

中国能源化学地质工会全国委员会

关于印发首届化工和医药行业化学分析工职业 技能竞赛决赛技术文件的通知

各省、自治区、直辖市能源化学地质系统产业工会（医药工会），
相关企事业单位工会（工委）：

首届化工和医药行业化学分析工职业技能竞赛开展以来，各参赛单位在预赛、选拔赛的组织实施过程中，围绕《首届化工和医药行业化学分析工职业技能竞赛技术方案》，针对操作细节和评判标准发现了一些问题并提出了相应解决办法。

竞赛技术委员会根据这些意见和建议，对《首届化工和医药行业化学分析工职业技能竞赛技术方案》进行了修订。为确保首届化工和医药行业化学分析工职业技能竞赛决赛规范有序开展，现印发首届化工和医药行业化学分析工职业技能竞赛决赛技术文件（见附件），请遵照执行。

联系人：王洁

联系电话：010-68591706

附件：首届化工和医药行业化学分析工职业技能竞赛决赛技术
文件

首届化工和医药行业化学分析工职业技能竞赛组委会
(中国能源化学地质工会全国委员会代章)

2025年10月24日

附件

首届化工和医药行业化学分析工职业技能竞赛 决赛技术文件

根据竞赛相关要求，现制定以下竞赛技术文件：

第一部分：竞赛规则

此次竞赛决赛分为理论知识竞赛和技能操作竞赛两个阶段。

一、理论知识竞赛

（一）考核内容

理论知识竞赛试卷满分为 100 分，按 30% 计入总成绩。主要涉及与化学分析工实际工作紧密相关的理论知识，其中取样、误差、与数据处理、化学分析、仪器分析等基础知识部分约占 80%；无机化学、有机化学、工艺、安全、环保、质量控制等相关知识部分约占 20%。

（二）考核题型

题型为判断题、单选题、多选题、计算题四种。

题量及其分值分配如下：

序号	题型	题量(题)	分值(分/题)	分值小计(分)
1	判断题	40	0.5	20
2	单选题	60	0.5	30
3	多选题	30	1	30
4	计算题(结果填空)	4	5	20
总 分				100

（三）考试时间

120分钟。

（四）理论知识竞赛参考书

- 1.《化验员读本》第5版上/下册,化学工业出版社,2016/2017;
- 2.《化验员习题集》第3版,化学工业出版社,2021;
- 3.《化学检验工》(高级)第2版,国家职业资格培训教材,机械工业出版社,2013;
- 4.《中华人民共和国环境保护法》(2014年修订);
- 5.《中华人民共和国安全生产法》(2021年修订)。

二、技能操作竞赛

（一）考核内容

技能操作竞赛满分为100分,按70%计入总成绩。主要包括化学分析、色谱分析、分光光度分析、安全隐患排查四方面的内容。

（二）考核项目及其分值分配

项目	内容	比例	考核时间	考核形式	考核要求
1	化学分析	40%	90分钟	实际操作	见评分标准
2	色谱分析	25%	60分钟		
3	分光光度分析	25%	60分钟		
4	安全隐患排查	10%	8分钟	现场观察	

第二部分：竞赛操作规程

一、化学分析—水中钙含量测定

(一) 主要操作过程

称量并配制标准溶液；

用标准溶液标定 EDTA 溶液浓度；

未知样品的测定。

(二) 主要考察项目

理论知识：配位滴定分析理论应用能力。

实验操作：物质的称量，溶液的配制和转移，配位滴定。

实验器具的使用：分析天平、容量瓶、烧杯、玻璃棒、锥形瓶、移液管 / 吸量管、滴定管、滴瓶、试剂瓶、量筒、小药匙等。

原始记录：及时性、真实性、准确性，最终结果保留 4 位有效数字。

实验结果：EDTA 溶液浓度标定的精密度，未知样品浓度测定的准确度。

定置管理。

(三) 操作方法

仅提供主要步骤，细节自行考虑。

1. 钙标准溶液的配制。

称取两份 0.48~0.52 g 碳酸钙（精确至 0.1 mg，基准试剂，已在 150 °C 下干燥至恒重）分别置于两个 250 mL 烧杯（配表面皿）中，用少量水湿润。加适量 1 + 1（体积比）盐酸溶液使之完全溶解，并转移至两个 250 mL 容量瓶内，定容摇匀。

