

# 2020 年全国职业院校技能大赛改革试点赛

## 赛项规程

### 一、赛项简介

#### (一) 赛项名称

赛项编号: GZ-2020014

赛项名称: 化学实验技术

英文名称: Chemical Experimental Technology

赛项组别: 高职组

赛项归属: 生物与化工大类

#### (二) 赛项描述

化学实验技术是利用现代化学技术对各类天然或合成材料进行定性与定量分析、制备与合成, 及其物理与化学性能测量的专门技术技能。

化学实验技术人员适于在企业质量控制部门、研究和开发部门的化学实验室, 或在不同行业企业的环保部门工作, 应能独立地进行合成、质量控制、分析任务, 制定实验室的工作计划, 记录工作过程和评价工作结果。在工作中必须遵守有关劳动安全、健康保护、环境保护以及质量保证等的条例和规定。

本赛项由三个模块组成, 涉及物质的定性分析、定量分析、制备和质量控制。通过实际操作模块来评估选手的知识理解和技能掌握, 不再单独举行理论测试。

#### (三) 选手能力标准规范

本赛项涉及的与化学实验技术相关的职业, 包括《中华人民共和国职业分类大典(2015年版)》中“化工工程技术人员(GBM20206)”“环境保护工程技术人员(GBM20227)”“检验、检测和计量服务人员(GBM40805)”“环境监测服务人员(GBM40806)”“检验试验人员(GBM63103)”等职业小类。

本标准规范中选手应具备的知识和技能参照世界技能大赛标准规范(表1)

制定，作为竞赛选手训练及准备的指南。标准规范分为 7 个部分，每部分权重采用总分的百分比来表示。竞赛模块及评分标准设计应尽可能的反映标准规范中所列知识点、技能点。

表 1 化学实验技术大赛选手能力标准规范

能力标准规范		权重 (%)
1	工作组织及管理	10
	<p>选手应了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 行业内部和外部监管的整体情况</li> <li>➤ 业务状况，包括个人岗位身份、职业道德、行为规范</li> <li>➤ 健康和立法、法规及最佳防护措施</li> <li>➤ 实验室活动的科学原则</li> <li>➤ 工作计划、进程安排、组织和完成的原则</li> <li>➤ 无机化学、有机化学、分析化学及物理的基本知识及应用</li> <li>➤ 安全处置或回收化学品和化学相关物质的原则和方法</li> </ul>	
	<p>选手应能够：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 始终保持个人健康和安全的，包括穿戴个人防护服和设备</li> <li>➤ 按照相关规定、规范、质量、安全和环境标准开展工作</li> <li>➤ 根据标准和要求： <ul style="list-style-type: none"> <li>• 操作、维护和修理实验室设施、装置和设备</li> <li>• 使用、管理和回收实验中的化学品</li> </ul> </li> <li>➤ 维护良好的实验室卫生整洁</li> <li>➤ 检查材料的结构、状态和可用性</li> <li>➤ 根据工作角色，独立启动并完成任务</li> <li>➤ 预估完成某项工作所需的时间、资源和所需材料</li> <li>➤ 设定工作目标和指标，制定工作计划，优化、组织并完成工作</li> <li>➤ 找出滞后问题的解决方法或替代方法</li> <li>➤ 根据需求调整具体工作安排，并及时与其他相关人员沟通</li> </ul>	
2	沟通及人际交往能力	10
	<p>选手应了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 沟通的原则</li> <li>➤ 人际交往的原则</li> <li>➤ 本人工作对他人的影响</li> <li>➤ 与工作角色和行业相关的专业术语及词汇</li> <li>➤ 数据分析采用的统计方法意图和目的</li> <li>➤ 报告结果的局限性</li> <li>➤ 信息技术、信息管理系统和数据库在化学环境中的应用</li> </ul>	

	<p>选手应能够:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 建立和维持人际关系</li> <li>➤ 与他人包括团队协作工作和互动</li> <li>➤ 为化学家或其他专家提供技术支持</li> <li>➤ 在正式和非正式场合正确使用语言、写作、主动倾听等技巧进行沟通</li> <li>➤ 使用专业术语, 包括其他语言的专业术语</li> <li>➤ 查阅相关资源, 获取信息, 并根据需要引用来源资源</li> <li>➤ 阅读并应用与以下内容相关的技术文件 <ul style="list-style-type: none"> <li>• 分析</li> <li>• 公式表示</li> <li>• 程序说明</li> <li>• 规范</li> <li>• 图表</li> </ul> </li> <li>➤ 主动倾听、适当提问以获得充分理解</li> <li>➤ 使用数字和纸质的实验室信息和实验室管理系统</li> <li>➤ 按照逻辑和特定规则对信息和步骤进行排序</li> <li>➤ 应用统计技术进行数据分析</li> <li>➤ 使用一系列的文本和图形方法进行汇报</li> <li>➤ 向他人适当地传递科学信息</li> <li>➤ 准备并进行正式和非正式的陈述</li> <li>➤ 寻求、接受并酌情利用反馈和建设性批评</li> </ul>	
3	技术、程序和方法	35
	<p>选手应了解和理解:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 与结构和化学键相关的无机化学基础</li> <li>➤ 重要元素及其化合物的基本知识</li> <li>➤ 有机化学原理和实验技术</li> <li>➤ 反应机理和官能团转化</li> <li>➤ 物理化学的概念和实验技术, 包括热力学、反应动力学、传导率、电化学电池和电解</li> <li>➤ 实验室技术和科学实验的原则</li> <li>➤ 项目管理原则以及如何应用于实验室工作</li> <li>➤ 分析方法和仪器的开发、验证要求, 包括合适的制样方法</li> <li>➤ 实验室常用设备、试剂和耗材的最新趋势和具体应用</li> </ul>	
	<p>选手应能够:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 使用适当的科学技术、程序和方法, 进行实验任务的相关准备</li> <li>➤ 使用指定的仪器和实验设备, 包括必要的校准</li> <li>➤ 评价所用材料或产品的质量</li> <li>➤ 设计或制作支持新产品或新工艺开发的实验仪器设备</li> <li>➤ 使用指定的方法、标准操作程序完成实验任务</li> <li>➤ 开展特定的制样任务, 包括样品的准备和处理, 以及从液体、固体混合物的分离过程</li> <li>➤ 实施纯化和浓缩工艺, 例如: 蒸发、蒸馏、萃取、色谱</li> </ul>	

