

重庆市职业院校  
技能大赛化学实验技术赛项规程  
(2023-2024年)

赛项名称： 化学实验技术

英文名称： Chemical Experimental Technology

赛项组别： 高等职业教育（师生同赛）

赛项编号： CQGZ022



## 一、赛项信息

赛项组别			
<input type="checkbox"/> 中等职业教育 <input checked="" type="checkbox"/> 高等职业教育			
<input type="checkbox"/> 学生赛（ <input type="checkbox"/> 个人/ <input type="checkbox"/> 团体） <input checked="" type="checkbox"/> 师生同赛 <input type="checkbox"/> 教师赛（ <input type="checkbox"/> 个人/ <input type="checkbox"/> 团体）			
涉及专业大类、专业类、专业及核心课程			
专业大类	专业类	专业名称	核心课程 (对应每个专业, 明确涉及的专业核心课程)
生物与化工大类	化工技术类	分析检验技术	无机化学
			有机化学
			化学分析技术
			仪器分析
			典型工业原料与产品分析
			实验室安全技术
		常用分析仪器维护	
		应用化工技术	化学基础
	工业分析技术		
	精细化工技术	基础化学	
		精细绿色合成技术	
	石油化工技术	精细化学品分析与检验技术	
		无机及分析化学	
	生物技术类	药品生物技术	无机与分析化学
有机化学			
仪器分析			
化工生物技术		基础化学	
		分析化学	
		仪器分析	

## 二、竞赛目标

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物理常数与化学性质验证、定性与定量分析、合成与制备的专门技术技能，是检验检测与认证认可服务业从业人员的关键技术技能。检验检测行业作为高技术服务业之一，是新材料、低碳环保、食品药品安全和化学品安全等国民经济重要领

域的质量技术基础，是实现实体经济转型升级、技能强国、质量强国、实业兴国战略的关键所在。

化学实验技术赛项服务“四新”(新技术、新产业、新业态、新模式)经济发展需求，坚持“以赛促教、以赛促学，以赛促研，以赛促改”，融入世界技能大赛 QHSE 理念，为制造业质量人才培养，检验检测服务业中检测现场工程师的培养，提供重要的实施路径。该赛项以真实的工作环境与条件为背景，检验选手独立地进行合成、质量控制、分析检测、制定实验室工作计划、记录工作过程和评价工作结果的技术技能水平与职业素养。积极营造崇尚“劳动光荣、技能伟大”的社会氛围，培育选手机匠精神。促进相关专业与产业对接，教学内容与职业标准对接，教学过程与生产过程对接，提升化学实验技术能力，引领高职院校专业建设与课程改革。通过竞赛，搭建产教融合平台，促进校企合作协同育人，实现行业资源、企业资源与教学资源的有机融合，引导分析检验类高素质技术技能人才的培养符合检验检测行业领域的技术应用趋势与方向。

### **三、竞赛内容**

#### **(一) 职业典型工作任务**

化学实验技术人员适于在企业质量控制、环保、研究开发等部门的化学实验室工作，相关职业主要包括《中华人民共和国职业分类大典(2022年版)》中化学研究人员、试验员、化学检验员、农产品食品检验员、纤维检验员等。

职业典型工作任务涵盖化学实验技术人员特定职能和整体角色的执行，涉及物质的定性分析、定量分析、制备和质量

控制，典型工作任务具体可包括：样品采集与制备、物理常数和化学参数识别、无机物制备和有机物合成、定性及定量分析（滴定分析、电化学分析、光谱分析、色谱分析）、数据记录和分析、质量控制、工作管理以及健康安全、废弃物处置。

## **(二) 职业综合能力要求**

本赛项主要考查选手掌握物质制备和分析的基本理论知识；考查选手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；考查选手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；考查选手职业健康、安全、环保意识。

## **(三) 竞赛考核项目及内容**

### **1.考核项目设计**

为全面考查化学实验技术人员整体角色的执行，将本赛项设计为一个系统性较强的考核项目，项目由2个工作环节相对独立的实操模块组成，不单独举行理论测试，通过实际操作模块来评估选手的知识理解和技能掌握。每个模块的任务和评价重点均不同，从准确、细致、创意、创新等方面综合评价选手解决问题的能力。

### **2.模块考核内容**

#### **(1) 模块一：原料分析与目标产品合成**

本模块考察选手利用化学分析方法对指定原材料（反应物）成分及含量进行分析，并利用原材料进行目标产品制备的基本操作技能及职业素养，包括原料分析、产品合成两个具体任务。该模块由教师选手和学生选手分工合作完成，竞赛时间180分钟，成绩占比50%。

