

# 兰州新区首届化工行业职工技能大赛

## 工业分析检验赛项规程

### 一、赛项名称

赛项名称：工业分析检验

### 二、竞赛目的

通过技能竞赛考查选手对产品质量监控的意识及现场分析与处理样品的能力；考查工作效率、职业健康、安全生产、环境保护的职业素养；考查执行国家质量标准规范的能力；考查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。

### 三、竞赛内容

工业分析检验赛项竞赛内容依据企业岗位需求和职业标准要求进行设计，设立理论考核、化学分析以及仪器分析三个竞赛项目。理论考核竞赛时长为 60 分钟；化学分析和仪器分析实践操作竞赛时长各为 180 分钟。

理论知识考核、实践操作考核均以满分 100 分计，最后按理论知识考核占 20%，实践操作考核占 80%的比例计算参赛总分。

#### 1. 理论考核项目

理论考核题库参见《化学检验工职业技能鉴定试题集》，判断题和选择题（包括多项选择），（化学工业出版社 2016 年 3 月出版，书号 978-7-122-23572-5）。

#### 2. 化学分析项目

考核目标：掌握化学分析法测定工业产品中物质含量的方法；

具备技能：

- (1) 按照国家或行业标准，做好化学分析实验个人安全规范操作；
- (2) 按照指定测定方案对样品进行测定的能力；
- (3) 对电子天平、滴定管等常见化学分析仪器的使用能力；
- (4) 对测定数据的分析处理能力；
- (5) 实验室的三废处理能力。

### 3. 仪器分析

考核目标：掌握分光光度法测定工业产品中物质含量的方法。

具备技能：

- (1) 按照国家或行业标准，做好仪器分析实验个人安全规范操作；
- (2) 按照指定测定方案对样品进行测定的能力；
- (3) 对紫外-可见分光光度计、电子天平等设备的使用能力；
- (4) 对测定数据的分析处理能力；
- (5) 实验室的三废处理能力。

## 四、竞赛方式

(一) 竞赛以团队方式进行，每队由 2 名选手组成。

(二) 所有参赛选手必须参加理论考核、化学分析以及仪器分析考核，计算竞赛团体成绩。

(三) 竞赛采取多场次进行，各队选手参赛场次按参赛队报名顺序抽签确定。

## 五、竞赛流程

竞赛时间安排：比赛时间为 3 天。

### (一) 竞赛顺序

每位选手均完成所有竞赛内容，根据赛程安排先后完成理论考核、化学分析考核及仪器分析考核。

### (二) 具体时间安排

表 1 竞赛时间按下表安排

日期	时间	内容	地点
7.10	15:00	领队会议、抽签	赛点
7.11	9:00-10:00	开幕式	综合楼报告厅
7.11	10:30-11:30	理论考核	赛点
7.11	14:00-17:00	化学分析 A 组第一场	赛点
7.12	9:00-12:00	仪器分析 B 组第一场	赛点
7.12	14:00-17:00	化学分析 B 组第二场	赛点
7.13	9:00-12:00	仪器分析 A 组第二场	赛点
7.13	16:00-17:00	颁奖典礼、闭幕式	综合楼报告厅

### (三) 抽签流程

1. 比赛过程实行二级加密；
2. 实践操作选手赛前在候考区进行二级加密抽签。按照竞赛日程安排，参与该场次实践考核的所有选手按照参赛队号由小到大的顺序依次抽签。
3. 化学分析实践考核部分：第一次抽取参赛号，如 CA-01，表示实践化学分析第一场次第 1 号；第二次抽取赛位号，如 HA-01，表示实践化学分析第一场第 1 号赛位。用 AB 分别代表 2 个场次。

仪器分析实践考核部分：第一次抽取参赛号，如 IA-01，表示实践仪器分析第一场次第 1 号；第二次抽取赛位号，如 YA-01，表示实践仪器分析第一场第 1 号赛位。用 AB 分别代表 2 个场次。

## 六、竞赛试题

本赛项竞赛试题由理论考核、化学分析以及仪器分析考核三个部分试题组成，试题涉及主要内容如下：

（一）理论考核。

（二）化学分析考核：标准滴定溶液的标定；未知试样的测定。

（三）仪器分析考核：铁标准溶液、铁工作溶液的配制；工作曲线的绘制及未知样品铁含量的测定。

详细试题方案及评分标准参见

附件 1：化学分析竞赛试题

附件 2：仪器分析竞赛试题

附件 3：竞赛赛题评分标准

附件 4：分析报告单

## 七、竞赛规则

（一）熟悉场地规则

- 1.比赛前一天召开领队会议，宣布竞赛纪律和有关事宜。
- 2.在规定时间内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。
- 3.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。