	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 使用滴定法、重量法</li> <li>➤ 使用仪器分析方法，如：光谱法、色谱法、电位分析法及电导分析法</li> <li>➤ 使用以下技术建立和进行实验、提取、试验和分析 <ul style="list-style-type: none"> <li>• 色谱法</li> <li>• 光谱法</li> <li>• 物理或化学分离技术</li> </ul> </li> <li>➤ 确定无机或有机化合物的结构</li> <li>➤ 运用合成技术合成无机物、有机物、聚合物</li> <li>➤ 根据标准配方或者创建配方，为产品制备或工艺实现准备化学试剂和溶液</li> </ul> <p>考虑所采用的分析方法、程序和仪器设备，包括使用的制样方法，是否需要验证</p>	
4	数据处理和记录保存	10
	<p>选手应了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 与记录保存、可追溯性和保密性相关的规定</li> <li>➤ 保证实验室记录和数据安全性的程序</li> <li>➤ 用于记录和显示数据的软件功能</li> <li>➤ 确保信息准确性的流程</li> <li>➤ 误差和不确定性的含义</li> <li>➤ 引用和引证所需的方法</li> </ul>	
	<p>选手应能够：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 对实验工作进行记录并保留文档，包括使用给定的模板、计算机信息技术和统计方法</li> <li>➤ 处理和整理来自实验室软件/处理工作站的数字化信息，得到可靠的、准确的数据</li> <li>➤ 以书面和口头形式清晰简明地呈现实验工作和问题解决的结果</li> <li>➤ 适当地使用图表撰写技术报告</li> <li>➤ 检查自身工作，包括汇编整理、分类、计算、制作表格和完整性</li> <li>➤ 及时发现存在的错误、不准确和不足</li> <li>➤ 对信息或数据进行验证或审核</li> <li>➤ 存档文件</li> </ul>	
5	分析、解释和评价	15
	<p>选手应了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 质量管理原则</li> <li>➤ 质量管理在生产过程中的应用</li> <li>➤ 科学数据分析中使用的数学和统计方法</li> <li>➤ 误差的性质、概率、来源和类型</li> <li>➤ 质量控制的原则和方法</li> <li>➤ 持续改进的原则和应用</li> <li>➤ 工作角色对身体健康的要求</li> </ul>	

	<p>选手应能够:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 保持工作角色所需的体能素质</li> <li>➤ 通过自我调节保持持续的注意力</li> <li>➤ 遵循程序以满足工作场所的质量标准</li> <li>➤ 分析、解释和评价数据, 并确定需要进一步核查的结果</li> <li>➤ 评价信息以确定是否符合标准</li> <li>➤ 在给定角色的工作范围内独立开展工作</li> <li>➤ 判断所使用分析方法获得的结果是否可靠, 并评估其重要性</li> <li>➤ 使用正确的计算、统计和数学方法或公式来解决问题</li> <li>➤ 通过分析确定最终结果的基本原则、原因或事实</li> </ul>	
6	应用科学方法解决问题	10
	<p>选手应了解和理解:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 解决问题的科学规则和方法的原理和应用</li> <li>➤ 批判性思维和复杂问题解决的原则</li> <li>➤ 个人角色的范围和局限, 以及自身对解决问题的理解和专业知识</li> </ul>	
	<p>选手应能够:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 识别何时出现问题或出现问题的可能性</li> <li>➤ 识别和确定谱图中的明显干扰</li> <li>➤ 应用适当的科学方法, 确定原因并获得解决方案</li> <li>➤ 使用逻辑和推理, 识别问题的替代解决方案、结论和方法的优缺点, 例如 <ul style="list-style-type: none"> <li>• 将一般规则应用于具体问题, 得出合理结论</li> <li>• 组合信息片段, 以形成合理的结论或规则</li> </ul> </li> <li>➤ 应用创造性思维和问题求解来验证所提的假设与创新, 并基于现有观点提出新的建议</li> <li>➤ 酌情向专家和同事寻求建议</li> <li>➤ 提出改进工作流程或科学解决方案的建议</li> <li>➤ 支持所有分析任务的新调查和后续实验</li> <li>➤ 承担自身发展的责任, 确定学习和自我完善的目标</li> </ul>	
7	应用化学发展趋势	10
	<p>选手应了解和理解:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 跨学科科学性质</li> <li>➤ 应用化学在科学发展中的作用</li> <li>➤ 数字化的影响越来越大</li> <li>➤ 可持续发展越来越重要</li> <li>➤ 科学发展中可能出现的新道德问题</li> </ul>	
	<p>选手应能够:</p>	

	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ 安装、调试和测试自动化实验室系统</li> <li>➤ 安装和配置程序</li> <li>➤ 开发简单的程序</li> <li>➤ 打开、关闭和操作自动化实验室系统</li> <li>➤ 优化和实施自动化实验室系统的调整和变更</li> <li>➤ 维护和保养自动化实验室系统</li> <li>➤ 系统地搜索、定位和消除自动化实验室系统的错误、缺陷和故障</li> <li>➤ 适当响应变更并改变管理流程</li> </ul>	
	合计	100

## 二、竞赛目的

本赛项是根据《教育部关于举办 2020 年全国职业院校技能大赛改革试点赛的通知》（教职成函〔2020〕5 号）精神，以检验教学成果、体现世赛理念、促进职业教育高质量发展为指导思想，瞄准世界高水平，营造崇尚技能氛围，推动专业教学改革与发展，实现课程内容与职业标准对接，培育学生工匠精神，提升学生化学实验技术能力而设置。

通过技能竞赛考查学生掌握物质制备和分析的基本理论知识；考查学生执行国家及行业标准规范的能力、科学的实验工作方法和实验技巧；考查学生实事求是的科学态度，严谨细致的工作作风，清洁整齐的良好工作习惯；考查学生职业健康、安全、环保意识。

## 三、竞赛内容

### （一）考核内容

考核内容将涵盖化学实验技术人员特定职能和整体角色的执行，可能包括：

- 取样
- 样品制备
- 物性常数和化学参数识别
- 定性分析
- 定量分析

- 有机物合成
- 滴定分析
- 光度测定
- 气相色谱法
- 光谱法
- 数据记录和分析
- 质量控制
- 工作管理以及健康和安全
- 废弃物处置

## (二) 考核项目

考核项目设计旨在提供全面、公平、真实的机会，结合评分标准对选手能力要求进行评价。本赛项由 3 个独立的模块组成，每个模块的任务和评价重点均不同，各项目涉及的主要药品试剂标签以英文标识，同时提供专业英文词典。评价参赛选手解决问题的能力，准确、细致、创意和创新。

各模块考核项目、考核内容、考核时间及赋分权重见表 2。选手须按照竞赛项目表内规定的时间和工作模块进行竞赛，每个模块的竞赛时间不得超过规定时间。

表 2 各模块考核内容、时间分配及赋分权重

编号	模块名称	项目名称	考核内容	考核时间	权重
A	化学分析法	样品中钴含量的测定	个人健康安全 药品称量 溶液配制 标准溶液标定 样品制备 含量测定 文明操作 数据处理 结果报告	210分钟	30%
B	仪器分析法	样品中铁含	个人健康安全	210分钟	30%

编号	模块名称	项目名称	考核内容	考核时间	权重
		量的测定	药品称量 溶液配制 标准工作曲线制作 样品制备 含量测定 文明操作 数据处理 结果报告		
C	产品合成及质量评价	乙酸乙酯的合成及质量评价	个人健康安全 实验装置搭建 反应物用量计算 有机物合成 产品分离提纯 产率计算 含量分析 文明操作 质量评价 结果报告	360分钟	40%
合计				780分钟	100%