## (2) 模块二：产品质量分析与评价

本模块考察选手利用仪器分析方法对模块一合成的目标产品进行定量分析的基本操作技能及职业素养，包括目标产品定量分析、结果计算与工作报告编制等两个具体任务。该模块由教师选手和学生选手分工合作完成，竞赛时间 180 分钟，成绩占比 50%。

模块		主要内容	比赛时长	分值
模块一	原料分析与目标产品合成	1.安全健康环保 2.理论基础 3.原材料成分及含量分析 4.反应物用量计算 5.合成实验装置搭建 6.目标产品的合成 7.产品分离提纯 8.文明操作 9.质量评价 10.结果报告	180 分钟	50 %
模块二	产品质量分析与评价	1.安全健康环保 2.理论基础 3.溶液配制 4.标准工作曲线制作 5.产品纯度分析 6.产品产率计算 7.文明操作 8.质量评价 9.结果报告	180 分钟	50 %

## 四、竞赛方式

1.竞赛形式：线下比赛。

2.组队方式：本赛项为师生团体赛，以重庆市内高等职业院校为单位推荐参赛队，每校限报 2 支参赛队，每队限报 1 名学生选手和 1 名教师选手。本赛项不设指导教师。

3.选手资格：学生选手须为高等职业学校专科、高等职业学校本科全日制在籍学生（以报名时的学籍信息为准）。五年

制高职学生中只有四、五年级学生可以报名参加高职组比赛。教师选手须为全职教职工。

4.人员变更：参赛选手报名获得确认后不得随意更换，如参赛选手因故无法参赛，须由参赛校于规定时间内出具书面说明，经大赛执委会办公室核实后予以更换。

## 五、竞赛流程

### （一）竞赛日程

1.裁判员原则上提前 1 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 2 天，裁判阅卷、成绩公布、开闭幕式 1 天。具体时间安排见表 1。

表 1 竞赛日程安排计划

日期	时间	工作内容
第一天	上午	参赛队报到，安排住宿、发放参赛证
	下午	开赛式、领队会议、选手熟悉比赛赛场
第二天	上午	模块一考核（A组）
	下午	模块二考核（A组）
第三天	上午	模块一考核（B组）
	下午	模块二考核（B组）
	晚上	裁判员阅卷、成绩录入
第四天	上午	裁判员阅卷、成绩录入
	下午	成绩公布、返程

### （二）竞赛流程

1. 竞技过程。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，经加密抽签程序决定赛位号，

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 CQGZ-A-01，表示本赛项 A 组的第 1 号赛位，竞技过程如图 1 所示。

