

2023 年度湖南省“楚怡杯”职业院校技能竞赛 赛项规程

一、赛项名称

1. 赛项名称：化学实验技术
2. 赛项组别：高职高专组
3. 赛项归属：生物与化工大类

二、竞赛内容

1. 竞赛任务

(1) 竞赛方式：实验操作

(2) 任务依据：赛项任务书

(3) 本赛项为 2 个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，综合评价选手解决问题的能力，准确、细致、创意和创新。

2. 竞赛要求

(1) 技术要求

①掌握物质制备和分析的基本理论知识，能独立进行合成、质量控制和分析等任务；

②能独立制定实验室的工作计划，记录工作过程并开展评价工作；

③能熟练使用办公软件，提交符合要求的原始记录单及实验报告书。

(2) 职业素养要求

①具备职业健康、安全、环保意识，能自觉遵守有关劳动安全、健康保护、环境保护以及质量保证等的条例和规定；

②具备实事求是的科学态度，严谨细致的工作作风和清洁整齐的工作习惯；

③具备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；

④具备熟练组装、操作、维护实验室设施、装置和设备的能力；

⑤具备正确使用专业术语的能力。

三、竞赛方式

本赛项为个人赛，要求选手在2天内独立完成2个模块的竞赛。

四、竞赛时量

无机化工产品制备及质量评价模块（A）：竞赛时量为 360 分钟；

有机化工产品合成及质量评价模块（B）：竞赛时量为 300 分钟。

表 1 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	无机化工产品的制备及质量评价	硫酸亚铁铵的制备及质量检验	安全健康环保 理论基础 仪器设备准备 溶液配制 无机物制备 产率计算 标准工作曲线制作 纯度分析 文明操作 质量评价 结果报告	360 分钟（其中产品制备操作 180 分钟、质量检验操作 180 分钟）	55%
B	有机化工产品的合成及质量评价	乙酸乙酯的合成及质量评价	安全健康环保 理论基础 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 文明操作 质量评价 结果报告	300 分钟（其中合成操作和色谱制样 240 分钟、结果分析与工作报告 60 分钟）	45%
合计				660 分钟	100%

五、名次确定办法

将 2 个独立的实操模块成绩加和得出个人竞赛总成绩，按百分制计分，选手总成绩精确至小数点后两位。以竞赛总成绩从高到低排序确定名次，不设并列名次；若选手总成绩相同，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。

六、评分标准与评分细则

1. 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六部分权重（见表 2），给出待评分的各项和分数分配（见表 3）。评判采用客观评判（测量 M）和主观评判（J）相结合的方式。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2 化学实验技术赛项选手能力标准规范

领域及权重	知识与能力要求
1. 工作组织及管理 (10%)	选手应了解和理解： <ul style="list-style-type: none">➢ 行业内部和外部监管的整体情况➢ 业务状况，包括个人岗位身份、职业道德、行为规范➢ 健康和安全生产立法、法规及最佳防护措施➢ 实验室活动的科学原则➢ 工作计划、进程安排、组织和完成的原则➢ 无机化学、有机化学、分析化学及物理的基本知识及应用➢ 安全处置或回收化学品和化学相关物质的原则和方法
	选手应能够： <ul style="list-style-type: none">➢ 始终保持个人健康和安全生产，包括穿戴个人防护服和设备➢ 按照相关规定、规范、质量、安全和环境标准开展工作➢ 根据标准和要求：<ul style="list-style-type: none">• 操作、维护和修理实验室设施、装置和设备• 使用、管理和回收实验中的化学品➢ 维护良好的实验室卫生整洁➢ 检查材料的结构、状态和可用性➢ 根据工作角色，独立启动并完成任务➢ 预估完成某项工作所需的时间、资源和所需材料➢ 设定工作目标和指标，制定工作计划，优化、组织并完成工作➢ 找出滞后问题的解决方法或替代方法➢ 根据需求调整具体工作安排，并及时与其他相关人员沟通

领域及权重	知识与能力要求
<p>2. 沟通及人际交往能力 (10%)</p>	<p>选手应了解和理解:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➢ 沟通的原则 ➢ 人际交往的原则 ➢ 本人工作对他人的影响 ➢ 与工作角色和行业相关的专业术语及词汇 ➢ 数据分析采用的统计方法意图和目的 ➢ 报告结果的局限性 ➢ 信息技术、信息管理系统和数据库在化学环境中的应用
	<p>选手应能够:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➢ 建立和维持人际关系 ➢ 与他人包括团队协作工作和互动 ➢ 为化学家或其他专家提供技术支持 ➢ 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 ➢ 使用专业术语, 包括其他语言的专业术语 ➢ 查阅相关资源, 获取信息, 并根据需要引用来源资源 ➢ 阅读并应用与以下内容相关的技术文件: 分析、公式表示、程序说明、规范、图表 ➢ 主动倾听、适当提问以获得充分理解 ➢ 使用数字和纸质的实验室信息和实验室管理系统 ➢ 按照逻辑和特定规则对信息和步骤进行排序 ➢ 应用统计技术进行数据分析 ➢ 使用一系列的文本和图形方法进行汇报 ➢ 向他人适当地传递科学信息 ➢ 准备并进行正式和非正式的陈述 ➢ 寻求、接受并酌情利用反馈和建设性批评
<p>3. 技术、程序和方法 (40%)</p>	<p>选手应了解和理解:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➢ 与结构和化学键相关的无机化学基础 ➢ 重要元素及其化合物的基本知识 ➢ 有机化学原理和实验技术 ➢ 反应机理和官能团转化 ➢ 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 ➢ 实验室技术和科学实验的原则 ➢ 项目管理原则以及如何应用于实验室工作 ➢ 分析方法和仪器的开发、验证要求, 包括合适的制样方法 ➢ 实验室常用设备、试剂和耗材的最新趋势和具体应用