#### 四、竞赛方式

本竞赛项目为个人赛，要求选手在 2 天时间内独立完成 3 个项目任务。

#### 五、竞赛流程

##### (一) 时间安排

1. 裁判员原则上提前一天报到，便于赛项执委会组织执裁培训、熟悉比赛评分细则，具体安排另行通知。

2. 参赛队报到时间 1 天，比赛时间为 2 天，裁判阅卷、成绩公布、开闭幕式 1 天。具体时间安排见表 3。



表 3 竞赛日程安排

日期	时间	工作内容
第一天	全天	参赛队报到, 安排住宿、发放参赛证
	下午	领队会议、选手熟悉比赛赛场
第二天	上午	模块A考核
	下午	模块B考核
第三天	全天	模块C考核
第四天	上午	裁判员阅卷、成绩录入
	下午	成绩公布、闭幕式

## (二) 竞赛流程

1. 赛场的赛位统一编制。参赛队比赛前 45 分钟凭参赛证、身份证到指定地点检录, 经 1 次加密抽签决定赛位号, 抽签结束后, 随即按照抽取的赛位号进场, 然后在对应的赛位上完成竞赛规定的工作任务。如赛位号为 GZ-A-01, 表示本赛项 A 模块的第 1 号赛位。

2. 赛位号不对外公布, 抽签结果密封后统一保管。实操结束后, 选手的现场试卷进行密封, 在评分结束后开封解密并统计成绩。

## 六、竞赛样题

竞赛样题具体内容详见附件。

## 七、竞赛规则

### (一) 参赛规则

1. 参赛队名额确定: 以省(自治区、直辖市, 计划单列市, 新疆生产建设兵团)为单位推荐选手参赛, 各地限报 1 名选手和 1 名指导教师。

2. 参赛选手资格: 参赛选手须为高等职业学校全日制在籍学生; 本科院校中高职类全日制在籍学生; 五年制高职四、五年级学生可报名参加高职组比赛。高职组参赛选手年龄须不超过 25 周岁(当年), 即 1995 年 11 月 1 日后出生。

3. 人员变更: 参赛选手和指导教师报名获得确认后不得随意更换, 如备赛过程中参赛选手和指导教师因故无法参赛, 须由各地教育行政部门于本赛项开

赛 10 个工作日之前出具书面说明，经大赛执委会办公室核实后予以更换；选手因特殊原因不能参加比赛时，则视为自动放弃竞赛。

4. 各地教育行政部门负责本地区参赛学生的资格审查工作，并保存相关证明材料的复印件，以备查验。

5. 凡在往届全国职业院校技能大赛高职组工业分析检验赛项中获一等奖的选手，不再参加本项目比赛。

## **（二）熟悉场地规则**

1. 赛项执委会安排抽取抽签顺序号后，各参赛队统一有序地熟悉场地，熟悉场地时限定在指定区域，不允许进入比赛区。

2. 熟悉场地时严禁与现场工作人员进行交流，不发表没有根据以及有损大赛整体形象的言论。

3. 熟悉场地严格遵守大赛各种制度，严禁拥挤、喧哗，以免发生意外事故。

## **（三）竞赛入场规则**

1. 参赛选手按赛区规定的时间准时到达赛场集合，按抽取的抽签顺序号抽取赛位号。抽得赛位号的选手，在指定区域等待；所有选手抽取赛位号后，统一时间进入赛场，按抽取的赛位号入座。

2. 检录裁判将对各参赛选手的身份进行核对。参赛选手提供参赛证、身份证，指导老师提供指导老师证和身份证。身份证上的姓名、年龄、相貌特征应与参赛证一致。

3. 在比赛开始 30 分钟后不得入场，迟到的选手必须在赛场记录表相关栏目中说明到场时间、迟到原因并签赛位号确认。

4. 除裁判检验过的工具、量具及书写物品外，参赛选手不允许携带任何通讯及存储设备、纸质材料等物品进入赛场。

## **（四）竞赛现场规则**

1. 选手进入赛场后，必须听从现场裁判的统一布置和指挥，不得以任何方

式公开参赛队及个人信息。

2. 选手竞赛时须按《专业规范》要求着装，严格遵守安全操作规程，确保人身和设备安全，并接受现场裁判和技术人员的监督和警示。

3. 分发比赛任务书后的，选手可查阅理解比赛任务，摆放、检查自己所带工具，清洗有关玻璃器皿等，不可使用工具进行比赛任务的操作。

4. 项目裁判长宣布比赛开始，参赛选手才能进行动手完成竞赛比赛任务的操作。

5. 竞赛过程中，除裁判长和现场裁判外任何人员不得主动接近选手及其工作区域，选手有问题只能向现场裁判和项目裁判长反映。

6. 比赛过程中选手不得随意离开赛位，不得与其他参赛选手和人员交流。因故终止比赛或提前完成比赛任务需要离场，应报告现场裁判，在赛场记录表的相应栏目填写离场时间、离场原因并由现场裁判签名和选手签赛位号确认。

7. 竞赛过程中，选手休息、饮食或如厕时间均计算在竞赛时间内。

8. 在竞赛过程中如发现问题(如设备故障等)，选手应立即向现场裁判反映。得到现场裁判、项目裁判长同意后，选手退出到工作区外等候，等待故障处理完后方可继续比赛。如属于设备故障，补时时间为从选手示意到故障处理结束这段时间，否则不予补时。

9. 比赛过程中，严重违反赛场纪律者，违反操作规程不听劝告者，越界影响他人比赛者，有意损坏赛场设备或设施者，一经发现，由现场裁判提出警告，并报告项目裁判长。由项目裁判长依情节轻重扣减 10 分-20 分，直至取消竞赛资格。

### **(五) 离开赛场规则**

1. 在比赛结束前 15 分钟，项目裁判长提示一次比赛剩余时间。

2. 比赛结束信号给出，由项目裁判长宣布终止比赛。

3. 宣布终止比赛时，选手应立即停止工作（补时选手可以继续操作直至补

时时间用完)，并将比赛试题、评分表等放在工作台上，走出自己的考位。

4. 选手完成竞赛内容并上交相应的资料后方可离开竞赛现场，不得带出任何竞赛实验室提供的设备、试剂及竞赛资料。

## 八、竞赛环境

### (一) 竞赛场地及其环境设施要求

1. 比赛场地：容纳 40 人同时比赛，每个赛位按要求准备相应设备，各项准备工作应符合疫情防控要求，比赛过程采取全程实时监控。

2. 辅助场所：竞赛须设置检录隔离区、独立阅卷室等辅助场所，并全程实时监控。

3. 医疗保障：赛场设医疗服务站，比赛时安排救护人员现场服务。

4. 安全防护：赛位配有安全警示标语、安全操作规程、安全提示、护目镜、口罩等安全保护用品；赛场设有实训室安全管理规定、应急处理规定、化学药品使用规定，洗眼器、消防沙、消防毯、医护用品等消防和个人防护用品；校园内实训楼设有紧急疏散指示、安排专职疏散人员。