2. EDTA 标准滴定溶液的标定。

准确移取上述两份钙标准溶液各 25.00 mL 于两个 250 mL 锥形瓶内，分别加入约 30 mL 蒸馏水、2 mL 20% NaOH 溶液，摇匀。再加入 0.05 g 钙指示剂粉末（1 g 钙指示剂与 100 g 优级纯氯化钠研磨均匀），摇匀后，用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为蓝色为终点。每份钙标准溶液标定一次。

3. 未知样品中钙含量的测定。

移取未知样品 25.00 mL 于 250 mL 锥形瓶中，用与标定 EDTA 标准滴定溶液相同的方法平行测定两次。

4. 计算。

4.1 EDTA 标准滴定溶液浓度的计算：

$$c_{\text{EDTA}} = \frac{\frac{m}{M} \times \frac{V_2}{V_1} \times 1000}{V_3}$$

式中： m —碳酸钙的质量，单位为 g；

M —碳酸钙的摩尔质量，单位为 g/mol ($M_{\text{r,CaCO}_3} = 100.09$)；

V_1 —配制钙标准溶液的体积，单位为 mL；

V_2 —移取钙标准溶液的体积，单位为 mL；

V_3 —消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为 mL。

4.2 样品中钙含量的计算：

$$\rho_{\text{Ca}} = \frac{c_{\text{EDTA}} \times V_5 \times 40.08}{V_4} \times 1000$$

式中： ρ_{Ca} —样品中的钙含量，单位为 mg/L；

c_{EDTA} —EDTA 标准滴定溶液的浓度, 单位为 mol/L;

V_4 —未知样品实际量, 单位为 mL;

V_5 —滴定样品消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为 mL。

5. 实验时间以裁判宣布操作开始为起点, 整理好台面、上交试验结果为终点计算。

6. 准确度考核以最终结果的平均值与参考值之差计算, 精密度考核以两份 EDTA 溶液标定结果的极差计算。

二、色谱分析—内标法测定样品中的乙酸乙酯含量

(一) 主要操作过程

仪器工作状态的检查;

样品的配制;

样品的分析;

分析结果的处理;

未知样品含量的测定。

(二) 主要考察项目

理论知识: 色谱工作站操作参数的意义和影响, 内标法的原理。

实验操作: 气相色谱仪的使用, 工作站的使用, 液体样品的转移和称量, 液体样品进样技术等。

实验器具的使用: 色谱仪、工作站、注射器、微量注射器, 分析天平等。

原始记录: 及时性、真实性、准确性。

实验结果: 液体样品进样的精密度, 测定结果的准确度。

定置管理。

实验条件：气化室温度 200 °C、柱流量 1.5 mL/min（毫升/分钟）、检测器（FID）温度 250 °C，直接调用预设方法，自行确认操作参数。

（三）操作方法

1. 检查色谱仪的工作状态并填写相应原始数据记录表。查看实验必需的器皿、试剂等是否齐全。

乙醇样品：溶剂为乙醇，其中乙酸乙酯的含量约为 2%（考前由组委会提供具体数值）。

内标物：乙酸丙酯（分析纯）。

仪器和器皿：分析天平，10 mL 医用注射器，1 mL 微量注射器，10 μL 微量注射器，10 mL 螺旋盖带橡胶垫样品瓶等。

2. 样品配制。

2.1 称取乙醇样品 5 mL 和相适应量的内标物 100 μL 乙酸丙酯于 10 mL 融旋盖带橡胶垫样品瓶中，准确至 0.1 mg，混匀。及时记录相应称量数据至数据记录表。

2.2 称取未知样品 5 mL 和相适应量的内标物 100 μL 乙酸丙酯于 10 mL 融旋盖带橡胶垫样品瓶中，准确至 0.1 mg，混匀。及时记录相应称量数据至数据记录表。