领域及权重	知识与能力要求
	<p>选手应能够：</p> <ul style="list-style-type: none"> ➢ 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 ➢ 使用指定的仪器和实验设备，包括必要的校准 ➢ 评价所用材料或产品的质量 ➢ 设计或制作支持新产品或新工艺开发的实验仪器设备 ➢ 使用指定的方法、标准操作程序完成实验任务 ➢ 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 ➢ 实施纯化和浓缩工艺，例如：蒸发、蒸馏、萃取、色谱 ➢ 使用滴定法、重量法 ➢ 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 ➢ 使用以下技术建立和进行实验、提取、试验和分析 ➢ 色谱法 ➢ 光谱法 ➢ 物理或化学分离技术 ➢ 确定无机或有机化合物的结构 ➢ 运用合成技术合成无机物、有机物、聚合物 ➢ 根据标准配方或者自己创建配方，为产品制备或工艺实现准备化学试剂和溶液 ➢ 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
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"> ➢ 与记录保存、可追溯性和保密性相关的规定 ➢ 保证实验室记录和数据安全性的程序 ➢ 用于记录和显示数据的软件功能 ➢ 确保信息准确性的流程 ➢ 误差和不确定性的含义 ➢ 引用和引证所需的方法
	<p>选手应能够：</p> <ul style="list-style-type: none"> ➢ 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 ➢ 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 ➢ 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 ➢ 适当地使用图表撰写技术报告 ➢ 检查自身工作，包括汇编整理、分类、计算、制作表格和完整性 ➢ 及时发现存在的错误、不准确和不足 ➢ 对信息或数据进行验证或审核 ➢ 存档文件

领域及权重	知识与能力要求
5. 分析、解释和评价 (20%)	<p>选手应了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> ➢ 质量管理原则 ➢ 质量管理在生产过程中的应用 ➢ 科学数据分析中使用的数学和统计方法 ➢ 误差的性质、概率、来源和类型 ➢ 质量控制的原则和方法 ➢ 持续改进的原则和应用 ➢ 工作角色对身体健康的要求
	<p>选手应能够：</p> <ul style="list-style-type: none"> ➢ 保持工作角色所需的体能素质 ➢ 通过自我调节保持持续的注意力 ➢ 遵循程序以满足工作场所的质量标准 ➢ 分析、解释和评价数据，并确定需要进一步核查的结果 ➢ 评价信息以确定是否符合标准 ➢ 在给定角色的工作范围内独立开展工作 ➢ 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 ➢ 使用正确的计算、统计和数学方法或公式来解决问题 ➢ 通过分析确定最终结果的基本原则、原因或事实
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"> ➢ 解决问题的科学规则和方法的原理和应用 ➢ 批判性思维和复杂问题解决的原则 ➢ 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
	<p>选手应能够：</p> <ul style="list-style-type: none"> ➢ 识别何时出现问题或出现问题的可能性 ➢ 识别和确定谱图中的明显干扰 ➢ 应用适当的科学方法确定原因并获得解决方案 ➢ 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 <ul style="list-style-type: none"> • 将一般规则应用于具体问题，得出合理结论 • 组合信息片段，以形成合理的结论或规则 ➢ 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 ➢ 酌情向专家和同事寻求建议 ➢ 提出改进工作流程或科学解决方案的建议 ➢ 支持所有分析任务的新调查和后续实验 ➢ 承担自身发展的责任，确定学习和自我完善的目标

表3 各项目的评分项与分数分配

编号	模块名称	评分内容	评分项	评分指标	分数分配
A	硫酸亚铁铵的制备及质量检验	实验准备	安全健康环保	实验室HSE、防护用品穿戴等	5-8
			知识储备	与本项目相关的基础理论和知识	
			药品称量	试剂选择、量具使用、准确称量等	
			溶液配制	方案设计、器皿标识、规范操作等	
		实验操作	产品制备	原料处理、添加方式、水浴/蒸汽浴操作、酸度控制、过滤操作、溶液复配、结晶操作等	17-20
			产品等级检验	试剂加入、比色管操作等	
			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	
			产品纯度分析	仪器准备、波长选择、吸光度范围等	
			文明操作	工位管理、器具管理、废物处理等	
		结果报告	数据处理	数值计算、有效数字保留、精密度、纯度等	25-30
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				
B	乙酸乙酯的合成及质量评价	实验准备	安全健康环保	实验室HSE、防护用品穿戴等	8-10
			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	
			反应物用量计算	物料计算等	
		实验操作	有机物合成	符合合成步骤、过程安全、温度控制等	8-10
			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	产率计算	纯度、产率计算等	24-26
			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				

2. 评分细则

(1) 硫酸亚铁铵的制备及质量评价

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	测量要求与裁判记录	得分
A1 实验 准备	安全健康 环保 仪器设备 准备	M	熟悉现场健康、安全和环境保护内容，写出相应措施	若实验操作正式开始前，未在报告纸上撰写相关内容，则扣除所有分数；若内容缺项，每少1项则扣除0.25分	1.00		
		M	全程个人防护用品穿戴	若未按要求正确佩戴口罩/实验服/护目镜/手套，扣除所有分数	1.00		
		M	全过程无破碎玻璃器皿	如果不满足要求，则扣除所有分数	1.00		
		M	工作场所全过程干净整洁，无试剂溢出和洒落	如果不满足条件，则扣除所有分数（去离子水可些许洒落，需随手擦干）台面不整洁，称量或取样洒落台面1次 0.5分，扣完为止	1.00		
		M	标签识读、试剂选用与配制	如果不能正确识读和选用英文标识，导致药品试剂选择错误，或溶液（剂）准备错误，均扣除所有分数	1.00		
		M	在专用容器中处理废物	如果未在专用容器中处理废物，则扣除所有分数	1.00		
A2-1 实验 操作 (第一 阶段)	硫酸亚铁的 制备	M	铁原料净化	若原料为废铁屑，如果未正确去除油污，或试剂取用时标签未对着手心，则扣除所有分数	0.50		
		M	反应物取用	如未按规范操作称量（清扫、样品盛器），每错1处扣0.5分；如果存在取用量明显错误（误差范围>5%），则扣除所有分数	2.00		
		M	水浴加热	如未正确使用水浴装置，锥形瓶放置等水浴操作不当，则扣除所有分数	0.50		
		M	置换反应	如果反应速度控制不当，溶液溅落或变色；或反应结束未合理调节pH。每错一处扣0.5分，扣完为止。反应终点判断明显错误，扣除所有分数	2.00		
		M	热过滤操作	如果过滤操作不规范（速过慢、滤纸高度、滤纸破损），或滤液污染（原液、滤渣），或未吸干、称量残余原料。每错一处扣0.25分，扣完为止	2.00		
		M	硫酸铵的称取	如果未按规范称量，或称取质量计算错误，则扣除所有分数	0.50		