### (二) 赛场布局要求

赛场布局参考下图。

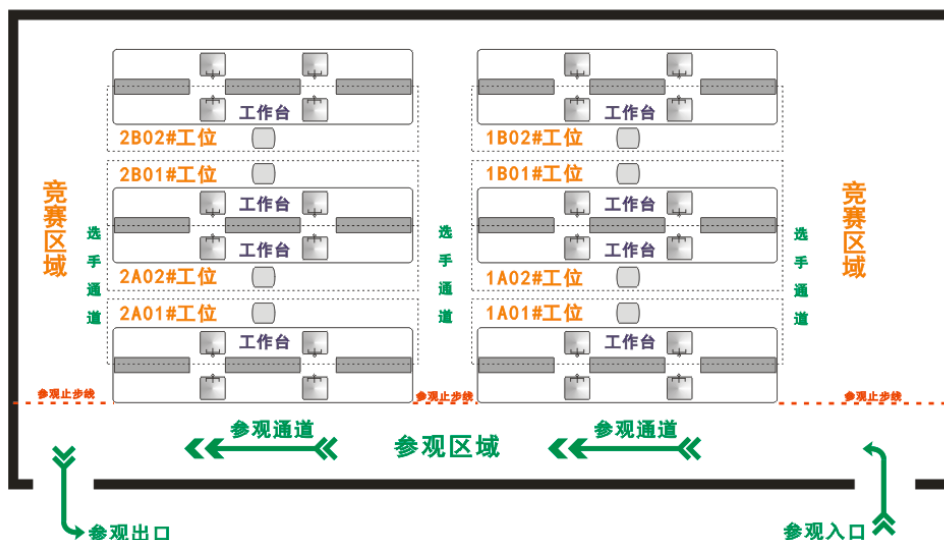


图 1 赛场布局图示例

### （三）仪器设备及实验设施要求

根据化学实验技术核心技能的要求以及命题的需要，比赛设备应包括实验室常规使用玻璃器皿与工具、反应与蒸馏装置、常规检测仪器与设备等内容。

1. 此次竞赛的仪器设备除规定自带的以外其它均由赛场提供。

2. 每个模块的仪器设备分已知设备和未知设备。已知设备的主要配置清单、分析测试仪器的规格要求详见“竞赛样题”。

3. 赛位主要设施

根据竞赛需要，每个比赛赛位应配置如下设施：比赛仪器设备 1 套、实验台 1 张、座椅 1 把、废液杯 1 只、垃圾桶 1 个、计算器 1 台、记号笔 1 支、剪刀 1 把、实验服 1 件、标签纸 1 张、常规防护用品 1 套（含口罩、护目镜、头帽、手套，选手可自备）。

### 九、技术规范

竞赛项目依据下列行业、职业技术标准：

- GB/T601-2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- JJG196-2006 常用玻璃量器检定规程
- GB/T603-2002 试验方法中所用试剂及制品的制备
- HG/T2631-2005 化学试剂 七水合硫酸钴(硫酸钴)
- GB/T3049-2006 工业用化工产品铁含量测定的通用方法1, 10-菲罗啉分光光度法
- GB/T12717-2007 工业用乙酸酯类试验方法

### 十、技术平台

（一）本赛项的技术平台主要指竞赛所用的玻璃器皿和分析设备。

（二）玻璃量器按照国家规范和行业标准进行采购，玻璃器皿符合 JJG196-2006 常用玻璃量器检定规程。其中设备符合国家质量监督局相关仪器检测标准，各项指标均符合或高于国家标准。

(三)分析设备最低台套数和规格要求(台套数按 32 支参赛队进行测算)

- 分析天平, 精度0.1mg, 18台(含2台备用)
- 紫外-可见分光光度计可联机操作, 18套(含2套备用)
- 气相色谱仪, 配石英毛细管色谱柱, 7套(含1套备用)

## 十一、成绩评定

### (一) 评分标准

本赛项各模块按实验准备、实施操作、结果报告三个部分和项目考核内容设置评分项,并结合选手能力标准规范的7部分权重,给出待评分的各项和分数分配(表4)。

评判采用客观评判(测量M)和主观评判(J)相结合的方式进行。主观评判采用以下方法进行,分值范围0-3分表示:

- 0: 表现低于能力标准;
- 1: 表现符合能力标准;
- 2: 表现达到并且在特定方面超过能力标准;
- 3: 表现完全超过能力标准,并表现优秀。

表4 各项目的评分项与分数分配

模块编号	项目名称	评分内容	评分项	分数分配
A	样品中钴含量的测定	A1实验准备	个人健康安全 药品称量 溶液配制	5
		A2实验操作	标准溶液标定 样品制备 含量测定 文明操作	10
		A3结果报告	数据处理 撰写报告	15
B	样品中铁含量的测定	B1实验准备	个人健康安全 药品称量	5

模块编号	项目名称	评分内容	评分项	分数分配
			溶液配制	
		B2实验操作	标准工作曲线制作 样品制备 含量测定 文明操作	10
		B3结果报告	数据处理 撰写报告	15
C	乙酸乙酯的合成及质量评价	C1实验准备	个人健康安全 实验装置搭建 反应物用量计算	8
		C2实验操作	有机物合成 产品分离提纯 含量分析 文明操作	12
		C3结果报告	产率计算 质量评价 撰写报告	20

## (二) 评分阅卷

本赛项各模块的评分由过程性评分和结果评分组成。

过程评分：由现场裁判根据选手现场实际操作表现，依据评分表进行主观评判（J）和客观评价（M）。由1名现场裁判同时评判2名选手。对每个考核项目客观评分项的得分点，现场裁判只能给出一个分值，即最高分或者零分，否则必须另有说明。

结果评分：现场考核结束后，密封试卷。每一选手的试卷由2名现场裁判依据真值对选手现场测定的结果进行精密度和准确度的评定，并经项目裁判长、赛项裁判长的复核签字确定。上述所有行为须在监督人员监督下完成。

按参赛队总数32支进行测算，本赛项所需现场裁判16名、备用2名，加密裁判3名，项目裁判长4名，赛项裁判长1名，共计26名。

### **（三）成绩计算**

在监督人员的现场监督下，由加密裁判汇总选手各模块项目评分，并计算出参赛选手的总成绩，复核无误后，经裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后提交监督组再次复核。

### **（四）成绩复核**

监督组对总成绩排名前 30%的参赛选手成绩进行再次复核；对其余选手成绩进行抽检复核，抽检覆盖率不得低于 15%。如发现成绩错误以书面方式及时告知赛项裁判长，由赛项裁判长更正成绩并签字确认。复核、抽检错误率超过 5%的，则对所有选手成绩进行复核。

### **（五）成绩公布**

记分员将解密后的各参赛选手成绩汇总制表，经赛项裁判长、监督组签字后在指定地点进行公布，2 小时后无异议，将选手成绩录入赛务管理系统，经赛项裁判长、监督组和仲裁在成绩单上审核签字后在闭赛式宣布。

