

关于 2021 年全国职业院校技能大赛

化学实验技术赛项的补充说明

各参赛队：

根据《关于公布 2021 年全国职业院校技能大赛赛项承办地、承办校和合作企业的通知》，本赛项承办校为淄博职业学院，合作企业为上海美谱达仪器有限公司、北京东方仿真软件技术有限公司，按规程要求需要补充公布技术资料。

依据现场考察情况，经专家组研究后，现就化学实验技术赛项有关内容进行补充说明，具体如下：

一、关于选手个人健康安全

根据《化学化工实验室安全管理规范》(TICCSAS005-2019)要求，进入实验室和实验操作过程中，选手必须正确穿戴个人防护用品。若未正确穿戴，且经裁判提示后仍拒不执行者，将直接取消其该场次的竞赛资格。

二、关于节俭办赛绿色办赛

本赛项谨遵绿色办赛和节俭办赛的宗旨，将对竞赛过程中所有试剂进行用量控制，尤其是标准样品、待测样品等特殊试剂，用完即止，不再进行补充。

三、关于主要仪器设备和仿真软件

1. 赛场提供的设备

本赛项各考核模块的主要仪器设备清单如表 1 所列。

实验中所需常规防护用品（口罩、护目镜、头帽、手套），清单中的计量仪器（滴定管、移液管、吸量管、容量瓶、比色皿）和使用数量较多的玻璃器具（烧杯、锥形瓶、量筒）由选手按规定数量自带。其它仪器、设备均由赛场提供，选手不得自带。

表1 赛项各考核模块的主要仪器设备清单

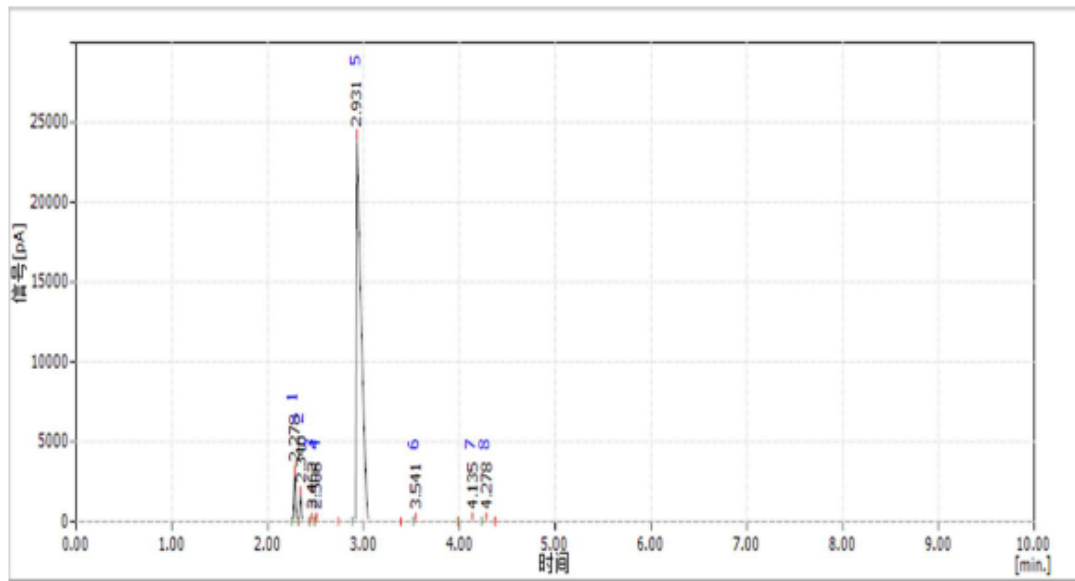
模块	仪器名称	规格	数量	备注
模块A： 样品中金属组分（钴或镍）含量的测定	分析天平	ES-224DS, 0.0001g	1台	天津德安特
	滴定管	50mL	1支	自带、附校正曲线
	单标线吸量管	5mL、10mL、25mL	1支	自带、附校正值
	容量瓶	250mL	4只	自带、附校正值
	锥形瓶	250mL	8个	自带
	量筒	5mL、10mL、25mL、100mL	各1只	
	烧杯	100mL	6只	
	烧杯	250mL	1只	
	洗瓶	500mL	1只	
	塑料量杯	500mL	1个	
模块B： 样品中铁含量的测定	紫外可见分光光度计	UV1800PC-DS2	1台	上海美谱达
	分刻度吸量管	10mL	1只	自带
	容量瓶	100mL	14只	自带
	容量瓶	250mL	1只	自带
	量筒	5mL、10mL、25mL、100mL	各1只	
	比色皿	1cm	1套	
	烧杯	100mL	6只	
	烧杯	250mL	1只	

	塑料量杯	500mL	1 个	
	洗瓶	500mL	1 只	
模块 C: 乙酸乙酯合成 及质量 评价	气相色谱仪	HN-200DS	1 台	山东惠分
	3D 实验室组织管理及气相色谱综合能力培训虚拟仿真软件	VR3D-A-GLGC, 规格 V1.0	1 套	北京东方仿真
	电热套	98-II-B, 250mL, 磁力搅拌, 可调温	1 台	天津泰斯特
	电子天平	JE502, 0.01g ES-224DS, 0.0001g	各 1 台	上海浦春 天津德安特
	气流烘干器	C30, 30 孔, 不锈钢	共用	巩义高科
	单口烧瓶	100 mL/24#	1 个	天津市天科玻璃仪器制造有限公司
	三口烧瓶	100 mL/24#	1 个	
	分液漏斗	125mL (聚四氟乙烯旋塞)	1 个	
	温度计套管	螺口, 24#	2 个	
	直形冷凝管	直形 200mm, 24#	1 根	
	蒸馏头	24#	1 个	
	尾接管	真空接收管 (双磨口) 24#	1 个	
	玻璃漏斗	40mm	1 个	
	磨口锥形瓶	50mL、100mL, 24#	各 2 个	
	锥形接口夹	24#	4 个	
	恒压长颈滴液漏斗	60mL	1 个	张店科创化玻仪器商行 (联系电话 18052155349)
	温度计	0~100°C、0~200°C	各 1 根	
	量筒	25mL	2 个	
	烧杯	100mL	2 个	
	洗瓶	500mL	1 个	
样品瓶	4 mL, 白色玻璃, 带盖垫	6 个	镇江赛谱	

2. 惠分 HN-200DS 气相色谱分析报告导出样式

XXXX 分析报告

质检 (E) 字第 () 号 送样单位: 仪器型号:
取样日期: 2020 年 XX 月 XX 日 收样日期: 2020 年 XX 月 XX 日
样品批号: 样品名称:
固液 样品罐号: 仪器控制参数文件:
打印时间: 2020/11/7 14:07:21 进样时间: 2020/10/22 12:46:59
打开的谱图文件: d:\谱图\gc97002020080233\2020-10-22\gc97002020080233_fid1_20201022-124659_a 样品_0001.sda



序号	名称	保留时间 (min)	峰面积	浓度()	面积百分比	浓度百分比
1		2.2784	3448.8090	0.0000	3.8990	0.0000
2		2.3400	1981.1330	0.0000	2.2398	0.0000
3		2.4617	3.6282	0.0000	0.0041	0.0000
4		2.5084	0.9049	0.0000	0.0010	0.0000
5		2.9308	82964.9500	0.0000	93.7955	0.0000
6		3.5408	2.1593	0.0000	0.0024	0.0000
7		4.1350	50.8070	0.0000	0.0574	0.0000
8		4.2784	0.6364	0.0000	0.0007	0.0000

备注: 按 检验, 浓度含量单位: g/l 检测结果:

检验部门:

检验员:

审核员:

3.实验室组织管理及气相色谱综合能力培训虚拟仿真软件

气相色谱仿真操作主要考核学生在三维虚拟仿真软件中能够正确认知色谱实验室安全事项；正确配置试剂、完成系统开机；建立检测方法包括进样口、检测器、色谱柱温度设置，气体流量等设置；设置样品信息并进样；建立标准曲线，对未知样品进行定性和定量分析；进行仪器设备故障排除。

(1) 仿真软件练习版在线网址

- 在线练习网址: www.es-online.com.cn
 - 获取方式: 请参赛院校联系北京东方仿真软件技术有限公司获取账号密码
- 联系人: 李清霜
- 联系方式: 13051133406
- 邮箱: liqingshuang@besct.com

(2) 附件: 仿真软件工作手册

2021 年全国职业院校技能大赛
(高职组)化学实验技术赛项专家组

2021 年 5 月 20 日

3D 气相色谱综合能力培训仿真软件工作手册

一、操作方法

在东方仿真仪器分析 3D 虚拟实验室场景中，视角为第一人称视角。

移动需 W, A, S, D 键盘键和鼠标右键滑动配合进行，鼠标悬停有文字提示的物体，可以用鼠标左键单击该物体，该物体会进行相应的移动或弹出窗口。

键盘的上下键可以垂直移动视角，方便观察和操作高低不同的仪器。

钢瓶旋钮等可以使用鼠标滚轮上下滑动，控制旋钮的开启和关闭。



进入软件，依次选择【仪器操作】或【故障处理】，进入。



【仪器操作】的实验内容包括：钢瓶开启，样品配制，定性分析，定量检测等。该软件内容丰富，形式多样，数学模型精准，易学易懂，融会贯通，是气相色谱教学与培训的优选软件。同时该