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	测量要求与裁判记录	得分
		M	复配操作	如果硫酸铵饱和溶液配制明显错误，或固体加料不规范，或未合理调节pH，则扣除所有分数	1.00		
		M	浓缩结晶操作	如果沸水浴或蒸汽浴操作不当，或蒸发终点判错，或溶液未冷却、结晶不完全，则每错一处扣0.25分，扣完为止	1.00		
		M	减压过滤	如果抽滤操作错误(顺序、倒吸)，或浸提未用乙醇洗涤，或产品未吸干、称量有洒落，则每错一处扣0.25分，扣完为止	1.00		
	产品等级分析	M	标准色阶和产品溶液配制	如果溶液配制未按规范操作，或者3份平行样存在明显色差，则扣除所有分数	1.00		
	数据记录	M	原始数据记录	如果记录不及时，或过程中用其他纸张记录，或不规范修改、缺项，每错一处扣0.25分，扣完为止	0.50		
实验用时	结束时间：____点____分； 有无补时： <input type="checkbox"/> 有 <input type="checkbox"/> 无 故障排除时段：____ 产物外观： <input type="checkbox"/> 淡绿色 <input type="checkbox"/> 主体淡绿色，部分微黄或发白 <input type="checkbox"/> 主体微黄 <input type="checkbox"/> 其他						
文明操作	M	重大操作失误	如果存在重称、重测、未用除氧水等行为，每出现1次扣2.0分，扣分上限6分，扣完为止				
	J	工作场所组织和管理		0.5	裁判记录如下：		
			工作场所混乱；所使用的试剂、量具、器皿留在上次操作现场	/	<input type="checkbox"/> 0	仪器杂乱 试剂瓶未归位 废弃物未及时处理	
			工作场所保持整齐有序；试剂、量具、器皿使用后放回原处，但无固定地点要求的试剂、量具、器皿是自行随意摆放的	/	<input type="checkbox"/> 0.2	吸量管入架 试剂架较乱 烧杯等未有序排放 废弃物未及时处理	
			工作场所状况良好；试剂、量具、器皿始终在适当的位置	/	<input type="checkbox"/> 0.4	吸量管入架 试剂架整齐 烧杯等有序排放 废弃物及时处理	
		工作场所状况良好；试剂、量具、器皿始终在适当的位置；使用了有效组织工作场所的其他方法	/	<input type="checkbox"/> 0.5	始终整齐有序 工位管理有个人特色和创新		
第二阶段操作考核							

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	测量要求与裁判记录	得分
A2-2 实验操作 (第二阶段)	产品纯度分析	M	仪器设备的准备	未进行分光光度计开机预热20min、未进行联机检查, 扣除所有分数	0.50		
		M	标准工作曲线: 溶液制备计算	如果计算不正确, 则扣除所有分数	0.50		
		M	标准工作曲线: 溶液制备	如果未按顺序加入试剂, 则扣除所有分数; 未按标准规范进行移液操作, 则扣除0.5分; 若静置时间不足, 则扣除0.5分	0.50		
		M	标准工作曲线: 最佳波长选择	未进行波长扫描, 或未按最大吸光度选择波长, 则扣除所有分数	0.50		
		M	硫酸亚铁铵晶体产品称取	如果未按规范操作(水平检查、托盘清扫), 则扣除所有分数	0.50		
		M	硫酸亚铁铵产品溶液配制和移取	如果未按规范操作(转移、定容、摇匀、润洗), 每出现1次错误, 则扣除0.25分 如果存在调刻线错误(1/2刻度), 则扣除全部分数	1.00		
		M	产品平行测定次数	未按正确制样方法, 出现假平行, 则扣除所有分数	0.50		
		M	空白溶液制备和使用	如果空白溶液未采用与样品溶液相同方式制备, 或参比选择错误(使用蒸馏水而非空白溶液), 则扣除所有分数	0.50		
		M	比色皿操作	如果手触及比色皿透光面, 或溶液过多或过少, 或未进行成套性检验, 则扣除所有分数	1.00		
	数据记录	M	原始数据记录	原始数据记录不及时, 或过程中用其他纸张记录, 或不规范改正数据、缺项, 每错一处扣0.25分, 扣完为止	1.00		
实验用时	结束时间: _____点_____分; 有无补时: <input type="checkbox"/> 有 <input type="checkbox"/> 无 故障排除时段: _____						
文明操作	M	重大操作失误	如果存在重称、重测、未使用除氧水、调刻线错误(1/2刻度)等行为, 每出现1次扣除2.0分, 上限6分, 扣完为止		/	失误行为: 失误次数: <input type="checkbox"/> 1次 <input type="checkbox"/> 2次 <input type="checkbox"/> 3次及以上	
	J	工作场所组织和管理	工作场所混乱; 所使用的试剂、量具、器皿留在上次操作现场		/	<input type="checkbox"/> 0	仪器杂乱 试剂瓶未归位 废弃物未及时处理
			工作场所保持整齐有序; 试剂、量具、器皿用后放回原处, 但无固定地点要求的试		/	<input type="checkbox"/> 0.2	吸量管入架 比色皿归位

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	测量要求与裁判记录	得分
				剂、量具、器皿自行随意摆放		试剂架较乱 烧杯等未有序排放 废弃物未及时处理	
				工作场所状况良好；试剂、量具、器皿始终在适当的位置	/	□0.4	吸量管入架 试剂架整齐 比色皿归位 烧杯等有序排放 废弃物及时处理
				工作场所状况良好。试剂、量具、器皿始终在适当位置；使用了有效组织工作场所的方法	/	□0.5	始终整齐有序 工位管理有个人特色和创新

评判类型：M=测量，J=评判

A1~A2 项得分：_____

现场裁判签名：_____

项目裁判长签名：_____

2022 年____月____日

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	裁判记录	得分
A3 结果报告	数据处理： 产品产率及 等级评判	M	等级	根据选手提交的产品溶液与标准色阶的比对结果，综合评定、打分（若3次结果不平行，按级别最差者扣分）： ● 优于一级得：2.0分 ● 优于二级得：1.0分 ● 优于三级得：0.5分 ● 其他不得分	2.00		
		M	外观	根据产品晶体的色泽、透明度，对照标准品，综合评定、赋分： ● 浅蓝绿色（与标准品基本一致）、大颗粒晶体的透明度高，评为优良 ● 产品略偏黄或过白、晶体透明度一般，评为一般 ● 其他定为不合格	1.50		
		M	产率	● 70% ≤ 产率 < 100%，得0.5-4.0分，根据产率高低排序，按11级、0.35分/档，进位法赋分从1~11级，每级比例依次为5%（且与最高产率选手的差值不超过5%）、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、5%	4.00		