## **十二、奖项设定**

（一）赛项设参赛选手个人奖，以实际参赛队总数为基数，一、二、三等奖获奖占比分别为 10%、20%、30%（小数点后四舍五入）。

（二）获得一等奖的参赛队指导教师由组委会颁发优秀指导教师证书。

## **十三、赛场预案**

### **（一）指导思想**

根据“安全第一，预防为主”的原则，保障大赛期间赛场安全，防范安全事故发生，对引发的突发性事故有充分的思想准备和应变措施，确保赛场在发生事故后，能科学有效地实施处置，切实有效降低和控制安全事故的危害，确保竞赛顺利开展。

### **（二）组织领导**

成立赛项竞赛安全应急工作领导小组



### （三）竞赛过程中主要突发事故及应急处理方法

#### 1. 药品使用事故

（1）比赛用药品由专人统一保管和更换。

（2）取用药品要佩戴专用防护手套。

（3）药品分组使用不能串用、混用，使用后要及时归还回位置。

（4）发生涉及药品的安全事故，由现场人员依不同情况酌情实施急救，并及时上报。

（5）组织人员对事发场地外围进行封锁，严禁无关人员进入，防止危害进一步扩大。

（6）立即联系医疗救护人员到现场进行医疗救护工作，同时拨打 120 急救电话。

#### 2. 水、电使用事故

（1）一旦发生水电路故障、停水、停电等现象，现场人员要在第一时间向应急处置小组报告，并采取有效措施，防止发生事故。

（2）应急小组接到报告后，立即启动预案。

① 发生水、电路故障，立即联系学院后勤处，由后勤处立即安排专业人员在第一时间到现场进行检测、维修，尽快修复。

② 发生停水、停电现象，立即联系承办单位后勤部门，立即安排人员查明停电原因，组织发电工作。

#### （3）触电事故

① 一旦发生触电事故，首先要在安全的情况下使触电者尽快脱离电源。

② 责任人员负责协调救援工作，下达救援指令等工作。并向承办单位相关部门及主要领导报告救援信息。

③ 根据触电者症状及时进行现场紧急救护。触电者脱离电源后，救护者应立即将其就近移至干燥通风处，可依不同情况酌情实施救护。

④组织人员对事发场地外围进行封锁，严禁无关人员进入，防止造成更大灾害。

⑤立即联系医疗救护人员到现场进行医疗救护工作，同时拨打 120 急救电话。

### 3. 其他设备安全事故

#### (1) 玻璃器皿使用

①玻璃器皿要按规定使用，防止破碎及产生继生伤害事故。

②发生玻璃割伤事故，由现场人员依不同情况酌情实施急救，并及时上报。

③情况严重时由责任人员立即联系医疗救护人员到现场进行医疗救护工作。或同时拨打 120 急救电话。

#### (2) 精密仪器

①精密仪器要按规定使用，防止触电及产生继生伤害事故。

②如遇仪器产生故障，由责任人员负责更换。

### (四) 疫情下防控要点

1. 赛前了解所有选手的健康状况，对于出现咳嗽发烧等症状的选手，禁止参加比赛。

2. 对赛区实行封闭式管理，非选手和工作人员不得入内。

3. 赛前工作人员全部打开赛场窗户，确保通风。赛前和每一场比赛结束后，对赛区和考场环境进行全面消毒，不留死角。

4. 赛位原则上间隔 1 米。准备备用隔离赛场，预防突发情况。

5. 所有选手和工作人员进入赛区前都要进行体温测量，查验健康码，体温超过 37.3 度和健康码显示健康状况异常者不得进入赛区。

6. 所有选手和工作人员必须全程佩戴口罩，没有佩戴口罩的人员不准进入考点。

7. 赛区配备洗手液，提醒选手和工作人员在赛前和赛后使用。

8. 安排医务人员在比赛现场值班。比赛过程中如果发现选手突然出现发热状况，由专人护送至备用隔离赛场参加比赛，或者中止其比赛。医务人员到场处置并做好情况登记工作，必要时请求属地卫生部门协助。

