

第五届连云港技能状元大赛

化学检验员项目技术文件

第五届连云港技能状元大赛

2023 年 3 月

目 录

一、竞赛内容	2
二、竞赛命题及裁判	9
三、竞赛规则和注意事项	10
四、成绩评定	12
五、申诉与仲裁	13
六、其他	13

第五届连云港技能状元大赛

一、竞赛内容

本次化学检验竞赛内容依据国家《化学检验工》高级工（即国家职业资格三级）职业标准规定的应知、应会要求，竞赛分为理论知识、操作技能两部分。理论知识竞赛采用题库抽题，闭卷笔试方式进行；操作技能竞赛为化学检验实验操作，采用现场评判和综合阅卷方式进行。理论和技能均为百分制，分别占总成绩的20%和80%。

理论知识竞赛部分（时间为90分钟）

1. 试题内容

质量管理基础知识、实验室安全与环保和样品的制备及处理、化学实验基本操作、化学检验基础和误差及数据处理、化学分析、仪器分析等。

2. 命题方式

判断题（20%）、单选题（70%）、实操笔试题（10%）。

理论比赛将根据国家职业标准相应等级的理论要求，国家题库抽取与专家命题相结合。

3. 基础知识要求

- （1）标准的定义，标准的分类与分级，标准的代号与编号。
- （2）标准物质的定义，标准物质的分类。
- （3）化学试剂的级别、标志、标签颜色及选用，化学试剂的取用方法及注意事项等。
- （4）化学实验室用水的级别及选用
- （5）实验室常用仪器设备
一般玻璃仪器的名称、规格、主要用途、洗涤方法、选择和使用方法

及使用注意事项。

滴定管、容量瓶及吸管的常用规格、主要用途、洗涤方法、选择和使用方法、校准方法及使用注意事项。

台称、电子天平的基本构造、称量原理、性能指标、选择和使用方法、使用注意事项和日常维护常识。

实验室常用电气设备（如电炉、电热恒温水浴锅、马福炉、恒温干燥箱等）的选择和使用方法、使用注意事项和日常维护常识。

（6）高压气体钢瓶的使用

高压气体钢瓶的分类、标识及选用；高压气体钢瓶的存放及安全使用守则。

（7）化学实验操作基本知识

4. 专业知识要求

（1）误差和数理处理

误差的分类、产生的原因及减免方法；准确度和精密度的定义，误差和偏差的计算方法；数值修约规则及有效数字运算规则；实验原始记录、结果的表示方法及报告的规范书写。

（2）标准溶液

标准滴定溶液浓度的表示方法及计算，溶液浓度间的换算。

配制标准滴定溶液的一般规定（见 GB/T 601-2002），标准滴定溶液的配制和标定方法。

试剂溶液标签的书写，溶液的贮存方法及注意事项。

（3）化学分析基本知识

① 滴定分析基本知识

滴定反应的条件，滴定分析法相关术语，滴定方式及其应用，滴定分析结果的计算。

② 酸碱滴定法

酸碱平衡的相关计算；缓冲溶液的选用、配制及计算方法；酸碱指示剂的选用；酸碱滴定法基本原理，酸碱滴定可行性的判断；酸碱标准滴定溶液的制备及计算；酸碱滴定结果的计算；酸碱滴定法的应用。

③ 沉淀滴定法

沉淀滴定反应的条件；常用沉淀滴定方法的基本原理、终点指示方法、滴定条件及适用范围；沉淀滴定结果的计算。

④ 配位滴定法

EDTA 及其金属配合物的性质；配位滴定基本原理；酸度对配位滴定的影响；金属指示剂的作用原理和常用金属指示剂适用的条件；单一离子准确滴定的条件，滴定混合离子滴定酸度范围的选择，提高滴定选择性方法；配位滴定方式及应用，配位滴定结果的计算。

⑤ 氧化还原滴定法

电极电位和能斯特公式的应用；影响氧化还原反应方向因素；影响氧化还原反应速度的因素；高锰酸钾法、重铬酸钾法及碘量法滴定终点的指示方法；氧化还原滴定曲线的特点，氧化还原滴定突跃及其影响因素；高锰酸钾法、重铬酸钾法和碘量法的滴定原理、滴定条件、适用范围及结果计算；高锰酸钾法、重铬酸钾法和碘量法标准滴定溶液的制备方法。

