
可见分光光度计	不限	每人1台	玻璃仪器洗涤用具及其		公用
可见刀儿没们	/\PK	英八1日	洗涤用试剂		公用

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量	
镍标准溶液	金属镍>99.9% (硝酸溶解)	100.0mg/L		氨水-氯化铵缓 冲溶液		PH=10±0.2	
丁二酮肟	(氨水溶液)	5g/L		乙二胺四乙酸钠		50g/L	
柠檬酸铵		500g/L		氨水		ρ=0.90g/mL	
硝酸	AR	1+1		I ₂ 溶液		0.05mol/L	
备注:未注明要求时,试剂均为 AR, 水为国家规定的实验室三级用水规格。							

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 19

试题编号: T-4-3, 1,10-菲啰啉分光光度法测锅炉水中铁

1 任务描述

采用 1,10-菲啰啉分光光度法,完成锅炉水中铁含量的测定,提交分析检验报告单。参照 GB/T14427-2008。

1.1 工作曲线的绘制

用 10mL 移液管分别移取 0.00mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 于 50 mL 容量瓶中,再用 5mL 移液管依次分别加入 5.0mL HAc~NaAc 缓冲液、2.5mL 盐酸羟胺、5.0mL 邻菲罗啉溶液,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,放置 10min。放置不少于 15 min。选择 1cm 比色皿,于最大吸收波长(约 510 nm)处,以 0.00mL 溶液为参比,测量溶液吸光度,以 Fe 质量(μg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

1.2 样品的测定

用 5mL 移液管准确吸取 5.00mL 考核试液定量转移至 50 mL 的容量瓶内, 从 "加 3 mL 抗坏血酸溶液……"开始进行操作, 测定试液的吸光度, 平行两份。 1.3 结果计算

水中铁的质量浓度按下式计算:

$$X_1 = \frac{m_1}{V}$$

式中: X₁——试样中铁含量, (µg/mL);

m₁——从工作曲线上查得铁含量, (μg);

V——试样的体积, (mL):

1.4 数据记录

开始时间: _____ 结束时间: _____

铁标准溶液工作曲线数据表

容量瓶编号	1	2	3	4	5	6
铁标液体积mL						
铁含量μg						
吸光度A ₁						
比色皿校正值A ₀						
校正后吸光度A ₂						

1,10-菲啰啉分光光度法测锅炉水中铁分析结果

测定次数	1	2
试样体积(mL)		
试样吸光度A3		
比色皿校正值A ₀		
试样校正后吸光度A ₄		
铁含量(mg/L)		
测定结果(算术平均值)		
测定结果的相对平均偏差/%		

2 实施条件

- 2.1 场地:分光光度室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
可见分光光度计(附 1cm 比色皿)	722 型等	1 台/人	移液管	10mL	1 只/人
烧杯	100mL	1 只/人	移液管	5mL	4 只/人
容量瓶	50mL	8 只/人	滴管		1 支/人
玻璃仪器洗涤用具及 其洗涤用试剂		公用			

表 2 试剂材料

		• •							
名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量			
铁标液	由考核点配置	10μg/mL		HAc ~ NaAc 缓 冲液		PH=4.6			
盐酸羟胺	盐酸羟胺 新配			邻菲罗啉	新配	m%=0.15%			
乙醇	98%		考核试样		≤20mg/L				
夕	夕沙 土沙明西老时 净刻板头 A D 业 4 国 字 坝 宁 的 空 队 宁 二 邓 田 业 坝 枚								

- 备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。
 - 3 考核时量 120 分钟
 - 4 考核标准 详见附录 20

试题编号: T-4-4, 丁二酮肟分光光度法测定废水中镍

1 任务描述

采用可见分光光度法,完成水质镍的测定,提交分析检验报告单。参照 GB/11910-89。

1.1 工作曲线的绘制

往6个50mL容量瓶中,分别加入0.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00mL 镍标准工作溶液(20mg/mL),并加水至20mL,加4mL 柠檬酸铵溶液,加2mL 碘溶液,加水至40mL,摇匀,加4mL丁二酮肟溶液,摇匀。加4mL乙二胺四乙酸钠溶液,加水至标线,摇匀。以空白为参比,在530nm波长下测量显色液的吸光度。以吸光度做纵坐标,镍标准溶液质量(mg)为横坐标绘制工作曲线。1.2样品的测定

准确吸取镍水样 5mL 至 50mL 容量瓶中,在此试料中加 2mL 碘溶液,加水至 20mL,摇匀,加 4mL 丁二酮肟溶液,摇匀,加 4mL 乙二胺四乙酸钠溶液,加水至标线,摇匀。按工作曲线法测定其吸光度,平行两份。

- 注: 1)加入碘溶液后,必须加水至约 20mL 并摇匀,否则加入丁二酮肟后不能正常显色。 2)必须在加入丁二酮肟溶液并摇匀后再加入乙二胺四乙酸钠溶液,否则将不显色。 3)室温<25℃,时间控制在 15min 完成。
- 1.3 结果计算

废水中镍的质量浓度按下式计算:

$$X_1 = \frac{m_1}{V}$$

式中: X_1 ——试样中镍含量, (g/L);

m_l——从工作曲线上查得镍含量,(mg);

V——试样的体积, (mL);

4	4	数	1.1	_	'	=
1	4	75/17	u	∓	┱┍┛	- L
	-	77 V	7/	-	1.4 .	чĸ

开始时间:	结束时间:
-------	-------

容量瓶编号	1	2	3	4	5	6
镍标液体积V(mL)						
镍含量X ₁ (g/L)						
比色皿校正值A ₀						
吸光度A						
校正后吸光度A ₁						

镍溶液工作曲线数据表

水质中镍含量的分析结果

测定次数	1	2
试样体积(mL)		
试样吸光度A ₂		
比色皿校正值A ₀		
试样校正后吸光度A ₃		
镍含量X(g/L)		
测定结果(算术平均值)		
测定结果的相对平均偏差/%		

2 实施条件

- 2.1 场地:分光光度室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
可见分光光度计	722 型等	1 台/人	烧杯	500mL	1 个/人
比色皿	1cm	1 个/人	移液管	5mL	4 支/人
容量瓶	50mL	9 个/人	量筒	5 mL	2 个/人
玻璃仪器洗涤用具		公用	胶头滴管		2 个/人
及其洗涤用试剂		公用			2 1 7 八

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/用量	名称	规格	浓度/用量
镍标准溶液		20.00mg/L	乙二胺四乙酸钠 溶液		50g/L

碘溶液		0.05moL/L		氨水-氯化铵缓 冲溶液		PH=10±2
柠檬酸铵溶液		500g/L		氨水		$\rho_{20} = 0.90 \text{g/mL}$
丁二酮肟溶液		C=5g/L		镍考核样		≤4μg/mL
各注, 未注明要求时, 试剂均为 AR 水为国家规定的实验室三级田水规格						

备注: 未注明要求时,试剂均为 AR, 水为国家规定的实验室三级用水规格。

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 20

试题编号: T-4-5. 尿素中缩二脲含量测定

1 任务描述

采用可见分光光度法,完成尿素中缩二脲含量的测定,最终提交原始记录单。 参照 GB/T 2441.2-2010。

1.1 标准溶液的配制

用移液管分别移取 0.00、2.50、10.00、15.00、20.00、30.00mL 缩二脲标准溶液至 6 个 100mL 容量瓶,依次加入 20.0 mL 酒石酸钾钠的碱性溶液和 20.0mL 硫酸铜溶液摇匀,稀释至刻度,把容量瓶浸入 30±5℃的水浴中约 20 min,不时摇动。

1.2 工作曲线的绘制

在 30min 时间内,以试剂空白为参比,用 3cm 比色皿于 550nm 吸收波长处测定各标准溶液的吸光度,每个实验点重复 2次,以缩二脲质量 (μg)作为横坐标,吸光度 A 平均值作为纵坐标,绘制工作曲线。

1.3 样液测定

分别移取 20ml 考核试样至 100mL 容量瓶中,依次加入 20.0mL 酒石酸钾钠碱性溶液和 20.0mL 硫酸铜溶液,摇匀,稀释至刻度,将容量瓶浸入 30±5℃的水浴中约 20min,不时摇动,测定吸光度,记录读数。从标准曲线查出所测吸光度相对应的缩二脲的质量(μg)。

1.4 结果计算

尿素中缩二脲含量 X, 按下式计算:

$$X_1 = \frac{m_1}{V}$$

式中: X1——缩二脲百分含量, (mg/L);

m₁——从工作曲线上查得缩二脲质量, (μg);

V——试样的体积, (mL):

1.5 数据记录

缩二脲标准溶液工作曲线数据表

容量瓶编号	1	2	3	4	5	6
标准溶液体积/mL						

100 mL 溶液含缩二脲/μg			
样液吸光度 A			
比色皿校正值 A ₀			
校正后吸光度 A ₁			

尿素考核样液中缩二脲含量结果分析

测定次数	1	2
试样体积 V (mL)		
试液中测得的缩二脲质量 m ₁ (μg)		
样液吸光度 A ₂		
比色皿校正值 A ₀		
样液校正后吸光度 A ₃		
缩二脲含量 x(mg/L)		
测定结果(算术平均值)(g/L)		
测定结果的相对平均偏差/%		

2 实施条件

- 2.1 场地:分光光度室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

	PANN WALL							
名称	规格	数量		名称	规格	数量		
可见分光光度计	722 等	1 台/人		1 台/人		吸量管	20mL	3 只/人
玻璃比色皿	3 cm	2 个/人		胶头滴管		1 支/人		
容量瓶	100 mL	6 个/人		玻璃仪器洗涤用具及其 洗涤用试剂		公用		
量筒	20 mL	2 只/人		洗瓶	500mL	1 只/人		

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量
硫酸铜溶液		15g/L(考点		缩二脲标准溶液		2.00g/L (考
9吨段 1974年11		配制)		细一胍你任价仪		点配制)
酒石酸钾钠碱性溶		50g/L (考点		考核试样		<2 ~/I
液		配制		写核 风件		≤3g/L
备注:未注明要求时, 试剂均为 AR, 水为国家规定的实验室三级用水规格。						