## **十四、赛项安全**

### **(一) 安全操作**

1. 参赛人员必须按规定穿戴好劳动防护服装。

2. 参赛选手在比赛过程中，要注意安全用电，不要用湿手、湿物接触电源，比赛结束后应关闭电源。

3. 要熟悉掌握实验中的注意事项和化学试剂特性，严禁进行具有安全风险的操作。

4. 比赛期间，若突遇停电、停水等突发状况，应及时通知裁判，冷静处置。

5. 严禁在比赛场地内饮食或把餐具带进比赛场地，更不能把比赛用器皿当作餐具。

### **(二) 赛场安全保障**

1. 领队、裁判、指导教师及参赛选手等所有人员佩戴标志分别进入指定区域，并主动向安保管理人员出示。

2. 领队、裁判、指导教师及参赛选手等所有人员不准携带液体饮料、管制器械及易燃易爆等危险物品进入指定区域。

3. 领队、裁判、指导教师及参赛选手等所有人员不准在指定区域和禁烟区吸烟。

4. 听从指挥，在规定区域内活动，不得擅自离开。

5. 参赛人员要妥善保管个人财物。

6. 比赛期间如发生火情等特殊情况，要保持镇静，在第一时间向现场工作人员报告，并按照现场工作人员的统一指挥，参与扑救或有序撤离。

7. 比赛期间一旦发生人员意外伤害或紧急突发病情，要服从现场救护人员

指挥，医护人员要立即进入紧急施救状态，采取积极有效的医疗救治措施，对症处理快速解决；遇有病情严重情况时，要尽快指派专人护送病人到医院进行救治。

### **（三）安保工作要求**

1. 在发生突发事件时安保工作负责人要掌握信息，统一布置工作，其他人员不得干扰。

2. 发生突发事件时，全体安全保卫人员必须服从命令、听从指挥，以大局为重，不得顶撞、拖延或临时逃脱。

3. 突发事件发生时，全体安全保卫人员要坚守岗位、尽职尽责，在未接到撤岗指令之前，不得离开岗位。

4. 发现安全隐患或突发事件时，现场人员应立即向保卫组汇报，保卫组接报后要火速到达案发现场，指挥并配合公安干警及安全保卫人员搞好抢救工作。

5. 视突发事件的具体情况，分别向上级主管部门和相关部门报告，并立即启动《赛区安全保卫突发事件处理预案》。

6. 发生火警和恶性事件时，现场人员应主动向公安机关报警并向领导汇报，立即组织抢救，以免贻误时机；启用消防应急广播，通知疏散路线，稳定人心，避免踩踏伤人。

7. 安全出口执勤人员，接到指令后立即打开出口门，疏导参赛人员有序撤离现场。

## **十五、竞赛须知**

### **（一）参赛队须知**

1. 参赛队对赛项执委会发布的所有文件要仔细阅读，确切了解大赛时间安排、评判细节等，以保证顺利参加大赛。

2. 参赛队领队负责本参赛队的参赛组织和与大赛的联络。

3. 比赛前一天，各参赛队按时参加领队会。每场比赛前 45 分钟参赛选手

在检录处抽取比赛赛位号。

4. 参赛选手须认真填写报名表各项内容，提供个人真实身份证明，凡弄虚作假者，将取消其比赛资格。

5. 参赛队按照大赛赛程安排和具体时间前往指定地点，各参赛选手凭大赛组委会颁发的参赛证和有效身份证件参加比赛及相关活动。

6. 参赛选手比赛服装由赛场统一配备，进入赛场领取，比赛结束交回。

7. 参赛选手应自觉遵守赛场纪律，服从裁判、听从指挥。

8. 参赛选手证件齐全，选手本人的参赛证、身份证（或其他有效证件）、检录后赛位号严格一致，自行变更参赛选手、参赛赛位的参赛队按作弊处理，取消该参赛队参赛资格。

9. 参赛队领队及指导教师做好本单位参赛选手的业务辅导、心理疏导和思想引导工作，对参赛选手及比赛过程报以平和、包容的心态，共同维护竞赛秩序。

10. 参赛队自觉遵守竞赛规则，尊重和支持裁判工作，不随意进入比赛现场及其他禁止入内的区域，确保比赛进程的公平、公正、顺畅、高效。

11. 当本单位参赛选手对比赛进程中出现异常或疑问，应及时了解情况，客观做出判断，并做好选手的安抚工作，经内部进行协商，认为有必要时可在规定时限内向大赛仲裁委员会反映情况或提出书面仲裁申请。

## （二）工作人员须知

1. 树立服务观念，一切为选手着想，以高度负责的精神、严肃认真的态度和严谨细致的作风，积极完成本职任务。

2. 按规定统一着装，注意文明礼貌，保持良好形象，熟悉大赛指南。

3. 于赛前 45 分钟到达赛场或根据岗位要求提前上岗，严守工作岗位，不迟到，不早退，不无故离岗，特殊情况需向赛项执委会请假。

4. 熟悉竞赛规程，严格按照工作程序和有关规定办事，遇突发事件，按照

安全工作预案，组织指挥人员疏散，确保人员安全。

5. 保持通信畅通，服从统一领导，严格遵守竞赛纪律，加强协作配合，提高工作效率。

### **（三）裁判员须知**

1. 实行回避制度，裁判员不得担任自己所在参赛省（自治区、直辖市，计划单列市，新疆生产建设兵团）选手的竞赛裁判工作，不得与参赛选手及相关人员接触联系。

2. 裁判员仪表整洁统一着装，并佩戴裁判员的胸卡；语言、举止文明礼貌，主动接受仲裁组成员、监督组成员和参赛人员的监督。

3. 按制度和程序领取试卷、文件和物品。

4. 裁判员和选手共同进行赛前检查，清点比赛使用仪器设备，确认设备完好。

5. 裁判员场上应该充分仔细观察尽到裁判员的职责，确保现场安全、有序。裁判应特别注意涉及安全操作的项目，选手有违反安全操作规程的应及时提醒选手，并做记录，确保现场操作安全。

6. 裁判员在工作中严肃赛纪，遵守公平、公正的原则。特别注意参赛选手有作弊行为时，应立即没收相关物品，取消该队的比赛资格。

7. 裁判员认真填写比赛过程记录表，比赛结束后，裁判员和参赛选手一同在比赛过程记录表上签字确认。

8. 裁判员未经同意不得擅自发布关于比赛的言论，不得接受记者的采访，评定分数不得向选手公开。

9. 裁判员执裁期间在能看清现场状况与选手行为的情况下，应尽量远离选手，不得影响选手的工作，一般情况应与选手保持 1 米以上的距离。

10. 裁判员完整填写现场评分记录表。

### **（四）可持续发展须知**

1. 环境保护：赛场严格遵守我国环境保护法，赛场所有废弃物应有效分类并处理，尽可能地回收利用。

2. 循环利用：提倡绿色制造的理念，所有可循环利用的材料都应分类处理和收集。

## 十六、申诉与仲裁

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

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

（三）赛项仲裁工作组在接到申诉后的 2 小时内组织复议，并及时反馈复议结果。

（四）申诉方对复议结果仍有异议，可由省（自治区、直辖市，计划单列市，新疆生产建设兵团）领队向赛区仲裁委员会提出申诉。赛区仲裁委员会的仲裁结果为最终结果。

## 十七、赛场开放

企业员工及院校师生等现场观摩、新闻媒体等进入赛场，必须听从现场工作人员的安排和管理，不得影响比赛进行。比赛前和结束前 30min 不开放参观。

### （一）赛场观摩

1. 赛场内除指定的专家、裁判、工作人员外，其他人员须经赛项执委会同意或在项执委会负责人陪同下，佩带相应的标志方可进入赛场。允许进入赛场的人员，只可在安全区内观摩竞赛；应遵守赛场规则，不得与选手交谈，不得妨碍、干扰选手竞赛。

2. 所有进入赛场的人员不得在场内进食、喝水及吸烟。

### （二）竞赛录像

本赛项全程录像，包括比赛过程和开闭幕式及赛外活动等。现场实况录像

作为赛项重要资料进行存档。

## 十八、资源转化

在赛项结束后 30 日内向大赛执委会办公室提交资源转化方案，半年内实现教学资源转化建设工作，并分步实施。

（一）在赛项结束后 30 日内围绕大赛风采展示、技能概要、教学单元、教学整体资源等模块，确定教学资源转化形式，完成资源转化方案设计。

（二）在大赛结束 90 天内，依据竞赛项目的考核目的、技能点设置、知识应用和评价要素等关键信息，确立训练目标、技能要点和评价指标，整理编制出技能训练纲要。在大赛结束半年内，完成收集训练素材，制定教学方案和教学指导书，形成教学资源。

（三）在大赛结束半年内，完成制作应用于专业教学与技能训练环节的技能点评视频、试题库。



## 附件：竞赛样题

### A 模块样题：样品中钴含量的测定

#### ➤ 健康和安全

请说明哪些是健康和安全措施所必须的？给出相应描述！

#### ➤ 环保

请说明是否需要采取环保措施？

#### ➤ 基本原理

在碱性条件下，以紫脲酸铵为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液对样品中的钴进行定量测定。

#### ➤ 目标

- 配制指定的实验试剂溶液
- 标定乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液
- 测定样品中的钴含量
- 完成报告

完成工作的总时间是 3.5 小时。

#### ➤ 仪器设备、试剂和解决方案

##### 1. 仪器设备、试剂清单

主要设备	分析天平（精度 0.1mg）
玻璃器皿	容量瓶（不同规格）
	滴定管（聚四氟乙烯塞）
	吸量管（不同规格）
	移液管（不同规格）
	锥形瓶（不同规格）
	量筒（杯）（不同规格）
	不同大小的烧杯
	实验室常见其他玻璃器皿
试剂和溶液	基准试剂氧化锌
	盐酸溶液（质量分数 20%）
	乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 ( $c(EDTA) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ )
	氨水溶液（质量分数 10%）
	氨-氯化铵缓冲溶液 ( $\text{pH} \approx 10$ )