模块还包括溶液配置优化、工作站的谱图分离，需要学生根据所学进行练习及以及通过优化分析方法得到正确的分离谱图。

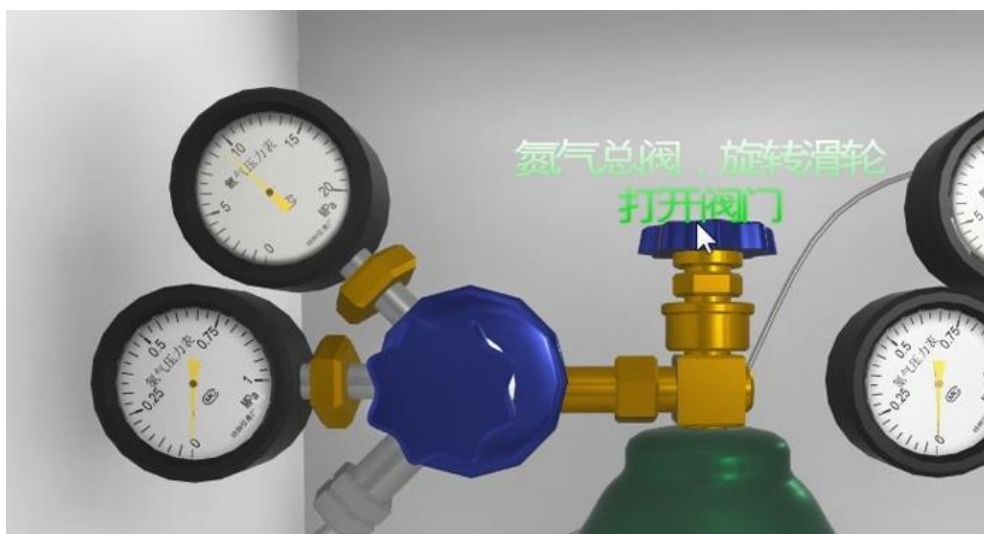
【故障处理】中，有故障，需要学生去排除、解决。

二、实验操作

2.1 气相色谱定性定量分析操作步骤

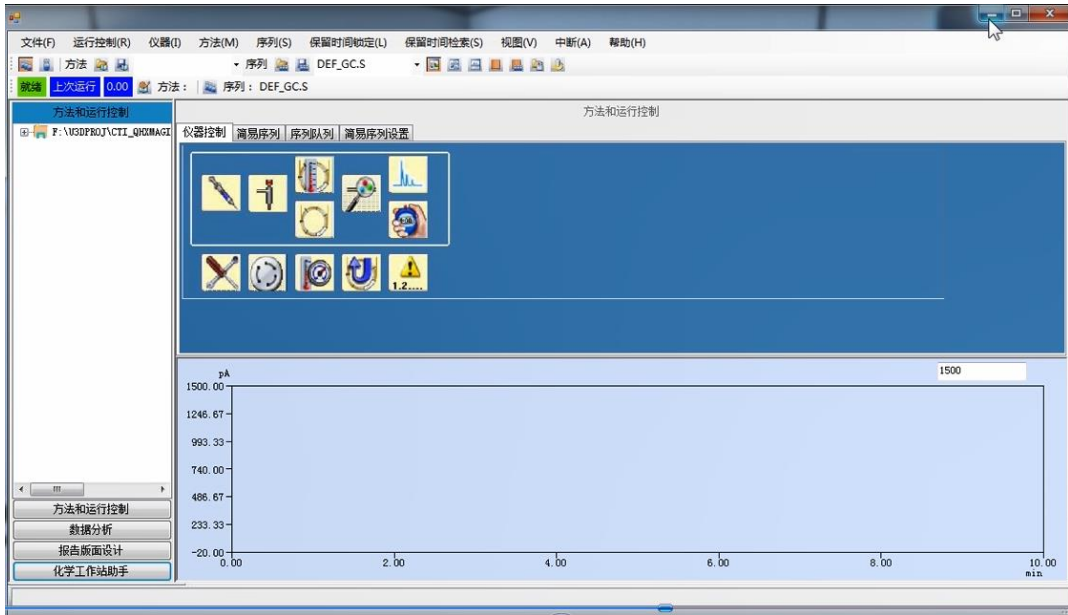
1. 依次打开氮气，空气，氢气钢瓶，先开减压阀，再顺时针开减压阀。

注意，钢瓶阀门是使用鼠标滚轮上下滚动，控制阀门的开启或关闭。



2. 打开气相色谱仪开关，打开计算机开关，启动配套工作站软件。





3. 配制标准样品浓度梯度。将样品盘放到自动进样器相应位置。

学生可以自行设置标样浓度梯度，探索不同浓度对定性定量结果的影响。

推荐标样浓度梯度如下：

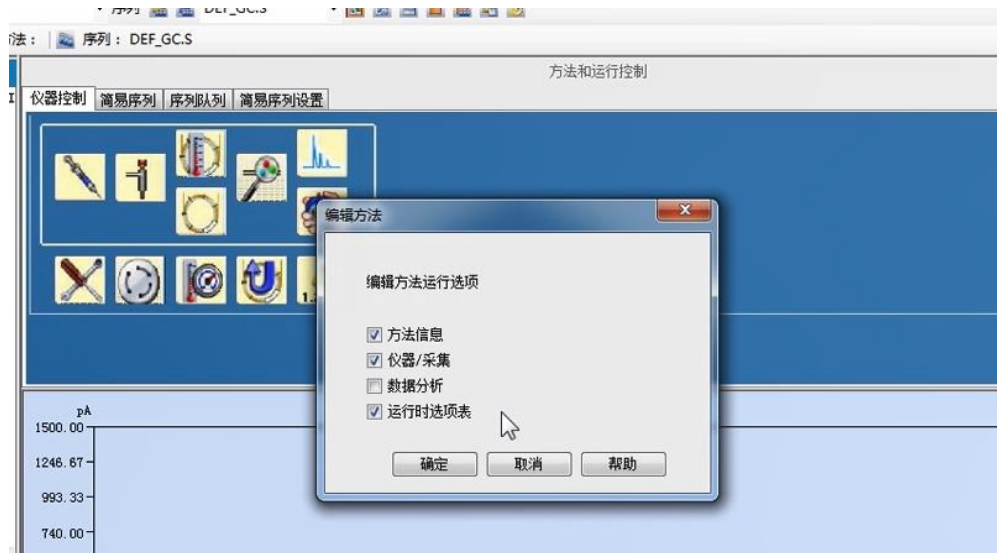
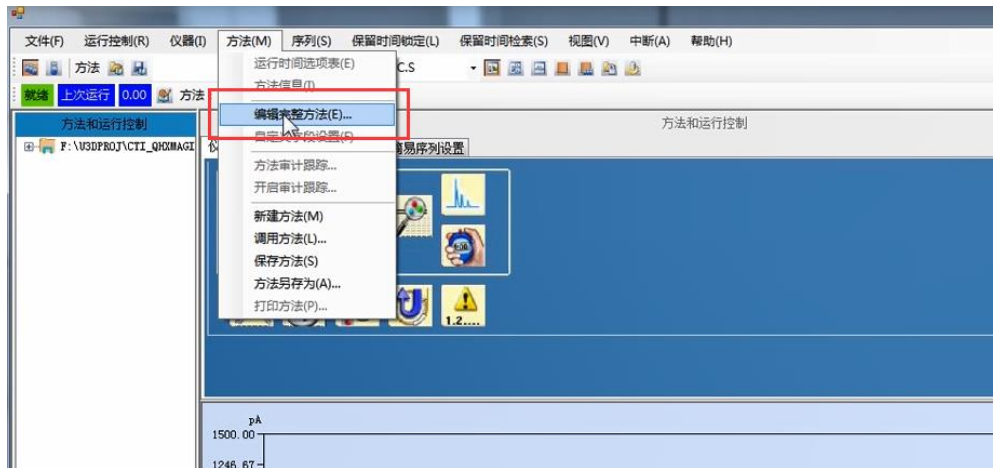
样品配制

本实验采用的定量分析方法为外标法。采用的溶剂是苯。已知乙酸乙酯粗品（未知样）中乙醇的含量约在30mg/mL~40mg/mL，乙酸乙酯的含量约在750mg/mL~850mg/mL。于通风橱中用移液枪精确量取乙酸乙酯粗品（未知样）20 0μL于100mL容量瓶中，用苯定容至刻度线，制成未知样母液。取4mL未知样母液于100mL容量瓶中，用苯定容至刻度，此时未知样中乙酸乙酯的进样浓度约为60μg/mL~68μg/mL。已知乙酸乙酯和乙醇标准储备液的浓度均为1mg/mL。设计标样工作曲线时，尽可能让未知样品浓度落在标样的浓度范围内。

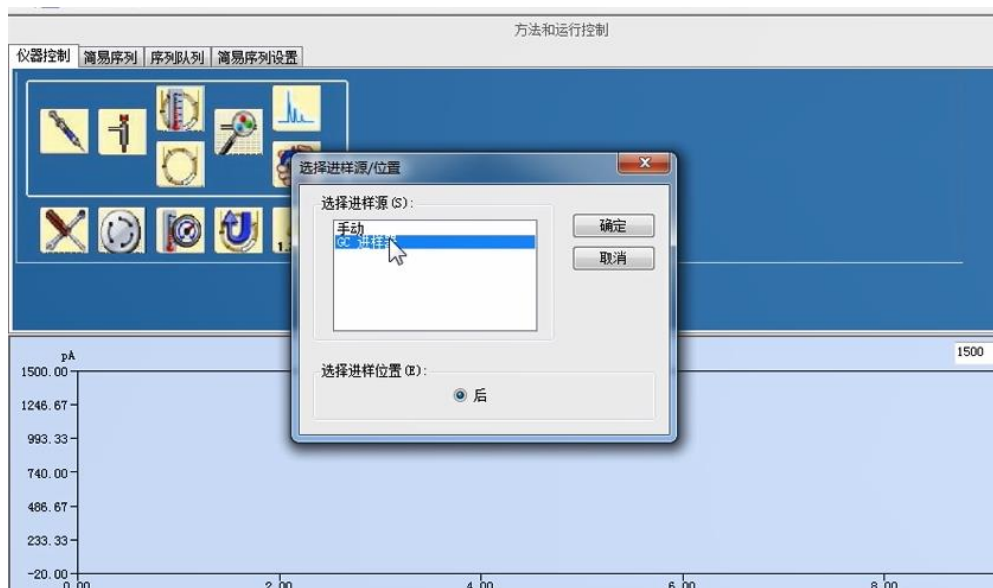
	标样 1	标样 2	标样 3	标样 4	标样 5	标样 6
乙醇储备液 加入量 ml						
乙酸乙酯 储备液 加入量 ml						
容量瓶 体积 ml	100	100	100	100	100	100