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 20

试题编号: T-4-6, 紫外分光光度法测苯胺含量

1 任务描述

采用紫外分光光度法,完成样液中苯胺的测定,提交分析检验报告单。参照 HJ/T 31-1999。

1.1 工作曲线的绘制:

取 50mL 容量瓶 6 只,分别加入苯胺标液 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL,用去离子水定容。以空白做参比,在波长 230nm 测定每个标准溶液的吸光度,以相对应苯胺吸光度做纵坐标,苯胺质量(µg)做横坐标绘制工作曲线。

1.2 试样溶液的测定

移取考核样品 5mL 两份分别加入到 50mL 容量瓶中,用去离子水定容至 50mL,测定吸光度,从工作曲线读出苯胺的质量 mx (μg)。平行两份。

1.3 结果计算:

$$X_1 = \frac{m_1}{V}$$

式中: X_1 ——苯胺的含量, $\mu g/mL$;

 m_1 ——工作曲线读出苯胺的质量,(μg)

V——考核样品体积,(mL)

1.4 数据记录

开始时间:	结束时间:

苯胺标准溶液工作曲线数据表

容量瓶编号	1	2	3	4	5	6
苯胺标液体积mL						
苯胺含量 mg						
吸光度A						
比色皿校正值 A ₀						
校正后吸光度 A ₁						

苯胺含量结果分析

测定次数	1	2
样液体积(mL)		
样液吸光度 A ₁		
比色皿校正值 A ₀		
试样体积V(mL)		
试样校正吸光度A ₂		
试样测定质量mx(μg)		
苯胺含量(μg /mL)		
测定结果(算术平均值)		
测定结果的相对平均偏差/%		

2 实施条件

- 2.1 场地:分光光度室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

		_			
名称	规格	数量	名称	规格	数量
紫外分光光度计		1 台/人	容量瓶	50mL	8 只/人
石英比色皿	1cm	2 个/人	烧杯	500 mL	1 个/人
移液管	5mL	1 支/人	胶头滴管		1 个/人
玻璃仪器洗涤用具及 其洗涤用试剂		1 套/人			

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数 量	名称	规格	浓度/数量
苯胺标液		50μg/mL	考核试样		≤50µg/mL
·					

备注:未注明要求时,试剂均为AR,水为蒸馏水。

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 20

试题编号: T-4-7, 紫外可见分光光度法测定磺基水杨酸含量

1 任务描述

采用紫外分光光度法,完成考核液中磺基水杨酸的测定,提交分析检验报告单。参照 GB/T10705-2008。

1.1 工作曲线的绘制:

取 50mL 容量瓶 6 只,分别加入磺基水杨酸标液 0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL,用去离子水定容。以空白做参比,在波长 235nm 测定每个标准溶液的吸光度,以吸光度做纵坐标,磺基水杨酸浓度(μg/mL)做横坐标绘制工作曲线。

1.2 试样溶液的测定

移取考核样品 5mL 两份分别加入到 50mL 容量瓶中,用去离子水定容至 50mL,按上述步骤测定吸光度,从工作曲线读出磺基水杨酸浓度 (μg/mL)。平行 两份。

1.3 结果计算:

	. H > 1 • · · · ·		
		$C_0 = C_X \times n$	
	式中: C0	—原始未知溶液浓度,μg/mL;	
	C_X	—查出的未知溶液浓度, μg/mL;	
	n	—未知溶液的稀释倍数。	
1.4	数据记录		
开好	台时间:	结束町	寸间:

磺基水杨酸标准溶液工作曲线数据表

容量瓶编号	1	2	3	4	5	6
磺基水杨酸标液体积						
mL						
磺基水杨酸含量						
μg/mL						
吸光度A						
比色皿校正值A ₀						
校正后吸光度A						

磺基水杨酸含量结果分析

测定次数	1	2
样液体积(mL)		
样液吸光度 A ₁		
比色皿校正值 A ₀		
试样校正吸光度A ₂		
试样测定含量c _{xx} (μg/mL)		
测定结果平均值(µg/mL)		
测定结果的相对平均偏差/%		

2 实施条件

- 2.1 场地:分光光度室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
紫外分光光度计		1 台/人	容量瓶	50mL	8 只/人
石英比色皿	1cm	2 个/人	烧杯	500 mL	1 个/人
移液管	10mL	2 支/人	胶头滴管		1 个/人
玻璃仪器洗涤用具及 其洗涤用试剂		1 套/人			

表 2 试剂材料

			-4,	191911		
名称	规格	浓度/数 量		名称	规格	浓度/数量
磺基水杨酸标液		100μg/m L		考核试样		50~100μg/ mL

备注:未注明要求时,试剂均为AR,水为蒸馏水。

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 20

试题编号: T-4-8, 紫外可见分光光度法测定苯甲酸含量

1 任务描述

采用紫外分光光度法,完成考核液中苯甲酸的测定,提交分析检验报告单。 参照 GB12597-2008。

1.1 工作曲线的绘制:

取 50mL 容量瓶 6 只,分别加入苯甲酸标液 0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL,用去离子水定容。以空白做参比,在波长 224nm 测定每个标准溶液的吸光度,以吸光度做纵坐标,苯甲酸浓度(µg/mL)做横坐标绘制工作曲线。

1.2 试样溶液的测定

移取考核样品 5mL 两份分别加入到 50mL 容量瓶中,用去离子水定容至 50mL,按上述步骤测定吸光度,从工作曲线读出苯甲酸浓度 (μg/mL)。平行两份。1.3 结果计算:

$$C_0 = C_X \times n$$

式中: C_0 ____原始未知溶液浓度, μ g/mL;

 C_X _____查出的未知溶液浓度, μ g/mL;

n——未知溶液的稀释倍数。

1.4 数据记录

开始时间:	结束时间:	
/ M M D D :	知 尔 的问:	

苯甲酸标准溶液工作曲线数据表

容量瓶编号	1	2	3	4	5	6
苯甲酸标液体积mL						
苯甲酸含量 μg/mL						
吸光度A						
比色皿校正值A ₀						
校正后吸光度A						

苯甲酸含量结果分析

测定次数	1	2
样液体积(mL)		
样液吸光度 A ₁		
比色皿校正值 A ₀		
试样校正吸光度A ₂		
试样测定含量c _{xx} (μg/mL)		
测定结果平均值(µg/mL)		
测定结果的相对平均偏差/%		

2 实施条件

- 2.1 场地:分光光度室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

			,	HH 🔷 🖽		
名称	规格	数量		名称	规格	数量
紫外分光光度计		1 台/人		容量瓶	50mL	8 只/人
石英比色皿	1cm	2 个/人		烧杯	500 mL	1 个/人
移液管	10mL	2 支/人		胶头滴管		1 个/人
玻璃仪器洗涤用具及 其洗涤用试剂		1 套/人				

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数 量		名称	规格	浓度/数量			
苯甲酸标液		50μg/mL		考核试样		20~50μg/m L			
久 注. 未注明更求时	冬注, 去注明更求时 试剂均为 A P 水 为荥德水								

| 备注: 未注明要求时,试剂均为 AR,水为蒸馏水。

- 3 考核时量 120 分钟
- 4考核标准 详见附录 20

试题编号: T-4-9, 工业循环水 pH 值的测定

1 任务描述

采用直接电位法,完成工业循环水 pH 值的测定,提交分析检验报告单。参照 GB/T 6904-2008。

1.1 调试

按酸度计说明书调试仪器,准备好指示电极(玻璃电极)及其参比电极(饱和甘汞电极或者复合玻璃电极。

1.2 定位

用 pH 试纸粗测考核样的酸碱性,正确选择两种 pH 标准缓冲溶液,使其中一种的 pH 大于并接近试样的 pH,另一种小于并接近试样的 pH。调节 pH 计温度补偿旋钮至所测试样温度值。按照考点所标明的数据,依次校正标准缓冲溶液在该温度下的 pH。重复校正直到其读数与标准缓冲溶液的 pH 相差不超过 0.02 pH 单位。(两点校正平行两次)

1.3 测定

把试样放人一个洁净的烧杯中,并将酸度计的温度补偿旋钮调至所测试样的温度。浸入电极,摇匀,测定。酸性溶液和碱性溶液分别平行 2 次。最终结果取其平均值。(用分度值为 10℃的温度计测量试样的温度)

注:冲洗电极后用干净滤纸将电极底部水滴轻轻地吸干,注意勿用滤纸去擦 电极,以免电极带静电,导致读数不稳定。

1.4 数据记录

开始时间:		结束时间:	_
	工业循环水 pH 值		

样品编码	PH 值	两次 PH 平均值	备注

2 实施条件

- 2.1 场地: 电位分析室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

		, ,
名称	规格	数量
pH/mV 计		1 台/人
玻璃电极		1 支/人
甘汞电极		1 支/人
或复合 pH 电极		1 支/人
测定溶液温度装置及其	公用	
体积校正系数表		

名称	规格	数量
洗瓶	500mL	1 只/人
烧杯	50mL	6 只/人
废液杯	500mL	1 只/人

玻璃仪器洗涤用具及其 洗涤用试剂

公用

表 2 试剂材料

			,	1 3 1 5 1 1		
名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/
						数量
 苯二甲酸盐标	 浓度由考核	25 ⁰ C 时 pH		 硼酸盐标准缓	 浓度由考核	25°C
准缓冲溶液	点标定好	为 4.01		冲溶液	点标定好	时 pH
性级任何似	点你是好 	/9 4.01		竹竹似	点你是好 	为9.18
						25°C
磷酸盐标准缓	浓度由考核	25ºC 时 pH		氢氧化钙标准	浓度由考核	时 pH
冲溶液	点标定好	为 6.86		缓冲溶液	点标定好	为
						12.45
考核试样 1		PH≤7		考核试样 2		PH≥7
备注: 未注明要	 求时, 试剂均分	カAR, 水为国	家	规定的实验室三组		