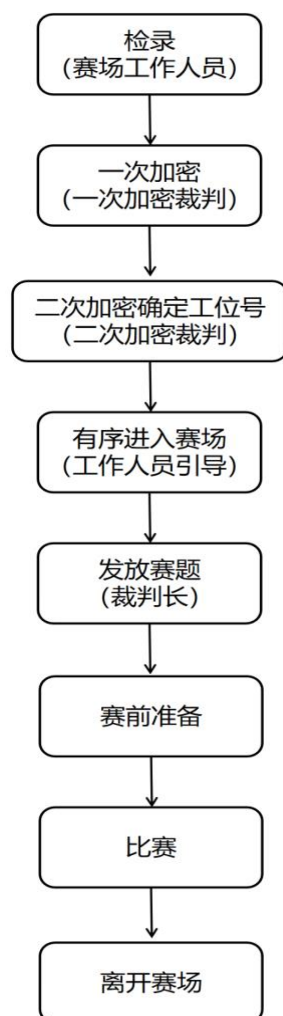


图 1 竞技过程

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、竞赛规则

### (一) 选手报名



1. 以参赛学校为单位推荐参赛队，各校限报 2 支参赛队，每队限报 1 名学生和 1 名教师。

2. 参赛选手报名获得确认后不得随意更换，如参赛选手因故无法参赛，须由参赛校于规定时间内出具书面说明，经大赛执委会办公室核实后予以更换。

## **(二) 熟悉场地**

1. 赛项执委会安排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，不得进入比赛区。

2. 严禁与现场工作人员进行交流，不发表没有根据及有损大赛整体形象的言论。

3. 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**

1. 检录时，参赛选手提供身份证信息（姓名、年龄、相貌特征）应与参赛证一致；除赛项规程规定自带物品外，参赛选手不允许携带其他任何物品。

2. 在比赛开始 30 分钟后不得入场，迟到选手必须在赛场记录表中说明到场时间、迟到原因并签署赛位号确认。

## **(四) 赛场规则**

1. 选手进入赛场后，必须听从现场裁判的统一指挥，不得以任何方式公开参赛队及个人信息。

2. 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裁判长反映。

3. 比赛过程中选手不得随意离开赛位，如发现设备故障等问题，选手应立即向现场裁判反映。

4. 比赛过程中严重违反赛场纪律者，由裁判长、监督仲裁长研究决定并报赛项执委会同意后，取消其该场比赛资格。

### **(五) 离场规则**

1. 裁判长宣布终止比赛时，选手应立即停止工作（补时选手可以继续操作直至补时结束），并将所有竞赛资料放在工作台上。

2. 裁判检查完所有竞赛资料后，选手方可离开竞赛现场，不得带出任何竞赛实验室提供的设备、试剂及竞赛资料。

### **(六) 成绩管理**

1. 成绩评定实行“裁判长负责制”，设裁判长1名，全面负责赛项的裁判分工、裁判评分审核、处理比赛中出现的争议问题等工作。现场裁判负责按规定做好赛场记录、评定过程得分，阅卷裁判负责对数值型结果和工作报告撰写质量进行评阅打分。

2. 监督仲裁组对成绩评定工作进行全程监督，对竞赛成绩抽检复核，对参赛队领队提出的申诉组织复议，及时反馈复议结果。

3. 裁判长复核评分结果无误后，由加密裁判进行逐级解密，最后由赛项执委会按规定进行竞赛成绩的公示、公布。

## **七、技术规范**

### **(一) 选手能力标准规范**

本赛项依据《中华人民共和国职业分类大典（2022年版）》中相关职业的工作任务描述，继承和发展往届全国职业院校技能

大赛化学实验技术赛项的有效经验和做法，进一步完善选手能力标准规范，作为竞赛选手训练及准备的指南。

选手能力标准规范分为 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地反映标准规范中所列知识点、技能点。

表 2 选手能力标准规范

标准规范类别	主要内容	权重
工作组织及管理	1.理解健康和安安全相关法律、法规，能够采取最佳防护措施 2.制定工作计划及进程安排，组织实施并完成工作任务 3.具备安全处置或回收化学物质的能力	10 %
沟通及人际交往能力	1.与他人包括团队协同工作和互动沟通 2.阅读并应用与任务相关的技术文件 3.数据分析所用统计方法的意图和目的	10 %
技术、程序和方法	1.掌握无机化学、有机化学、分析化学及物理的基本知识及应用 2.掌握实验室技术和科学实验的原则 3.具有分析方法和仪器的开发、验证能力	35 %
数据处理和记录保存	1.能对实验工作进行记录并保留文档 2.能够对实验数据进行的整理和处理 3.能书面呈现实验工作和问题解决的结果	10 %
分析、解释和评价	1.科学数据分析中使用的数学和统计方法 2.误差的性质、概率、来源和类型 3.质量控制的原则和方法 4.持续改进的原则和应用	15 %
应用科学方法解决问题	1.识别出现问题的可能性，应用适当的科学方法确定原因并获得解决方案 2.识别和确定谱图中的明显干扰 3.提出改进工作流程或科学解决方案的建议	10 %
应用化学发展趋势	1.调试、操作自动化实验室系统 2.优化自动化实验室系统的条件设置 3.维护自动化实验室系统，能排除有关故障	10 %

## (二) 赛题技术标准规范

1. 赛题内容主要依据高等职业学校化工技术类专业教学标准中实践性教学环节《无机化学实验》《有机化学实验》设计,参考教材如下:

高职高专化学教材编写组. 无机化学实验 (第五版) [M]. 高等教育出版社: 2020 年.

高职高专化学教材编写组. 有机化学实验 (第五版) [M]. 高等教育出版社: 2020 年.

高职高专化学教材编写组. 分析化学实验 (第五版) [M]. 高等教育出版社: 2020 年.