4.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。

## （二）竞赛现场要求

1.参赛选手进入赛场必须听从现场裁判人员的统一布置和安排，比赛期间必须严格遵守安全操作规程，确保人身和设备安全。

2.参赛选手进入赛场不得以任何方式公开参赛队及个人信息。

3.竞赛使用的仪器部分，必须使用现场准备的量具和仪器设备。

4.参赛选手穿戴的个人防护用品除工服外，可以自带。

5.参赛选手按照参赛时段进入竞赛场地，自行决定工作程序和时间安排，实践操作考核在操作竞赛场地完成。

6.参赛选手须在确认竞赛任务和现场条件无误后开始竞赛，并在限定的工作区域内完成竞赛任务。

7.竞赛过程中，选手休息、饮水或如厕时间均计算在竞赛时间内。

8.竞赛过程中，参赛选手须严格遵守操作规程，保证设备及人身安全，并接受裁判员的监督和警示。确因设备故障导致选手中断竞赛，由竞赛裁判长视具体情况做出补时或延时的决定；确因设备终止竞赛，由竞赛裁判长决定选手重做。参赛选手由于操作失误导致设备不能正常工作，或造成安全事故不能进行竞赛的，将被终止竞赛。

9.比赛过程中不再补充药品的量，请选手注意不可浪费。

10.若参赛选手欲提前结束竞赛，应向裁判员举手示意，竞赛终止时间由裁判员记录，参赛队结束竞赛后不得再进行任何操作。

11.竞赛结束后，参赛选手须完成现场清理并将设备恢复到初始状态，

经裁判员确认后方可离开赛场。

## 八、竞赛环境

根据工业分析检验的技能要求设置竞赛场地，满足理论考核、实践操作考核要求。

(1) 实践操作赛场提供的量具和玻璃仪器符合 JJG196-2006 常用玻璃量器检定规程。

(2) 赛场使用紫外-可见分光光度计，配备工作站及具有联机功能。

(3) 赛场使用的电子天平精度为 0.1mg。

## 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 常用玻璃仪器量程检定规程；GB/T602-2002 化学试剂杂质测定用标准溶液的制备；GB/T603-2002 试验方法中所用制剂及制品的制备；GB/T629-1997 化学试剂 氢氧化钠；GB/T 639-2008 化学试剂 无水碳酸钠；GB/T 640-1997 化学试剂 碳酸氢钠；GB/T 4348.1-2013 工业用氢氧化钠和碳酸钠含量的测定；HGT3696.1-2011 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分 标准滴定溶液的制备；HGT3696.2-2011 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分 杂质标准溶液的制备；HGT3696.3-2011 无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液、杂质标准溶液和制剂及制品的制备；GB/T3049-2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法。

## 十、技术平台

(一) 竞赛所用设备、仪器及药品

化学分析：

序号	名称	规格	数量	备注
1	电子天平	精度 0.1g	1	
2	称量瓶		1	
3	滴定管	50mL、聚四氟	1	
4	锥形瓶	300mL	9	
5	量筒	100mL	1	
6	烧杯	100mL	不限	
7	烧杯	1000mL	不限	
8	滤纸		若干	
9	电炉		1	
10	溴甲酚绿-甲基红指示剂		1	
11	酚酞指示剂		1	
12	被测样品		12	
13	实验室常见其他用品			

仪器分析：

序号	名称	型号或规格	数量	备注
1	紫外-可见分光光度计	UV-1800PC-DS2	1	
2	电子天平	精度 0.1g	1	
3	电炉		1	
4	容量瓶	250mL、500mL、1000mL	不限	
5	烧杯	100mL	不限	
6	玻璃棒		不限	
7	容量瓶	100mL	15	
8	移液管或吸量管	1mL	不限	
9	移液管或吸量管	2mL	不限	
10	移液管或吸量管	5mL	不限	
11	移液管或吸量管	10mL	不限	
12	量筒	50mL	不限	
13	烧杯	1000mL	不限	
14	工业产品(含铁)样品		1份	
15	抗坏血酸		1	
16	乙酸-乙酸钠缓冲溶液		1	
17	1,10-菲啰啉溶液		1	
18	实验室常见其他用品			