⑥ 重量分析法

沉淀重量法和气化法原理；沉淀的类型，沉淀条件，沉淀重量法对称量形式和沉淀形式的要求，影响沉淀溶解度的因素，沉淀剂选择原则；影响沉淀纯度的因素；沉淀的过滤、洗涤及干燥方法；重量分析结果的计算；重量分析法的应用。

(4) 仪器分析基本知识

① 紫外-可见分光光度法

光的特性，物质对光选择吸收的条件；紫外-可见吸收光谱的特点，紫外吸收光谱的定性分析；紫外-可见分光光度计的分类、基本组成部分及作用，紫外-可见分光光度计的使用、调试和日常维护方法；显色剂的种类和选择原则，显色反应条件和光度测量条件的选择；光吸收定律及其应用，定量方法。

② 红外吸收光谱法

红外吸收光谱法的特点，红外吸收光谱产生的条件，分子振动方程及应用，分子的振动形式；常见官能团的特征吸收频率及影响因素；红外光谱法的应用等。

③ 原子吸收分光光度法

原子吸收分光光度法的特点和应用范围；峰值吸收的条件；原子吸收光谱仪的分类、结构及工作流程；仪器的使用、调试方法及日常维护；定量方法；标准溶液和试液的制备方法；测量条件的选择，干扰的消除方法；灵敏度、检出限和回收率。

④ 电位分析法

电位分析基本原理；指示电极和参比电极的构造、电极电位及使用方

法；直接电位法测定溶液 pH 的原理、方法及注意事项；标准缓冲溶液的制备；酸度计的使用方法；电位滴定装置的组成、电极的选择及终点的确定方法。

⑤ 气相色谱法

气相色谱法基本术语；气相色谱仪的工作流程和分离原理；气相色谱仪的主要组成部分、各部分的作用及工作条件的选择；气相色谱柱的种类、固定相的分类和选择方法；气相色谱仪检测器的种类、检测原理、性能指标和工作条件的选择；气相色谱操作条件的选择；提高气相色谱分离度的有效途径；气相色谱的定性和定量分析方法；气相色谱仪的使用、气相色谱数据处理机的使用。

⑥ 高效液相色谱法

高效液相色谱法的特点、分类及选用；高效液相色谱仪的流程、主要组成部分及其作用，常用检测器；流动相溶剂的处理方法；正、反相键合固定相色谱的分离原理，固定相的特点、类型及应用范围，常用的流动相，键合相色谱的应用。

实验操作竞赛部分（时间为 180 分钟）

《化学检验》操作技能竞赛—— KMnO_4 标准溶液的标定及过氧化氢含量的测定。

1. 仪器

电子分析天平(200g, 0.1mg), 1台;

封闭电炉或实验电炉, 1台;

酸式棕色或聚四氟乙烯旋塞棕色滴定管(50mL), 1支;

锥形瓶(250mL), 8只;

容量瓶(250mL), 3只;

移液管(25mL), 1支;

量筒(25mL), 1支;

玻璃烧杯(100mL), 4只;

玻璃棒, 1根;

标准温度计, 1根;

棕色玻璃滴瓶(含胶头滴管, 60mL), 1只。

2. 试剂

草酸钠, 基准试剂;

KMnO_4 标准溶液, $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1\text{mol/L}$;

H_2SO_4 溶液, 1+9;

H_2SO_4 溶液, 1+15;

过氧化氢样品溶液。

3. 实验操作

用减量法准确称取 2.1g (精确至 0.0002g) 于 105~110℃ 烘至恒重的基准草酸钠 (不得用去皮的方法, 否则称量为零分) 于 100mL 小烧杯中, 用 50mL 硫酸溶液 (1+9) 溶解, 定量转移至 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

用移液管准确量取 25.00mL 上述溶液放入 250mL 锥形瓶中，加 75mL 硫酸溶液 (1+9)，用配制好的高锰酸钾滴定，近终点时加热至 65℃，继续滴定到溶液呈浅粉色保持 30s。平行测定 3 次，同时做空白实验。