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	裁判记录	得分
数据处理： 产品纯度分析				产率超出上述范围，或纯度不得分，均得0分			
		M	标准工作曲线： 标定点	标准工作曲线的7个点分布不均匀、不合理，则扣除所有分数	1.00		
		M	标准工作曲线： 吸光度	如果4个以上标定点吸光度不在0.2~0.8之间，则扣除所有分数	1.00		
		M	标准工作曲线： 相关性	0.999995≤相关系数，得5.0分	5.00		
				0.99999≤相关系数<0.999995，得3.0分			
				0.99995≤相关系数<0.99999，得1.5分			
				0.9999≤相关系数<0.99995，得0.5分			
				相关系数<0.9999，或标准工作曲线不足7个标定点，均得0分			
		M	产品溶液的吸光度	样品溶液吸光度超出标准工作曲线吸光度范围，扣除所有分数	1.00		
		M	产品溶液浓度计算	如果计算过程及结果不正确，则扣除所有分数	1.00		
		M	有效数字保留与修约	如果有效数字保留或修约不正确，则扣除所有分数	1.00		
		M	产品纯度： 精密度	●相对极差≤1.50%，得0.5-3.5分。根据纯度高低排序，按11级、0.3分/档，进位法赋分； ●从1~11级，每级比例依次为5%（且与最高产率选手的差值不超过5%）、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、5%	3.50		
				相对极差>1.50%，或非3次真平行，此项均不得分			
	M	产品纯度： 平均值	●90%≤纯度<100%，得0.5-4.5。根据纯度高低排序，按11级、0.4分/档，进位法赋分； ●从1~11级，每级比例依次为5%（且与最高产率选手的差值不超过5%）、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、5%	4.50			
			超出上述纯度范围，或标准工作曲线不足7个标定点，或精密度未得分，此项均不得分。				

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	裁判记录	得分	
	撰写报告	J	报告编制		4.00	裁判记录如下：		
				报告没有条理,数据不完整	/	<input type="checkbox"/> 0.0	/	
				整体资料完整,数据完整,报告正文结构基本清晰	/	<input type="checkbox"/> 0.5	●资料完整 ●数据完整清晰 ●正文基本清晰	
				报告数据完整,结构有条理,工作描述基本清晰	/	<input type="checkbox"/> 1.0	●报告结构完整 ●数据完整清晰 ●HSE基本正确 ●原理过程清楚	
				报告数据完整,结构有条理,工作描述清晰,问题解答一般	/	<input type="checkbox"/> 2.0	●报告结构完整 ●数据完整清晰 ●HSE基本正确 ●原理基本正确 ●问题回答尚可	
				报告数据完整,结构有条理,工作描述清晰,问题解答基本正确,结果分析有一定依据	/	<input type="checkbox"/> 3.0	●报告结构完整 ●数据完整清晰 ●HSE基本正确 ●原理基本正确 ●问题基本正确 ●结果评价尚可	
				报告数据完整,有条理,工作描述清晰,问题解答和结果评价好,包含科学解释或新发现	/	<input type="checkbox"/> 4.0	●报告结构完整 ●数据完整清晰 ●HSE正确 ●原理要点正确 ●问题回答正确 ●结果评价完美	

A1~A2 项得分: _____ A3 项得分: _____ 总得分: _____

评分裁判签字: _____ 复核裁判签字: _____

项目裁判长签字: _____ 赛项裁判长签字: _____ 2022年__月__日

(2) 乙酸乙酯的合成及质量评价

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	测量要求与裁判记录	得分
B1 实验 准备	安全健康 环保 反应物用量	M	熟悉现场健康、安全和环境保护内容,写出相应措施	若实验操作正式开始前,未在报告纸上撰写相关内容,则扣除所有分数;若内容不完整,每少1项则扣除0.25分	1.00		

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	测量要求与裁判记录	得分
	计算	M	全过程个人防护用品穿戴	如果未按要求正确佩戴口罩/实验服/护目镜/手套, 则扣除所有分数	1.00		
		M	全过程无破碎玻璃器皿	如果不满足要求, 则扣除所有分数	1.00		
		M	实验室器具贴标签	对于易混用玻璃器皿, 若有1个未贴标签, 则扣除所有分数	1.00		
		M	工作场所全程干净整洁, 无试剂洒落	如果不满足条件, 则扣除所有分数(去离子水可些许洒落, 需随手擦干)台面不整洁, 称量或取样洒落台面1次0.5分, 扣完为止	1.00		
		M	标签识读、试剂选用与配制	如果不能正确识读和选用标识, 导致药品试剂选择错误, 或溶液(剂)准备错误, 均扣除所有分数	1.00		
		M	反应物料使用量计算	如果冰醋酸、乙醇用量(质量)计算错误, 或者称量明显错误(误差>10%), 均扣除所有分数	2.00		
		M	在专用容器中处理废物	如果未在专用容器中处理废物, 则扣除所有分数	1.00		
B2 实验 操作	有机物合成	M	符合合成步骤	试剂加入顺序与方法, 每错1处扣0.25分, 扣完为止	1.00		
		M	反应混合物安全沸腾	未使用磁力搅拌子(助沸剂), 则扣除所有分数	0.50		
	产品分离提纯	M	正确洗涤粗产物	如果未按照洗涤剂使用的正确顺序和加入量, 则扣除所有分数	1.00		
		M	分液漏斗的正确操作	如果有一个错误操作(漏液; 漏斗中液体体积超出1/3~1/2范围; 液体全部下出), 则扣除所有分数	1.00		
		M	粗产物干燥	如果未进行脱水或脱水不完全(静置时间少于15分钟, 仍然存在水乳状液), 或未使用脱脂棉过滤, 则扣除所有分数	1.00		
		M	符合蒸馏操作步骤	蒸馏装置试漏、温度计水银球位置正确, 否则扣除该项分数	1.00		

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	测量要求与裁判记录	得分
		M	产品馏分收集	正确收集前馏分和产物馏分(72-80℃)，否则扣除该项分数	2.00		
	含量分析	M	色谱分析溶液的正确称量	如果称量未按规范(水平检查、托盘清扫等)，则扣除该项的所有分数	1.00		
	数据记录	M	原始数据记录	如果记录不及时，或过程中用其他纸张记录，或不规范修改、缺项，每错一处扣0.25分，扣完为止	0.50		
	实验用时	第一阶段结束时间：_____点_____分；有无补时： <input type="checkbox"/> 有 <input type="checkbox"/> 无 故障排除时段：_____					
		M	重大操作失误	如果存在重称、重测行为，每出现1次扣除2.0分，扣分上限6分，扣完为止	/	失误行为： 失误次数： <input type="checkbox"/> 1次 <input type="checkbox"/> 2次 <input type="checkbox"/> 3次及以上	
	文明操作	J	实验装置正确组装和拆卸		0.5	裁判记录如下：	
实验装置未组装，或反应结束后未拆卸				一	<input type="checkbox"/> 0	●装置未组装 ●装置未拆卸	
实验装置已组装并运行，但是连接件彼此配合不紧密，并/或存在一些错误				二	<input type="checkbox"/> 0.2	●未从左到右装 ●未从右到左卸 ●未检查气密性 ●水银球错位	
实验装置已组装并运行，连接件彼此配合紧密，无错误				三	<input type="checkbox"/> 0.4	●装卸规范 ●生料带使用 ●检查气密性 ●水银球准确	
与上述“三”相同，整体装置竖看一直线、横看一平面，使用额外装置增加工艺效率				四	<input type="checkbox"/> 0.5	●装卸规范 ●生料带使用 ●检查气密性 ●水银球准确 ●塑料链接夹 ●装置牢靠美观	
	J	工作场所组织和管理		0.5	裁判记录如下：		
			工作场所混乱；所使用的试剂、量具、器皿留在上次操作现场	一	<input type="checkbox"/> 0	●仪器杂乱 ●试剂瓶未归位 ●废弃物未及时处理	
			工作场所保持整齐有序；试剂、量具、	二	<input type="checkbox"/> 0.2	●滴管随意摆放 ●药匙随意摆放	