(二) 竞赛采用软件按照产品分析的国家或行业规范和标准设计, 良好地模拟广泛使用的大型设备操作过程。

(三) 玻璃量器按照国家规范和行业标准进行采购, 玻璃仪器符合 JJG196-2006 常用玻璃量器检定规程。

## 十一、成绩评定

### (一) 评分标准

#### 1. 化学分析

依据基准物质的称量情况、滴定操作、原始数据记录、结束工作、文明操作、数据记录及处理、结果分析等规范性、正确性、完整性、准确性等综合评价。

#### 2. 仪器分析

依据基准物质的称量情况、溶液配制操作、移取溶液操作、设备使用情况、文明操作情况、数据记录及处理、结果分析等规范性、正确性、完整性、准确性等综合评价。

### (二) 评分及阅卷

#### 1. 实践操作考核成绩:

过程性评价部分: 1 名裁判员依据选手现场实际操作情况、操作质量和文明操作情况, 按照操作评分标准实施过程评判。

结果性评定部分: 2 名裁判依据真值和选手现场测定的结果进行精密度和准确度的评定。

选手成绩经项目裁判长及裁判长的复核签字确定, 在监督人员的现场监督下进行最终成绩确定。



2.各竞赛项目分值比例：理论考核、化学分析、仪器分析考核均以满分 100 分计，按照理论考核占 20%，化学分析实践考核占 40%、仪器分析占 40%的比例计算参赛总分。

3.总成绩确定：加密裁判在监督人员的现场监督下，对参赛队伍的各单项评分结果进行分项汇总并进行加权统计，经解密得到参赛队的总成绩。成绩按要求进行复核无误后，经裁判长、监督人员和仲裁人员签字确认后公布。

4.竞赛名次按照得分高低排序。当总分相同时，以实践操作成绩高者为排名在前。

本赛项设总裁判长 1 名，分项裁判长 2 名，加密裁判 2 名，设裁判员 8 名。

## 十二、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

成立大赛赛场安全应急工作领导小组。

### （三）竞赛过程中主要突发事件及应急处理方法

#### 1. 突发疫情问题

（1）组织进行专业化培训的团队负责赛场疫情防控布置；

(2) 组织专业团队进行选手防疫检测；

(3) 如遇选手有体温升高等突发情况，组织人员对事发场地外围进行封锁，严禁无关人员进入；

(4) 立即联系医疗救护人员到现场进行医疗救护工作，并上报上级防疫指挥部门。

## 2. 化学品使用事故

(1) 比赛用化学品由专人统一保管和更换；

(2) 取用化学品要佩戴专用防护手套；

(3) 化学品分组使用不能串用，混用；使用后要及时归还回位置；

(4) 发生涉及化学品的安全事故，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，防止造成更大灾害；

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

## 3. 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，立即联系学院相关部门，由学院相关部门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、电现象，立即联系学院相关部门，由相关部门立即安排

人员查明停电、停水原因，组织恢复供电、供水工作；

### （3）触电安全

- 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，并向学院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，并同时拨打 120 急救电话。

## 4.其他设备安全事故

### （1）玻璃仪器使用

- ①玻璃仪器要按规定使用，防止破碎及产生寄生伤害事故；
- 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，防止触电及产生寄生伤害事故；
- ②如遇仪器产生故障，由责任人员负责更换。

### 十三、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。

#### （二）赛场安全保障

- 1.领队、裁判及参赛选手等所有人员须确保身体健康，具有防疫健康绿码；
- 2.领队、裁判及参赛选手等所有人员佩戴口罩分别进入指定区域，并主动向安保管理人员出示；
- 3.领队、裁判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；
- 4.领队、裁判及参赛选手等所有人员不准在指定区域和禁烟区吸烟。
- 5.听从指挥，在规定区域内活动，不得擅自离开；
- 6.参赛人员要妥善保管个人财物；
- 7.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；

8.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做好抢救工作；
- 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.比赛前一天，各参赛队按时参加领队会；
- 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；
- 6.参赛选手应自觉遵守赛场纪律，服从裁判、听从指挥；
- 7.参赛选手证件齐全，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；
- 8.比赛过程中，在裁判监督下读取原始数据，经裁判及选手本人共同确认后，不允许选手擅自修改数据。否则，该选手该项成绩为零。

### （二）参赛选手须知

- 1.参赛选手要仔细阅读《比赛规程》中的比赛时间，记准自己各场比赛时间；
- 2.参赛选手在比赛开始前由工作人员引导进入赛位，进行赛前准备，检查并确认设备及工具，参赛选手必须在确保人身安全和设备安全的前提下开始操作；
- 3.比赛方案在比赛前 10 分钟发放，裁判长宣布比赛开始，参赛选手方可进行操作，比赛开始计时；