确定

4. 编辑完整方法。



进样源选择自动进样器。



5. 编辑气相参数，设置进样量为 1 μL ，载气流速为 1 mL/min，空： $\text{N}_2:\text{H}_2=10:1:1$ 。

设置 ALS 进样器参数：

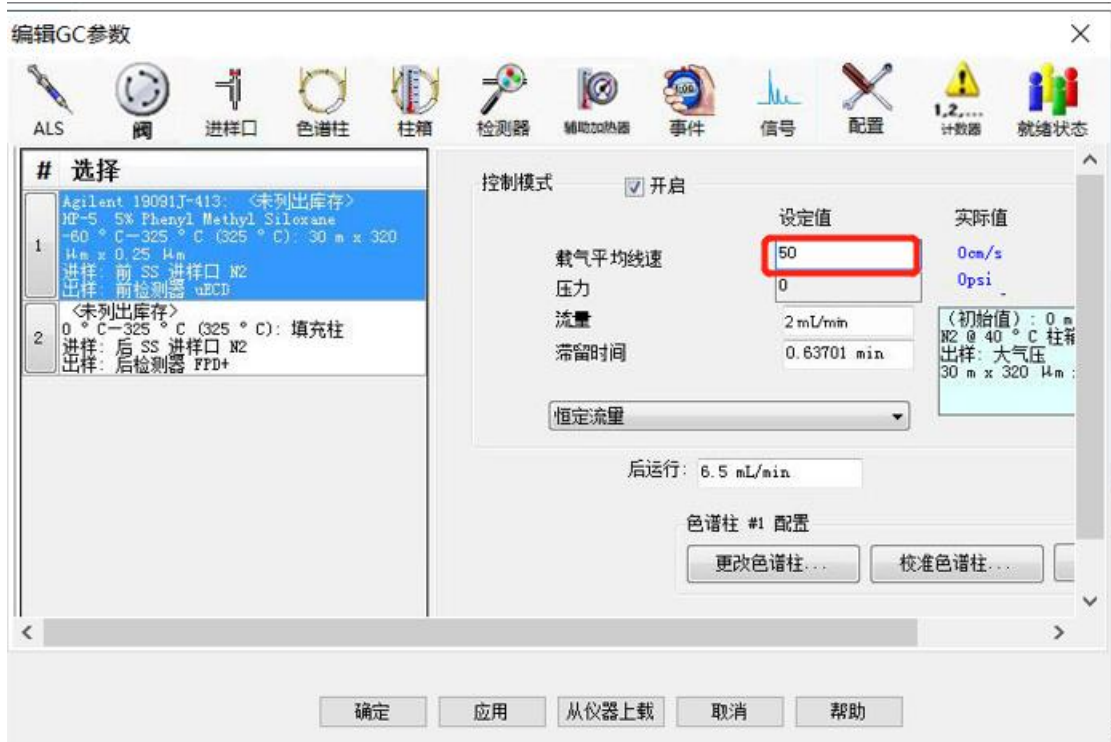


设置进样口参数：



设置色谱柱参数：

色谱流量（载气线速度）是影响出峰快慢的重要条件，学生可以改变载气线速度，以观察其对结果的影响。并寻找最优化的实验条件。

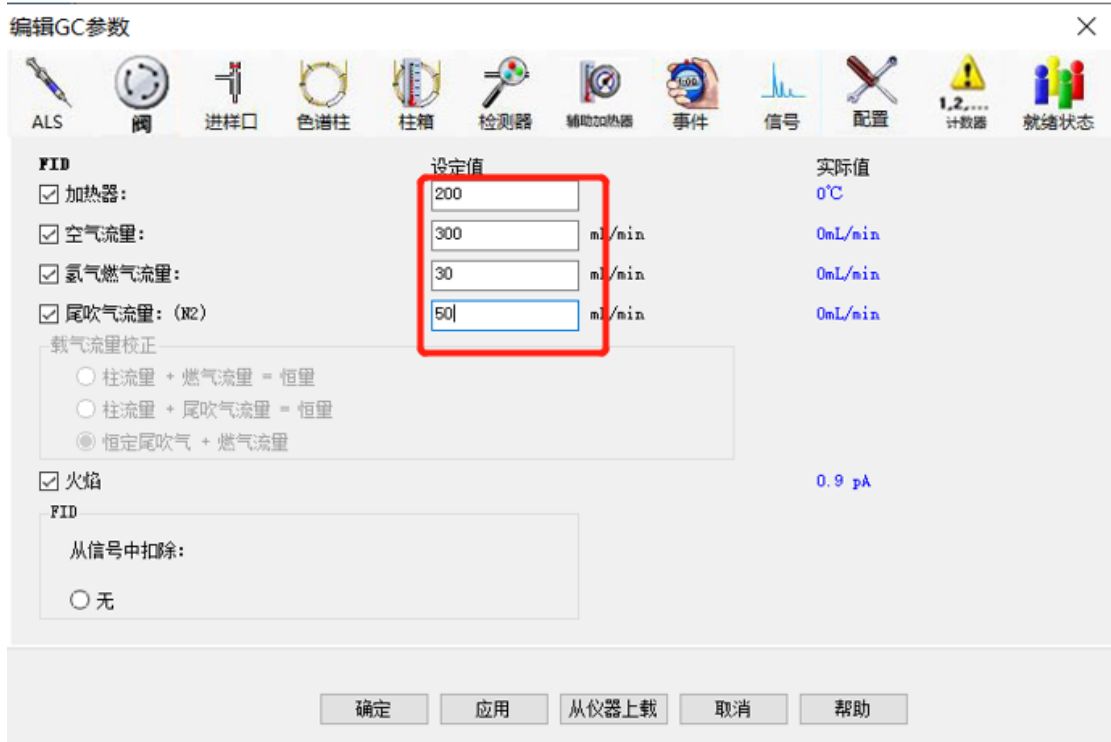


设置柱箱参数：

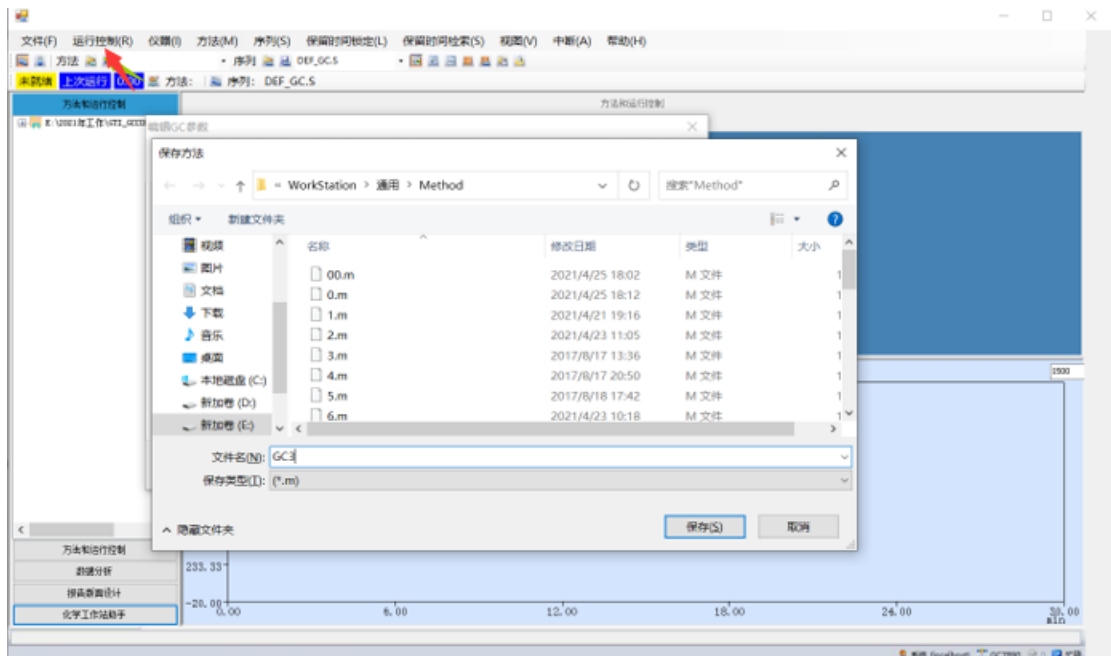
柱温是影响分离度的重要条件，学生可以改变升温程序（梯度框所在的表格），以观察柱温对结果的影响。并寻找最优化的实验条件。



设置检测器参数:

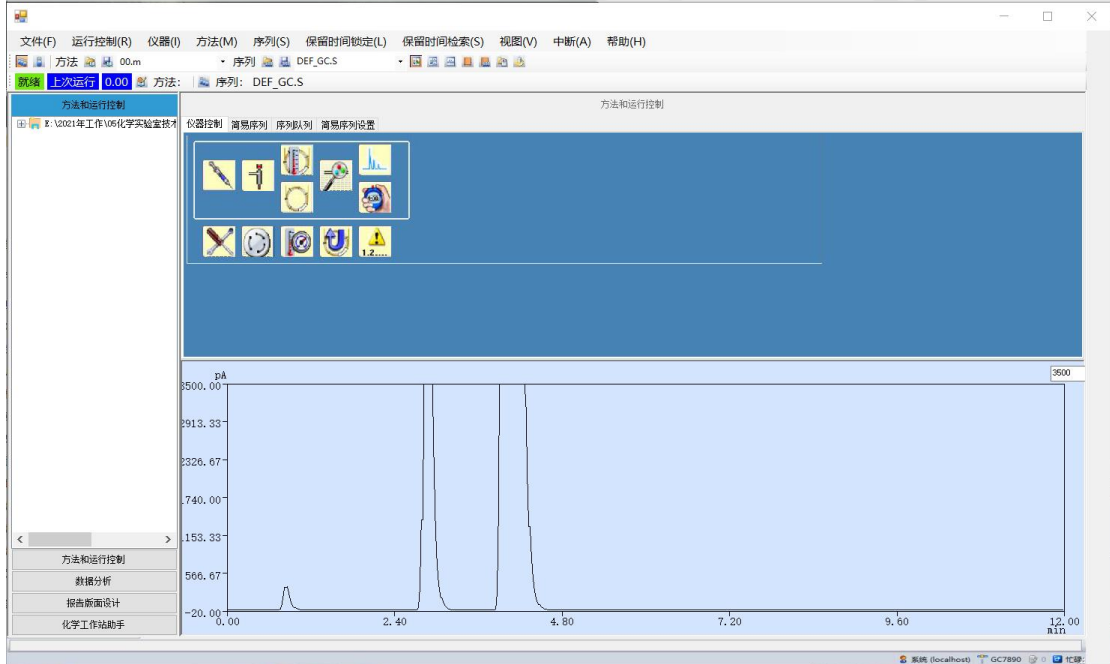
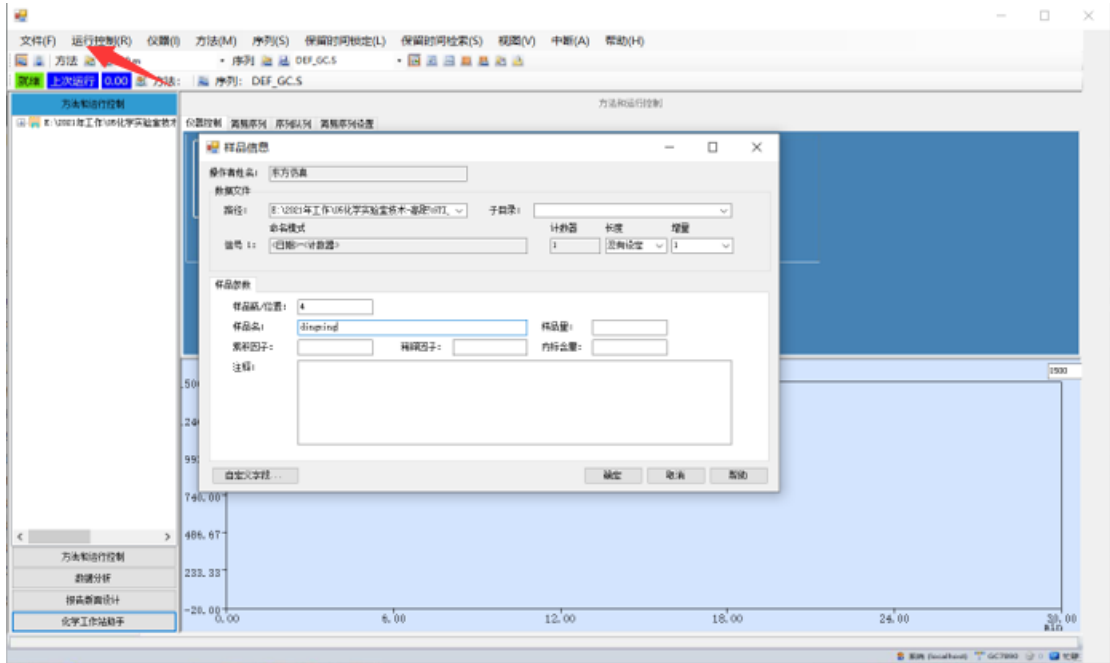