	铬黑 T 指示剂 (5g/L)
	钴样品溶液
	紫脲酸铵指示剂
	去离子水

## 2. 溶液准备

根据现场提供的试剂，按标准要求配制指定的实验试剂溶液。

## 3. 实验

### (1) 用锌标准溶液标定乙二胺四乙酸二钠溶液

减量法称取所需质量的基准试剂氧化锌，并用少量蒸馏水润湿，加入一定体积的盐酸溶液（20%），搅拌，直到氧化锌完全溶解，然后定量转移至容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

移取一定体积的锌标准溶液于锥形瓶中，加入一定体积的去离子水，用氨水溶液（10%）将溶液 pH 值调至 7~8，加入适量的氨-氯化铵缓冲溶液（pH ≈ 10）及铬黑 T 指示剂（5g/L），用待标定的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。

平行测定 3 次，同时做空白试验。

使用以下公式计算乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度  $c(EDTA)$ ，单位 mol/L。取 3 次测定结果的算术平均值作为最终结果，结果保留 4 位有效数字。

$$c(EDTA) = \frac{m \times \left(\frac{V_1}{V}\right) \times 1000}{(V_2 - V_3) \times M}$$

式中：

$m$  —— 氧化锌质量，单位为克（g）；

$V$  —— 氧化锌定容后的体积，单位为毫升（mL）；

$V_1$  —— 移取的氧化锌溶液体积，单位为毫升（mL）；

$V_2$  —— 氧化锌消耗的乙二胺四乙酸二钠溶液体积，单位为毫升

(mL) ;

$V_3$ —空白试验消耗的乙二胺四乙酸二钠溶液体积，单位为毫升

(mL) ;

$M$  — 氧化锌的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)

[ $M(\text{ZnO})=81.408$ ]。

## (2) 样品分析

根据提供的浓度范围，准确移取一定体积钴溶液样品，加入适量蒸馏水，调溶液 pH 为适当后，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [ $c(\text{EDTA}) \approx 0.05\text{mol/L}$ ] 滴定，至滴定终点前约 1 mL 时，加一定体积氨-氯化铵缓冲溶液 ( $\text{pH} \approx 10$ ) 及 0.2 g 紫脲酸铵指示剂，继续滴定至溶液呈紫红色。

平行测定 3 次。允许预滴定一次。

## 4. 结果处理、分析和报告

### (1) 钴含量计算

按下式计算出样品中钴的含量，以质量浓度  $\rho(\text{Co})$  计，数值以 g/L 表示。取 3 次测定结果的算术平均值作为最终结果，结果保留 4 位有效数字。

$$\rho(\text{Co}) = \frac{cV \times M(\text{Co})}{V_{\text{试样}} \times 1000} \times 1000$$

式中：

$c$ —乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔/升 (mol/L) ;

$V$ —乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度体积的数值，单位为毫升 (mL) ;

$V_{\text{试样}}$  — 移取的钴样品体积，单位为毫升 (mL) ;

$M$  — 钴的原子质量，单位为克/摩尔 (g/mol) [  $M(\text{Co})=58.93$  ]。

### (2) 误差分析

对结果的精密度进行分析，以相对极差  $A(\%)$  表示，结果精确至小数

点后一位，计算公式如下：

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\bar{X}} * 100$$

式中：

$X_1$  —— 平行测定的最大值；

$X_2$  —— 平行测定的最小值；

$\bar{X}$  —— 平行测定的平均值。

### (3) 报告

请完成一份报告，应包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施；实验过程记录和结果的评价、问题分析。

## B 模块样题：样品中铁含量的测定

### ➤ 健康和安全的

请说明哪些是健康和安全措施所必须的？给出相应描述！

### ➤ 环保

请说明是否需要采取环保措施？

### ➤ 基本原理

该方法基于特定  $pH$  条件下，二价铁离子可以与 1,10-菲咯啉生成有色配合物，有色配合物在最大吸收波长处测量的吸光度符合朗伯比尔定律 (Lambert-Beer)。

### ➤ 目标

- 配制指定的实验试剂溶液
- 测定样品中铁的浓度 (mg/L)
- 完成报告

完成工作的总时间是 3 小时。

### ➤ 仪器设备、试剂和解决方案

#### 1. 仪器设备、试剂清单

主要设备	紫外-可见分光光度计 (配备 1cm 石英或玻璃比色皿 2 个)
玻璃器皿	容量瓶 (不同规格)
	吸量管 (不同规格)
	移液管 (不同规格)
	量筒 (杯) (不同规格)
	烧杯 (不同规格)
	其他玻璃器皿
试剂和溶液	冰醋酸 (乙酸)
	三水乙酸钠
	抗坏血酸 (100g/L)
	1,10-菲咯啉溶液 (1.5g/L)
	铁 (III) 离子标准储备溶液 (1.0g/L)
	铁样品溶液
	去离子水

## 2. 溶液准备

根据现场提供的试剂，按标准要求配制指定的实验试剂溶液。

## 3. 实验

### (1) 工作曲线绘制

配制铁(III)离子标准溶液系列：用吸量管准确移取不同体积的工作曲线使用的铁标准溶液于 7 个容量瓶中，用于配置分光光度法测定未知铁试样溶液中铁含量的标准系列溶液。

溶液显色：向上述标准系列溶液中加入适量的抗坏血酸溶液，摇匀后加一定体积的乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 1,10-菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置一定时间。制作工作曲线的每个容量瓶中溶液采用此处理方式。

测定最大吸收波长：以相同方式制备不含铁(III)离子的溶液为空白溶液，任取一份已显色的铁(III)离子标准系列溶液转移到比色皿中，选择相应波长范围进行测量，给出最大吸光度值的波长。

绘制标准曲线：在最大吸收波长处，测定各铁(III)离子标准系列溶液的吸光度。以浓度为横坐标，以相应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

### (2) 样品分析

确定试样溶液的稀释倍数，配制待测溶液于所选用的容量瓶中，加适量的抗坏血酸溶液，摇匀后加一定体积的乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 1,10-菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀。静置一定时间后，按照工作曲线绘制时相同的测定方法，在最大吸收波长处进行吸光度测定。平行测定 3 次。

由测得吸光度从工作曲线查出待测溶液中铁的浓度，求出试样中的铁含量。

#### 4. 结果处理、分析和报告

##### (1) 试样中铁含量计算

按下式计算出试样中铁含量，以质量浓度  $\rho(\text{Fe})$  计，数值以 mg/L 表示。  
取 3 次测定结果的算术平均值作为最终结果，结果保留 4 位有效数字。

$$\rho(\text{Fe}) = \rho_x \times n$$

式中：

$\rho(\text{Fe})$  —— 试样中铁的浓度，mg/L；

$\rho_x$  —— 从工作曲线查得的待测溶液中铁浓度，mg/L；

$n$  —— 试样溶液的稀释倍数。

##### (2) 误差分析

对试样中铁含量测定结果的精密度进行分析，以相对极差  $A(\%)$  表示，  
结果精确至小数点后一位。

计算公式如下：

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\bar{X}} \times 100$$

式中：

$X_1$  —— 平行测定的最大值；

$X_2$  —— 平行测定的最小值；

$\bar{X}$  —— 平行测定的平均值。

##### (3) 报告

请完成一份报告，应包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施；实验过程记录和结果的评价、问题分析。