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	测量要求与裁判记录	得分
				器皿用后放回原处，但无固定地点要求的试剂、量具、器皿自行随意摆放		●玻璃器皿倒置	
				工作场所状况良好；试剂、量具、器皿始终在适当的位置	三	□0.4	●滴管摆放规范 ●药匙摆放规范 ●器皿摆放规范
				工作场所状况良好；量具、器皿始终在适当的位置；使用了有效组织工作场所的其他方法	四	□0.5	●始终整齐有序 ●工位管理有个人特色和创新

B1~B2 项得分：_____

现场裁判签名：_____

项目裁判长签名：_____

2022 年____月____日

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	裁判记录	得分
B3 结果 报告	数据处理	M	标准溶液谱图中的产物和内标物谱峰鉴别和保留时间记录	如果未鉴别或鉴别错误，未记录或记录错误，则扣除所有分数	1.00		
		M	内标物相对校正因子计算	如果未进行计算或计算不正确，则扣除所有分数	2.00		
		M	计算产物中乙酸乙酯含量	如果未进行计算或计算不正确，则扣除所有分数	2.00		
		M	精制乙酸乙酯的纯度	<ul style="list-style-type: none"> ●90%≤纯度<100%，得1.0-6.0分。根据纯度高低排序，按11级、0.5分/档，进位法赋分； ●从1~11级，每级比例依次为5%（且与最高产率选手的差值不超过5%）、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、5% 纯度<90%，或非3次真平行，或精密度不得分，扣除所有分数	6.00		
M	精制乙酸乙酯的纯度：精密度	<ul style="list-style-type: none"> ●相对极差≤1.50%，得0.5-3.5分。根据纯度高低排序，按11级、0.3分/档，进位法赋分； ●从1~11级，每级比例依次为5%（且与最高产率选手的差值不超过5%）、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、5% 相对极差>1.50%，或非3次真平行，此项均不得分	3.50				

评分内容	评分项	评判类型	评分指标	指标分数描述	配分	裁判记录	得分			
撰写报告	最终产物收率	M	最终产物收率	●55%≤产率<100%，得1.0-6.0分，按11级、0.5分/档，进位法赋分； ●从1~11级，每级比例依次为5%（且与最高产率选手的差值不超过5%）、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、10%、5%	6.00					
				收率<55%，或纯度未得分，均得0分						
	产品质量评价（查阅报告）	J	报告编制水平	从反应物料、合成操作、产品测定三个方面，分别确定出最可能影响本次产品质量的首要因素，缺1项扣0.5分	1.50	4.00	裁判记录如下：			
				报告没有条理，数据不完整	/				<input type="checkbox"/> 0	/
				整体资料完整，数据完整，报告正文结构基本清晰	/				<input type="checkbox"/> 0.5	●资料完整 ●数据完整清晰 ●正文基本清晰
				报告数据完整，结构有条理，工作描述基本清晰	/				<input type="checkbox"/> 1.0	●报告结构完整 ●数据完整清晰 ●HSE基本正确 ●原理过程清楚
				报告数据完整，结构有条理，工作描述清晰，问题解答一般	/				<input type="checkbox"/> 2.0	●报告结构完整 ●数据完整清晰 ●HSE基本正确 ●原理基本正确 ●问题回答尚可
				报告数据完整，结构有条理，工作描述清晰，问题解答基本正确，结果分析有一定依据	/				<input type="checkbox"/> 3.0	●报告结构完整 ●数据完整清晰 ●HSE基本正确 ●原理基本正确 ●问题基本正确 ●结果评价一般
报告数据完整，有条理，工作描述清晰，问题解答和结果评价好，包含科学解释或新发现	/	<input type="checkbox"/> 4.0	●结构完整 ●数据完整清晰 ●HSE 正确 ●原理要点正确 ●问题回答正确 ●结果评价合理							

B1~B2 项得分：_____ B3 项得分：_____ 总得分：_____

评分裁判签字：_____ 复核裁判签字：_____

项目裁判长签字：_____ 赛项裁判长签字：_____ 2022 年__月__日

七、赛项相关设施设备技术参数

表4 赛项各考核模块的主要仪器设备清单（以一名选手计）

模块	仪器名称	规格	数量	备注
模块 A: 硫酸亚铁铵的 制备及质量评 价	分析天平	AE-2204, 0.0001g	1 台	
	电子天平	JE502 上海蒲春, 0.01g	1 台	
	紫外可见分光光度计	UV1800PC-DS2 中文界面	1 台	
	电陶炉	1000-2000W	1 台	
	水浴装置	HH-2 双孔	1 套	
	减压抽滤装置	SNHP-02 循环水式真空泵	1 套	
	科学计算器		1 只	可自带
	分刻度吸量管	2mL、5mL、10mL	不限	自带
	容量瓶	100mL	不限	自带
	容量瓶	250mL	不限	自带
	量筒	5mL、10mL、25mL、100mL	各 1 只	自带
	比色皿	1cm	2 个	可自带
	烧杯	100mL	6 只	自带
	烧杯	250mL, 1000mL	1 只	可自带
	塑料量杯	500mL	1 个	可自带
	洗瓶	500mL	1 只	可自带
	生胶带		2 只	可自带
	普通漏斗		1 个	
	布氏漏斗		1 个	
	陶瓷平底带柄蒸发皿	直径 80mm	1 个	
	抽滤瓶		1 只	
	比色管	25mL	3 个	
	表面皿		2 个	
锥形瓶	100mL 或 250mL	1 个	可自带	
高硼硅试剂瓶	5000mL	1 个		
模块 B: 乙酸乙酯合 成及质量评 价	气相色谱仪	东西电子 GC-4000A	4 台	工程师使用
	电热套	98-I-BN, 100mL, 磁力搅拌, 可调温, 功率 1800w	1 台	
	电子天平	JE502 上海蒲春, 0.01g AE-2204, 0.0001g	各 1 台	