用减量法准确称取 1.9g 双氧水试样 (不得用去皮的方法，否则称量为零分)，精确至 0.0002g，置于已加有 100 mL H₂SO₄ (1+15) 溶液的锥形瓶中，用 c (1/5KMnO₄) = 0.1mol/L KMnO₄ 标准滴定溶液滴定至溶液呈浅粉色，保持 30s 不褪为终点。平行测定 3 次。

4. 结果计算

$$c\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right) = \frac{m(Na_2C_2O_4) \times \frac{25.00}{250.0} \times 1000}{[V(KMnO_4) - V_0] \times M\left(\frac{1}{2}Na_2C_2O_4\right)}$$

式中

c (1/5KMnO₄) — 1/5KMnO₄ 标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V (KMnO₄) — 滴定时消耗 KMnO₄ 标准滴定溶液的体积，mL；

m (Na₂C₂O₄) — 基准物 Na₂C₂O₄ 的质量，g ；

M (1/2Na₂C₂O₄) — 1/2Na₂C₂O₄ 摩尔质量，67.00g/mol。

$$w = \frac{c\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right) \times [V(KMnO_4) - V_0] \times M\left(\frac{1}{2}H_2O_2\right)}{m(\text{样品})}$$

式中

w (H₂O₂) — 过氧化氢的质量分数，g/Kg；

c (1/5KMnO₄) — 1/5KMnO₄ 标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V (KMnO₄) — 滴定时消耗 KMnO₄ 标准滴定溶液的体积，mL；

m (样品) — H_2O_2 试样的质量, g;

M ($1/2\text{H}_2\text{O}_2$) — $1/2\text{H}_2\text{O}_2$ 的摩尔质量, 17.01g/mol。

注意事项:

- ①所有原始数据必须请裁判复查确认后才有效, 否则考核成绩为零分。
- ②所有容量瓶稀释至刻度后必须请裁判复查确认后方可进行摇匀。
- ③记录原始数据时, 不允许在报告单上计算, 待所有的操作完毕后才允许计算。

5. 操作技能基本要求

- ①能正确洗涤玻璃仪器, 器壁不挂水珠。
- ②能根据滴定剂性质合理选用滴定管, 正确进行滴定管的检查、试漏、涂油等操作 (可在竞赛计时之前完成)。
- ③能正确进行滴定管的装液、赶气泡、读数及滴定操作, 合理控制滴定速度, 掌握近终点时 $1/2$ 滴或 $1/4$ 滴溶液加入技术。
- ④能正确判断滴定终点。
- ⑤能用电子天平准确称取规定质量的物质 (不得使用去皮的方法称量)。能正确使用干燥器、称量瓶等。
- ⑥能正确进行基准物质的溶解、定量转移、稀释及摇匀等操作。
- ⑦能正确填写操作考核报告单、数据记录、结果计算和有效数字的保留, 标定结果的精密度和准确度达到规定要求。
- ⑧能安全进行各项操作, 保持台面整洁, 注意环境保护。

二、竞赛命题及裁判

(一) 竞赛命题

1. 理论知识竞赛命题

由大赛组委会负责建立题库，竞赛前从题库抽题组卷，作为正式竞赛试题。

2. 操作技能竞赛命题

操作技能竞赛试题见本技术文件中的竞赛内容及要求。

(二) 裁判

聘请具有中高级职称、高级考评员证书的本专业专家担任裁判员，大赛裁判工作按照公平、公正、客观的原则进行。

三、竞赛规则和注意事项

(一) 竞赛规则

1. 理论考试赛场

(1) 考生须在开考前 15 分钟凭身份证和参赛证进场，对号入座。入座后将证件放在桌面右上角位置，以便查对。

(2) 迟到 30 分钟不得入场，开考 30 分钟后方可交卷。

(3) 考生考试时除带必要的文具(如钢笔、圆珠笔、2B 铅笔、橡皮等)外，任何书籍资料、电子通讯设备等不准带入场。

(4) 考生答题一律用蓝(黑)色钢笔或圆珠笔书写，字迹要工整、清楚。不得用铅笔、红色的钢笔、红色的圆珠笔书写，不得把答案书写在草稿纸上或试卷装订线以外，不得在考卷上做任何标记，违者一律不给分。