赛题任务书中所涉及的试剂配制和产品分析方法, 主要参考下列国家标准和行业标准:

GB/T 601-2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备

JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程

GB/T 603-2002 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 676-2007 化学试剂 乙酸 (冰醋酸)

GB/T 12717-2007 工业用乙酸酯类试验方法

GB/T 10345-2022 白酒分析方法

GB/T 39107-2020 消费品中可挥发性有机物含量的测定 静态顶空进样法。

## 八、技术环境

### (一) 竞赛场地及环境设施要求

1. 比赛场地: 能够容纳 10 支参赛队同时进行比较, 满足每队选手有单独的实验赛位, 每个选手具有独立的实验装置、设

备及试剂，每个赛位具有独立的水、电、通风设备。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；实训楼设有紧急疏散指示、安排专职疏散人员。

## **(二) 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。

1. 实验中所需常规防护用品(口罩、护目镜、头帽、手套)、计量器具(滴定管、吸量管、容量瓶)和使用数量较多的玻璃器具(烧杯、量筒)由选手自带；其它仪器、设备均由赛场提供，选手不得自带。

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 2 把、废液杯

4 只、垃圾桶 1 个、计算器 1 台、记号笔 2 支、剪刀 1 把、实验服 2 件。

### (三) 技术平台

1. 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。

2. 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。设备符合国家质量监督部门相关仪器检测标准，各项指标均符合或高于国家标准。

3. 分析设备最低台套数和规格要求（台套数按 10 支参赛队同时比赛进行测算）

分析天平，精度 0.0001g，15 台（含 5 台备用）；

气相色谱仪，配石英毛细管色谱柱，12 套。

## 九、竞赛样卷

### (一) 赛题内容简述

1. 赛题名称：有机化工产品的合成及质量评价

2. 内容要求：（见下表）

表 3 赛题内容要求

模块		考核目标	具备技能
模块一	原料分析与目标产品合成	1.促进化学分析法的理论应用及操作技能； 2.促进有机合成的理论应用与操作能力； 3.提高合成实验中设备选择、装置搭建与调试能力； 4.提高有机物质的合成条件优化及确认能力；	1.HSE 的应用； 2.制订原料分析、产品合成的工作方案； 3.根据实验需要配制相关溶液； 4.完成合成实验原材料的定量分析； 5.完成有机物合成操作并对合成条件进行优化； 6.对合成产品进行纯化；

		5.提升化学类实验室的组织与管理能力。	7.完成化学类实验室组织与管理。
模块二	产品质量分析与评价	1.提高测试结果处理和工作评价能力；	1.按要求做好仪器分析实验的个人安全规范操作； 2.根据实验需要配制相关溶液； 3.运用信息技术对测试数据进行处理并得出结论； 4.完成化学类实验室组织与管理。

## (二) 竞赛样题

### 1.模块一：有机化工产品的合成及质量评价

#### ➤健康和安

请分析本模块是否涉及健康和安

#### ➤环境保护

请问本模块在产品合成中，是否会产生环境问题？如有，请写出相关环境保护措施。

#### ➤基本原理

乙酸乙酯是乙醇与乙酸在一定条件下，发生酯化反应而生成。乙酸的含量以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液进行定量测定。

#### ➤目标

- 标定氢氧化钠标准滴定溶液浓度。
- 测定原料乙酸的含量。
- 根据流程合成产品-乙酸乙酯。

完成工作的总时间是 180 分钟，由原料乙酸含量测定和乙酸乙酯产品合成两个任务组成，教师和学生分别完成其中一个任务。

## 1. 仪器设备、试剂清单

主要设备	电热套 (98-II-B, 250 mL, 磁力搅拌, 可调温)
	升降台
	带十字夹的铁架台
	电子天平 (精度 0.01g、0.0001 g)
	通风设备
	气流烘干机 (30 孔, 不锈钢)
	电炉
玻璃器皿	单口烧瓶 (100 mL/24#, 磨口)
	三口烧瓶 (100 mL/24#, 磨口)
	分液漏斗 (125 mL, 聚四氟乙烯旋塞)
	恒压长颈滴液漏斗 (60 mL/24#, 磨口)
	直形冷凝管 (200 mm/24#, 磨口)
	球形冷凝管 (200 mm/24#, 磨口)
	刺形分馏柱 (200 mm/24#, 磨口)
	蒸馏头 (24#, 磨口)
	温度计 (0-100℃, 0-200℃)
	温度计套管 (24#, 磨口)
	磁力搅拌子 (1.5cm)
	真空尾接管 (24#, 双磨口)
	玻璃塞 (24#, 磨口)
	玻璃漏斗 (40 mm)
	锥形瓶 (50 mL/24#、100 mL/24#, 磨口)
	容量瓶 (250 mL)
	滴定管 (聚四氟乙烯塞, 50 mL)
	单标线吸量管 (10 mL、25 mL)
	锥形瓶 (250 mL 或 300 mL)
	具塞锥形瓶 (250 mL 或 300 mL)
	量筒
	试剂瓶 (125mL)
	滴瓶 (30mL)
烧杯	
药品试剂	无水乙醇
	乙酸
	浓硫酸
	环己烷
	无水碳酸钠
	氯化钠
	无水氯化钙