3 考核时量 120 分钟

4 考核标准 详见附录 21

试题编号: T-4-10, 牙膏中氟离子含量的测定

1 任务描述

采用离子选择电极法,完成牙膏中氟离子的测定,提交分析检验报告单。参照 GB/T 7484-1987。

1.1 工作曲线的绘制

移取 1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL 氟标准溶液,分别置于一组 50mL 容量瓶中,加入 10mL 总离子强度调节剂(TISAB),用水稀释至刻度,混匀。将溶液全部倒入干燥的 100mL 烧杯中,加入搅拌子,插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极,在电磁搅动情况下,按氟离子浓度由低到高的次序测定 E。在半对数坐标纸上上以氟离子的质量浓度值为横坐标,电位值为纵坐标绘制工作曲线。

1.2 样品的测定

准确移取牙膏预处理液(考核样)5.00mL 于 50 mL 容量瓶中,加入总离子强度调节剂(TISAB)10 mL,去离子水稀释至标线,摇匀。全部倒入一烘干的烧杯中,按照 1.1 插入电极测定电位值,平行两份。

1.1 结果计算

氟含量按下式计算:

$$W = \frac{\rho V}{V_1}$$

式中: W-水样中氟离子含量, µg/mL;

ρ—自工作曲线上查得氟的质量浓度, μg/mL;

 V_1 —移取的考核样的体积, mL;

V—考核样定容体积, mL。

1.2 数据记录

开始时间: 结束时间:

氟离子标准溶液电位值测定数据记录表

编号	1	2	3	4	5	6
F-标液体积 V(mL)						
F-标液浓度(μg/mL)						
-lgC _{F-}						
电位值 E(mv)						

牙膏中氟含量结果分析

编号	1	2
取样体积 V (mL)		
电位值 E _x (mv)		
工作曲线查得-lgρ _x (μg/mL)		
$\rho_x(\mu g/mL)$		
水样中 F-浓度 W(μg/mL)		
牙膏水样中 F-浓度平均值 W(μg/mL)		
测定结果的相对平均偏差/%		

2 实施条件

- 2.1 场地: 电位分析室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

			 10 AA 11		
名称	规格	数量	名称	规格	数量
酸度计	30mL	4 支/人	烧杯	50mL	8 只/人
氟离子复合电极		1 支/人	容量瓶	50mL	8 只/人
电磁搅拌器		1 台/人	滴管		1 支/人
搅拌子		1 个/人	吸量管	5mL	1 支/人
洗瓶	500mL	1 只/人	小片滤纸		若干
玻璃仪器洗涤用具及其	其洗涤用试	公用			
剂		公用 			

备注: 氟离子选择电极要求氟含量在 10^{-2} mol/L $\sim 10^{-4}$ mol/L 浓度内,电极电位于浓度的负对数呈良好的线性关系。电极在使用前应在 10^{-3} mol/L 的氟化钠溶液中浸泡 1h,使之活化,然后以水洗至洗涤液含氟不大于 10^{-6} mol/L 后方能测定。

表 2 试剂材料

		~ =	10-1	フィンコーフ・リー コート		
名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量
氟标准贮存溶	浓度由考核	0.1mol/L		氢氧化钠溶液		40%
液	点标定好	0.1mol/L		全年(化物)俗似		40%
4-7-4-5- 正公 4-1-		204 /		总离子强度调		DIL 5.0
柠檬酸钠		294g/L		节剂		PH=5.0
冰乙酸				氯化钠		
氟化钠	GR			考核样		≤0.1mol/L
		14.1 (2.4.1	로 스	> Lp -> 44 -> 74 -> -		•

│备注:未注明要求时,试剂均为 AR, 水为国家规定的实验室三级用水规格。

- 3 考核时量 120 分钟
- 4 考核标准 详见附录 21

试题编号: T-4-11. 电位滴定法测定工业硫酸中亚铁含量

1 任务描述

采用重铬酸钾电位滴定法,完成工业硫酸中亚铁离子的测定,提交分析检验报告单。参照 GB/T 1508-2002。

1.1 试样的准备

酸度计功能键选择在 mv 档,检查(指示电极)铂电极和参比电极(饱和甘汞电极)是否完好。分别移取 25.00mL 试液于两个 250mL 的烧杯中,依次加入硫酸+磷酸(1+1)混酸 10mL,加入 1 滴邻苯氨基苯甲酸指示液,放入洗净的搅拌子,将烧杯放在搅拌器上,插入电极对,连接电极与电位计,开动搅拌器,记录起始电位值。

1.2 溶液的粗滴定

用 K₂Cr₂O₇ 标准溶液滴定锥形瓶中的亚铁离子,每次加入 1 mL,待电位稳定后读数,记录相应的电位值,观察电位突跃范围,初步判断滴定终点。

1.3 溶液的精滴定

由滴定管滴加离终点约 1 mL 的 $K_2Cr_2O_7$ 标准溶液,待电位稳定后读数。在滴定开始时,每加 5mL $K_2Cr_2O_7$ 标准溶液记录一次 E,然后当临近终点时(电位突跃前后 1mL 左右),每次加入 $K_2Cr_2O_7$ 标准溶液 0.1 mL 记录一次,过化学计量点后再每加 0.5mL、1 mL 记录一次,直至电位变化不大为止。记录加入体积与相应电位值,平行 2 次,取 E 的平均值记入表格。

1.4 E-V 曲线绘制

以滴定剂相应的 E(mv)两次测定的平均值作纵坐标,滴定剂体积(mL)作 横坐标绘制 E-V 曲线图,并找出滴定终点体积 V_1 。

1.5 结果处理

$$X = \frac{C \cdot V}{V_1}$$

式中: X— 水样中氯离子质量浓度, mol/L;

V——测定时耗用 K₂Cr₂O₇ 标准溶液体积, mL;

C——K₂Cr₂O₇标准溶液的浓度, mol/L;

V₁—— 试样体积, mL,

1.6	数据记录
1.0	

7 1 7 H 7 1 4 1 4 1 4 1 4 1 4 1 4 1 4 1 4 1 4 1	开始时间:	结理	束时间 :
---	-------	----	--------------

电位滴定过程对应电位值数据记录表

样品编码	取样量 /mL	粗滴耗 V _{K2Cr2O7} /mL	粗滴电位 平 均 值 E/mv	滴定终点 体积范围 / mL	样品 编码	精滴消耗 V _{K2Cr2O7} /mL	精滴电 位平均 值 E/mv	滴定终点 体积/mL

表 2: K₂Cr₂O₇标准溶液电位滴定试样溶液分析结果

样品	次数	取样量	消耗 V _{K2Cr2O7}	K ₂ Cr ₂ O ₇ 浓度	K ₂ Cr ₂ O ₇ 浓度平均
编码	八级	(mL)	(mL)	(mol/L)	值(mol /L)
	1				
	2				

2 实施条件

- 2.1 场地: 电位滴定室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

名	称	规格	数量	名称	规格	数量
电位计(附 铂电机		灵敏度±2 mV	1 套/人	移液管	25mL	1 只/人
搅扫	半子		1 个/人	烧杯	250mL	2 只/人
磁力技	觉拌器		1 台/人	滴定管	25mL	1 支/人
量	筒	10mL	1 只/人			

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量		
K ₂ Cr ₂ O ₇ 溶液	由考核点配制	C(1/6)=0.1000mo		邻苯氨基苯甲酸		2g/L		
K2C12O / 行行队	好	1/L		指示液		2g/L		
硫酸-磷酸		1+1		考核试样				
混酸		1+1		考 核				
备注:	未注明要求时	,试剂均为 AR,	水	为国家规定的实验室	室三级用水规	见格。		

3 考核时量 120 分钟

4 考核标准 详见附录 22

试题编号: T-4-12, 工业废水酸度的测定

1 任务描述

采用电位滴定法,完成工业废水酸度的测定,提交分析检验报告单。参照 HZ-HJ-SZ-0129。

1.1 酸度计的校正

按使用说明书准备好仪器,指示电极(玻璃电极)和参比电极(饱和甘汞电极)或者复合玻璃电极,采用 pH 标准缓冲溶液,用一点校正法校准进行酸度计的校正。

1.2 直接滴定法

分别吸取 25mL 水样于两个 250mL 烧杯中,加入一定量(75mL 左右)的无二氧化碳水,将烧杯放在电磁搅拌器上,放入磁力子,插入电极,开动搅拌器,以每次 1.00mL 或更少的增量滴加氢氧化钠标准溶液(约 0.02mol/L)。试样中待pH 读数稳定后,记录所加的滴定剂用量和相应的 pH 值,滴定至 PH= $3.7(\pm0.05)$ 时,记下氢氧化钠标准溶液用量为 $V_1(mL)$,平行两次。

将滴定至 $PH=3.7(\pm 0.05)$ 的溶液,加入 5 滴过氧化氢,加热煮沸 2~4min 冷却至室温后,再继续滴定至 PH=8.3,记录消耗氢氧化钠标准溶液的总体积 $V_2(mL)$,平行两次。

注:接近终点时,滴定速度要馒,加入滴定剂的用量要少于 0.5mL(最好是逐滴加入),并要充分搅拌至 pH 值达稳定后,再记下读数。

1.3 结果计算

甲基橙酸度(CaCO₃, mg/L)=
$$\frac{\text{C}\times\text{V1}\times50\times1000}{\text{V}}$$

酚酞酸度(总酸度 CaCO₃, mg/L)=
$$\frac{\text{C}\times\text{V}2\times50\times1000}{\text{V}}$$

式中: c—标准氢氧化钠溶液浓度(moL/L)

V1—用甲基橙作滴定指示剂时 消耗氢氧化钠标准溶液的体积(mL)

V₂—用酚酞作滴定指示剂时 消耗氢氧化钠标准溶液的体积(mL)

V—水样体积(mL)

50—碳酸钙(1/2CaCO₃)摩尔质量(g/moL)

1.4 数据记录

工业废水酸度测定数据记录表

		标准溶液耗量	标准溶液	结!	果	备	
次数	V(mL)	倍数 (F)	$V_1(mL)$	耗量 V ₂ (mL)	甲基橙酸度	酚酞酸度	注
1							
2							
		酸度	平均值				

2 实施条件

2.1 场地: 电位滴定室。

2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

名称	规格	数量	名
pH/mV 计(具温度自 动补偿装置)		1 台/人	涉
玻璃电极		1 支/人	高型
甘汞电极		1 支/人	滴定
或复合 pH 电极		1 支/人	搅:
电磁搅拌器		1 台/人	酸式
移液管	25.00mL	1 支/人	玻璃仪器 及其洗