(5) 考生如遇试题错误和字迹模糊，可举手向监考人员询问，但不得涉及试题内容。

(6) 考生进入考场后，要关闭所有通讯工具，保持考场安静，不准吸烟。交卷后立即离开考场，不得在考场附近逗留、谈论。

(7) 考核结束铃声一响，考生应立即停止答卷，不准将试卷及其草稿带出考场。

(8) 考生必须严格遵守考场纪律，考试时不准交头接耳，不准偷看他人答案，不准传递、夹带、换卷。对于违反纪律和舞弊者，视其情节轻重，分别给予批评教育、试卷作废、取消考试资格等处理。

(9) 考试结束，监考人员要整理试卷，清理考场，并认真填写考场记录，连同试卷交督考人员密封。

(10) 除监考人员、巡视人员外，未经批准，其他人员一律不得进入考场。

2. 操作技能考试赛场

(1) 选手竞赛顺序按照选手编号的单双号由抽签决定。

(2) 每批次选手比赛前 30 分钟，凭参赛证、身份证在检录处检录。由竞赛现场裁判组织参赛选手抽取赛位号，并由各参赛选手对抽取的赛位号签字确认，用参赛证、身份证换取抽取的赛位号，进入赛场对号入座，进行竞赛前的各项准备工作。竞赛裁判负责核对并记录参赛选手抽取的赛位号。提前 5 分钟选手进场，检查和准备仪器时间 3 分钟。迟到 15 分钟者不得参加比赛。

(3) 参赛选手应严格遵守赛场纪律，操作技能竞赛除携带竞赛必备的用具外，不得带入任何技术资料 and 工具书。所有通讯、照相、摄像工具一律不得带入竞赛现场。

(4) 竞赛用的滴定管（必须作绝对校正，并带校正曲线）、移液管、容量瓶（与配套用的移液管作相对校正，并做标记）等玻璃仪器均可由参

赛选手自带，如需赛点提供，必须提前 7 天与赛点负责人联系，否则按自带处理。竞赛从蒸馏水试漏、润洗开始进行考核。凡是使用赛场提供的玻璃器皿的选手，在比赛计时前由本人洗涤完毕，洗涤时间不超过 3 分钟（含在设备检查和准备时间内）。

(5) 参赛选手在竞赛过程中，如遇问题需举手向裁判员提问；选手之间互相询问按作弊处理。选手在竞赛过程中不得擅自离开赛场，如有特殊情况，需经裁判员同意后作特殊处理。竞赛过程中，选手若需休息、饮水或去洗手间，一律计算在操作时间内。

(6) 选手必须在所有实验操作完成之后，方可进行数据处理。

(7) 如果选手提前结束竞赛，应举手向裁判员示意，并提交所有竞赛资料，由裁判员记录结束时间。

(8) 竞赛结束前 10 分钟，由主裁判提示。竞赛时间一到，各参赛选手必须立即停止操作，并提交所有竞赛资料。经竞赛裁判员许可后，参赛选手方可离开竞赛场地。

(二) 注意事项

1. 各类赛务人员必须统一佩戴由大赛组委会印制的相应证件，着装整齐。

2. 各赛场除现场裁判员、赛场配备的工作人员外，其他人员未经赛点领导小组允许不得进入赛场。

四、成绩评定

1. 理论知识成绩由评分裁判员根据评分标准统一阅卷、评分。按满分 100 分计，理论知识成绩占总成绩的 20%。

2. 操作技能成绩占总成绩的 80%，操作技能成绩由现场操作规范、标定和测定结果及报告单完成情况三部分组成。其中操作规范成绩根据选手现场实际操作表现，按照评分标准，依据现场裁判的赛场纪录，由现场裁判组集体进行客观评分（详见附件 1-2）。