- 4.参赛选手须遵守仪器设备安全操作规程，保证人身、设备安全；
- 5.由于选手的操作不当，出现较严重的安全事故，裁判员有权立即中止参赛选手的比赛，并取消本场次的比赛资格；
- 6.比赛中设备出现故障时，参赛选手应提请裁判员到故障设备处进行确认；对于确因设备自身故障造成短暂停机和时间损失，由赛项裁判长对该参赛选手的比赛时间酌情增补；
- 7.比赛过程中，参赛人员未经批准，不得进入赛场以外的区域，不准翻阅与比赛无关的资料，不准操作、使用与比赛无关的设备、仪器和试剂；
- 8.比赛结束前 15 分钟，裁判长提醒比赛即将结束。比赛时间到，裁判员终止选手比赛；
- 9.参赛选手应爱护、保养、保管好比赛设施，并不得将承办单位提供的仪器、工具、材料等物品带出赛场；
- 10.参赛队完成比赛任务时，选手应举手示意提请裁判员到比赛赛位收取相关文件等；
- 11.参赛选手完成提交后，应对比赛赛位进行清理，经裁判员检查许可后，参赛选手方能离开赛场；
- 12.参赛选手比赛结束后，大赛工作人员将到达现场清点工具，并由参赛选手签字确认；
- 13.参赛选手在裁判员记录的竞赛情况记录表上签字确认。裁判长用密封纸对以上文件进行密封，装入专用密封袋；

14.竞赛过程中擅自转抄、誊写、涂改、拼凑实验数据，裁判有权取消比赛资格；

15.参赛选手在竞赛过程中须主动配合裁判的工作，服从裁判安排，如果对竞赛的裁决有异议，须通过领队以书面形式向仲裁工作组提出申诉。

### （三）裁判员须知

- 1.裁判员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，并佩带裁判员的胸卡；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，应按相关要求处理；
- 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；
- 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，一般情况下应与选手保持 1 米以上的距离；

10.裁判员完整填写现场评分记录表。

## 十五、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，可由领队向大赛仲裁委员会提出申诉，大赛仲裁委员会的仲裁结果为最终结果。

## 附件 1:

# 化学分析竞赛项目：混合碱样品的测定

### 1. 实验目的

- (1) 标定盐酸标准滴定溶液；
- (2) 确定混合碱样品成分并测定其含量；
- (3) 完成实验报告。

### 2. 完成总时间

180min

### 3. 仪器设备、试剂清单

主要设备	电子天平（精度 0.1mg）
	电炉
主要玻璃器皿	称量瓶（不同规格）
	滴定管（聚四氟）
	锥形瓶（不同规格）
	量筒（不同规格）
	烧杯（不同规格）
主要试剂和溶液	溴甲酚绿-甲基红混合指示剂
	酚酞指示剂
	盐酸标准滴定溶液 1mol/L
	被测样品

### 4. 实验

#### 盐酸标准滴定溶液的标定（1 mol/L）

用减量法准确称取  $x$  g 于  $270^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$  高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂无水碳酸钠，精确至  $0.0001\text{g}$ ，溶于  $50\text{ mL}$  水中，加  $10$  滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸  $2\text{min}$ ，冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色为终点。平行测定  $4$  次，同时作空白试验，并计算盐酸标准滴定溶液的浓度（mol/L）。

$$\text{计算公式： } c(\text{HCl}) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_0) \times M}$$

式中： $c(\text{HCl})$ —盐酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；

$V_1$ —消耗 HCl 标准滴定溶液的体积，mL；

$V_0$ —空白试验消耗 HCl 标准滴定溶液的体积, mL;

$m$ —无水碳酸钠的质量, g ;

$M$ —无水碳酸钠的摩尔质量,  $M(\frac{1}{2}Na_2CO_3) = 52.99$  g/mol。

### 混合碱（烧碱）样品的测定

用增量法准确称取烧碱样品  $x$  g 于锥形瓶中, 加 50 mL 水, 加入 2~3 滴酚酞指示剂, 用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由粉红色变为无色, 即为反应第一终点, 记录滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积  $V_1$ 。然后再加入 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂, 用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸 2min, 冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色, 即为反应第二终点, 记录滴定所消耗的盐酸标准溶液的体积  $V$ , 并计算出第二终点和第一终点的体积差  $V_2$ 。平行测定 4 次, 计算混合碱（烧碱）各成分的含量（各组分含量以百分数表示）。计算公式:

$$\omega(\text{NaOH})\% = \frac{c(\text{HCl}) \times (V_1 - V_2) \times M(\text{NaOH})}{m \times 1000} \times 100$$

$$\omega(\text{Na}_2\text{CO}_3)\% = \frac{c(\text{HCl}) \times 2 \times V_2 \times M(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3)}{m \times 1000} \times 100$$