6. 保存方法。

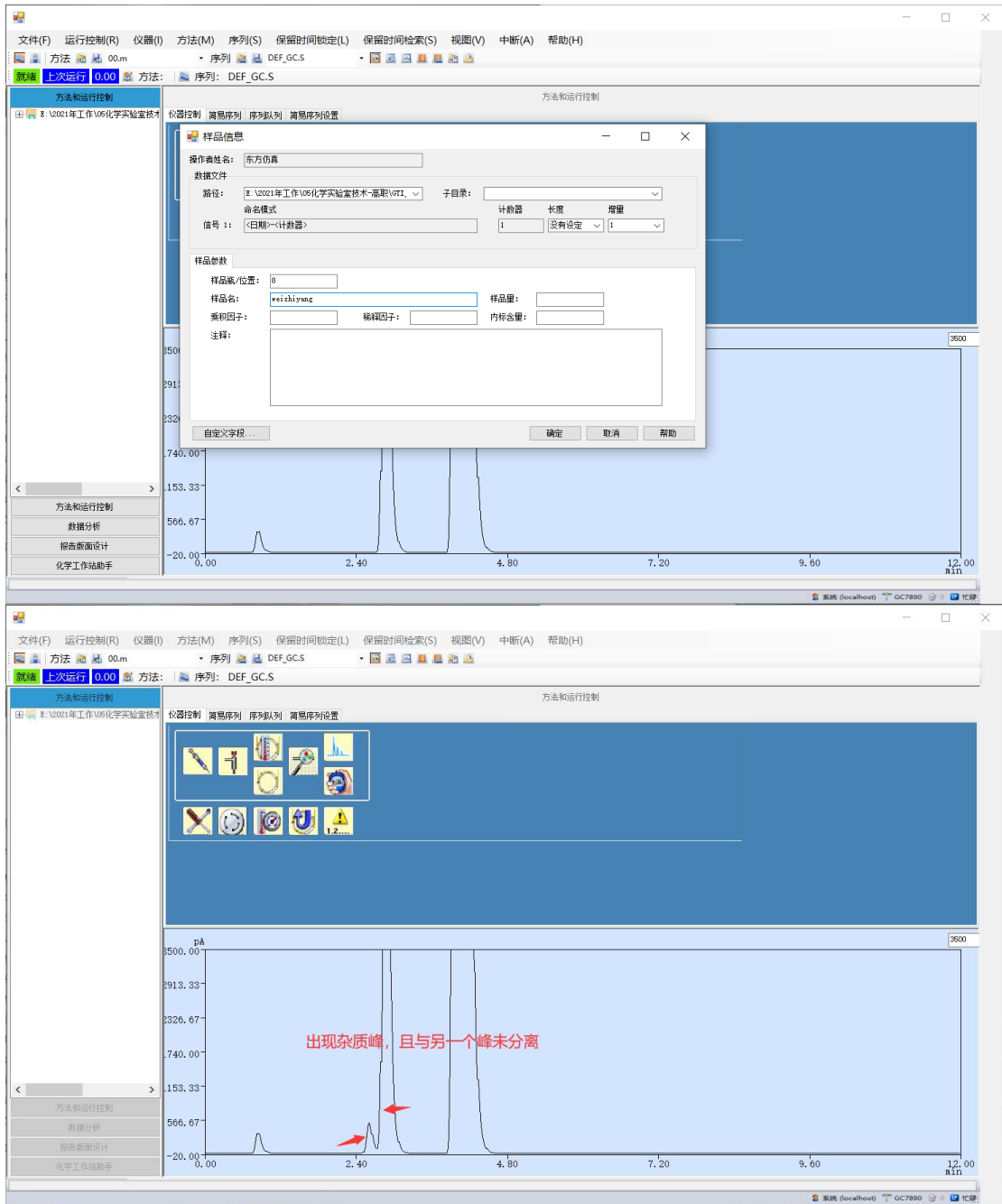


7. 点击【运行控制】-【样品信息】，填写样品信息，进样瓶位置，样品名等。点击【运行控制】-【运行方法】，自动进样器进样。

1) 先进 4 号样，获得标样 4 的谱图，用于定性。



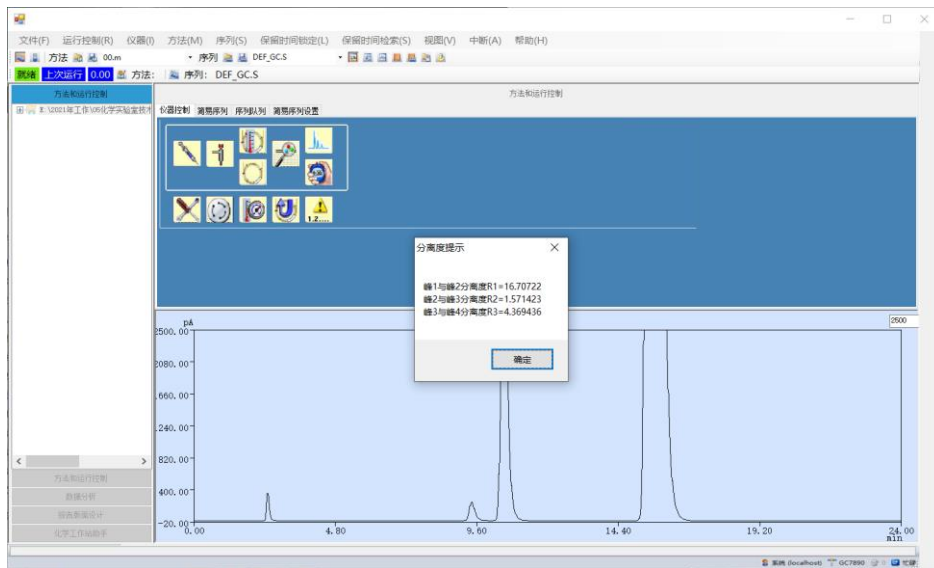
2) 再进 8 号未知样



3) 发现未知样中有杂质峰，且与另一个峰未分离，需要重新优化色谱条件，提高分离度，将杂质峰与另一个峰分开。

(工作站色谱条件设置参考编辑完整方法↑。)

4) 色谱条件优化完成，获得分离后的谱图↓



5) 按照优化后的色谱条件进行标准曲线的绘制↓

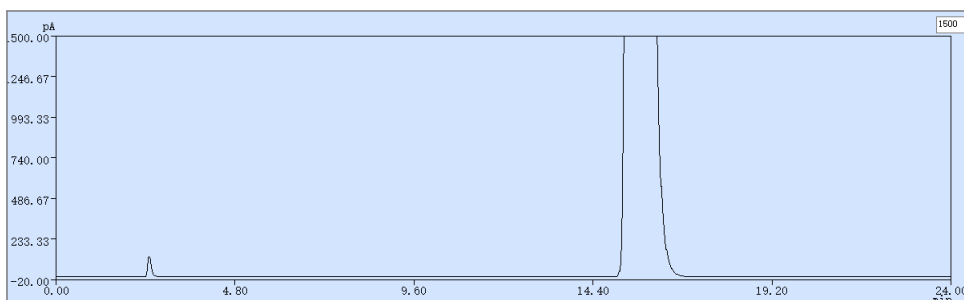
8. 运行方法，获得每个样品的色谱图。

以下以乙醇和乙酸乙酯为例，出的是乙醇和乙酸乙酯单个组分峰和空气峰（载气）。

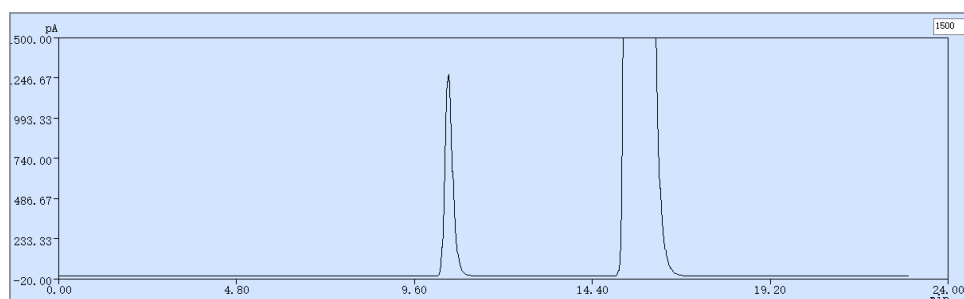
每次出峰完成，需要重新设置样品名称。点击【运行控制】-【样品信息】，填写样品信息，进样瓶位置，样品名等。设置样品信息后，会更换样品瓶，需要等待几秒再点击【运行方法】。

样品瓶在自动进样器上的位置是和样品编号相对应的，如 Std1 放在 1 号位，Std2 放在 2 号位，等等，未知样 Unk 放在 8 号位。

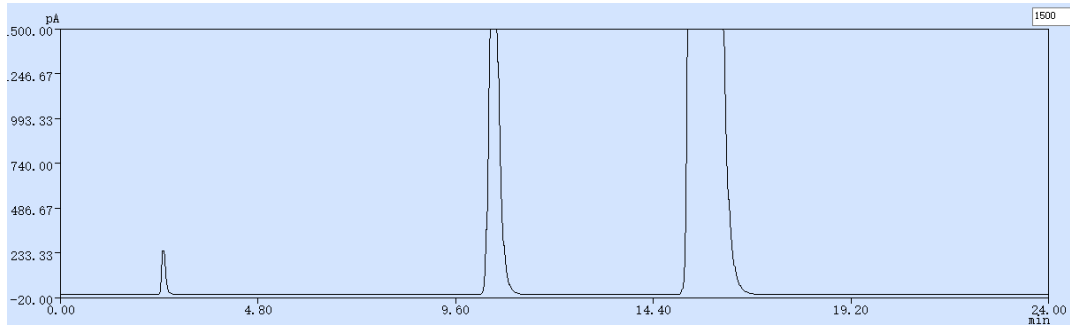
Std1:



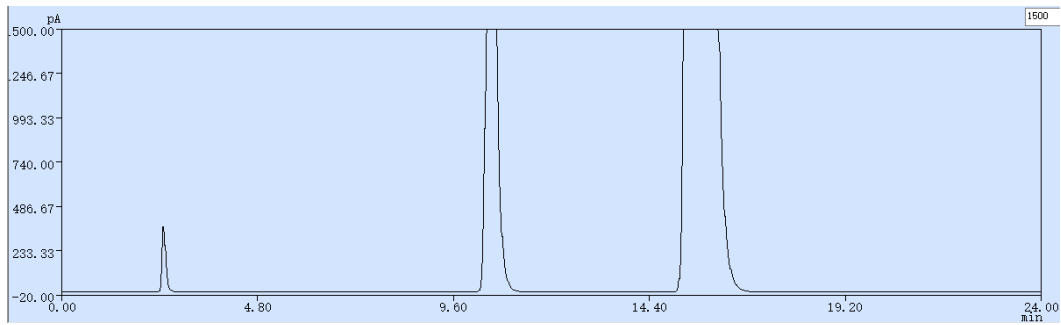
Std2:



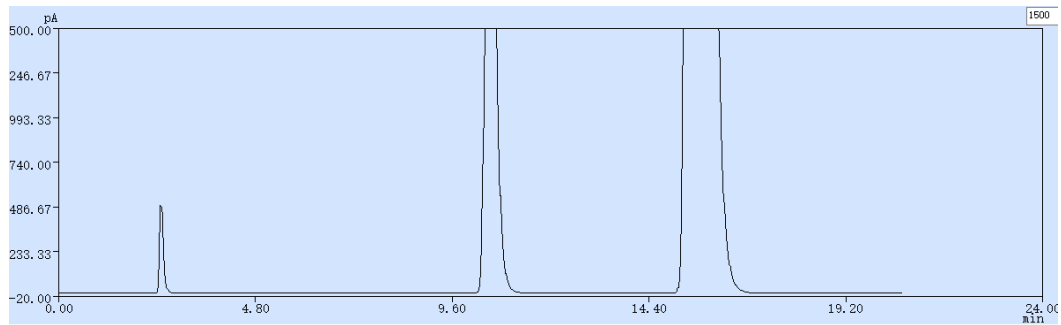
Std3:



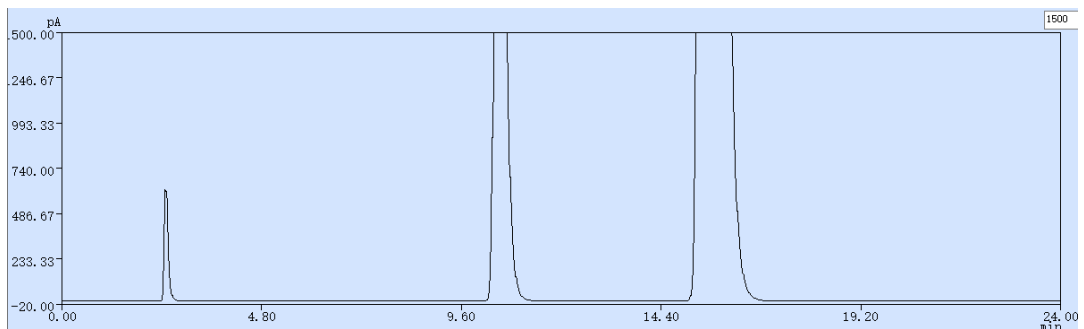
Std4:



Std5:



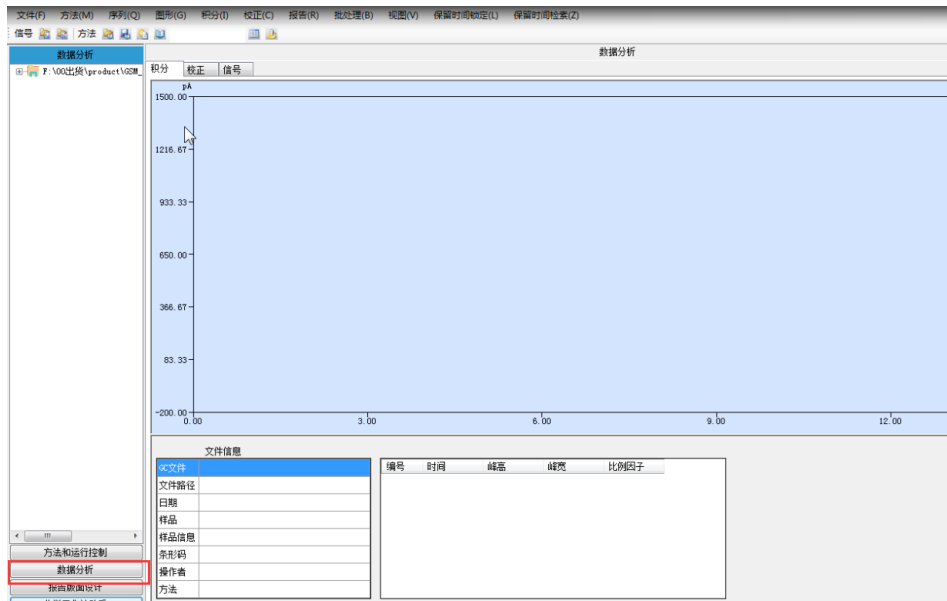
Std6:



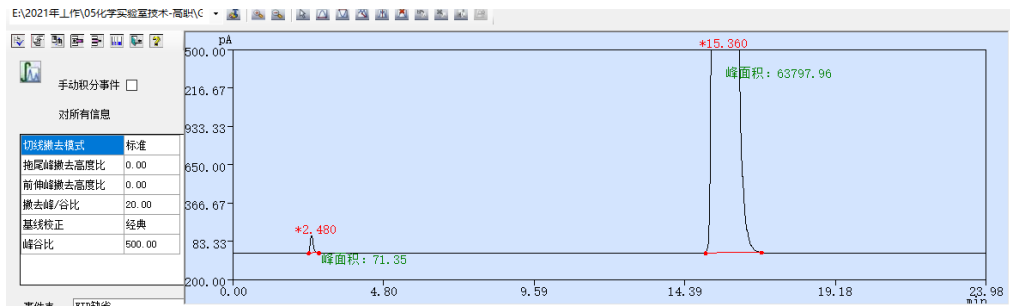
后续谱图不再赘述。

9. 积分。先点击自动积分，不满意则点击积分事件，自行积分。保存至方法。

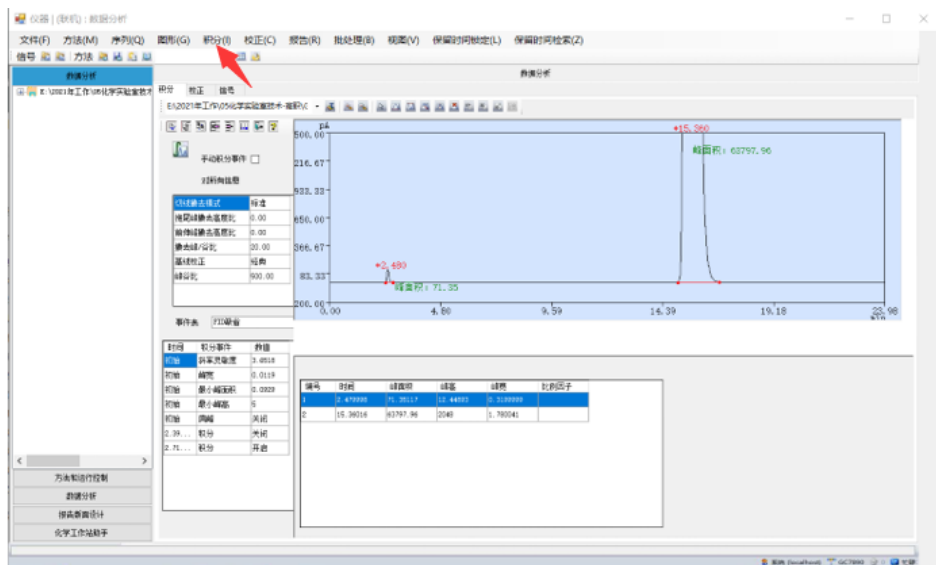
点击【数据分析】进入定量界面。



点击【调用信号】，调出标样 1 的谱图，点击【自动积分】得到初次积分结果。



点击【积分】-【积分事件】，再点击谱图，可以通过调整积分事件改变积分结果，如在空气峰之后再开始积分。

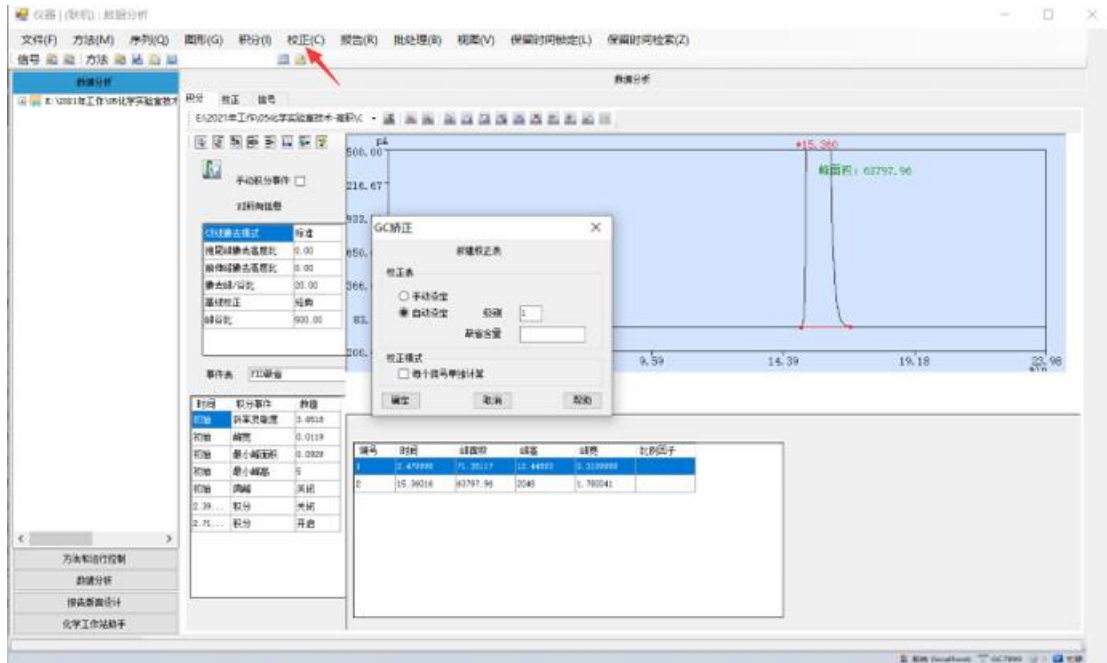


保存积分方法至分析方法。



10. 新建校正表，填入各组分浓度。添加级别，得到标准曲线，计算未知样中各组分浓度。

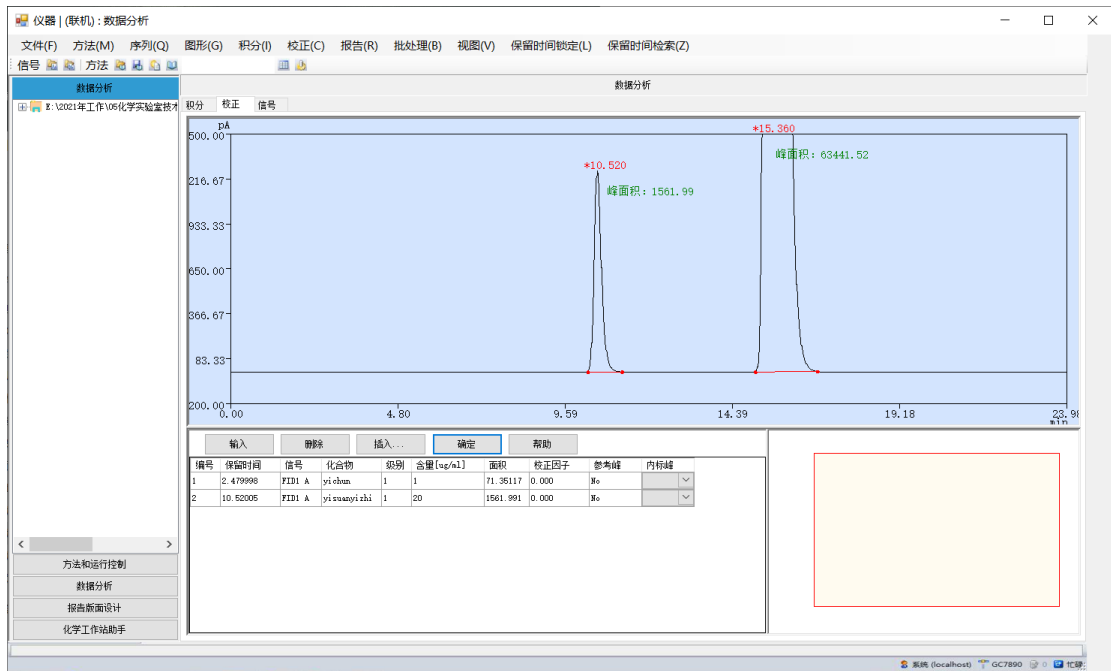
点击【校正】-【新建校正表】，



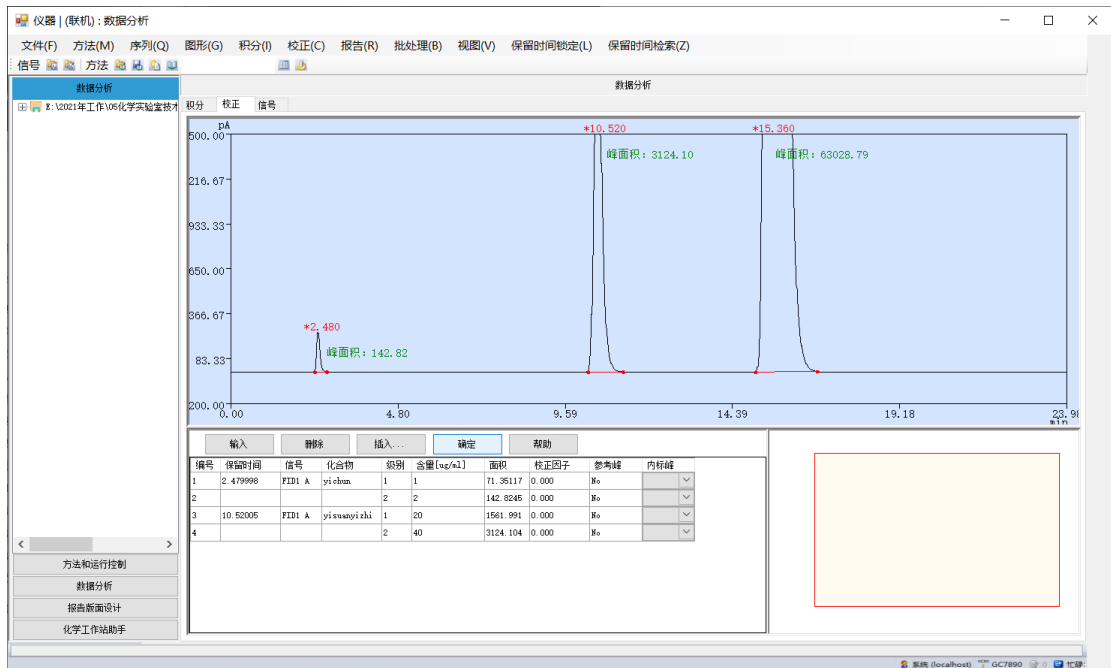
输入化合物浓度，空气峰不用输入，点击确定，自动将未输入浓度的组分删除。



调用标样 2 谱图，点击【校正】-【添加峰】：单标选择添加峰

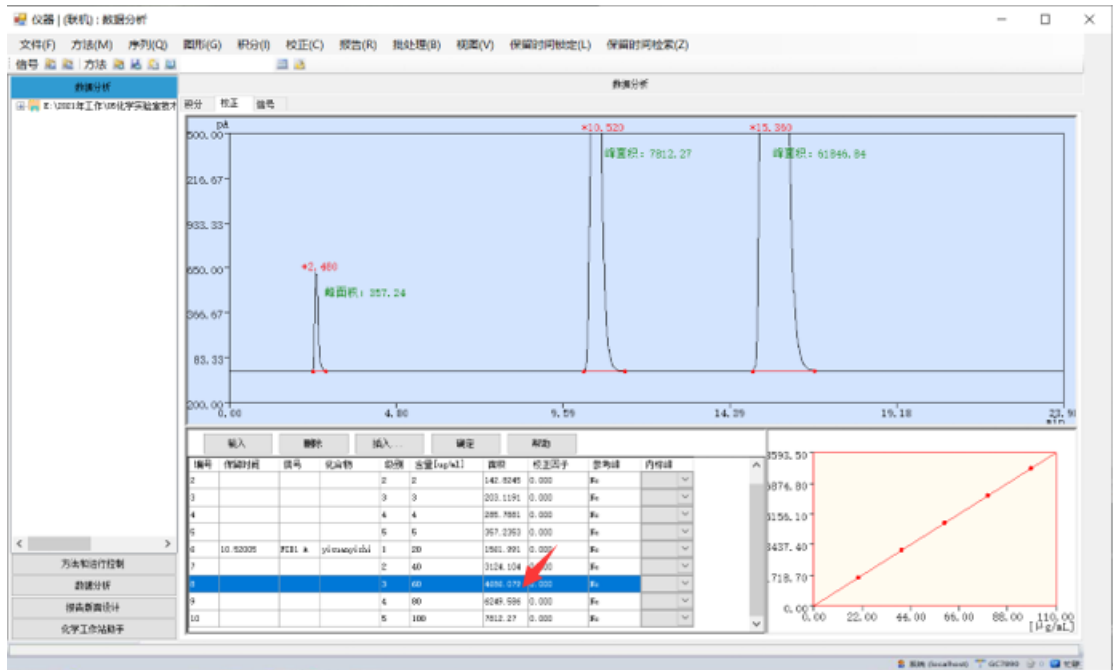


调用标样 3 谱图，点击【校正】-【添加级别】：混标选择添加级别。

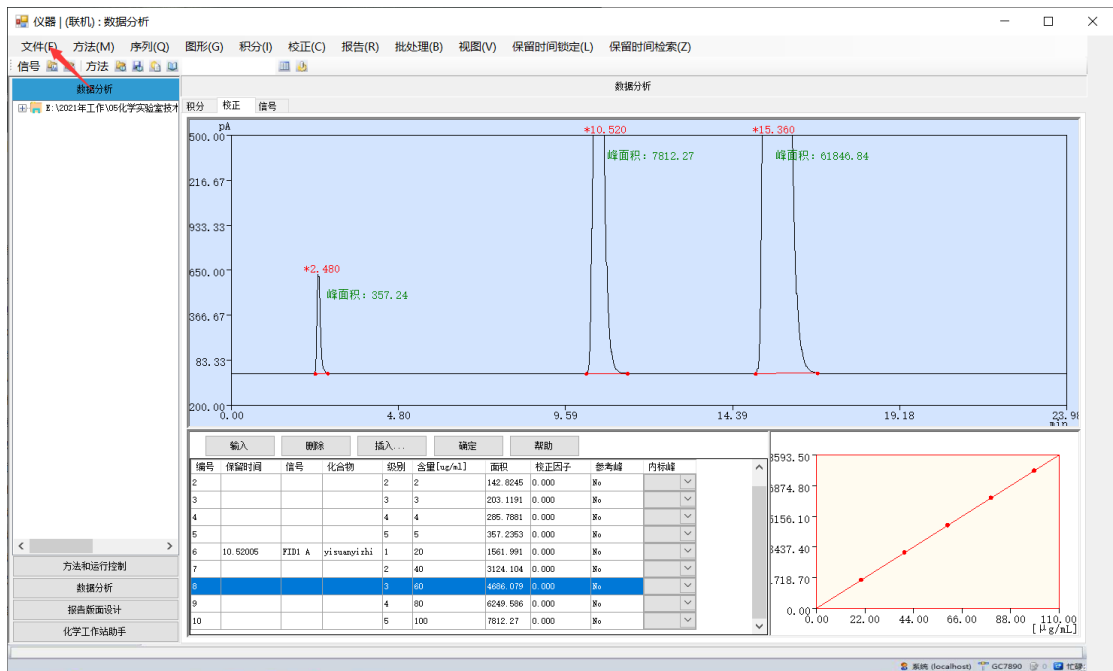