3. 建立文件夹。

3.1 电脑屏幕左侧找到比赛方法“大赛”。鼠标右键点击“大赛”→“新建组”（组名称为选手的参赛证号），工作站自动生成相应文件夹。

3.2 鼠标右键点击新建好的组→点击“设置当前组”。

3.3 进样前选中“样品批号”栏并输入当前样品名称（校正因子分析以 A001\A002\A003，样品以 B001\B002 命名），单击“设置”确定。工作站的此文件夹内若无相应数据，此项操作按无结果处理。

4. 进样分析。

4.1 相对校正因子的测定：用 $10 \mu\text{L}$ 注射器取 2.1 中配制的样品 $0.4 \mu\text{L}$ 注入色谱仪进行分析，在规定的操作条件下重复测定 3 次，每次分析时间 5 分钟，仪器自动停止分析，不得自行中止样品分析进程。记录色谱数据（出峰时间及峰面积）。

4.2 未知样品的测定：用 $10 \mu\text{L}$ 注射器取 2.2 中配制的未知样品 $0.4 \mu\text{L}$ 注入色谱仪进行分析，在规定的操作条件下重复测定 2 次，每次分析时间 5 分钟，仪器自动停止分析，不得自行中止样品分析进程。记录色谱数据（谱图号及峰面积）。

5. 以自己参赛证号命名的文件夹中，应该保存有所有分析谱图数据和最终数据处理应用的方法数据，供裁判检查评分。

6. 实验数据原始记录应及时准确，字迹清晰工整，没有涂改。注：若发生返工进样，谱图文件存储时顺延编号。

7. 整理实验台并上交裁判员结果。

8. 实验时间以裁判宣布操作开始为起点，整理好台面、上交试验结果为终点计算。

9. 精密度考核以 4.1 中 3 次测定结果中乙酸乙酯峰面积的相对标准偏差计算，准确度考核以 4.2 中未知样品最终结果的平均

值与本场参赛选手结果的中位值（已剔除异常值）之差计算。

三、分光光度分析—邻菲罗啉分光光度法测定水中痕量铁

（一）主要操作过程

仪器和试剂的检查；

标准溶液系列的配制；

最大吸收波长的确定；

工作曲线法定量未知样。

（二）主要考察项目

理论知识：分光光度法的原理、吸收光谱、吸收定律、工作曲线法等。

实验操作：溶液的配制、分光光度计的使用、比色皿的使用、工作曲线法的应用等。

实验器具的使用：分光光度计、移液管、容量瓶、量筒、比色皿等。

原始记录：及时性、真实性、准确性。

实验结果：平行测定的精密度和结果的准确度。

定置管理。

（三）操作方法

1. 检查仪器是否开启，检查样品室的状态。查看实验必需的器皿、试剂是否齐全。

2. 校准曲线的制作。

2.1 移取 10.00 mL 铁标准溶液（100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）于 50 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸羟胺溶液（10%），混匀，放置 2 分

钟，用水定容摇匀。该溶液含铁 $20.0 \mu\text{g/mL}$ 。

2.2 取 6 只 50 mL 容量瓶，分别加入铁标准溶液 ($20.0 \mu\text{g/mL}$) 0、1.00、2.00、3.00、4.00 和 5.00 mL，再各加入 3.0 mL 1,10-二氮菲溶液 (0.1%，邻菲罗啉) 和 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH 4.5)，定容摇匀。

2.3 调用“光谱扫描”，选择相应方法，用 1 cm 比色皿，确定最大吸收波长 λ_{max} ，测试并记录 2.2 中配制的系列标准溶液在 λ_{max} 处的吸光度。注：寻峰和阈值均设置为“0”。

3. 未知水样中铁的测定。

移取 5.00 mL 未知水样于 100 mL 容量瓶中，加入 1 mL (1+3) 盐酸溶液，用水定容。移取上述稀释后的水样 10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中，加入 0.5 mL (1+3) 盐酸溶液和 1 mL 盐酸羟胺溶液，混匀，放置 2 分钟后，加入 3.0 mL 邻菲罗啉溶液和 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH 4.5)，用水定容。以自己参赛证号命名建立方法，在 λ_{max} 处测量并记录吸光度，再做一份平行测定后，生成报告，导出数据。