	无水硫酸镁
	邻苯二甲酸氢钾（基准试剂）
	氢氧化钠标准滴定溶液
	酚酞指示液
	去离子水

## 2.溶液准备

根据现场提供的试剂，按实际需求配制洗涤溶液（碳酸钠溶液、氯化钠溶液、氯化钙溶液），相关物理常数详见附表 1，体积均为 100 mL。

附表 1-1 物料的物性常数表

药品名称	分子量	密度 (g/mL)	沸点(°C)	折光率	水溶解度 (g/100mL)
乙酸	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
乙酸丙酯	102.13	0.8878	101.6	1.3844	微溶于水
浓硫酸	98.08	1.84	——	——	易溶于水
环己烷	84.16	0.79	80.7	1.4266	不溶于水
乙酸乙酯	88.11	0.9005	77.1	1.372	微溶于水

附表 1-2 无机盐溶解度与温度对照表

药品名称	0 °C	10 °C	20 °C	30 °C	40 °C
氯化钠	35.7	35.8	35.9	36.1	36.4
氯化钙	59.5	64.7	74.5	100	128
碳酸钠	7.0	12.5	21.5	39.7	49.0

单位 (g)：每 100 g 水中溶解无机盐的质量

## 3.乙酸含量测定

(1) 0.5 mol·L<sup>-1</sup> 氢氧化钠标准溶液标定

减量法准确称取 3.6 g 基准试剂邻苯二甲酸氢钾于锥形瓶中，加无二氧化碳的水溶解，加 2 滴酚酞指示液，用待标定的氢氧化钠溶液滴定至溶液由无色变为淡粉色，并保持 30 秒不褪色。

平行测定 4 次，同时做空白试验。

使用以下公式计算氢氧化钠标准滴定溶液的浓度  $c(\text{NaOH})$ ，单位  $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。取 4 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。

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

式中：

$m$ ——邻苯二甲酸氢钾质量，单位为克（g）；

$V_1$ ——氢氧化钠溶液体积，单位为毫升（mL）；

$V_2$ ——空白试验消耗的氢氧化钠溶液体积，单位为毫升（mL）；

$M$ ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（ $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ）

$$[M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 204.22]。$$

## (2) 原料乙酸含量分析

准确称取 1.0 g 原料乙酸样品，加入适量去除二氧化碳的水，加 2 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈淡粉色，并保持 30 秒不褪色。

平行测定 3 次。

按下式计算出样品中乙酸的含量，以质量分数  $w$  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。

$$w = \frac{cV \times M}{m \times 1000} \times 100\%$$

式中：

$c$  ——氢氧化钠标准滴定溶液的准确浓度，单位为摩尔/升 ( $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ )；

$V$  ——乙酸样品所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升 ( $\text{mL}$ )；

$m$  ——样品的质量数值，单位为克 ( $\text{g}$ )；

$M$  ——乙酸的摩尔质量，单位为克/摩尔 ( $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ )

$[M(\text{CH}_3\text{COOH})=60.05]$ 。

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 2 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。

#### 4. 产品合成

##### (1) 乙酸乙酯的合成

称取原料乙酸 14.00 g，无水乙醇 16.00 g（精确到 0.01g）。

在三口烧瓶中，加入适量乙醇、浓硫酸，混匀后加入磁力搅拌子。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  $110 \sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$  时，开始滴加乙醇和乙酸混合液，调节滴液速度适当。反应结束后，停止加热，收集保留粗产品。



## (2) 乙酸乙酯的精制

洗涤：在粗品乙酸乙酯中加入饱和碳酸钠等溶液洗涤纯化。

干燥：将酯层倒入锥形瓶中，并放入适量的无水硫酸镁，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，加入磁力搅拌子，搭建好蒸馏装置，加热进行蒸馏。按要求收集乙酸乙酯馏分，记录精制乙酸乙酯的产量。