名称	规格	数量
洗瓶	500mL	1 只/人
高型烧杯	250mL	2 只/人
滴定台架		1 台/人
搅拌子		1 个/人
酸式滴定管	25mL	1 支/人
玻璃仪器洗涤用具 及其洗涤用试剂		公用

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数量	名称	规格	浓度/数量
苯二甲酸盐 标准缓冲溶 液	浓度由考核 点标定好	25 ⁰ C 时 pH 为 4.01	硼酸盐标准 缓冲溶液	浓度由考核 点标定好	25ºC 时 pH 为 9.18
磷酸盐标准 缓冲溶液	浓度由考核 点标定好	25°C 时 pH 为 6.86	氢氧化钠标 准溶液	浓度由考核 点标定好	0.02mol/L 左右
过氧化氢		30%	考核试样		

备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格,且不含二氧化碳。

3 考核时量 120 分钟

4 考核标准 详见附录 22

试题编号: T-4-13. 工业循环冷却水中镁含量的测定

1 任务描述

采用原子吸收分光光度法,完成工业冷却水中镁含量的测定,提交分析检验报告单。参考国标: GB/T 14636—2007

1.1 测定步骤

1.1.1 标准曲线的绘制

移取镁标准溶液(10mg/L) 0.00 mL(空白)、1.00 mL、 2.00mL 、3.00 mL、 4.00 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 氯化锶溶液或 2.0 mL 氯化镧溶液,用盐酸溶液(1+99)稀释至刻度,摇匀。在仪器的最佳工作条件下,与波长 285.2nm 处,以空白调零,测定其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的 镁含量为横坐标,绘制出标准曲线。

1.1.2 水样的测定

准确移取水样溶液适量体积,放置于 50mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 氯化锶溶液或 2.0 mL 氯化镧溶液,用盐酸溶液 (1+99)稀释至刻度,摇匀。按标准曲线的制作中同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从标准曲线中查出相对应的镁含量 (mg/L)。平行测定两次。

1.2 结果计算

水样中镁含量以质量浓度ρι 计,数值以"mg/L"表示,按下式计算:

$$\rho_1 = \rho_2 \frac{50}{V_1}$$

式中: ρ2——从镁标准曲线中查得镁的浓度, mg/L;

 V_1 ——所取试样溶液体积, ml;

50 ——测定时试样稀释后的溶液总体积, ml;

测定结果的相对平均偏差按下式计算:

$$\overline{d_{\bar{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times x} \times 100\%$$

1.3 数据记录

镁含量分析数据记录表

1.3.1 工作曲线的绘制

容量瓶编号	1	2	3	4	5
镁标液体积(mL)					
镁含量ρ(mg/L)					
吸光度 A					

1.3.2 水样中镁含量的测定

容量瓶编号	6	7
试样吸光度 A		
查得镁含量ρ ₂ (mg/L)		
原始样中镁含量ρ _l (mg/L)		
原始样中镁含量平均值(mg/L)		
测定结果的相对平均偏差(%)		

1.3.3 坐标图粘帖处

2 实施条件

- 2.1 场地: 样品处理室,原子吸收分光检测室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
原子吸收分光光度		1台/5人	刻度移液管	5 mL	1 只/人
计		1 11/3 /	グリスリタ1以 日	JIIIL	1 / 1//
量筒	100mL	1 只/人	烧杯	100mL	1 只/人
量筒	10mL	1 只/人	烧杯	500mL	3 只/人
洗瓶	500mL	1 只/人	滴管		1 支/人
 移液管	25mL	1 只/人	玻璃仪器洗涤用具及其		公用
少似目	2311L	1 31/3	洗涤用试剂		

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量		
镁标准贮备	浓度由考核	$ ho_{ m Mg}=$		氯化镧溶液		含镧		
溶液	点标定好	1.000mg/L		录(化物)份仪		20g/L		
镁标准溶液I	由考核点准	100 m a/I						
埃你任俗似1	备好	100 mg/L				含锶		
镁标准溶	需当天配制	10mg/L		氯化锶溶液:		50g/L		
液Ⅱ	而 3 人 能 的	Tollig/L						
盐酸	AR	1+99		考核试样	由考核点			
血敗	AK	1-99		写似风件	准备好			
备注: 未注明	要求时,试剂均	为 AR, 水为国	家	规定的实验室三级	用水规格。			

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 23

试题编号: T-4-14, 工业废水中铜含量的测定

1 任务描述

采用原子吸收分光光度法(标准加入法),完成工业废水中铜含量的测定,提交分析检验报告单。

1.1 测定步骤

取 5 个干净的 50 mL 容量瓶,各加入水样溶液 25.00mL(水样稀释后浓度与铜标准溶液浓度接近),再依次加入铜标准溶液(50 mg/L)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL,用水稀释至刻度,摇匀。在仪器的最佳工作条件下,于波长 324.7nm 处,以去离子空白调零,测定其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的增加铜含量为横坐标,绘制出标准曲线。将绘制的直线延长,与横轴相交,交点至原点所相应的浓度即为待测试液的浓度。

1.2 结果计算

水样中铜含量以质量浓度ρ1计,数值以"mg/L"表示,按下式计算:

$$\rho_1 = \rho_2 \frac{50}{V_1}$$

式中: p2——从铜标准曲线中查得铜的浓度, mg/L;

 V_1 ——所取试样溶液体积, ml;

50 ——测定时试样稀释后的溶液总体积, ml:

1.3 数据记录

铜含量分析数据记录表

1.3.1 工作曲线的绘制

	容量瓶编号	1	2	3	4	5
Ī	试样体积(mL)					
Ī	铜标液体积(mL)					
Ī	増加铜含量ρ (mg/L)					
Ī	吸光度 A					

1.3.2 水样中铜含量

查得铜含量ρ ₂ (mg/L)	
原始样中铜含量ρ _l (mg/L)	

1.3.3 坐标图粘帖处

2 实施条件

- 2.1 场地: 样品处理室,原子吸收分光检测室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

* ****							
名称	规格	数量		名称	规格	数量	
原子吸收分光光度 计		1台/1人		刻度移液管	5 mL	1 只/人	
量筒	100mL	1 只/人		烧杯	100mL	1 只/人	
量筒	10mL	1 只/人		烧杯	500mL	3 只/人	
洗瓶	500mL	1 只/人		容量瓶	50mL	7 个/人	
五女 \right / 55 ;	25 1	1 🗆 / 1		玻璃仪器洗涤用具及其		ΛШ	
移液管	25mL	1 只/人		洗涤用试剂		公用	

表 2 试剂材料

名称	规格	浓度/数量		名称	规格	浓度/数量	
铜标准贮备 溶液	浓度由考核 点标定好	$\rho_{Cu} = \\ 1.000 mg/L$		硝酸	AR	1+499	
铜标准溶液	由考核点准 备好	50 mg/L		考核试样	由考核点 准备好		
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。							

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 23

试题编号: T-4-15, 混合物中正、仲、叔、异丁醇含量的测定 1 任务描述

采用气相色谱分析法,完成混合物中正、仲、叔、异丁醇含量的测定,提交 分析检验报告单。

1.1 测定步骤

色谱仪开机及参数设置 安装 DNP 色谱柱,通入载气(H_2),检查气密性 完好,调节合适的压力和流量。打开仪器电源,设置色谱条件:柱温 75° C,气 化室 160° C,热导池检测器 80° C,。打开计算机,启动 N2010 色谱工作站,选择 定量方法为归一化法。

混合物分析 待仪器基线平直后,用 1uL 微量进样器,吸取混合试样 0.6uL 进样,分析测定,记录分析结果。平行测定三次。

1.2 结果计算

混合样中各组分的质量分数以wi表示,按下式计算:

$$w_i = \frac{f_i' \cdot A_i}{\sum_{i=1}^n f_i' \cdot A_i} \times 100\%$$

式中: f:——各组分的相对校正因子;

A:——各组分的峰面积平均值, uv.s(微伏.秒);

测定结果的相对平均偏差按下式计算:

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

叔丁醇、仲丁醇、异丁醇、正丁醇含量分析数据记录表

组分	f i		w _i (%)			
		1	2	3	平均值	
叔丁醇	0.98					
仲丁醇	0.97					
异丁醇	0.98					
正丁醇	1.00					

2 实施条件

- 2.1 场地: 气相色谱分析室。
- 2.2 仪器、试剂:

表1 仪器设备

			 ID A4 C		
名称	规格	数量	名称	规格	数量
气相色谱仪		1台/1人	DNP 色谱柱	2m	公用
微量进样器	1uL	1 只/人	烧杯	100mL	1 只/人

表 2 试剂材料

名称	规格	数量		名称	规格	数量
正丁醇	AR	100mL		异丁醇	AR	100mL
仲丁醇	AR	AR 100mL		考核试样	由考核点 准备好	
叔丁醇	AR	100mL				

备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。

- 3 考核时量 120 分钟
- **4 考核标准** 详见附录 24

试题编号: T-4-16. 乙醇中甲醇含量的测定

考核技能点编号: J-4-9

1 任务描述

采用气相色谱分析法,完成乙醇中甲醇含量的测定,提交分析检验报告单。 1.1 测定步骤

- 1.1.1 色谱仪开机及参数设置 安装 GDX-102 色谱柱,通入载气 (H_2) ,检查气密性完好,调节合适的压力和流量。打开仪器电源,设置色谱条件(根据不同仪器,可自行确定):柱温 85° C,气化室 150° C,热导池检测器 90° C,。打开计算机,启动 N2010 色谱工作站,选择定量方法为内标法。
- 1.1.2 配制标准溶液 取一个干燥洁净带胶塞的 5mL 采样瓶(编为 1 号), 称其质量(准确至 0.0001g),用医用注射器吸取 2mL 蒸馏水(内标物)注入小瓶内,称重,计算出水的质量;再用另一支注射器吸取 2mL 甲醇注入瓶内,称量,计算出甲醇的质量,摇匀备用。
- 1.1.3 配制乙醇试样溶液 另取一个干燥洁净带胶塞的采样瓶(编为2号), 称出空瓶质量,注入3mL乙醇试样,称重,计算出乙醇试样质量。然后再加入 0.6mL蒸馏水,称量后计算出加入蒸馏水的质量。摇匀。
- 1.1.4 标准溶液分析 待基线稳定后,用 1uL 进样器吸取 0.6uL1 号瓶标准溶液,分析测定,获得色谱图,记录数据。重复操作三次。
- 1.1.4 试样分析 用 1uL 微量进样器,吸取 2 号瓶乙醇试样 0.6uL 进样,分析测定,记录分析结果。平行测定三次。