4. 实验时间以裁判宣布操作开始为起点，整理好台面、上交试验结果为终点计算。

5. 准确度考核以最终结果的平均值与参考值之间的相对误差计算，精密度考核以平行测定的两份结果的相对极差计算。

四、安全隐患排查

布置一间分析实验室，设计可以发现的共 10 处安全隐患或不规范之处，请参赛选手进入实验室后，在 8 分钟内尽可能发现

并记录隐患所在。

五、技能操作竞赛拟选用仪器设备及试剂规格型号表

技能操作项目	仪器或试剂	生产厂家	规格型号
化学分析	碳酸钙	国药集团	基准试剂
	滴定管	国药集团	50mL, A类, 蓝背线, 四氟旋塞
	钙指示剂	国药集团	25g, AR级
色谱分析	气相色谱仪	福立仪器(国产)	F80
分光光度分析	分光光度计	普析通用(国产)	T600
	1,10-二氮菲	国药集团	5g

六、技能操作竞赛规程评分标准

(一) 化学分析—水中钙含量测定的评分标准

考察项目	评分标准
操作规范 (10分)	正确使用劳动防护用品。
	正确使用天平：确认水平、关门读数、称量范围合规、避免样品洒落，称取过程避免频繁加药（每份<3次）和已称药品废弃重称。
	规范取用试剂：标签向手心、瓶塞倒置放置。
	规范使用玻璃仪器：容量瓶适时混匀、移液管/滴定管充分润洗、放液沿壁流下、避免吸耳球吹入液体、滴定管调零、滴定避免水线、避免损坏仪器。
	溶液转移完全：溶解、转移彻底、移液做到“两靠”。
	终点操作规范：半滴靠壁、冲洗，确保读数准确。

	<p>读数规范：等待 15s、视线正确、避免错误 (>0.05mL 为严重错误)。</p> <p>结束整理、处置规范。</p> <p>严禁返工：严禁因自身原因导致返工。</p> <p>其他违反规范的操作不仅限于上述所列。</p>
原始数据 记录与卷 面 (5 分)	<p>数据记录及时、完整。</p> <p>卷面清晰整洁。</p> <p>有效数字正确。</p> <p>经确认后的划改 (划改处需清晰可辨原数据) 不超过 1 次。</p>
精密度 (35 分)	<p>根据两份 EDTA 标定结果的极差 (最大值-最小值) 梯度评分。</p> <p>评分原则：极差越小，得分越高。</p> <p>示例：极差 $\leq 0.000010 \text{ mol/L}$ 不扣分；极差 $> 0.000100 \text{ mol/L}$ 不得分。</p>
准确度 (40 分)	<p>根据最终钙含量测定结果与参考值的绝对误差梯度评分。</p> <p>评分原则：绝对误差越小，得分越高。</p> <p>注：参考值赛前确定 (示例：绝对误差 $\leq 0.5 \text{ mg/L}$ 不扣分；绝对误差 $> 5.0 \text{ mg/L}$ 不得分)。</p>
操作时间 (10 分)	<p>实验在 60 分钟内完成，不扣分。</p> <p>超过 60 分钟未完成的，每超时 3 分钟扣 1 分，不足 3 分钟按 3 分钟计。</p> <p>90 分钟截止时仍未上交结果的，整个化学分析部分得 0 分。</p>

严重违规 (直接判定化学分析部分为 0 分)	
1	卷面出现涂改或未经裁判确认的划改。
2	出现数据转抄 (如第二次滴定结束但第一次数据仍未及时记录)。
3	伪造数据。
4	裁判认定的其他严重违背科学精神和竞赛规则的行为。

(二) 色谱分析—内标法测定样品中乙酸乙酯含量的评分标准

考察项目	评分标准
操作规范 (25 分)	正确使用劳动防护用品。
	检查实验所用仪器情况 (含实验条件)，及时填写仪器使用记录。
	样品配制规范：正确使用天平，如确认水平、关门读数、润洗取样器、避免样品滴漏洒落，称取过程避免徒手操作，严禁未经允许的返工称量。
	样品测量规范：确认仪器就绪再进样、注意实验用器具的正确使用、实验按规程停止分析。
	结束整理、处置规范。
	严禁人为损坏器具和未经允许的返工进样。
	其他违反规范的操作不仅限于上述所列。
原始数据 记录与卷 面 (5 分)	数据记录及时、完整。
	卷面清晰整洁。