式中:  $c(\text{HCl})$ —盐酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;

$V_1$ —第一终点消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

$V_2$ —第二终点和第一终点消耗盐酸标准滴定溶液的体积差, mL;

$m$ —未知样品的质量, g;

$M(\text{NaOH})$ —氢氧化钠的摩尔质量, 40.00g/mol;

$M(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3)$ —无水碳酸钠的摩尔质量, 52.99g/mol。

## 附件 2:

# 仪器分析竞赛项目：分光光度法测定未知样品中铁含量

### 1.实验目的

- (1) 配制铁标准储备溶液；
- (2) 测定样品中铁的浓度；
- (3) 完成实验报告

### 2.完成总时间

180min

### 3.仪器设备、试剂清单

主要设备	紫外分光光度计（配备 1cm 石英或玻璃比色皿 2 个）
	电子天平
	电炉
主要玻璃器皿	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）
主要试剂和溶液	高纯铁
	盐酸
	乙酸-乙酸钠缓冲 PH=4.5
	抗坏血酸（100g/L）
	1,10-菲啰啉溶液（1.5g/L）
	未知铁样品溶液

### 4.实验

(1) 称取赛场提供的高纯铁粉适量，放入烧杯中，加入适量浓盐酸，缓慢加热至完全溶解，冷却，定量转入容量瓶中。铁的摩尔质量为 55.85 g/mol。

#### (2) 工作曲线制作

①将上述铁标准溶液配制成适合于分光光度法对未知样品中铁含量测定的工作曲线使用的铁标准溶液，控制 pH≈2。

②标准系列溶液配制：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 100mL 容量瓶中，配制成分光光度法测定未知样品中铁含量的标准系列溶液。

③显色：制作工作曲线的每个容量瓶中溶液按以下规定同时同样处理：加 2mL 抗坏血酸溶液，摇匀后加 20mL 缓冲溶液和 10mL 1,10-菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置不少于 15min。

④测定：以试剂空白为参比，在 510nm 波长处进行吸光度测定。以浓度为横坐标，以相应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

### (3) 未知样品中铁含量的测定

①显色与测定：确定未知样品的稀释倍数，配制待测溶液于所选用的 100mL 容量瓶中，加 2mL 抗坏血酸溶液，摇匀后加 20mL 缓冲溶液和 10mL 1,10-菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置不少于 15min 后，按照工作曲线制作时相同的测定方法，在 510nm 波长处进行吸光度测定。平行测定 3 次。

②由测得吸光度从工作曲线查出待测溶液中铁的浓度，根据未知样品的稀释倍数，求出未知样品中铁含量。

(4) 未知样品中铁含量按下式计算：

$$\rho = \rho_x \times n$$

式中： $\rho$ ——未知样品中铁的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$\rho_x$ ——从工作曲线查得的待测溶液中铁的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$n$ ——未知样品的稀释倍数。

## 附件 3:

## 评分细则

## 一、竞赛项目 2: 化学分析: 混合碱试样的测定

## 1. 过程性评分

序号	作业项目	配分	操作要求	考核记录	扣分说明	扣分	得分
一	基准物的称量	5	检查天平水平		每错一项扣 0.5 分, 按配分项扣完为止		
			清扫天平				
			敲样动作正确(有回敲动作)				
			复原天平				
			放回凳子				
二	滴定操作	10	正确试漏		不试漏, 扣 0.5 分		
			终点控制熟练		每错一个扣 1 分, 按配分项扣完为止		
			终点判断正确				
			按照规范要求完成空白试验		不规范扣 1 分, 扣完为止		
			读数正确		以读数差在 $\pm 0.02\text{mL}$ 为正确, 每错一个扣 1 分, 按配分项扣完为止		
正确进行滴定管体积校正		现场裁判应核对校正体积校正值, 未校正或校正错误扣 1 分, 按配分项扣完为止					
三	原始记录	2	原始数据记录不用其他纸张记录, 及时记录		每错一项扣 0.5 分, 扣完为止		
四	结束工作	3	考核结束, 玻璃仪器未清洗干净		每错一项扣 0.5 分, 按配分项扣完为止		
			考核结束, 废液不处理或不按规定处理				
			考核结束, 工作台不整理或摆放不整齐				
五	实验报告	5	数据记录规范及准确、涂改规范		每错一项扣 1 分, 按配分项扣完为止		
六	重大失误		基准物的称量		称量失败, 每重称一		