1.2 结果计算

1.2.1 根据 1 号瓶标准溶液分析测定所得的数据,甲醇的峰高相对校正因子 $f_{\text{\tiny TRR}}$, 按下式计算:

$$f_{\text{PPP}}' = \frac{m_i \cdot h_s}{m_s \cdot h_s}$$

式中: mi——1号瓶中甲醇的质量, g;

h_i——1号瓶中甲醇的峰高,mm;

ms——1号瓶中水的质量, g

hs——1号瓶中水的峰高, mm

1.2.2 根据 2 号瓶乙醇试样溶液分析测定所得的数据,样品中甲醇的含量 w(%),按下式计算:

$$w_{\mathrm{pp}} = \frac{m_{s} \bullet h_{i}}{m_{\mathrm{pp}} \bullet h_{s}} \bullet f_{\mathrm{ppp}}$$

式中: m_s —2号瓶中水的质量, g m_{\sharp} —2号瓶中乙醇样品的质量, g; h_i —2号瓶中甲醇的峰高, mm;

hs——2号瓶中水的峰高,mm

1.2.3 测定结果的相对平均偏差按下式计算:

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times x} \times 100\%$$

1.3 数据记录

乙醇中甲醇含量分析数据记录表

瓶号	组分	质量 m(g)		峰高 h(mm)					
			1	2	3	平均值	w _i (%)		
1号	甲醇								
	水								
2 号	甲醇								
	水								

2 实施条件

- 2.1 场地:气相色谱分析室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
气相色谱仪		1台/1人	GDX-102 色谱柱	2m	公用
微量进样器	1uL	2 只/人	注射器	5mL	3 只
采样瓶	5mL	2 只			

表 2 试剂材料

1,11111										
名称	规格	数量		名称	规格	数量				
水	蒸馏水	100mL		无水乙醇	GC	100mL				
甲醇	GC	100mL		考核试样	由考核点 准备好					
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。										

3 考核时量 120 分钟

4 考核标准 详见附录 24

试题编号: T-4-17, 乙醇中水分含量的测定

1 任务描述

采用气相色谱分析法,完成乙醇中水分含量的测定,提交分析检验报告单。 1.1 测定步骤

- 1.1.1 色谱仪开机及参数设置 安装 GDX-102 色谱柱,通入载气 (H_2) ,检查气密性完好,调节合适的压力和流量。打开仪器电源,设置色谱条件(根据不同仪器,可自行确定): 柱温 85° C,气化室 150° C,热导池检测器 90° C,。打开计算机,启动 N2010 色谱工作站,选择定量方法为内标法。
- 1.1.2 配制标准溶液 取一个干燥洁净带胶塞的 5mL 采样瓶(编为 1 号), 称其质量(准确至 0.0001g),用医用注射器吸取 2mL 蒸馏水注入小瓶内,称重,计算出水的质量;再用另一支注射器吸取 2mL 甲醇(内标物)注入瓶内,称量,计算出甲醇的质量,摇匀备用。
- 1.1.3 配制乙醇试样溶液 另取一个干燥洁净带胶塞的采样瓶(编为2号), 称出空瓶质量,注入3mL乙醇试样,称重,计算出乙醇试样质量。然后再加入 0.6mL甲醇,称量后计算出加入甲醇的质量。摇匀。
- 1.1.4 标准溶液分析 待基线稳定后,用 1uL 进样器吸取 0.6uL1 号瓶标准溶液,分析测定,获得色谱图,记录数据。重复操作三次。
- 1.1.4 试样分析 用 1uL 微量进样器,吸取 2 号瓶乙醇试样 0.6uL 进样,分析测定,记录分析结果。平行测定三次。

1.2 结果计算

1.2.1 根据 1 号瓶标准溶液分析测定所得的数据,水的峰高相对校正因子 f ,按下式计算:

$$f_{jk}' = \frac{m_i \cdot h_s}{m_s \cdot h_i}$$

式中: mi——1号瓶中水的质量, g;

h:——1号瓶中水的峰高, mm;

ms——1号瓶中甲醇的质量, g

hs——1号瓶中甲醇的峰高, mm

1.2.2 根据 2 号瓶乙醇试样溶液分析测定所得的数据,样品中水分的含量 w(%),按下式计算:

$$w_{\pm} = \frac{m_s \cdot h_i}{m_{\pm} \cdot h_s} \cdot f_{\pm}$$

式中: m_s —2号瓶中甲醇的质量, g m_{\sharp} —2号瓶中乙醇样品的质量, g; h_i —2号瓶中水的峰高, mm;

hs——2号瓶中甲醇的峰高,mm

1.2.3 测定结果的相对平均偏差按下式计算:

$$\overline{d_{\overline{x}}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| x_i - \overline{x} \right|}{n \times \overline{x}} \times 100\%$$

1.3 数据记录

乙醇中水分含量分析数据记录表

瓶号	组分	质量 m(g)		峰高 h(mm)					
			1	2	3	平均值	w _i (%)		
1号	水								
	甲醇								
2 号	水								
	甲醇								

2 实施条件

- 2.1 场地:气相色谱分析室。
- 2.2 仪器、试剂:

表 1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
气相色谱仪		1台/1人	GDX-102 色谱柱	2m	公用
微量进样器	1uL	2 只/人	注射器	5mL	3 只
采样瓶	5mL	2 只			

表 2 试剂材料

名称	规格	数量		名称	规格	数量		
水	蒸馏水	100mL		无水乙醇	GC	100mL		
甲醇	GC	100mL		考核试样	由考核点 准备好			
备注:未注明要求时,试剂均为 AR,水为国家规定的实验室三级用水规格。								

3 考核时量 120 分钟

4 考核标准 详见附录 24

附 录 附录 1 滴定分析考核标准 I

评化	个内容及配分		评分	↑标准				扣分情 况记录	得 分
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	0.2	0.4	0.6	0.8	>0.8		
结果 (30	度(10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10		
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.2	0.4	0.6	0.8	>0.8		
	差(20分)	扣分标准(分)	0	4	8	16	20		
操作 分数 (40	称量 (15 分)	未检查天平水平、砝码 天平内外不洁净,扣0 倾出试样不合要求,打 读数及记录不正确,打 可重复扣分,但不倒打	0.5分; 称 印1分; 尹 印 1.5 分;	《量瓶放』 干关天平	置不当,	扣0.5分;			
分操分完止不行扣	滴定 (25 分)	洗涤不合要求,扣 0.5 没有润洗,扣 1 分; 约 未排空气,扣 1 分; 约 加指示剂操作不当,封 滴定速度控制不当,封 锥形瓶洗涤不合要求, 滴定后补加溶液操作之 半滴溶液的加入控制之 读数操作不正确,扣 可重复扣分,但不倒打	分;没作零;口口和当人,没作零;口口和当人,不可以有一个人。	不正确, , 扣 1 分 滴定姿势 摇瓶操作; 0.5 分; 2 分;终	扣 1 分; 分; 分不正确。 手不正确。 点判断不	,扣 0.5 ,扣 1 分 [、] 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、	和1分;		
	原始记录 (5分)						15分;		
职业 素养 (20	安全与环保(10分)	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣:	計面、卷面不整洁扣 5 分; 员坏仪器,每件扣 5 分;						
分)	6S 管理(5 分)	1.考核结束, 仪器清涝 2.考核结束, 仪器堆放			分 。				
	否决项		考核结束,仪器堆放不整齐扣 1~5 分。 定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考核 准进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补考						
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤ 0 10 20 30 >30							
时间10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考		

附录2滴定分析考核标准Ⅱ

评化	个内容及配分		评分	↑标准				扣分情 况记录	得 分	
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	0.2	0.4	0.6	0.8	>0.8			
结果 (30	度 (10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10			
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.2	0.4	0.6	0.8	>0.8			
	差(20分)	扣分标准(分)	0	4	8	16	20			
操作	移液 (15 分)	洗涤不合要求,扣1分 吸液操作不当,扣2分 用后处理及放置不当, 可重复扣分,但不倒打	; 放液热 扣 2 分	操作不当		13分				
(分操分完止不行扣	滴定 (25 分)	洗涤不合要求,扣 0.5 没有润洗,扣 1 分; 差 未排空气,扣 1 分; 差 加指示剂操作不当,并 滴定速度控制不当,并 锥形瓶洗涤不合要求, 滴定后补加溶液操作之 半滴溶液的加入控制之 读数操作不正确,扣 可重复扣分,但不倒打	分;没作零记1分,没有现代的,没有一个,没有一个。	不正确, , 扣 1 分 滴定姿势 摇瓶操作; 0.5 分; 2 分; 终	扣 1 分; 分; 势不正确; 手不正确; 点判断不	,扣 0.5 ,扣 1 分 [、] 下准确,打	和1分;			
	原始记录 (5分)						15分;			
职业 素养 (20	安全与环保(10分)	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣:	面、卷面不整洁扣 5 分; 坏仪器,每件扣 5 分;							
分)	6S 管理(5 分)		每废被不按规定处直扣 5 分 考核结束, 仪器清洗不洁者扣 5 分。 考核结束, 仪器堆放不整齐扣 1~5 分。							
	否决项	滴定管读数,移液数抗	简定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考核时下准进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补考							
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30			
时间10分		扣分标准 (分)								