3. 参赛选手的最终名次依据理论知识成绩和操作技能成绩按比例计算累加的总成绩排定。当出现成绩相同时，计算小分分出名次。计算小分顺序为：先比较操作技能成绩，以成绩高者名次在前；若还不能分出先后，再比较操作技能完成时间，先完成者在前；若仍不能分出先后，取相同名次。

五、申诉与仲裁

1. 参赛选手对赛场提供的不符合竞赛规定的设备、实验材料，对有失公正的检测、评判，以及工作人员的违规行为等，均可有序地提出申诉。

2. 选手申诉限以书面形式向大赛仲裁委员会提出。仲裁委员会要认真负责地受理选手申诉，并将处理意见通知当事人。

3. 仲裁委员会的裁决为最终裁决，参赛选手不得因申诉或对处理意见不服而停止竞赛，否则按弃权处理。

六、其他

1. 参赛选手及相关工作人员，食宿自行安排，费用自理。

2. 本技术文件的最终解释权归大赛组织委员会。

项目	考核内容	分值	扣分说明	考核记录	扣分	得分
(三) 容量瓶和 移液管使 用二 (3分)	移液管移取试液操作	1	①插入溶液前管尖外壁擦拭			
			②移液操作			
			③移液管插入溶液深度 1-2cm			
			每错一项扣 0.5 分，扣完为止			
	移液管液面调节操作	1	①调节液面前管尖外壁擦拭			
			②移液管垂直			
			③液面准确			
			④液面不重调			
	每错一项扣 0.5 分，扣完为止					
	移液管放液操作	1	①放液方法(移液管垂直,靠壁)			
②放液结束停留时间						
每错一项扣 0.5 分，扣完为止						
试液重吸		重吸 1 次扣 1 分				
(四) 滴定 操作 (12分)	滴定管润洗方法	1	①溶液润洗方法			
			②润洗次数			
			每错一项扣 0.5 分，扣完为止			
	滴定管装液方法	2	①摇匀溶液			
			②直接装入滴定管			
			③不淋到滴定管外			
			④管尖无气泡			
	每错一项扣 0.5 分，扣完为止					
	零点调节	1	①零点调节正确			
			②管尖残液处理正确			
每错一项扣 0.5 分，扣完为止						
滴定操作	2	①滴定速度适当				
		②半滴操作到达终点				
每错一项扣 1 分，扣完为止						
滴定终点	4	①标定终点判断正确（浅粉色）				
		②测定终点判断正确（浅粉色）				
每错一个扣 1 分，扣完为止						
读数	2	①停留 30 秒读数				
		②读数正确				
每错一个扣 1 分，扣完为止						
实验重做		重做 1 次扣 6 分				
(五) 数据 记录 (2分)	原始数据记录	2	①数据直接填在报告单上			
②数据记录及时						
③正确进行滴定管体积校正						
每错一个扣 1 分，扣完为止						

考位号 考核时间 2023 年 月 日 时 分
 装订线.....○...装订线...○.....○...装订线...○.....○...装订线...○.....装订线

项目	考核内容	分值	扣分说明	扣分	得分	
(六) 文明 操作 (2分)	物品摆放 仪器洗涤 “三废”处理	2	①台面及时清洁			
			②废纸/废液不乱扔乱倒			
			③仪器、试剂归位			
	仪器损坏		每错一项扣 0.5 分			
			损坏 1 个仪器扣 2 分			
(七) 完成时间	完成时间		(180 分钟) 不延时, 提前完成不加分 完成时间: _____ 分钟			
(八) 报告 与 数据 处理 (8分)	报告	4	①不空项			
			②单位齐全、正确			
			③有效数字位数正确			
			④报告整洁、不修改			
				每错一个扣 0.5 分, 每一项最多扣 2 分。涂改原始数据竞赛成绩为零, 涂改非原始数据一个扣 2 分。		
	结果计算	4	①计算公式正确			
②溶液温度校准值正确						
③计算结果正确						
			每错一个扣 1 分, 扣完为止			
(九) 标定 结果 评价 (30分)	精密度	15	$\leq 0.1\%$	0		
			$> 0.1\% \sim \leq 0.2\%$	3		
			$> 0.2\% \sim \leq 0.3\%$	6		
			$> 0.3\% \sim \leq 0.4\%$	9		
			$> 0.4\% \sim \leq 0.5\%$	12		
			$> 0.5\%$	15		
	准确度	15	$\leq 0.1\%$	0		
			$> 0.1\% \sim \leq 0.2\%$	3		
			$> 0.2\% \sim \leq 0.3\%$	6		
			$> 0.3\% \sim \leq 0.4\%$	9		
			$> 0.4\% \sim \leq 0.5\%$	12		
			$> 0.5\%$	15		
(十) 测定 结果 评价 (30分)	精密度	15	$\leq 0.1\%$	0		
			$> 0.1\% \sim \leq 0.2\%$	3		
			$> 0.2\% \sim \leq 0.3\%$	6		
			$> 0.3\% \sim \leq 0.4\%$	9		
			$> 0.4\% \sim \leq 0.5\%$	12		
			$> 0.5\%$	15		
	准确度	15	$\leq 0.1\%$	0		
			$> 0.1\% \sim \leq 0.2\%$	3		
			$> 0.2\% \sim \leq 0.3\%$	6		
			$> 0.3\% \sim \leq 0.4\%$	9		
			$> 0.4\% \sim \leq 0.5\%$	12		
			$> 0.5\%$	15		
	总分	100				