	倒扣分项			次倒扣 2 分		
		滴定操作		重新滴定，每次倒扣 5 分		
				篡改（如伪造、凑数据等）测量数据的，总分以零分计		
		损坏仪器		每次倒扣 5 分		
说明：得分数值不能超过配分项数值						

因仪器故障，补时记录：

项目完成交卷时间：

一~六项总得分：\_\_\_\_\_

现场裁判签字：\_\_\_\_\_

现场裁判长签字：\_\_\_\_\_

## 2. 结果评分

序号	作业项目	考核内容	配分	操作要求	考核记录	扣分说明	扣分	得分	
七	数据记录及处理	记录	1	不缺项		每错一个扣 0.5 分，扣完为止			
				使用法定计量单位					
		计算	3	计算过程及结果正确。（由于第一次错误影响到其他不再扣分）。			每错一个扣 0.5 分，扣完为止		
				有效数字保留	1	有效数字位数保留正确或修约正确			
		盐酸标准滴定溶液的浓度平行测定的精密度	15	相对极差 $\leq 0.10\%$			扣 0 分		
				$0.10\% < \text{相对极差} \leq 0.20\%$			扣 3 分		
				$0.20\% < \text{相对极差} \leq 0.30\%$			扣 6 分		
				$0.30\% < \text{相对极差} \leq 0.40\%$			扣 9 分		
				$0.40\% < \text{相对极差} \leq 0.50\%$			扣 12 分		
				相对极差 $> 0.50\%$			扣 15 分		
		盐酸标准滴定溶液的浓度的准确度	15	相对误差   $\leq 0.10\%$			扣 0 分		
				$0.10\% <   \text{相对误差}   \leq 0.20\%$			扣 3 分		
				$0.20\% <   \text{相对误差}   \leq 0.30\%$			扣 6 分		

				0.30% <   相对误差   ≤ 0.40%		扣 9 分		
				0.40% <   相对误差   ≤ 0.50%		扣 16 分		
				相 对 误 差   > 0.50%		扣 15 分		
		未知试样平行测定的精密度 1	10	相对极差 ≤ 0.10%		扣 0 分		
				0.10% < 相对极差 ≤ 0.20%		扣 2 分		
				0.20% < 相对极差 ≤ 0.30%		扣 4 分		
				0.30% < 相对极差 ≤ 0.40%		扣 6 分		
				0.40% < 相对极差 ≤ 0.50%		扣 8 分		
				相对极差 > 0.50%		扣 10 分		
		未知试样平行测定的精密度 2	10	相对极差 ≤ 0.10%		扣 0 分		
				0.10% < 相对极差 ≤ 0.20%		扣 2 分		
				0.20% < 相对极差 ≤ 0.30%		扣 4 分		
				0.30% < 相对极差 ≤ 0.40%		扣 6 分		
				0.40% < 相对极差 ≤ 0.50%		扣 8 分		
				相对极差 > 0.50%		扣 10 分		
		未知试样测定的准确度 1	10	相 对 误 差   ≤ 0.10%		扣 0 分		
				0.10% <   相对误差   ≤ 0.20%		扣 2 分		
				0.20% <   相对误差   ≤ 0.30%		扣 4 分		
				0.30% <   相对误差   ≤ 0.40%		扣 6 分		
				0.40% <   相对误差   ≤ 0.50%		扣 8 分		
				相 对 误 差   > 0.50%		扣 10 分		
				未知试样测定的准确度 2	10	相 对 误 差   ≤ 0.10%		扣 0 分
		0.10% <   相对误差   ≤ 0.20%				扣 2 分		



				0.20% <   相对误差   ≤ 0.30%		扣 4 分		
				0.30% <   相对误差   ≤ 0.40%		扣 6 分		
				0.40% <   相对误差   ≤ 0.50%		扣 8 分		
				相 对 误 差   > 0.50%		扣 10 分		
八	否决项			称量数据、滴定管读数、吸光度读数未经裁判同意不可更改，否则以作弊、伪造数据论处				
说明：总分最低为零分。								