附录3 滴定分析考核标准 III

评化	个内容及配分		评分	↑标准				扣分情 况记录	得 分	
	测定结果的准确	相对误差< (%)	0.2	0.4	0.6	0.8	>0.8			
结果 (30	度(10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10			
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.2	0.4	0.6	0.8	>0.8			
	差(20分)	扣分标准(分)	0	4	8	16	20			
操作	移液 (15分)	洗涤不合要求, 扣1分 吸液操作不当, 扣2分 用后处理及放置不当, 可重复扣分, 但不倒打	; 放液排 扣 2 分	操作不当	. —	13分				
分数 (40 分)	定容 (10分)	试样溶解操作不当, 持	复扣分,但不倒扣分。 不合要求,扣1分;没有试漏,扣1分; 溶解操作不当,扣2分;溶液转移操作不当,扣2分 操作不当,扣2分;摇匀操作不当,扣2分							
操分完止不行扣	滴定 (15 分)	洗涤不合要求,扣 0.5 没有润洗,扣 1 分; 未排空气,扣 1 分; 加指示剂操作不当,打 滴定速度控制不当,打 锥形瓶洗涤不合要求, 滴定后补加溶液操作之 半滴溶液的加入控制之 读数操作不正确,扣 可重复扣分,但不倒打	表液操作。 设有1分11和1分1,和1分1,分1和1数	不正确, , 扣 1 分 滴定姿势 摇瓶操作; 0.5 分; 2 分; 终	扣 1 分; 分; 身不正确。 三不正确。 点判断不	,扣 0.5 ,扣 1 分 [、] 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、	11分;			
	原始记录						15分;			
职业 素养 (20	(5分) 安全与环保 (10分)	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣: 损坏仪器,每件扣5分	5、卷面不整洁扣 5 分; 5仪器,每件扣 5 分;							
分)	6S 管理(5 分)		废液不按规定处置扣 5 分 家结束, 仪器清洗不洁者扣 5 分。 家结束, 仪器堆放不整齐扣 1~5 分。							
	否决项		定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考核时 准进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补考。							
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30			
时间10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考			

附录 4 滴定分析考核标准 IV

评化	个内容及配分		评分	分标准				扣分情 况记录	得 分			
	测定结果的准确											
结果 (30	度(10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10					
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.2	0.4	0.6	0.8	>0.8					
	差 (20分)	扣分标准(分)	0	4	8	16	20					
	称量 (5分)	天平内外不洁净,扣0	检查天平水平、砝码完好情况,扣0.5分;未调零,扣0.5分;平内外不洁净,扣0.5分;称量瓶放置不当,扣0.5分; 进试样不合要求,扣1分;开关天平门操作不当,扣0.5分;									
操作 分数 (40	定容 (10分)	试样溶解操作不当, 持	数及记录不止确, 扣 1.5 分 涤不合要求, 扣1分; 没有试漏, 扣1分; 样溶解操作不当, 扣2分; 溶液转移操作不当, 扣2分 容操作不当, 扣2分; 摇匀操作不当, 扣2分									
分) 操作 分扣	移液 (10分)	吸液操作不当,扣2分	操作不当, 扣2分; 摇匀操作不当, 扣2分 不合要求, 扣1分; 未润洗或润洗不当, 扣3分 操作不当, 扣2分; 放液操作不当, 扣2分 处理及放置不当, 扣2分									
完止不行扣	滴定 (15 分)	洗涤不合要求,扣 0.5 没有润洗,扣 1 分; 沒 未排空气,扣 1 分; 沒 加指示剂操作不当,打 滴定速度控制不当,打 锥形瓶洗涤不合要求, 滴定后补加溶液操作之 半滴溶液的加入控制之 读数操作不正确,扣 可重复扣分,但不倒打	炭液 型 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	不正确, , 扣 1 分 滴定姿势 摇瓶操作; 0.5 分; 2 分; 丝	扣1分 分 學不正确。 手不正确。 冬点判断	,扣 0.5 ,扣 1 分 不准确,	扣1分					
	原始记录 (5分)						15分;					
职业 素养 (20	安全与环保 (10 分)	未穿戴实验服扣5分;	面、卷面不整洁扣 5 分; 坏仪器,每件扣 5 分;									
分)	6S 管理(5 分)	1.考核结束, 仪器清游 2.考核结束, 仪器堆放			—— 分。							
	否决项		商定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考核E 下准进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补考									
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30					
时间10分		扣分标准(分)	停考									

附录5滴定分析考核标准V

评化	介内容及配分		评分	分标准				扣分情 况记录	得 分		
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	0.3	0.5	0.7	1.0	>1.0				
结果 (30	度(5分×2)	扣分标准(分)	0	1	2	4	5				
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.3	0.5	0.7	1.0	>1.0				
	差(10分×2)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10				
操作 分数 (40	称量 (15 分)	未检查天平水平、砝码 天平内外不洁净,扣0 倾出试样不合要求,打 读数及记录不正确,打 可重复扣分,但不倒打	0.5分; 称 印1分; 尹 印1.5分;	《量瓶放』 干关天平	置不当,	扣0.5分;					
分操分完止不行扣	滴定 (25 分)	洗涤不合要求,扣 0.5 没有润洗,扣 1 分; 未排空气,扣 1 分; 加指示剂操作不当,并 滴定速度控制不当,并 锥形瓶洗涤不合要求, 滴定后补加溶液操作 半滴溶液的加入控制 读数操作不正确,扣 可重复扣分,但不倒打	表液操作。 设有1分; 一和1分; 一种当,和 一个为,和 一个为,和 一个分;	不正确, , 扣 1 分 滴定姿势 摇瓶操作; 0.5 分; 2 分;终	扣 1 分; 分不正确; 与不正确; 点判断不	,扣 0.5 ,扣 1 分 ^下 准确,打	11分;				
	原始记录 (5分)	原始记录不及时记录打非正规改错扣1分/处					15分;				
职业 素养 (20	安全与环保(10分)	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣: 损坏仪器,每件扣5分 有毒废液不按规定处置	5分; 分;								
分)	6S 管理(5 分)	1.考核结束,仪器清洗	「毒废液不按规定处置扣 5 分 考核结束,仪器清洗不洁者扣 5 分。 考核结束,仪器堆放不整齐扣 1~5 分。								
	否决项		写成								
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30				
时间10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考				

附录 6 滴定分析考核标准 VI

评化	个内容及配分		评分	标准				扣分情 况记录	得分	
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	0.3	0.5	0.7	1.0	>1.0			
结果 (30	度(5分×2)	扣分标准(分)	0	1	2	4	5			
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.3	0.5	0.7	1.0	>1.0			
	差(10分×2)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10			
操作分数	移液 (15 分)	洗涤不合要求, 扣1分 吸液操作不当, 扣2分 用后处理及放置不当, 可重复扣分, 但不倒打	; 放液热 扣 2 分	操作不当		13分				
(分操分完止不行扣	滴定 (25 分)	洗涤不合要求,扣 0.5 没有润洗,扣 1 分; 约 未排空气,扣 1 分; 约 加指示剂操作不当,封 滴定速度控制不当,封 锥形瓶洗涤不合要求, 滴定后补加溶液操作之 半滴溶液的加入控制之 读数操作不正确,扣 可重复扣分,但不倒打	分;没作 表有引力分, 一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个	不正确, , 扣 1 分 滴定姿势 摇瓶操作; 0.5 分; 2 分; 终	扣 1 分; 分不正确; 与不正确; 点判断不	,扣 0.5 ,扣 1 分 下准确,打	11分;			
	原始记录 (5 分)						15分;			
职业 素养 (20	安全与环保 (10 分)	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣: 损坏仪器,每件扣5分	面、卷面不整洁扣 5 分; 坏仪器,每件扣 5 分;							
分)	6S 管理(5 分)		毒废液不按规定处置扣 5 分 传核结束, 仪器清洗不洁者扣 5 分。 传核结束, 仪器堆放不整齐扣 1~5 分。							
	否决项		方核结束,仪器堆放不整齐扣 1~5 分。 定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考核时 推进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补考。							
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30			
时间10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考			

附录7 滴定分析考核标准 VII

评化	价内容及配分 评分标准								得分		
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	0.3	0.5	0.7	1.0	>1.0				
结果 (30	度 (5 分×2)	扣分标准(分)	0	1	2	4	5				
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.3	0.5	0.7	1.0	>1.0				
	差(10 分×2)	扣分标准 (分)	0	2	4	8	10				
操作	移液 (15分)	洗涤不合要求, 扣1分 吸液操作不当, 扣2分 用后处理及放置不当, 可重复扣分, 但不倒打	; 放液排 扣 2 分	操作不当		13分					
分数 (40 分)	定容 (10分)	洗涤不合要求, 扣1分 试样溶解操作不当, 打 定容操作不当, 扣2分	口2分;汽	容液转移	操作不当	i,扣2分	\				
操分完止不行扣	滴定 (15 分)	洗涤不合要求,扣 0.5 没有润洗,扣 1 分; 未排空气,扣 1 分; 加指示剂操作不当,打 滴定速度控制不当,打 锥形瓶洗涤不合要求, 滴定后补加溶液操作不 半滴溶液的加入控制 读数操作不正确,扣 可重复扣分,但不倒打	表液操作 设有1分1111 大3000 + 5000 + 500 + 500 + 500 + 5000 + 5000 + 5000 + 5000 + 5000 + 500	不正确, , 扣 1 分 滴定姿势 摇瓶操作; 0.5 分; 2 分; 终	扣 1 分; 分; 分不正确; 三不正确; 点判断不	,扣 0.5 ,扣 1 分 下准确,打	h1分;				
	原始记录 (5分)						15分;				
职业 素养 (20	安全与环保 (10 分)	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣: 损坏仪器,每件扣5分	面、卷面不整洁扣 5 分; 坏仪器,每件扣 5 分;								
分)	6S 管理(5 分)		毒废液不按规定处置扣 5 分 考核结束,仪器清洗不洁者扣 5 分。 考核结束,仪器堆放不整齐扣 1~5 分。								
	否决项		滴定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考核 不准进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补利								
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30				
时间10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考				