模块	仪器名称	规格	数量	备注
	气流烘干机	C30, 30 孔, 不锈钢	共用	
	单口烧瓶	100 mL/24#	1 个	
	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	
	温度计	0-100℃、0-200℃	各 1 根	
	量筒	10mL	1 个	
	量筒	25mL	2 个	
	烧杯	100mL、250mL	各 2 个	
	烧杯	1000mL	1 个	
	洗瓶	500mL	1 个	
	样品瓶	1.5mL, 白色玻璃, 带盖垫	6 个	

表 5 主要试剂清单

模块	试剂
无机化工产品制备及质量评价	铁原料：铁粒、铁屑或还原铁粉等
	碳酸钠
	硫酸铵
	浓硫酸 (18.4mol/L)
	无水乙醇
	盐酸溶液 (20%)
	硫氰化钾溶液 (25%)
	缓冲试剂混合溶液 (0.025mol/L 盐酸邻菲罗啉、0.5mol/L 氨基乙酸、0.1mol/L 氨三乙酸按体积比 5:5:1 混合)
	铁 (II) 离子储备溶液 (2.000g/L)
	去离子水

模块	试剂
有机化工产品合成及质量 评价	95%乙醇
	乙酸（分析纯）
	浓硫酸
	无水碳酸钠
	氯化钠
	无水氯化钙
	无水硫酸镁
	去离子水

八、选手须知

（一）选手自带工（量）具及材料清单

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. 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、比色管、比色皿）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. 根据竞赛需要，每个比赛赛位配置如下设施：比赛仪器设备1套、实验台1张、座椅1把、废液2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、U盘1个，计算机（配打印机）1套。

（二）主要技术规范及要求

1. 能力标准规范

本赛项依据《中华人民共和国职业分类大典（2015年版）》中相关职业的工作任务描述，参照世界技能大赛标准规范，制定选手能力标准规范（见表2），作为竞赛选手训练及准备的指南。

标准规范分为6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。

2. 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》和《有机化学实验》设计，参考教材如下：

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（第四版）[M]. 高等教育出版社：2013年.

（2）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 661-2011 化学试剂 六水合硫酸铁(II)铵(硫酸亚铁铵)

DL/T 502.26-2006 火力发电厂水汽分析方法 第26部分：亚铁的测定（邻菲罗啉分光光度法）

GB/T 12717-2007 工业用乙酸酯类试验方法

（三）选手注意事项

1. 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。

（2）检录裁判核对各参赛选手身份、检查携带的物品。参赛选手提供参赛证、身份证，身份证上的姓名、年龄、相貌特征应与参赛证一致。除赛项规程规定自带的工具、量具及书写物品外，参赛选手不允许携带其他任何物品。

（3）选手抽取赛位号并在指定区域等待，然后按规定时间由工作人员组织编队进入赛场和赛位。

（4）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。

2. 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，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的操作。

(4) 项目裁判长宣布比赛开始，参赛选手才能启动比赛任务的操作。

(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署赛位号确认。

(7) 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。

(8) 在竞赛过程中如发现问题(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。如确实属于设备故障，由项目裁判长视具体情况做出补时决定，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、总裁判长，经总裁判长、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。

3. 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、数据记录表、工作报告等放在工作台上，离开自己的考位。

(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。

（四）竞赛直播

本赛项全程录像，包括比赛过程和开闭幕式。现场实况录像作为赛项重要资料进行存档。赛场外设置竞赛观摩室，参赛队可以通过远程监控实时观看赛场比赛情况。比赛实操现场实施 48 小时不间断监控。

九、样题（竞赛任务书）

2023 年度“楚怡杯”湖南省职业院校技能竞赛
高职高专组生物与化工类化学实验技术赛项(A 模块)

[时量：360 分钟，试卷号：]

(样卷)

竞 赛 任 务 书

场次号：_____ 机位号（工位号、顺序号）：_____。

2022 年 12 月 日

A 模块：硫酸亚铁铵的制备及质量评价

➤ 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

铁能溶于稀硫酸生成硫酸亚铁，但亚铁盐通常不稳定，在空气中易被氧化。若往硫酸亚铁溶液中加入与硫酸亚铁等物质的量（以mol计）的硫酸铵，可生成一种含有结晶水、不易被氧化、易于存储的复盐——硫酸亚铁铵晶体。

产品等级分析可采用限量分析——目测比色法，该方法基于酸性条件下，三价铁离子可以与硫氰酸根离子生成红色配合物，将产品溶液与标准色阶进行比较，可以评判产品溶液中三价铁离子的含量范围，以确定产品等级。

产品纯度分析可采用 1, 10-菲啰啉分光光度法，该方法基于特定pH条件下，二价铁离子可以与 1, 10-菲啰啉生成有色配合物。依据朗伯-比尔定律(Lambert-Beer law)，可以通过测定该配合物最大吸收波长处的吸光度，计算二价铁离子含量，判定产品纯度。

三种硫酸盐的溶解度（单位为 g / 100g H₂O）

温度 / °C	FeSO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄ · FeSO ₄ · 6H ₂ O
10	20.5	73.0	18.1
20	26.6	75.4	21.2
30	33.2	78.0	24.5
50	48.6	84.5	31.3
70	56.0	91.0	38.5

➤ 目标

- 准备实验方案所需的溶液（剂）
- 根据实验方案制备复盐硫酸亚铁铵晶体
- 计算硫酸亚铁铵的产率（%）
- 评判硫酸亚铁铵的产品等级

●测定硫酸亚铁铵的产品纯度

●完成报告

完成工作的总时间是360分钟，分为两个考核阶段：包括制备操作和产品等级鉴定（180分钟）、产品纯度分析和工作报告（180分钟）。

产品等级鉴定由3名专项裁判共同完成，选手配制好待测样品并填写送样单，由工作人员统一送至裁判组进行产品等级判断。

➤ 实验操作的仪器设备、试剂

主要设备	电子天平（精度 0.01g、0.0001g）
	电炉（配石棉网）
	水浴装置
	通风设备
	减压抽滤装置
	紫外-可见分光光度计（配备 1cm 石英比色皿 2 个）
玻璃器皿	烧杯（50mL、100mL）
	量筒（5mL、10mL、25mL、100mL）
	普通漏斗
	蒸发皿
	表面皿
	抽滤瓶
	布氏漏斗
	分刻度吸量管（2mL、5mL）
	比色管（25mL）
	容量瓶（100mL、250mL）
	实验室常见其他玻璃仪器
药品试剂	铁原料：纯铁粒（Fe 含量 99.9%）
	碳酸钠
	硫酸铵
	硫酸（3.0mol/L）
	无水乙醇
	盐酸溶液（20%）
	硫氰化钾溶液（25%）
	缓冲试剂混合溶液（0.025mol/L 盐酸邻菲罗啉、