	经确认后的划改，每处扣 0.5 分，总扣分不超过 2 分。
工作站的正确使用 (10 分)	<p>正确创建以参赛证号命名的文件夹。</p> <p>保存完整的谱图及结果文件。</p>
精密度 (20 分)	<p>根据 3 次测定的乙酸乙酯峰面积的相对标准偏差梯度评分。</p> <p>评分原则：相对标准偏差越小，得分越高。</p> <p>注：根据实际情况由裁判组确定具体的相对标准偏差梯度。 (示例：相对标准偏差\leq1.0%不扣分，每超过 0.5%扣 4 分)。</p>
准确度 (30 分)	<p>根据最终结果的平均值与本场参赛选手结果的中位值（已剔除异常值）之差评分。</p> <p>评分原则：误差越小，得分越高。</p> <p>示例：测定结果与中位值的误差\leq0.03%不扣分，每超过 0.01%扣 4 分。</p>
操作时间 (10 分)	<p>实验在 40 分钟内完成，不扣分。</p> <p>超过 40 分钟未完成的，每超时 1 分钟扣 1 分，不足 1 分钟按 1 分钟计。上限扣 10 分。</p> <p>60 分钟截止时仍未上交结果的，整个色谱分析部分得 0 分。</p>
严重违规 (直接判定色谱分析部分为 0 分)	
1	卷面出现涂改或未经裁判确认的划改。
2	擅自修改色谱方法参数，没有保存谱图。
3	伪造数据。
4	裁判认定的其他严重违背科学精神和竞赛规则的行为。

(三) 分光光度分析—邻菲罗啉分光光度法测定水中痕量铁的评分标准

考察项目	评分标准
操作规范 (35分)	正确使用劳动防护用品。
	样品配制规范：正确规范使用移液器具，移取量准确，避免样品滴漏洒落，充分润洗所用器具（不少于3次），规范使用定容器具，确保定容准确无误。严禁重新制样。
	规范取用试剂：标签向手心、瓶塞倒置放置。
	样品测量规范：正确规范使用比色皿，如充分清洗或置换比色皿（至少2次）、及时处理外壁残留液体、比色皿中样品量适当。正确规范使用分光光度计，根据测试项目正确设置测量方式或参数，选用适合的样品进行光谱扫描，确保最大吸收波长在合理的范围内，避免样品滴漏洒落。
	结束整理、处置规范。
	严禁人为损坏器具。
	其他违反规范的操作不仅限于上述所列。
原始数据 记录与卷 面 (5分)	数据记录及时、完整，有效数字正确，导出数据准确。
	卷面清晰整洁。
	经确认后的划改，每处扣0.5分，总扣分不超过2分。
标准曲线 质量 (10分)	根据线性相关系数R评分。
	评分原则：R越大，得分越高。
	示例：R≥0.9999不扣分；R<0.9990不得分。

精密度 (20分)	根据两份平行测定结果的相对极差梯度评分。
	评分原则：相对极差越小，得分越高。
	示例：相对极差 $\leq 0.5\%$ 不扣分，相对极差 $> 1.5\%$ 不得分。
准确度 (20分)	根据最终测定结果的平均值与参考值的相对误差梯度评分。
	评分原则：相对误差越小，得分越高。
	注：参考值赛前确定(示例：误差 $\leq 0.2\%$ 不扣分，误差 $> 0.8\%$ 不得分)。
操作时间 (10分)	实验完成时间在45分钟内，不扣分。
	超过45分钟未完成的，每超时1分钟扣1分，不足1分钟按1分钟计，上限扣10分。
	60分钟截止时仍未上交结果的，整个分光光度分析部分得0分。
严重违规 (直接判定分光光度分析部分为0分)	
1	卷面出现涂改或未经裁判确认的划改。
2	伪造数据(含没有测量直接使用关键波长参数)。
3	因人为操作失误造成仪器受损。
4	裁判认定的其他严重违背科学精神和竞赛规则的行为。

(四) 安全隐患排查的评分标准

每找对1处隐患得1分，没有找到不得分也不扣分，找错的不得分且扣1分。