附录 8 滴定分析考核标准 VIII

评化	个内容及配分		评分	↑标准				扣分情 况记录	得 分			
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	0.3	0.5	0.7	1.0	>1.0					
结果 (30	度(5 分×2)	扣分标准(分)	0	1	2	4	5					
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.3	0.5	0.7	1.0	>1.0					
	差(10 分×2)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10					
	称量 (5 分)	天平内外不洁净,扣0	检查天平水平、砝码完好情况,扣0.5分;未调零,扣0.5分平内外不洁净,扣0.5分;称量瓶放置不当,扣0.5分; 出试样不合要求,扣1分;开关天平门操作不当,扣0.5分;									
操作 分数 (40	定容 (10分)	试样溶解操作不当, 持	数及记录不止确, 扣 1.5 分 条不合要求, 扣1分; 没有试漏, 扣1分; 详溶解操作不当, 扣2分; 溶液转移操作不当, 扣2分 容操作不当, 扣2分; 摇匀操作不当, 扣2分									
分)操作分扣	移液 (10分)	吸液操作不当,扣2分	操作不当, 扣2分; 摇匀操作不当, 扣2分 不合要求, 扣1分; 未润洗或润洗不当, 扣3分 操作不当, 扣2分; 放液操作不当, 扣2分 处理及放置不当, 扣2分									
完止不行扣	滴定 (15 分)	洗涤不合要求,扣 0.5 没有润洗,扣 1 分; 约 未排空气,扣 1 分; 约 加指示剂操作不当,封 滴定速度控制不当,封 锥形瓶洗涤不合要求, 滴定后补加溶液操作为 半滴溶液的加入控制和 读数操作不正确,扣 可重复扣分,但不倒打	表液操作。 设有1分分,加工分, 大为,分,加工分, 大为,,加工分,	不正确, , 扣 1 分 滴定姿势 摇瓶操作; 0.5 分; 2 分; 终	扣1分 分不正确, 三不正确,	扣 0.5 扣 1 分 不准确,	扣1分					
	原始记录 (5分)	原始记录不及时记录排 非正规改错扣1分/处					15分;					
职业 素养 (20	安全与环保	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣: 损坏仪器,每件扣5分 有毒废液不按规定处置	5分;									
分)	6S 管理(5 分)	1.考核结束, 仪器清游 2.考核结束, 仪器堆放			· ·							
	否决项		简定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考核 下准进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补考									
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30					
时间10分		扣分标准(分)	停考									

附录9 密度测定(密度瓶法)考核标准I

评化	个内容及配分		评分	↑标准				扣分情 况记录	得 分		
	测定结果的准确	, =									
结果	度(10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10				
(20 分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.5	1.0	1.5	2.0	>2.0				
	差 (20分)	扣分标准(分)	0	4	8	16	20				
** ** **	*数(40 分) *扣完为止,不进行 倒扣	(1).称量天平每犯规一抹灰、不校零点、用完械天平横梁未托起或时(2) 称量结束,天平战(3)不登记天平使用记法(4)数字修约错,或有法(5)密度瓶装液有气泡。(6)称量时称量时密度(7).称量物放在工作台(8)清洗瓶子不干净扣(9)未恒温或恒温不到法	手直接拿平 电子不复复数点,加至 是一个,一个,一个,一个,一个,一个,一个,一个,一个,一个,一个,一个,一个,一	密度瓶、托盘上放零,扣5分。	称量时。 效物时做。 分。.	天平门不 其它事等 扣 0.5 分	关、机 至。				
	原始记录	原始记录不及时记录打	112分;	原始数据	居记在其'	它纸上扣	15分;				
	(5分)	非正规改错扣1分/处	; 原始证	見录中空ス	页扣 0.5	分/处。					
职业 素养 (20	安全与环保 (10 分)	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣: 损坏仪器,每件扣5分 有毒废液不按规定处置	5分; 分;								
分)	6S 管理(5 分)		毒废液不按规定处置扣 5 分 考核结束, 仪器清洗不洁者扣 5 分。 考核结束, 仪器堆放不整齐扣 1~5 分。								
	否决项		核结束,仪器堆放不整齐扣 1~5 分。 定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考核 推进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补考								
考核时间	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30				
10分		扣分标准 (分)	0	3	6	10	停考				

附录 12 旋光度测定考核标准

评价	个内容及配分		评分	↑标准				扣分情 况记录	得分	
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	0.5	1.0	1.5	2.0	>2.0			
结果 (20	度(10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10			
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.5	1.0	1.5	2.0	>2.0			
	差(20分)	扣分标准(分)	0	4	8	16	20			
	数(40 分) 计扣完为止, 不进行 倒扣	数据中有效位数不对或计算错误和 5 分/处(恒温温度不到,2 分。恒温温度不升,2 分。 清洗客间,一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个一个	出现第一 3 分 5 分 5 分 5 分 5 分 5 分 5 分 5 分 5 分 5 分	次时扣, 容液转移 操作不确设	要其影 作和1度器 不分计 是不正确,	i,扣1分 ·,扣2分 ·数,扣2 扣 2 分 扣 2 分	· · ·			
	原始记录 (5分)						15分;			
职业 素养 (20	安全与环保	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣:	台面、卷面不整洁扣 5 分; 员坏仪器,每件扣 5 分;							
分)	6S 管理(5 分)	1.考核结束, 仪器清洗 2.考核结束, 仪器堆放			分。					
	否决项	滴定管读数,移液数抗 不准进行讨论等作弊?	•							
考核时间	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30			
10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考			

附录13 折射率测定考核标准

评化	个内容及配分		评分	分标准				扣分情 况记录	得分		
	测定结果的准确 相对误差≤ (%) 0.5 1.0 1.5 2.0 >2.0										
结果 (20	度(10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10				
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.5	1.0	1.5	2.0	>2.0				
	差(20分)	扣分标准(分)	0	4	8	16	20				
	*数(40 分) *扣完为止,不进行 倒扣	1.每个犯规操作扣 0.5 2.数据中有效位数不对 3.计算错误扣 5 分/处 4.恒温温度不到扣 2 分 5.镜面未清洗干净扣 2 6.清洗溶剂未挥发净扣 7.读数只读小数点后 3 8.仪器零点校正不对, 9.仪器操作不当,扣 2 10.读数操作不正确, 11.数据记录不正确, 12.未进行温度校正,	寸或修约第 (出现第)。 (1) 分。 (1) 分 (1) 分 (1	一次时扣			不扣)。				
	原始记录	原始记录不及时记录	12分;	原始数据	居记在其'	它纸上扣	15分;				
	(5分)	非正规改错扣1分/处	; 原始证	己录中空ス	页扣 0.5	分/处。					
职业 素养 (20	安全与环保 (10 分)	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣: 损坏仪器,每件扣5分 有毒废液不按规定处置	5分; 分;								
分)	6S 管理(5 分)		考核结束, 仪器清洗不洁者扣 5 分。 考核结束, 仪器堆放不整齐扣 1~5 分。								
	否决项		定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考准进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补								
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30				
时间10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考				

附录14 粘度测定考核标准 [

评化	介内容及配分			扣分情 况记录	得 分						
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	0.5	1.0	1.5	2.0	>2.0				
结果 (20	度(10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10				
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.5	1.0	1.5	2.0	>2.0				
	差(20分)	扣分标准(分)	0	4	8	16	20				
	→数(40 分) →扣完为止,不进行 倒扣	试样含水或机械杂质型 恒温浴未恒定到 20℃ 选择粘度计内径不符合 试样装入粘度计手法型 粘度计外壁沾有试样扩 粘度计固定位置不正确 温度计位置安放不正确 未将粘度计调成垂直将 试验温度波动大,时间	录时间读错扣 5 分								
	原始记录 (5分)	原始记录不及时记录打					15分;				
职业 素养 (20	安全与环保 (10分)	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣: 损坏仪器,每件扣5分 有毒废液不按规定处置	非正规改错扣 1 分/处;原始记录中空项扣 0.5 分/处。 未穿戴实验服扣 5 分; 台面、卷面不整洁扣 5 分; 损坏仪器,每件扣 5 分; 有毒废液不按规定处置扣 5 分								
分)	6S 管理(5 分)	1.考核结束, 仪器清洗 2.考核结束, 仪器堆放			分。						
	否决项	滴定管读数,移液数排不准进行讨论等作弊行									
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30				
时间10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考				

附录 18 重量分析考核标准

评化	个内容及配分		评分	↑标准				扣分情 况记录	得分			
结果 (20	测定结果的准确	相对误差≤(%)	0.5	1.0	1.5	2.0	>2.0					
分)	度(20分)	扣分标准 (分)	0	5	10	16	20					
操作	沉淀(15 分)	2.沉淀不完全或没有松 3.陈化时没有加热或捞	.滴加沉淀剂时,速度过快,且没有搅拌溶液,每项扣 2 分。 2.沉淀不完全或没有检验沉淀是否完全,每项扣 5 分。 3.陈化时没有加热或搅拌,每项扣 2 分 4.每个犯规动作扣 2 分,重复犯规,最多扣 4 分。									
分(分操分完止不行扣数)的作扣为,进倒	过滤与洗涤(20 分)	6.过滤装置与真空泵连7.减压过滤装置操作不8.采用倾注法过滤沉流多扣4分。9.每次倒入玻璃砂芯片每次扣2分。10.出现穿滤现象,每	玻璃砂芯坩埚连接抽滤瓶不正确,每项扣2分。 过滤装置与真空泵连接不正确,扣2分。 减压过滤装置操作不正确,扣2分。 采用倾注法过滤沉淀,每个犯规动作扣2分,重复犯规,最 次扣4分。 每次倒入玻璃砂芯坩埚的溶液不得超过坩埚的2/3处,否则 6次扣2分。 0.出现穿滤现象,每次扣5分。 1.沉淀洗涤完后,未用试剂检验,或检验但不合格不继续洗涤									
	沉淀的灼烧及称 量(15 分)	12.未按规范操作烘箱 13.沉淀没有进行烘干 14.沉淀未冷却至室温	或灼烧恒	重检验,	扣5分	ō						
	原始记录 (5分)	原始记录不及时记录打 非正规改错扣1分/处					15分;					
职业 素养 (20	安全与环保(10分)	未穿戴实验服扣5分; 台面、卷面不整洁扣: 损坏仪器,每件扣5分 有毒废液不按规定处置										
分)	6S 管理(5 分)	1.考核结束,仪器清洗 2.考核结束,仪器堆放			分。							
	否决项	滴定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考核时 不准进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补考。										
考核	考核时间记录:	超过时间(min)≤	0	10	20	30	>30					
时间10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考					