依次完成其他标样谱图

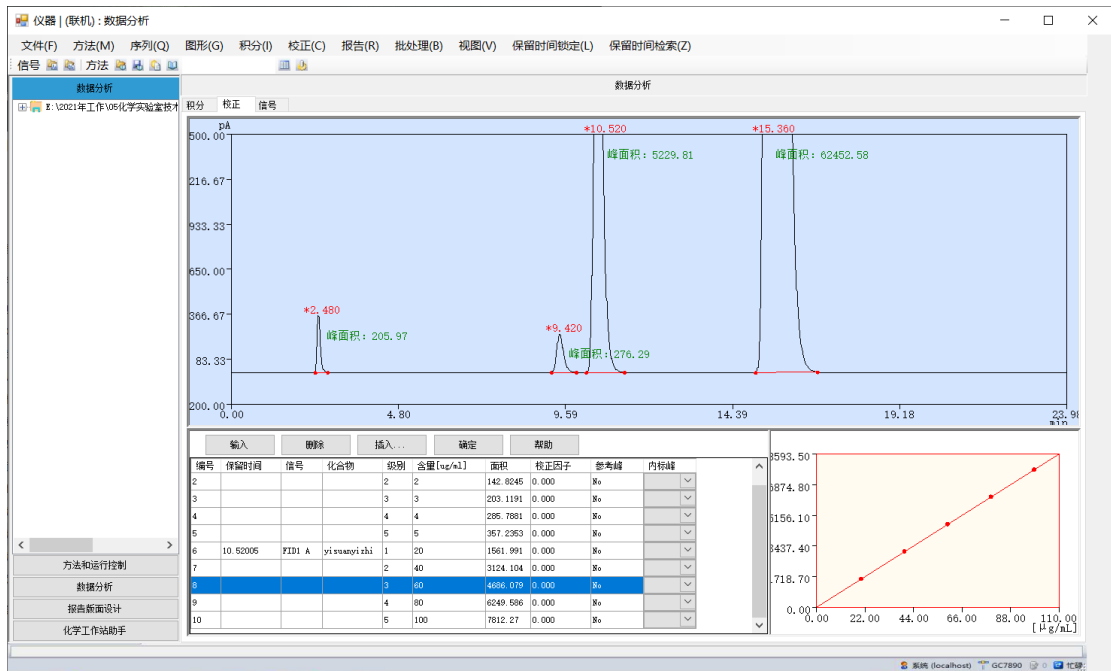
点击校正表中组分，可以看到各组分的标准曲线。



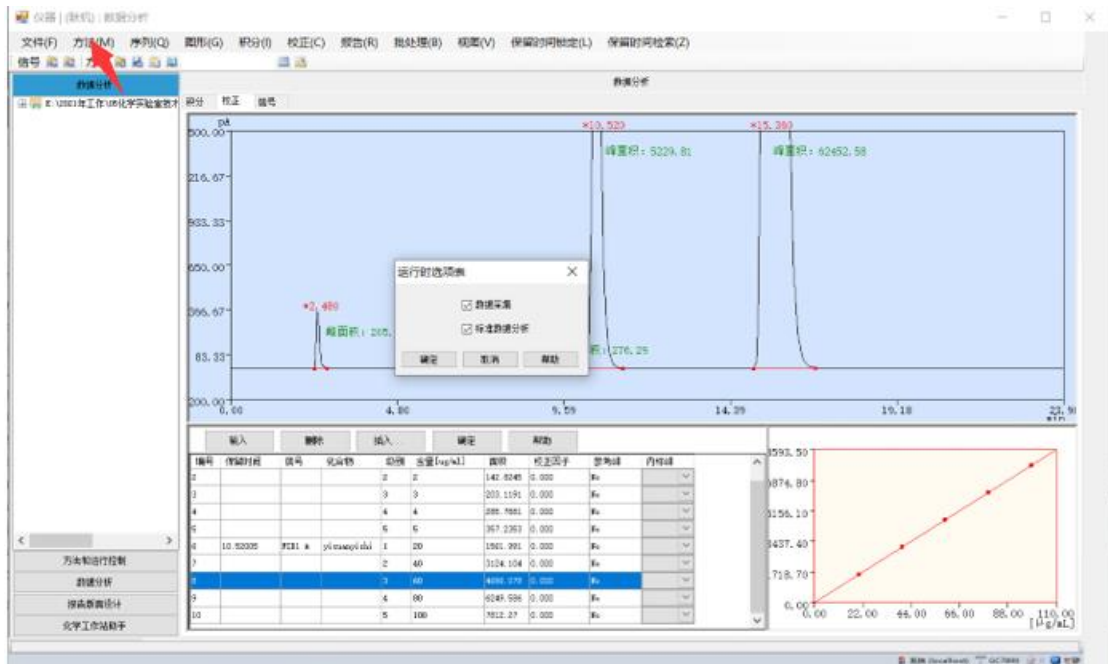
点击【文件】-【保存方法】，将校正方法保存至分析方法。



点击【文件】-【调用信号】，调出未知样的谱图。

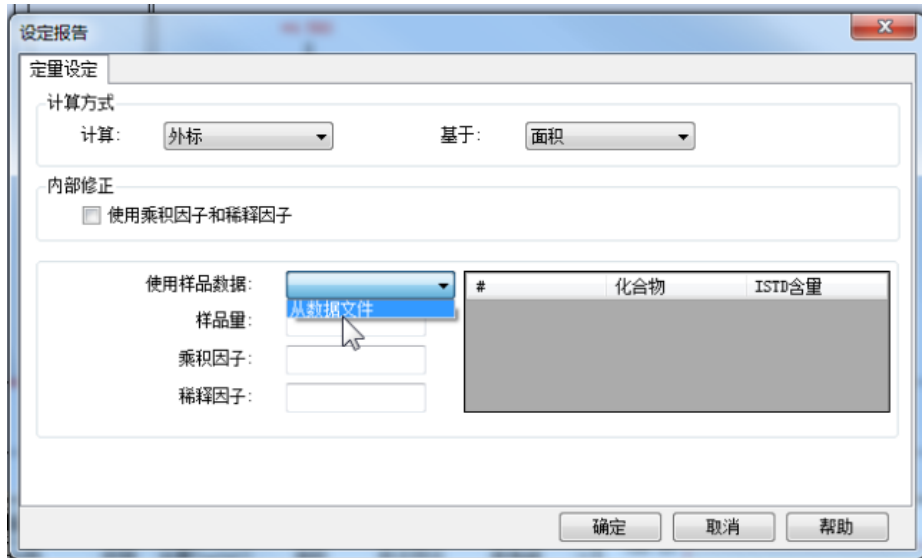


调用方法：点击【方法】-【运行时选项表】，勾选“数据采集”和“标准数据分析”，点击确定。

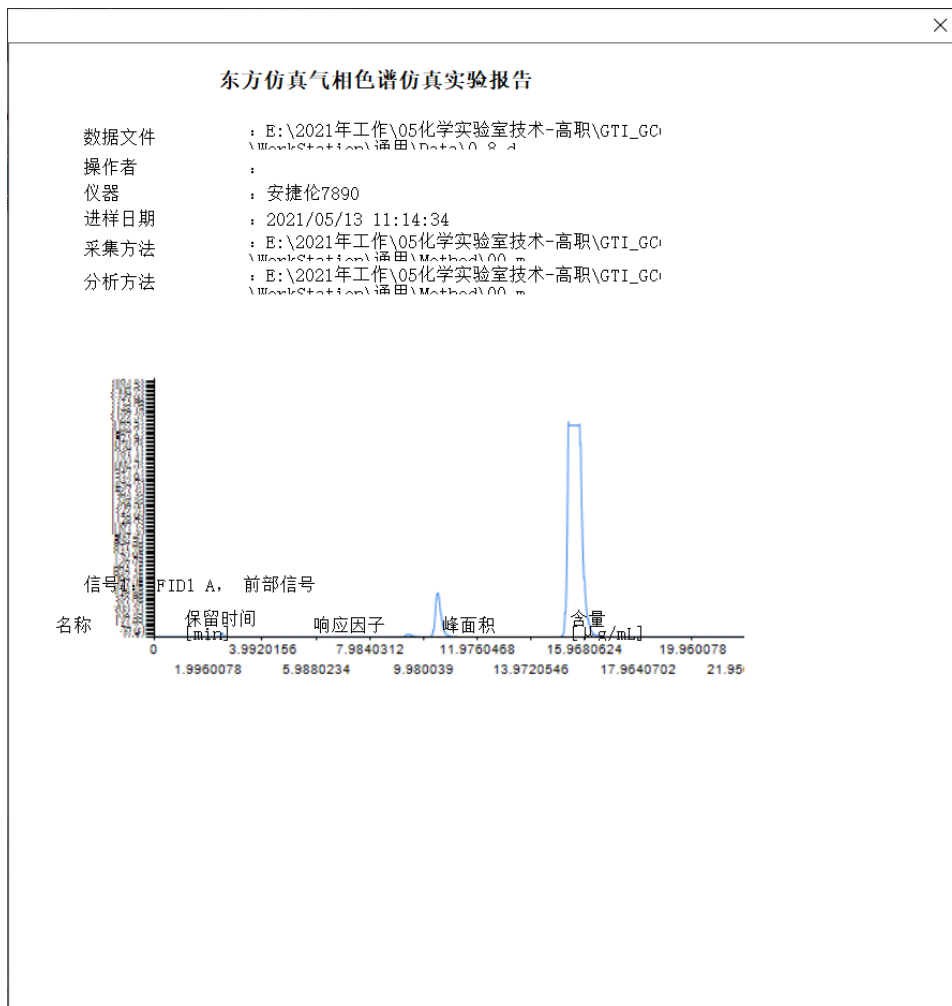


11. 报告。

点击【报告】-【设定报告】，设置报告样式。



点击【报告】-【打印报告】，得到实验结果。



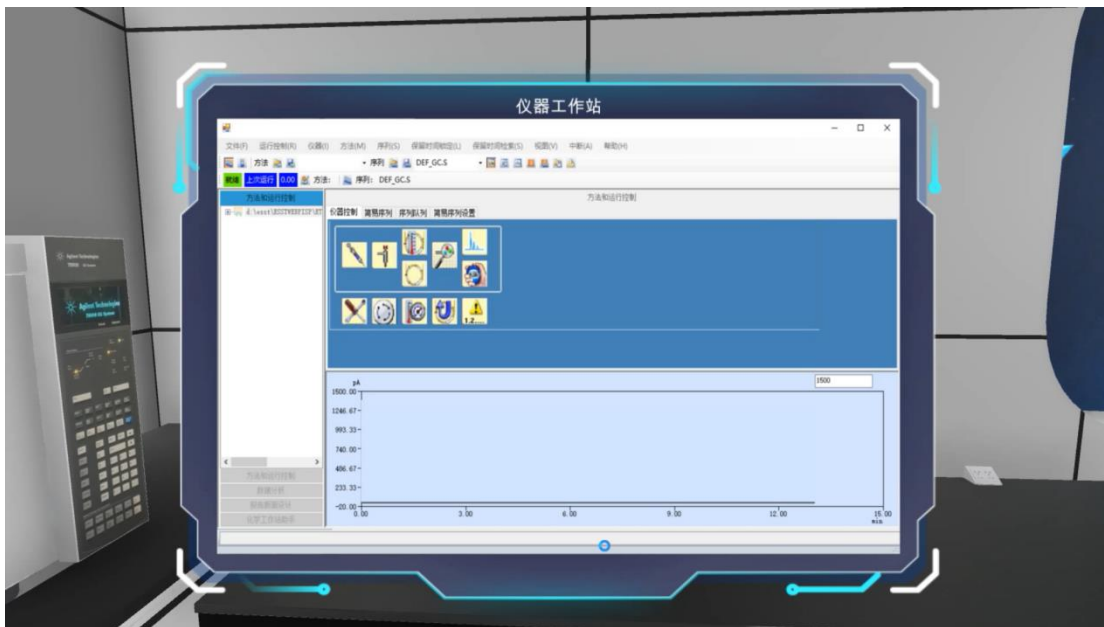
返回 U3D 界面，填写实验结果



2.2 气相色谱故障处理操作步骤

1. 故障现象：

小东测量乙酸乙酯合成过程产物的含量时，按照正常的流程进样后，工作站始终没有出峰、成一条直线，重复进样几次后依然不出峰。



2. 故障排查和处理:

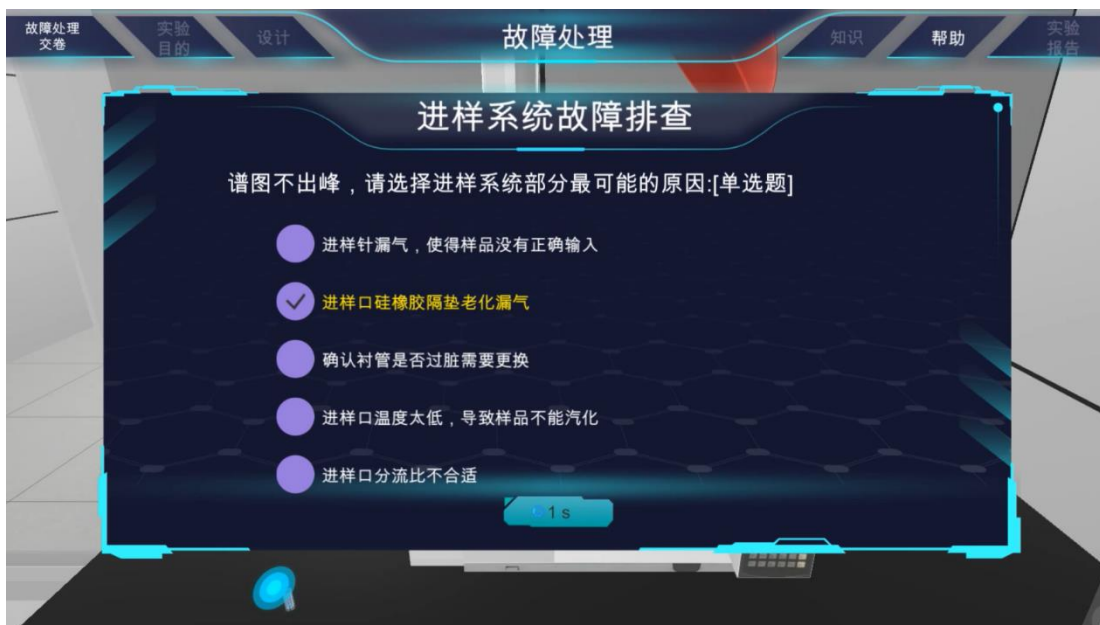
仪器上出现 4 个光圈，代表 4 个故障点，（进样系统部分、检测器部分、样品部分、色谱柱部分）点击，弹出选择题窗口。