现场裁判签名: _____ 阅卷裁判签名: _____ 复核裁判签名: _____

第五届连云港技能状元大赛化学检验项目

实验操作竞赛报告单

一、 KMnO_4 标准滴定溶液的标定

序号		1	2	3	备用
基准物称量	m 倾样前/g				
	m 倾样后/g				
	$m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ /g				
基准物定容体积/mL					
基准物移取体积/mL					
V (初) /mL					
V (终) /mL					
V (消耗) /mL					
V (体校) /mL					
溶液温度/ $^{\circ}\text{C}$					
温度补正值					
V (温校) /mL					
V (实际) /mL					
V (空白) /mL					
$c(1/5\text{KMnO}_4)$ / (mol/L)					
$\bar{c}(1/5\text{KMnO}_4)$ / (mol/L)					
极差/平均值 (%)					

二、标定结果的计算

$$c\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right) = \frac{m(Na_2C_2O_4) \times \frac{25.00}{250.0} \times 1000}{[V(KMnO_4) - V_0] \times M\left(\frac{1}{2}Na_2C_2O_4\right)} \quad \text{单位: mol/l}$$

$$M\left(\frac{1}{2}Na_2C_2O_4\right) = 67.00 \text{ g/mol}$$

$$c_1 =$$

$$c_2 =$$

$$c_3 =$$

$$\text{平均值: } \bar{c}\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right) =$$

$$\text{精密度: } \frac{\text{极差}}{\text{平均值}} \times 100\%$$

考位号

竞赛时间 2023 年 月 日 时 分

装订线·····○·····○·····装订线·····○·····○·····装订线·····○·····○·····装订线·····○·····装订线

三、过氧化氢含量的测定

序号		1	2	3	备用
样品称量	m 倾样前/g				
	m 倾样后/g				
	m (试样)/g				
V (初)/mL					
V (终)/mL					
V (消耗)/mL					
V (体校)/mL					
溶液温度/°C					
温度补正值					
V (温校)/mL					
V (实际)/mL					
V (空白)/mL					
$c(1/5\text{KMnO}_4) / (\text{mol/L})$					
$w(\text{H}_2\text{O}_2) / (\text{g/Kg})$					
$\bar{w}(\text{H}_2\text{O}_2) / (\text{g/Kg})$					
极差/平均值 (%)					

四、测定结果的计算

$$w = \frac{c(\frac{1}{5} KMnO_4) \times [V(KMnO_4) - V_0] \times M(\frac{1}{2} H_2O_2)}{m(\text{样品})} \quad \text{单位: g/kg}$$

$M(\frac{1}{2} H_2O_2) = 17.01 \text{ g/mol}$

$w_1 =$

$w_2 =$

$w_3 =$

平均值: $\bar{w}(H_2O_2) =$

精密度: $\frac{\text{极差}}{\text{平均值}} \times 100\%$

五、竞赛结束时间: _____ 裁判员签字: _____、_____