### C 模块样题：乙酸乙酯的合成及质量评价

➤ 健康和安全的

请说明哪些是健康和安全措施所必须的？给出相应描述！

➤ 环保

请说明是否需要采取环保措施？

➤ 基本原理

乙酸乙酯的合成是基于乙醇与乙酸发生的可逆平衡反应——酯化反应。采用气相色谱对合成产物进行鉴定，并对产物中的乙酸乙酯含量进行定量分析。

● 物料的物性常数表如下所示

药品名称	分子量	密度 (g/mL)	沸点 (°C)	折光率	水溶解度 (g/100mL)
冰醋酸	60.05	1.049	118	1.376	易溶于水
乙醇	46.07	0.789	78.4	1.361	易溶于水
乙酸乙酯	88.11	0.9005	77.1	1.372	微溶于水
浓硫酸	98.08	1.84	—	—	易溶于水
乙酸正丙酯	102.13	0.8878	101.6	1.383	微溶于水

● 乙酸乙酯测定的色谱条件

色谱柱	PEG (聚乙二醇) 毛细管柱
柱长/柱内径/液膜厚度	50m/0.25mm/0.2 μm
柱温	140-150°C
气化室温度	200°C
检测器温度	200°C
载气 (N <sub>2</sub> ) 平均速度	50cm/s
空气流量	300mL/min
氢气流量	30mL/min
分流比	50:1
进样量	0.2 ~ 1.0 μL



➤ 目标

- 根据流程进行乙酸乙酯的制备
- 计算乙酸乙酯的产率 (%)
- 准备标准溶液和内标溶液
- 测定乙酸乙酯的含量
- 完成报告

完成工作的总时间是 6 小时。

所有气相色谱系统操作均由技术专家进行，选手制备样品，送样分析并说明进样顺序和要求，但不能改变提到的色谱条件。选手应仔细考虑实验设计，以适应总时间，例如制备哪些溶液、重复测量次数等。

➤ 仪器设备、试剂和解决方案

1. 仪器设备、试剂清单

主要设备	磁力搅拌器（带加热板）
	升降台
	带十字夹的铁架台
	电子天平（精度 0.01g）
	通风设备
	气流烘干器（30 孔，不锈钢）
	气相色谱系统（火焰离子化检测器 FID）
	色谱柱（PEG（聚乙二醇）毛细管柱）
	移液器（不同规格）
玻璃器皿	单口烧瓶（磨口）
	三口烧瓶（磨口）
	分液漏斗（聚四氟乙烯旋塞）
	恒压长颈滴液漏斗（磨口）
	具塞容量瓶（不同规格）
	直形冷凝管（磨口）
	蒸馏头（磨口）
	真空尾接管（磨口）
	玻璃塞（磨口）
	玻璃漏斗
	锥形瓶（磨口）
	量筒（不同规格）

	烧杯（不同规格）
	进样器（不同规格）
试剂和溶液	乙醇
	冰醋酸（乙酸）
	浓硫酸
	碳酸钠溶液
	氯化钠溶液
	氯化钙溶液
	无水硫酸镁
	乙酸乙酯标准品
	乙酸正丙酯标准品（内标物）
	去离子水

## 2. 合成

### （1）乙酸乙酯的合成

在烧瓶中，加入适量乙醇、浓硫酸，混匀后加入几粒沸石。在滴液漏斗内加入适量乙醇和冰醋酸并混匀。开始加热，当温度升至约 120℃ 时，开始滴加乙醇和冰醋酸的混合液，并调节好滴加速度，使滴入与馏出乙酸乙酯的速度大致相等。反应结束后，停止加热，保留粗产品。

### （2）乙酸乙酯的提纯

洗涤：在粗乙酸乙酯中加入饱和碳酸钠溶液洗涤至中性，然后将此混合液移入分液漏斗中，充分振摇，静置分层后，分出水层。接着用饱和氯化钠溶液洗涤，分出水层。再用饱和氯化钙溶液洗涤酯层，分出水层。

干燥：将酯层倒入锥形瓶中，并放入一定质量的无水硫酸镁，配上塞子，充分振摇至液体澄清透明，再放置干燥。

蒸馏：将干燥后的乙酸乙酯用漏斗经脱脂棉过滤至干燥的蒸馏烧瓶中，加入几粒沸石，安装好蒸馏装置，加热进行蒸馏。收集乙酸乙酯馏分，记录精制乙酸乙酯的产量。

## 3. 产物分析

### （1）相对质量校正因子的测定

含内标物的标准溶液配制: 准确称取一定质量的待测组分(乙酸乙酯)标准品于样品瓶中, 然后加入一定质量的内标物(乙酸正丙酯标准品), 准确称量并计算内标物质量。

相对质量校正因子的测定: 将上述配好的内标物溶液混合均匀, 然后用微量注射器取样、进样, 根据所得色谱图获得相关峰的峰面积。平行测定 3 次。

## (2) 产物样品的测定

含内标物的产物样品溶液制备: 采用上述方法, 准确称取一定质量的合成产物(乙酸乙酯产品), 然后加入一定质量的乙酸正丙酯标准品作内标物。

产物样品溶液测定: 将上述配好的样品溶液混合均匀后, 用微量注射器取一定体积进样, 从色谱图获得乙酸乙酯及内标物的峰面积。平行测定 3 次。

## 4. 结果处理、分析和报告

(1) 根据标准溶液的色谱图, 判断内标物和待测物的保留时间 ( $t_R$ ), 计算峰面积 ( $A$ )。测量结果总结在表中, 并用于识别样品峰。

(2) 计算内标物的相对质量校正因子 ( $f_{i/s}'$ ), 公式如下:

$$f_{i/s}' = \frac{A_s \times m_i}{A_i \times m_s}$$

式中:

$A_i$  —— 乙酸乙酯的峰面积;

$m_i$  —— 乙酸乙酯的质量;

$A_s$  —— 内标物(乙酸正丙酯)的峰面积;

$m_s$  —— 内标物(乙酸正丙酯)的质量。

(3) 计算产物中乙酸乙酯的含量 ( $w_i$ ), 取 3 次测定结果的算术平均值作为最终结果, 结果精确至小数点后一位, 公式如下:

$$w_i = \frac{A_i \times m_s}{A_s \times m} \times f_{i/s}' \times 100\%$$

式中：

$A_i$  ——产物样品中乙酸乙酯所得的峰面积；

$m$  ——产物样品的质量；

$A_s$  ——内标物（乙酸正丙酯）的峰面积；

$m_s$  ——内标物（乙酸正丙酯）的质量；

$f_{i/s}'$  ——内标物的相对质量校正因子。

#### (4) 计算产物的产率

#### (5) 报告

请完成一份报告，应包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施；实验过程记录和结果的评价、问题分析。