一~七项总得分：\_\_\_\_\_

七~八项总得分：\_\_\_\_\_

总得分：\_\_\_\_\_

阅卷裁判签字：\_\_\_\_\_

复核裁判签字：\_\_\_\_\_

现场裁判签字：\_\_\_\_\_

总裁判长签字：\_\_\_\_\_

## 二、竞赛项目 3：仪器分析：分光光度法测定未知样品中铁含量

### 1. 过程性评分

序号	作业项目	配分	操作要求	考核记录	扣分说明	扣分	得分
一	基准物的称量	5	检查天平水平		每错一项扣 0.5 分，按配分项扣完为止		
			清扫天平				
			敲样动作正确（有回敲动作）				
			复原天平				
			放回凳子				
二	溶液配制	5	正确试漏		每错一个扣 0.5 分，按配分项扣完为止（其中容量瓶不试漏，扣 0.5 分；转移动作不规范扣 0.5 分）		
			转移动作规范				
			三分之二处水平摇动				
			准确稀释至刻线				
			摇匀动作正确				
三	移取溶液	6	润洗方法正确		每错一项扣 0.5 分，扣完为止		
			重吸				
			调刻线前擦干外壁				

			调节液面操作熟练			
			移液管竖直			
			移液管尖靠壁			
			放液后停留约 15 秒			
四	紫外-分光光度计仪器操作	6	仪器不预热, 或预热时间不到 20min		每错一项扣 0.5 分, 扣完为止	
			不进行吸收池校正或配对			
			手拿吸收池透光面或用滤纸擦吸收池透光面			
			吸收池中溶液量不当(未达到池体积的 2/3 至 4/5) 或溢出			
			参比溶液选择不正确			
五	原始记录	2	原始数据记录不用其他纸张记录, 及时记录		每错一项扣 0.5 分, 扣完为止	
			测量数据保存和打印			
六	结束工作	2	考核结束, 玻璃仪器、吸收池不清洗或未清洗干净		每错一项扣 0.5 分, 按配分项扣完为止	
			考核结束, 紫外-可见分光光度计不关			
			考核结束, 废液不处理或不按规定处理			
			考核结束, 工作台不整理或摆放不整齐			
七	实验报告	4	数据记录规范及准确、涂改规范		每错一项扣 1 分, 按配分项扣完为止	
八	重大失误倒扣分项		基准物的称量		称量失败, 每重称一次倒扣 2 分	
			溶液配制		溶液配制失误, 重新配制的, 每次倒扣 3 分	
			移取溶液		移取溶液后出现失误, 重新移取, 每次倒扣 3 分; 从容量瓶或原瓶中直接移取溶液, 每次倒扣 5 分	
			篡改		篡改(如伪造、凑数据等)测量数据的, 总分以零分计	
			损坏仪器		每次倒扣 5 分	

				开始吸光度测量后 不允许重配制溶液		
		七个点均匀分布且 合理		不均匀或不合理，均 扣 20 分（均匀合理： 移取的体积为 0.00、 1.00、2.00、4.00、 6.00、8.00、10.00mL）		
		未知溶液的稀释方 法		出现假平行，扣 10 分		
说明：得分数值不能超过配分项数值						

因仪器故障，补时记录：

项目完成交卷时间：

一~八项总得分：\_\_\_\_\_

现场裁判签字：\_\_\_\_\_

现场裁判长签字：\_\_\_\_\_

## 2.结果评分

序号	作业项目	考核内容	配分	操作要求	考核记录	扣分说明	扣分	得分	
九	数据记录及处理	记录	1	不缺项		每错一个扣 0.5 分， 扣完为止			
				使用法定计量单位					
		计算	3	计算过程及结果正确。（由于第一次错误影响到其他不再扣分）。		每错一个扣 0.5 分， 扣完为止			
		有效数字保留	1	有效数字位数保留正确或修约正确		每错一个扣 0.5 分， 扣完为止			
		称量范围（g）	2	在规定量±5%		扣 0 分	每错一个扣 0.5 分， 扣完为止		
				在规定量±5%~±10%内		每错一个扣 0.5 分， 扣完为止			
				称量范围超过±10%		每错一个扣 1 分， 扣完为止			
说明：如果重称，不能重复扣分									
未知样吸光度 A 在工作曲线的位置	3	在工作曲线的延长线上， 扣全分值							
未知铁试样溶	5	未知液吸光度值的极差=0.001			扣 0 分				