附录19分光光度法曲线绘制考核标准

评化	个内容及配分			扣分情	得					
					平分标	·			况记录	分
		1档	相关系	数≥0.999	5			0		
	工作曲线	2档 0.9995>相关系数≥0.995						5		
	工作曲线	3 档	0.995>	相关系数	女≥0.95		次时扣,受其影响			
		4档	相关系	数<0.95				15		
结果 (30分		波长边	选择不正 征	确扣5分				5		
(30)	吸收曲线	横纵坐	2标选择	错误扣 5	分			5		
		单位不	下正确扣	2 分				2		
		曲线连	连接错误	扣3分				3		
	数(40 分) 扣完为止,不进行倒 原始记录	2.损坏 3.定容 4.标准 5.50m 6.发色 7.仪器 而错不 9.数据 10.其何	仪器每件 溶液定笔 活比色液。 一种有错。 一种有错。 一种有数位 一种有数位 一种有数位		。 不到扣 2 5 分。 ·只扣 2 分。 ·处,(出 或修约错 式扣 0.5 分	分。	口1分。 动最多扣	2分。		
	(5分)									
职业素养	安全与环保(10分)	台面、 损坏似 不具备	仪器,每位 6安全、∃	整洁扣 5 件扣 5 分 环保意识	; 扣5分					
(20 分)	6S 管理(5 分)	2.考核		义器清洗 义器堆放 5分。			0			
	否决项							考核时不 不得补		
考核时间	考核时间记录:	(m	t时间 in)≤ ト标准	0	10	20	30	>30		
10分			分)	0	3	6	10	停考		

附录 20 分光光度法考核标准

评化	介内容及配分			扣分情 况记录	得分					
	测定结果的准确	相对	相对误差≤ (%) 1.0 3.0 5.0 6.0 >6.0							
结果	度(10分)	扣分	分标准(分)	0	2	5	8	10		
(30 分)	测定结果的允许	相对	平均偏差≤(%)	1.0	3.0	5.0	7.0	>7.0		
	差 (20分)	扣分	分标准 (分)	0	2	10	15	20	I	
	测量波长的选技	泽	最大波长选择	不正确扣	11分,占	最多扣1	分。	•		
操 分 (40) 作 l	正确配制标准系列(5个点,不含原		标准系列溶液	个数不足	5 个,扌	113分。				
	五个点分布要合	·理	不合理, 扣3	分。						
	标准系列溶液的吸	光度	大部分的吸光							
分扣	未知溶液的稀释。	方法	不正确,扣4							
完为 止,	试液吸光度处于工 线范围内	作曲	吸光度超出工	吸光度超出工作曲线范围, 扣 3 分, 不允许重做						
不进行倒	工作曲线线性		相关系数≥0.99							
扣扣			0.9999>相关							
			0.999>相关系	.数≥0.99	,扣 10 约	分				
			相关系数<0.9	99, 扣1:	5 分					
	原始记录 (5分)		记录不及时记录 规改错扣1分/处							
职业 素养 (20	安全与环保(10分)	台面	戴实验服扣5分、卷面不整洁扣 ()器,每件扣5 废液不按规定处							
分)	6S 管理(5 分)		亥结束,仪器清; 亥结束,仪器堆;							
	否决项		滴定管读数,移液数据未经监考老师同意不可更改,在考核时不准进行讨论等作弊行为发生,否则作 0 分处理。不得补							
考核	考核时间记录:	超过	时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30		
时间10分		扣タ	分标准 (分)	0	3	6	10	停考		

附录 21 电位分析考核标准

评化	介内容及配分		评分标准								
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	2	3	4	5	>5				
结果	度(10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10				
(30 分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.4	0.5	0.6	0.8	> 0.8				
	差(20分)	扣分标准 (分)	0	5	10	15	20				
	>数(40 分) >扣完为止,不进行 倒扣	1.每个犯规动作扣 1 分,重复犯规,最多扣 2 分。 2.容量仪器清洗不清洁,每件扣 2 分。 3.估计称量数据及称量最终数据,超±5%,各扣 2.5 分。 4.每重称一次扣 5 分。 5.定容过头或不到扣 2 分。 6.重新滴定一只扣 5 分。 7.电位计操作错误,扣 5 分。 8.计算中有错误每处扣 5 分(出现第一次时扣,受其影响而错不扣)。 10.数据中有效位数不对或修约错误每处扣 0.5 分。									
	原始记录 (5分)						115分;				
职业 素养	安全与环保	未穿戴实验服扣5分台面、卷面不整洁扣	非正规改错扣 1 分/处;原始记录中空项扣 0.5 分/处。 未穿戴实验服扣 5 分; 台面、卷面不整洁扣 5 分; 损坏仪器,每件扣 5 分; 有毒库液不按规定处置和 5 分								
(20 分)	6S 管理(5 分)	1.考核结束,仪器清; 2.考核结束,仪器堆;									
	否决项	滴定管读数,移液数 时不准进行讨论等作 考。					-				
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30				
时间10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考				

附录 22 电位滴定分析考核标准

评化	介内容及配分		评分	分标准				扣分情 况记录	得 分		
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	0.5	1.0	1.0	2.0	> 2.0				
结果 (30	度(10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10				
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	0.4	0.6	0.8	1.0	> 1.0				
	差(20分)	扣分标准(分)	0	5	10	15	20				
	数(40 分) ↑扣完为止,不进行 倒扣	1.每个犯规动作扣 1 分, 重复犯规, 最多扣 2 分。 2.容量仪器清洗不清洁,每件扣 2 分。 3.仪器组装错误扣 2 分。 4.每重滴一次扣 5 分。 5.滴定估计数据,超±5%,各扣 2.5 分。 6.电位计操作错误,扣 5 分。 7.计算中有错误每处扣 5 分(出现第一次时扣,受其影响而错不扣)。 8.数据中有效位数不对或修约错误每处扣 0.5 分。									
	原始记录 (5分)	原始记录不及时记录 非正规改错扣 1 分/处					115分;				
职业 素养	安全与环保 (10 分)	台面、卷面不整洁扣	非正规改错扣 1 分/处;原始记录中空项扣 0.5 分/处。 未穿戴实验服扣 5 分; 台面、卷面不整洁扣 5 分; 损坏仪器,每件扣 5 分;								
(20 分)	6S 管理(5 分)	1.考核结束,仪器清 2.考核结束,仪器堆	洗不洁者	扣5分。							
	否决项	滴定管读数,移液数 时不准进行讨论等作 考。									
考核时间	考核时间记录:	超过时间(min)≤	0	10	20	30	>30				
10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考				

附录 23 原子吸收分光光度法考核标准

评化	介内容及配分		评分	分标准				扣分情 况记录	得 分		
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	4.0	6.0	8.0	10.0	> 10.0				
结果 (30	度(10分)	扣分标准(分)	0	2	4	8	10				
分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	1.0	2.0	3.0	4.0	> 5.0				
	差(20分)	扣分标准 (分)	0	5	10	15	20	1 1			
	◆数(40 分) ◆扣完为止,不进行 倒扣	1.玻璃仪器未洗干净。 2.定容溶液定容过头。 3.溶液重配一只扣2分。 4.仪器未预热扣5分。 5.计算中有错误扣5分。 不扣)。 6.数据中有效位数不为 7.标准(工作)曲线	或不到扣 分。 。 分/处,(对或修约	2 分。 出现第一 错误每处	业 扣 1 分		响而错				
	原始记录 (5分)	原始记录不及时记录 非正规改错扣 1 分/如									
职业 素养 (20	安全与环保 (10 分)	台面、卷面不整洁扣 损坏仪器,每件扣5	未穿戴实验服扣 5 分; 台面、卷面不整洁扣 5 分; 损坏仪器,每件扣 5 分; 有毒废液不按规定处置扣 5 分								
分)	6S 管理(5 分)	1.考核结束,仪器清 2.考核结束,仪器堆									
	否决项	滴定管读数,移液数 时不准进行讨论等作 考。		- 3 - 3 / 1							
考核时间	考核时间记录:	超过时间(min)≤ 扣分标准(分)	0	10	20	30	>30 停考				
10分		1951 Mult. (24.)	Ŭ		Ŭ	10	1, ,				

附录 24 气相色谱分析考核标准

评位	介内容及配分		评分	分标准				扣分情 况记录	得 分		
	测定结果的准确	相对误差≤(%)	4.0	6.0	8.0	10.0	> 10.0				
结果	度(10分)	扣分标准 (分)	0	2	Ro 10.0 2 10.0 4 8 10 3.0 4.0 5.0 10 15 20 10 15 20 10 15 20 10 15 20 10 15 20 10 15 20 10 15 20 10 15 20 10 15 20 10 15 20 10 10 10 10 10 10 10						
(30分)	测定结果的允许	相对平均偏差≤(%)	1.0	2.0	3.0	4.0					
	差(20分)	扣分标准 (分)	0	5	10	15	20				
	↑数(40 分) ↑扣完为止,不进行 倒扣	2.针筒内气泡不赶走 3.损坏注射器或其他 4.每多进一次扣2分。 5.未达到操作条件或 6.缺偏差扣5分。 7.不按照仪器操作步 8.计算中有错误扣5分 不扣)。 9.数据中有效位数不为	2.针筒内气泡不赶走扣 1 分。 3.损坏注射器或其他玻璃仪器扣 5 分。 4.每多进一次扣 2 分。 5.未达到操作条件或分离不完全扣 5 分。 6.缺偏差扣 5 分。 7.不按照仪器操作步骤和规程进行操作,每错一步扣 1 分。 8.计算中有错误扣 5 分/处,(出现第一次时扣,受其影响而错不扣)。 9.数据中有效位数不对或修约错误每处扣 1 分。								
	原始记录 (5分)						115分;				
职业 素养 (20	安全与环保(10分)	台面、卷面不整洁扣 损坏仪器,每件扣5	未穿戴实验服扣 5 分; 台面、卷面不整洁扣 5 分; 损坏仪器,每件扣 5 分;								
分)	6S 管理(5 分)										
	否决项	#分标准									
考核	考核时间记录:	超过时间 (min) ≤	0	10	20	30	>30				
时间10分		扣分标准(分)	0	3	6	10	停考				