## 5. 思考题

乙酸乙酯的精制过程中，你采用了什么方法进行粗产品纯化？为什么？

## 模块二：产品质量分析与评价

### ► 健康和安全

请分析本模块是否涉及健康和安全问题，如有，请写出相应预防措施。

### ➤环境保护

请问本模块在产品制备中，是否会产生环境问题？如有，请写出相关环境保护措施。

### ➤基本原理

合成产物乙酸乙酯可用气相色谱进行鉴定，通常采用内标标准曲线法对产物中生成乙酸乙酯的含量进行定量分析。

### ➤目标

- 准备标准曲线溶液
- 测定乙酸乙酯的含量
- 计算精制乙酸乙酯的产率 (%)
- 完成报告

完成工作的总时间是 **180 分钟**，标准曲线溶液和产品溶液配制由学生完成，结果处理和工作报告撰写由教师指导学生完成。

#### 1. 仪器设备、试剂清单

主要设备	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）
玻璃器皿	容量瓶（25 mL、50 mL、100 mL）
	吸量管（5 mL、10 mL）
	烧杯
药品与试剂	乙酸乙酯标准品
	乙酸正丙酯标准品
	乙酸正丁酯标准品
	无水乙醇
	去离子水

## 2. 产物含量分析

(1) 乙酸乙酯标准溶液配制：准确称取一定质量的乙酸乙酯标准品，用乙醇溶解后转移入一定规格的容量瓶中，用乙醇稀释至刻度，摇匀。

(2) 内标物标准溶液配制：选择合适的内标物，准确称取一定质量的内标物标准品，用乙醇溶解后转移入一定规格的容量瓶中，用乙醇稀释至刻度，摇匀。

(3) 标准曲线工作溶液配制：用吸量管准确移取不同体积的乙酸乙酯标准溶液至 5 个容量瓶中；再准确移取一定体积的内标物标准溶液至上述 5 个容量瓶中，用乙醇稀释至刻度，摇匀。

(4) 产物样品中乙酸乙酯含量的测定：称取一定质量的样品溶液配制适合标准曲线的样品溶液，加入一定体积的内标物标准溶液，用乙醇稀释至刻度，摇匀。平行配制 3 份。

(5) 样品送检：将标准系列溶液和产物样品溶液装入进样瓶中，送样至气相色谱室分析。

## 3. 结果处理

(1) 根据标准系列溶液的色谱图，分析并记录乙酸乙酯和内标物的峰面积 ( $A_i$ 、 $A_s$ )。测量结果汇总在表中。

(2) 以  $A_i/A_s$  为纵坐标，以乙酸乙酯标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线，得出标准曲线回归方程和线性相关系数。

(3) 根据产物色谱图求出  $A_i/A_s$ ，计算产物中乙酸乙酯的含量 ( $w_i$ )，取 3 次平行实验结果的算术平均值作为最终结果，结果保留 3 位有效数字。

(4) 误差分析

对产物中乙酸乙酯含量 ( $w_i$ ) 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 2 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。

(5) 按下式计算目标产物的精制收率, 结果保留 3 位有效数字。

$$\text{精制收率} = \frac{\text{精制产品质量 (g)} \times \text{产品中的乙酸乙酯含量}}{\text{理论产量 (g)}} \times 100\%$$

#### 4. 报告撰写

(1) 请完成一份工作报告 (电子文档), 存档并打印; 实操过程中的数据记录表、谱图等作为工作报告附件, 一并提交。

工作报告格式自行设计, 内容应包括: 实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施, 实验原理, 数据处理, 结果评价和问题分析等。

(2) 思考题: 简要描述色谱定量分析中的面积归一化法、内标法的优缺点。

#### (三) 赛卷设计原则

本赛项比赛前三天内, 专家组将会同裁判长, 结合赛场场地布局、设备材料等具体情况, 遵循赛题调整的工作程序, 对赛题内容进行修改, 修改比例不超过 30%。

### 十、赛项安全

## **(一) 安全操作**

1.参赛选手的个人防护用品穿戴必须符合《化学化工实验室安全管理规范》（T/CCSAS 005-2019）要求。

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.严禁在比赛场地内饮食或把餐具带进比赛场地。

## **(二) 赛场安全保障**

1.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，不准在禁烟区吸烟。

2.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。

3.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，医护人员应采取积极有效的医疗救治措施；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，全体安保人员必须服从命令、听从指挥，不得顶撞、拖延或临时逃脱，在未接到撤岗指令之前，不得离开岗位。

2.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，保卫组接报后要立即到达现场，指挥并配合专业人员做好抢



救工作；视突发事件的具体情况，分别向相关部门报告，立即启动《赛区安全保卫突发事件处理预案》。

## 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七部分权重，给出待评分的各项和分数分配（表3）。

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，分值范围以 0~3 档表示：

- 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	评分指标	分数分配
一	原料分析与目标产品合成	实验准备	安全健康环保	实验室 HSE、防护用品穿戴等	15~20
			知识储备	与本项目相关的基础理论和知识	
			实验装置搭建	搭建和拆卸顺序、气密性检查等	
			反应物原料的含量测定	物料称量、滴定溶液标定、含量测定	
			溶液配制	方案设计、器皿标识、规范操作等	
		实验操作	有机物合成	符合合成步骤、过程安全、温度控制等	10~15
			产品分离提纯	洗涤、萃取操作、温度控制、馏分收集等	