	0.5mol/L 氨基乙酸、0.1mol/L 氨三乙酸按体积比 5:5:1 混合)
	铁(II)离子储备溶液(2.000g/L)
	去离子水

➤ 第一阶段的解决方案

1. 溶液准备

除氧水(加热法)

将去离子水注入 1L 的烧杯中, 煮沸 10min, 立即转移至 5L 的试剂瓶, 加塞密封, 冷却至室温, 备用。

2. 产品制备

(1) 硫酸亚铁的制备

称取 2.5g (精确到 0.01g) 的铁原料于锥形瓶, 加入一定体积、浓度为 3.0mol/L 的硫酸溶液(反应组分的物质的量之比 $n_{\text{铁}}:n_{\text{硫酸}}=1:1\sim 1:1.5$), 水浴加热至不再有气泡放出, 动态调控反应温度以确保反应过程温和。反应结束后, 根据需要加入适量热水, 用硫酸溶液调节 pH 值不大于 1, 并根据需要加入适量热水, 趁热过滤至蒸发皿中。

未反应完的铁原料用滤纸吸干后称量, 以此计算已被溶解的铁量。

(2) 硫酸亚铁铵的制备

根据反应生成硫酸亚铁的量, 按反应方程式计算并称取所需硫酸铵的质量, $M[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]=132.14\text{g/mol}$ 。在室温下将硫酸铵配成饱和溶液, 然后加入盛有硫酸亚铁溶液的蒸发皿中(或缓缓加入固体硫酸铵), 混合均匀并用硫酸溶液调节 pH 值不大于 1。

所得混合溶液用沸水浴或蒸汽浴加热浓缩, 至溶液表面刚出现结晶薄层为止。静置自然冷却至室温, 待硫酸亚铁铵晶体完全析出。

减压过滤, 用少量无水乙醇洗涤晶体, 取出晶体, 用滤纸吸除晶体表面残留的水和乙醇, 然后置于盛器或称量纸上晾干, 晾干时间不得超过 5min。

称量 3g (精确到 0.01g) 左右产品至于样品瓶中, 用于产品外观评价。剩余产品保存在自封袋或称量瓶中, 备用。

3. 产品等级分析

称取 0.50g (精确到 0.01g) 硫酸亚铁铵产品, 置于 25mL 比色管中, 加入一定体积的除氧水溶解晶体, 然后加入 1mL、20%的盐酸溶液和 2mL、25%的硫氰化钾溶液, 最后用去除氧水定容, 摇匀。同法平行配制三份。

选手填写待测样品送样单, 将上述比色管、样品瓶交给专项裁判组, 由专项裁判组进行产品等级分析、外观评价。

产品等级分析的分级标准如下:

规格	一级	二级	三级
Fe ³⁺ 含量 (mg/g)	< 0.1	0.1-0.2	0.2-0.4

➤ 第二阶段的解决方案

1. 溶液准备

铁(II)离子标准溶液: 准确移取一定体积的铁(II)离子储备溶液注入容量瓶中, 加入一定体积硫酸溶液, 用除氧水稀释至刻度, 摇匀。

2. 产品纯度分析

(1) 工作曲线绘制

①配制标准溶液系列: 用吸量管准确移取不同体积的铁(II)离子标准溶液至一组 7 个 100ml 容量瓶中, 然后加入 20ml 的缓冲试剂混合溶液, 用除氧水稀释至刻度, 摇匀、静置。

②测定最大吸收波长: 以相同方式制备不含铁(II)离子的溶液为空白溶液, 任取一份已显色的铁(II)离子标准系列溶液转移到比色皿中, 选择一定的波长范围进行测量, 确定最大吸收波长。

③绘制标准曲线: 在最大吸收波长处, 测定各铁(II)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) 产品纯度分析

准确称取 1g (精确到 0.0001g) 的硫酸亚铁铵产品(自制), 加入一定体积的硫酸溶液, 搅拌、溶解, 然后定量转移至 100ml 容量瓶中, 用除氧水稀释至刻度, 摇匀。

确定产品溶液的稀释倍数, 配制待测溶液于所选用的容量瓶中, 按照工作曲线绘制时的溶液显色方法和测定方法, 在最大吸收波长处进行吸光度测定。

由测得吸光度从工作曲线查出待测溶液中铁(II)离子的浓度,计算得出产品纯度。产品纯度分析平行测定3次。

3. 结果处理

(1) 产率

按下式计算产率,结果保留3位有效数字。

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量 (g)}}{\text{理论产量 (g)}} \times 100\%$$

(2) 产品纯度

按下式计算出产品纯度,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。

$$\text{纯度} = \frac{\rho_x \times n \times V \times M_2}{m \times M_1} \times 100\%$$

式中:

ρ_x ——从工作曲线查得的待测溶液中铁浓度, mg/L;

n ——产品溶液的稀释倍数;

V ——产品溶液定容后的体积, mL;

m ——准确称取的产品质量, g;

M_1 ——铁元素的摩尔质量, 55.84 g/mol;

M_2 ——六水合硫酸亚铁铵的摩尔质量, 391.97 g/mol。

(3) 误差分析

对产品纯度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。

4. 撰写报告

(1) 请完成一份完整包括了两个阶段的工作报告（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，内容应涵盖：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：

①制备硫酸亚铁时，在反应组分中无论是单质铁过量，还是硫酸过量，都有助于目标产品的制备，请简要阐述两种方法的理论依据和优缺点分析；

②产物的纯度分析还可以采用滴定分析法，如 KMnO_4 法、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法，请问 KMnO_4 法采用何种指示剂， $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法的缺点是什么？

2023 年度“楚怡杯”湖南省职业院校技能竞赛
高职高专组生物与化工类化学实验技术赛项（B 模块）

[时量：300 分钟，试卷号：]