回答选择题，逐个排查可能产生的故障。

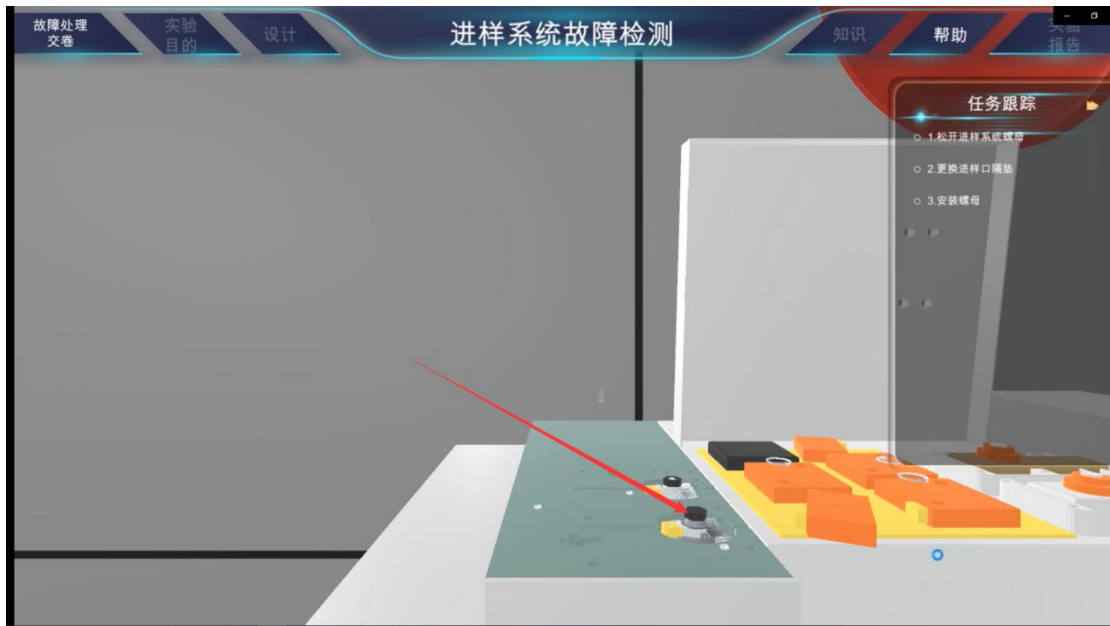
根据右方任务提示，前去处理，进行操作。最终解决故障。



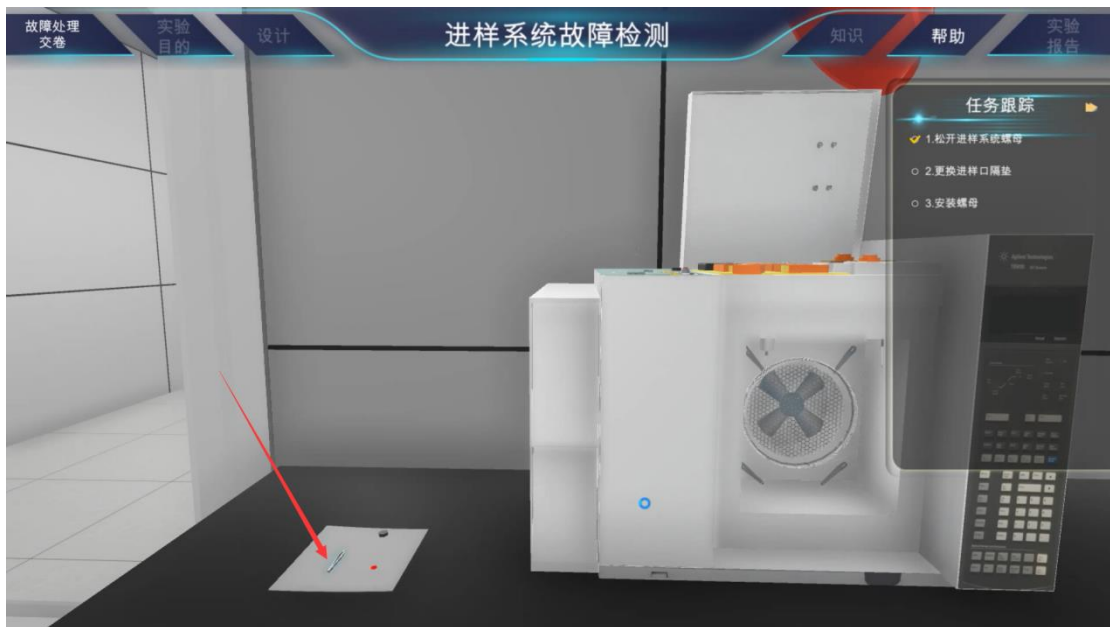
1) 首先排查故障，进入故障处理操作



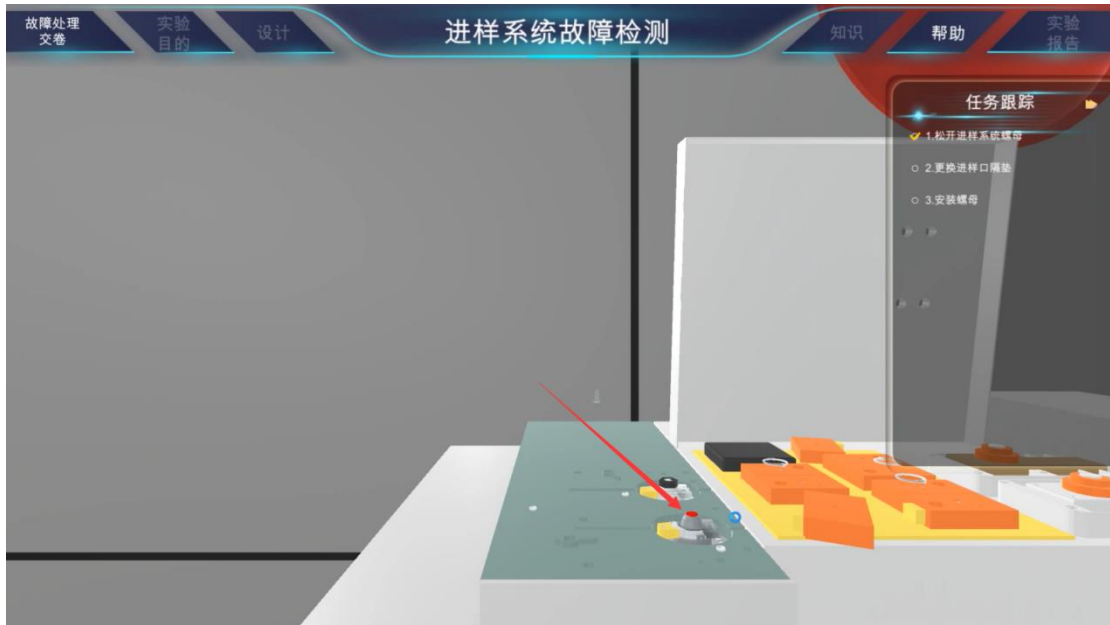
2) 点击进样口螺母，逆时针旋开



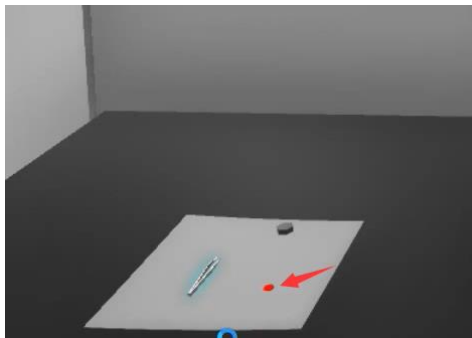
3) 点击仪器上的镊子，拿起



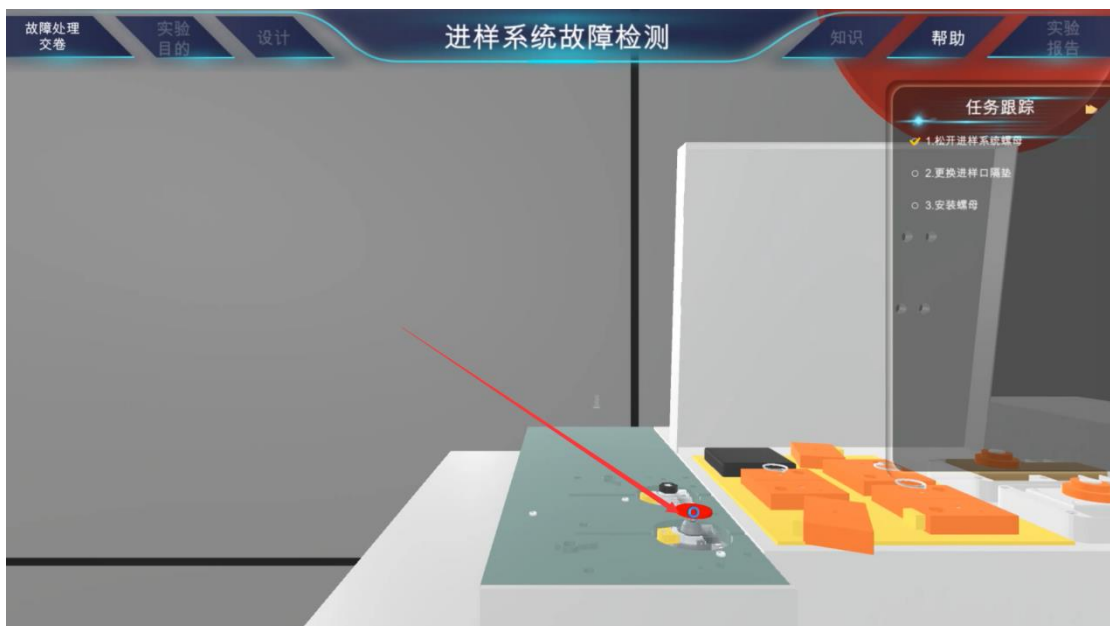
4) 点击仪器红色的隔垫，使镊子取下进样器隔垫



5) 点击镊子旁边的新隔垫，拿起。



6) 点击隔垫槽，将隔垫安置隔垫槽中。



7) 点击进样口螺母，安上进样口螺母，并顺时针拧紧。