			文明操作	工位管理、器具管理、废物处理等	
		结果报告	原料含量计算	精密度、准确度等	15~20
二	产品质量分析与评价	实验准备	安全健康环保	实验室HSE、防护用品穿戴等	8~12
			知识储备	与本项目相关的基础理论和知识	
		实验操作	谱图鉴别	气相色谱峰识别、保留时间记录	15~17
			标准工作曲线制作	移液体积、试剂加入顺序、空白溶液、线性关系等	
			产品含量分析	样品配制、浓度范围等	
			文明操作	工位管理、器具管理、废物处理等	
		结果报告	产率计算	纯度、产率计算等	23~25
			质量评价	根据纯度、产率等，分析影响实验结果的主要因素	
			撰写报告	报告结构、各项要点、工作描述清楚、数据完整、结果评价合理等	

## (二) 评分阅卷

本赛项各模块的评分由过程性考核评分和结果性考核评分组成。

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2名现场裁判同时评判2支参赛队。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。每位选手的试卷由2名现场裁判对选手的数值型结果（工作曲线相关性、精密度、准确度、纯度和产率等）和工作报告撰写质量进行评阅打分，并

经分项裁判组长、赛项裁判长的复核签字确定。上述所有行为须在监督仲裁人员监督下完成。

按 20 支参赛队进行测算，本赛项所需现场裁判 13 名（有机合成及分析裁判 10 名、加密裁判 1 名，真值裁判 1 名，备用裁判 1 名），分项裁判组长 2 名，裁判长 1 名，共计 16 名。

其中，赛项裁判长由专家组从竞赛执委会提供的 3 名候选人名单中研究决定。

表 5 裁判执裁资质要求

序号	专业技术方向	知识能力要求	执裁、教学、工作经历	专业技术职称（职业资格等级）	人数
1	分析化学及其相关专业	在化学分析、仪器分析、有机合成等方面，均具有扎实的理论功底和实验能力	具有担任省级以上大型技能竞赛总裁判长经历	正高职称	1
2	分析化学及其相关专业	在化学分析、仪器分析等方面具有扎实的理论功底和实验能力	具有 2 次以上的相近赛项国赛执裁经历	高级职称	1
3	有机合成及其相关专业	在有机合成方面具有扎实的理论功底和实验能力	具有 2 次以上的相近赛项国赛执裁经历	高级职称	1
4	分析化学及其相关专业	在化学分析、仪器分析、有机合成等方面，都具有较好的理论基础和实验能力	具有 2 次以上的相近赛项国赛执裁经历	中级职称及以上	13

### (三) 成绩产生

1. 在监督仲裁人员的现场监督下，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、监督仲裁人员签字确认后提交监督仲裁长再次复核。

2. 监督仲裁组对总成绩排名前 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裁判长，由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。

3. 赛项最终得分按百分制计分，选手总成绩精确至小数点后两位。若选手总成绩相同时，则比较选手完成两个模块的总时长，以总时长较短者名次在前。

#### **(四) 成绩公布**

记分员将解密后的各参赛选手成绩汇总制表，经裁判长、监督仲裁长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，经裁判长、监督仲裁长在成绩单上审核签字后在闭赛式宣布。

### **十二、奖项设置**

1. 本赛项设参赛选手团体奖（由组委会颁发），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）。

### **十三、赛项预案**

#### **(一) 化学试剂安全管理预案**

如果发生涉及化学试剂的安全事故，现场人员依不同情况酌情实施急救，并及时上报。且立即联系医疗救护人员进行现场救护工作，同时拨打 120 急救电话。

#### **(二) 水、电保障应急预案**

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.应急小组接到水、电路故障报告后，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。

3.一旦发生触电事故，首先要在安全的情况下使触电者尽快脱离电源。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。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。立即联系医疗救护人员进行现场救护，同时拨打 120 急救电话。

### **(三) 其它设备安全管理预案**

1.发生玻璃器皿割伤事故时，由现场人员依不同情况酌情实施急救，情况严重时立即联系医疗救护人员进行现场救护，同时拨打 120 急救电话。

2.如遇精密仪器产生故障，由责任人员负责维修、更换。

### **(四) 医疗应急预案**

1.安排医务人员在比赛现场值班。

2.比赛过程中如果发现选手突然出现发热、呕吐等身体不适状况，由专人护送至休息室，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、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.各参赛队须为参赛选手购买大赛期间的人身意外伤害保险，报到时参赛选手务必携带身份证、学生证原件、人身意外伤害保险保单复印件或提供校方开具的参赛选手人身意外伤害保险有效证明文件。