（样卷）

竞 赛 任 务 书

场次号：_____ 机位号（工位号、顺序号）：_____。

022 年 12 月 日

B 模块：乙酸乙酯的合成及质量评价

➤ 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

乙酸乙酯的合成是基于乙醇与乙酸在一定条件下，发生酯化反应而生成的。合成产物可用气相色谱进行鉴定，通常采用内标法对产物中生成乙酸乙酯的含量进行定量分析。

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 μ m
柱温	50-80℃
气化室温度	200℃
检测器温度	200℃
载气（N ₂ ）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 μ L

➤ 目标

- 设定乙酸使用量为15.00g，请根据附表1的物理常数，在规定范围（ $n_{乙醇}:n_{乙酸} \leq 1.5:1$ ）内，合理选择反应组分中的醇和酸摩尔比，计算所需的乙醇用量
- 根据流程进行乙酸乙酯的制备
- 准备标准溶液和内标溶液
- 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 300 分钟，包括合成操作、色谱制样与分析和工作报告

实际产品鉴定的上机操作均由气相色谱技术专家进行，选手配制好待测样品并填写送样单（包括编号、进样量、进样顺序，不得要求改变色谱条件），由工作人员统一送至气相色谱分析室。

➤ 实验操作的仪器设备、试剂和解决方案

1. 仪器设备、试剂清单

主要设备	电热套（98-I-BL，100mL，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、0.0001g）
	通风设备
	气流烘干机（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）
玻璃器皿	单口烧瓶（100mL/24#，磨口）
	三口烧瓶（100mL/24#，磨口）
	分液漏斗（125mL，聚四氟乙烯旋塞）
	恒压长颈滴液漏斗（60mL/24#，磨口）
	直形冷凝管（直形 200mm/24#，磨口）
	蒸馏头（24#，磨口）
	真空尾接管（24#，双磨口）
	玻璃塞（24#，磨口）
	玻璃漏斗（40mm）
	锥形瓶（50mL、100mL/24#，磨口）
	量筒
	烧杯
	药品试剂
乙酸（分析纯）	
浓硫酸	
无水碳酸钠	
氯化钠	
无水氯化钙	
无水硫酸镁	
乙酸正丙酯标准品（内标物）	
去离子水	

2. 溶液准备

根据现场提供的试剂，按要求配制饱和碳酸钠溶液、饱和氯化钠溶液、饱和氯化钙溶液等 3 种粗产品洗涤溶液，相关物理常数详见附表 1，体积均为 50mL。

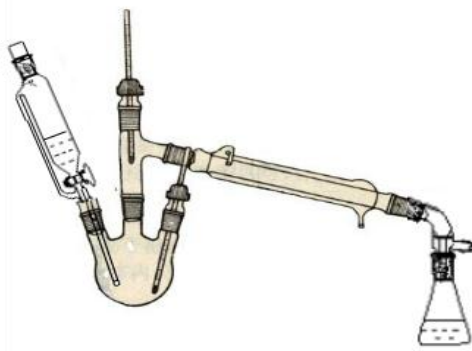
3. 产品合成

(1) 乙酸乙酯的合成

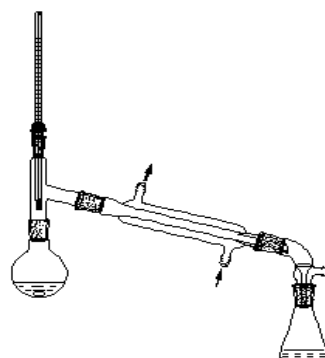
称量并记录所取用乙酸和乙醇的质量（精确到 0.01g）。

将适量乙醇、浓硫酸加入盛有磁力搅拌子的 100ml 三口烧瓶中，在滴液漏斗内加入适量乙醇和冰醋酸，混合均匀。

开始加热，当温度升至 110-120℃时，开始滴加乙醇和冰醋酸混合液，调节滴液速度，使滴入速度与馏出乙酸乙酯的速度大致相等。反应结束后，停止加热，收集保留粗产品。



滴液蒸馏装置示意图



精制蒸馏装置示意图

(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 2g 左右的无水硫酸镁，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。

4. 产物含量分析

含内标物的产物样品溶液配制：准确称取一定质量的合成产物（乙酸乙酯产品）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），具塞备用。

每份溶液的总质量控制在 2g 左右（精确到 0.001g）。

产物样品溶液测定：将上述配好的样品溶液混合均匀后，填写送样单，送样至气相色谱室分析，根据所得色谱图获取对应峰的峰面积。

产物含量分析须完成 3 次平行实验。

5. 结果处理

(1) 根据标准溶液的色谱图，分析并记录内标物和待测物的保留时间 (t_R)，计算峰面积 (A)。测量结果汇总在表中，并用于识别样品峰。

(2) 根据所提供的乙酸乙酯和乙酸正丙酯标准品混合物谱图，计算内标物的相对质量校正因子 ($f_{i/s}'$)，结果保留至小数点后 2 位，公式如下：

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

式中：

A_i ——乙酸乙酯标准品的峰面积；

m_i ——乙酸乙酯标准品的质量；

A_s ——内标物（乙酸正丙酯标准品）的峰面积；

m_s ——内标物（乙酸正丙酯标准品）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，结果保留至小数点后 1 位，公式如下：

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

式中：

A_i ——产物样品中乙酸乙酯的峰面积；

m ——产物样品的质量；

A_s ——内标物（乙酸正丙酯标准品）的峰面积；

m_s ——内标物（乙酸正丙酯标准品）的质量；

$f_{i/s}'$ ——内标物的相对质量校正因子。

(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。

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

6. 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：①为什么乙酸乙酯的合成温度不宜过高、反应物的滴加速度不宜过快？②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？

附表 1 Physical constants that may need to be used

(1) Physical property constants of reaction materials

Reagent Name	Molecular Weight	Density (g/mL)	Boiling Point(°C)	Refractive Index	Water Solubility (g/100mL)
Glacial Acetic Acid	60.05	1.049	118	1.376	Easily soluble in water
Anhydrous Ethanol	46.07	0.789	78.4	1.361	Easily soluble in water
Ethyl Acetate	88.11	0.9005	77.1	1.372	Slightly soluble in water
Concentrated Sulfuric Acid	98.08	1.84	—	—	Easily soluble in water
n-Propyl Acetate	102.13	0.8878	101.6	1.383	Slightly soluble in water

(2) Aqueous Solubility of Inorganic Compounds at Various Temperatures

(Unit:g/100g H₂O)

Inorganic Compounds Name	0°C	10°C	20°C	30°C	40°C
Sodium Chloride	35.7	35.8	35.9	36.1	36.4
Calcium Chloride	59.5	64.7	74.5	100	128
Sodium Carbonate	7.0	12.5	21.5	39.7	49.0