	液中铁含量测定的精密密度		未知液吸光度值的极差=0.002	扣1分
			未知液吸光度值的极差=0.003	扣2分
			未知液吸光度值的极差=0.004	扣3分
			未知液吸光度值的极差=0.005	扣4分
			未知液吸光度值的极差>0.005	扣5分
	工作曲线线性	30	$r \geq 0.999995$	扣0分
			$0.999995 > r \geq 0.99999$	扣6分
			$0.99999 > r \geq 0.99995$	扣12分
			$0.99995 > r \geq 0.9999$	扣18分
			$0.9999 > r \geq 0.9995$	扣24分
			$r < 0.9995$	扣30分
	未知铁试样溶液中铁含量测定的准确度	25	相对误差   $\leq 1.0\%$	扣0分
			$1.0\% <   \text{相对误差}   \leq 1.5\%$	扣5分
			$1.5\% <   \text{相对误差}   \leq 2.0\%$	扣10分
			$2.0\% <   \text{相对误差}   \leq 2.5\%$	扣15分
			$2.5\% <   \text{相对误差}   \leq 3.0\%$	扣20分
			相对误差   $> 3.0\%$	扣25分
	十	否决项		称量数据、滴定管读数、吸光度读数未经裁判同意不可更改，否则以作弊、伪造数据论处
说明：总分最低为零分。				

一~八项总得分：\_\_\_\_\_

九~十项总得分：\_\_\_\_\_

总得分：\_\_\_\_\_

阅卷裁判签字：\_\_\_\_\_

复核裁判签字：\_\_\_\_\_

现场裁判签字：\_\_\_\_\_

总裁判长签字：\_\_\_\_\_

附件 4:

## 分析报告单

### 一、化学分析报告单

#### 1. 盐酸标准滴定溶液的标定

测定次数 项目		1	2	3	4	备用
		基准物 称量	$m(\text{倾样前})/\text{g}$			
$m(\text{倾样后})/\text{g}$						
$m(\text{无水碳酸钠})/\text{g}$						
滴定管初读数/mL						
滴定管终读数/mL						
滴定消耗HCl的体积/mL						
体积校正值/mL						
溶液温度/°C						
温度补正值/mL/L						
溶液温度校正值/mL						
实际消耗 HCl 体积 $V/\text{mL}$						
空白 $V_0/\text{mL}$						
$c(\text{HCl})/\text{mol/L}$						
$\bar{c}(\text{HCl})/\text{mol/L}$						
相对极差%						

## 2. 混合碱（烧碱）含量的测定

项目		测定次数				备用
		1	2	3	4	
样品称量	m(倾样前)/g					
	m(倾样后)/g					
	m(混合碱)/g					
滴定管初读数/mL						
滴定管终读数 $V_1$ /mL						
滴定管终读数 $V$ /mL						
滴定消耗 HCl 的体积 $V_1$ /mL						
滴定消耗 HCl 的体积 $V_2$ /mL						
体积校正值/mL						
溶液温度/°C						
温度补正值/mL/L						
溶液温度校正值/mL						
实际消耗 HCl 的体积 $V_1$ /mL						
实际消耗 HCl 的体积 $V_2$ /mL						
$c(\text{HCl})/\text{mol/L}$						
$\omega(\text{NaOH})\%$						
$\bar{\omega}(\text{NaOH})\%$						
$\omega(\text{Na}_2\text{CO}_3)\%$						
$\bar{\omega}(\text{Na}_2\text{CO}_3)\%$						
相对极差 1%						
相对极差 2%						

## 数据处理计算过程

## 测定结果报告

试样名称		试样性状	
平行测定次数			
$\bar{\omega}$ (NaOH) %			
$\bar{\omega}$ (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ) %			
相对极差 1/%			
相对极差 2/%			

## 二、仪器分析报告单

(一)、比色皿配套性检验

$A_1=0.000$

$A_2=$  \_\_\_\_\_

(二)、未知试样的定量测量

1. 标准溶液的配制

标准贮备溶液浓度： \_\_\_\_\_ 标准溶液浓度： \_\_\_\_\_

稀释次数	吸取体积 ( mL )	稀释后体积 ( mL )	稀释倍数
1			
2			
3			
4			
5			

2. 标准曲线的绘制

测量波长： \_\_\_\_\_

溶液代号	吸取标液体积 ( mL )	$c$ ( $\mu$ g / mL )	A
0			
1			
2			
3			
4			
5			
6			



### 3. 被测液的配制

稀释次数	吸取体积 ( mL )	稀释后体积 ( mL )	稀释倍数
1			
2			
3			
4			
5			

### 4. 被测液含量的测定

平行测定次数	1	2	3
A			
查得的浓度 $c_x(\mu\text{g}/\text{mL})$			
原始试液浓度 $c_0(\mu\text{g}/\text{mL})$			
原始试液的平均浓度 $\bar{c}_0(\mu\text{g}/\text{mL})$			

计算公式：

计算过程：

定量分析结果：被测定的浓度为\_\_\_\_\_。