4.参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。

5.参赛队不得自行变更参赛选手、参赛赛位，否则按作弊处理，取消参赛资格。

6.参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它禁止入内的区域，确保比赛进程的公平、公正、顺畅、高效。

## **(二) 参赛选手须知**

1.参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。

2.选手竞赛时须按《化学化工实验室安全管理规范》(T/CCSAS 005-2019)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.裁判长宣布比赛开始，参赛选手才能启动比赛任务的操作。在此之前，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，但不可使用工具进行比赛任务。

4.竞赛过程中，选手休息、如厕、非统一安排饮食的时间均计算在竞赛时间内。

5.在竞赛过程中，如发生非选手自身人为原因造成的设备故障问题，经裁判组长和裁判长共同确认，可视具体情况做出补时决定，选手签字确认。

6.选手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署赛位号确认。

7.参赛选手应自觉遵守赛场纪律，服从裁判、听从指挥。选手在比赛过程中，如有疑问，裁判不能处理或对裁判处理的结果不满意，应举手示意要求请示相应裁判组长或裁判长，否则视为放弃选手自我权利。

### **(三) 领队须知**

1.参赛队领队做好本单位比赛选手的业务辅导、心理疏导和思想引导工作，对参赛选手及比赛过程保持平和、包容的心态，共同维护竞赛秩序。

2.当本单位参赛选手对比赛进程中出现的异常或疑问，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赛项监督仲裁组反映情况或提出书面仲裁申请。

### **(四) 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，积极完成本职工作。

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。

## **十五、申诉与仲裁**

1.本赛项在比赛过程中若出现有失公正或有关人员违规等现象，领队可在该模块项目比赛结束后，2 小时之内向监督仲裁组提出书面申诉。

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

3.竞赛过程中，大赛赋予选手与裁判合理沟通和交流权利。如果对裁判处理的结果不满意，应举手示意请示相应裁判组长或裁判长，否则视为放弃个人权利，与此相关的申诉不成立。

4.赛项监督仲裁组在接到申诉后的 2 小时内组织复议，并及时反馈复议结果。

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

## **十六、竞赛观摩**



为贯彻公开、公平、公正的比赛原则，本赛项特别设置现场观摩。在不干扰竞赛正常进行的前提下，嘉宾、观摩团队等各界人员在指定时间，由专人引导进入现场观摩，沿指定路线、在指定区域内现场观赛。为保证大赛顺利进行，在观摩期间应遵循以下规则：

1 观摩人员在规定时间内、在观摩区域按照规定路线跟随引导人员进行观摩，不得滞留。

2 观摩全程请保持安静，不得喧哗，不得相互或与选手交谈，不得对选手打手势（包括哑语沟通等明示、暗示行为），不能有鼓掌喝彩等干扰选手的行为。

3 观摩时不得拍照、摄像，不得使用对比赛可能造成干扰的发光或发出声响的设备。

4 必须在规划的观摩区域或者安全线以外观看比赛，并遵循赛场内工作人员和竞赛裁判人员的指挥，不得有围攻裁判员、选手或者其他工作人员的行为。

5 务必保持赛场清洁，观摩时不得抽烟，不得进食，不得乱扔杂物。

6 为确保选手正常比赛，观摩人员严禁携带手机及其他任何通讯工具。

## **十七、竞赛直播**

本赛项全程录像，包括比赛过程、开闭幕式及赛外活动等。特别是在选手抽签检录、竞赛现场、裁判工作等，与竞赛公正性直接相关，且为参赛院校普遍关注的环节，应适当增加拍摄的频率和密度。在不干扰竞赛正常进行地前提下，力争全方位、多角

度、真实的记录竞赛全貌。现场实况录像作为赛项重要资料进行存档。

1.赛场内部署无盲点录像设备，能实时录制并播送赛场情况。

2.赛场外有大屏幕或投影，同步显示赛场内竞赛状况。

3.有条件可网上直播。

4.多机位拍摄开闭幕式，制作优秀选手采访、优秀指导教师采访、专家裁判点评和企业人士采访视频资料，突出赛项的技能重点与优势特色。为宣传报道、监督仲裁、资源转化提供全面的信息资料。

## 十八、赛项成果

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。

1. 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。

2. 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。