附件 1

2022 年全国行业职业技能竞赛
——“紫金杯”第十一届
全国黄金行业职业技能竞赛

化学检验工
技术文件

（贵金属检验检测方向）

2022 年全国行业职业技能竞赛

“紫金杯”第十一届全国黄金行业职业技能竞赛组委会

2022 年 9 月

目录

一、竞赛说明 3
二、理论知识考试 3
三、实际操作考核 4
（一）项目一：定时定量称量 4
（二）项目二：碘量法检测金精矿中铜含量 6
四、理论知识考试纪律 10
五、实际操作考核规则 11
（一）赛场纪律 11
（二）实际操作考核评分标准 12
六、安全规则 14
七、实际操作考核设施 14
八、其他 15

一、竞赛说明

（一）本次竞赛以《化学检验工—国家职业标准》为依据，按照其中对高级工及技师理论知识、技能操作要求并结合黄金生产企业的实际情况命题。为突显行业特点，本届黄金行业职业技能竞赛化学检验工（贵金属检验检测方向）实操竞赛内容的设置将与黄金矿产品和相关物料的分析有关。

（二）本次竞赛总成绩由理论知识考试成绩和实际操作考核成绩两部分组成，理论知识考试成绩占30%，实际操作考核成绩占70%。参赛选手的最终名次依据理论知识与实际操作两项成绩的累加成绩排定，当出现成绩相同时，以实际操作成绩高者名次在前；若最终成绩还相同时，以操作时间短者名次在前。

内容	项目	限时（分钟）	配分（分）	计分比例（%）	成绩计算（分）
理论知识	理论知识	120	100	30	30
实操项目	1.定时定量称量	10	100	14	14
	2.碘量法检测金精矿中铜含量	150	100	56	56
合计		280		100	100

二、理论知识考试

理论知识考试内容由行业专家根据国家职业技能标准、结合企业生产实际命制。

（一）考试时间：120分钟。

（二）考试分值：100分，占总成绩的30%。

（三）试题类型：判断题、单选题。

（四）复习参考资料

1.《化学分析工—国家职业标准》，书号：15504530，中国劳动社会保障出版社；

2.《化学检验工—高级》（第二版），书号：9787111420828，机械工业出版社；

3.《化学检验工—技师、高级技师》（第二版），书号：9787111451051，机械工业出版社；

4.《化验员读本•上册》（第五版），书号：9787122274649，化学工业出版社；

5.《化验员读本•下册》（第五版），书号：9787122296610，化学工业出版社；

6. GB/T7739.4-2021《金精矿化学分析方法第 4 部分：铜量的测定-硫代硫酸钠滴定法》。

三、实际操作考核

（一）项目一：定时定量称量

参赛选手在统一指定的考核区域及规定时间内，从粒度不大于 0.074μm 的金精矿中，正确、准确称取 0.3000g±0.0005g 样品，并进行记录。

1.考试时间：10 分钟。

2.考试分值：100 分（占总成绩的 14%），其中操作过程占 40 分、有效称取个数占 60 分。

3.设备规格：万分之一电子天平、秒表。

4.考核要点：电子天平的使用，称量速度、准确性及操作规范性。

5.称量和记录工具：表面皿、称样勺(可自备)、镊子(可自备)、毛刷(可自备)、擦拭纸、废样杯、中性笔等。

6.称样原始记录

序号	称样质量（g）	裁判确认	序号	称样质量（g）	裁判确认
01			16		
02			17		
03			18		
04			19		
05			20		
06			21		
07			22		
08			23		
09			24		
10			25		
11			26		
12			27		
13			28		
14			29		
15			有效称量个数：		
注：如需修改称样质量，须经裁判同意并签字确认方可修改，否则视为伪造数据，取消参赛资格。					

7.比赛规则、纪律及过程描述

（1）选手入场后有1分钟准备时间，检查所需物品是否齐备，电子天平是否处于正常状态，座位高度是否合适，若有问题及时向裁判反映；同时，裁判将称量原始记录发到选手手中。

（2）选手检查完毕且无问题后，坐到座位上，等待裁判指令。

（3）裁判宣布开始口令后，比赛随即开始，进入计时状态。

（4）裁判宣布比赛结束口令后，选手立即放下手中持有的任何工具，将原始记录交给裁判，然后将与自己有关的比赛场地还原到比赛前的状态，离开比赛场地。

（二）项目二：碘量法检测金精矿中铜含量

1.考试时间：150 分钟。

2.考试分值：100 分（占总成绩的 56%），其中操作过程占 30 分、结果准确度及精密度占 50 分，操作时长占 20 分。

3.考核要点：检测金精矿中铜的含量操作的规范性，结果准确性及操作时长。

（1）铜标准溶液移取及试样的称量。

（2）铜标准溶液及试样前处理过程。

（3）硫代硫酸钠标准溶液标定及样品滴定分析过程。

（4）数据记录及处理。

（5）结果精密度、准确度。

（6）器皿清洗及整理。

4.主要仪器和试剂：除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

（4.1）金属铜（Cu 的质量分数≥99.99%）。将金属铜放入冰乙酸（1+3）中，微沸 1min，取出后依次用水和无水乙醇分别冲洗两次以上，在 100℃烘箱中烘 4min，冷却，置于磨口试剂瓶中备用。

（4.2）碘化钾。

（4.3）溴。

（4.4）盐酸（ρ=1.19g/mL）。

（4.5）硝酸（ρ=1.42g/mL）。

（4.6）氟化氢铵饱和溶液：将氟化氢铵溶于水至饱和状态，贮存于聚乙烯瓶中。

（4.7）乙酸-乙酸铵溶液（300g/L）：称取 90g 乙酸铵，置于 400mL 烧杯中，加 150mL 水和 100mL 冰乙酸（ρ=1.05g/mL），溶解后，用水稀释至 300mL，混匀，此溶液 pH 值约为 5。

（4.8）三氯化铁溶液（100 g/L）。

（4.9）淀粉溶液（5g/L）：称取 0.5g 淀粉，用少量冷水将其打散至无颗粒后，用热水稀释至 100mL，于电炉盘上煮沸至澄清，取下冷至室温。

（4.10）硫氰酸钾溶液（100g/L）：称取 10g 硫氰酸钾于 400mL 烧杯中，加入约 100mL 水溶解后，加入 2g 碘化钾(4.2)，待溶解后，加入 2mL 淀粉溶液(4.9)，滴加碘溶液(0.04mol/L)至刚呈稳定的蓝色，再用硫代硫酸钠标准滴定溶液（4.12）滴定至蓝色刚消失。

（4.11）铜标准溶液：称取 0.5000g 金属铜（4.1）置于 500mL 锥形烧杯中，缓慢加入 20mL 硝酸(1+1)，盖上表面皿，置于电热板上低温处，加热使其完全溶解，煮沸赶尽氮的氧化物，取下，用水吹洗表面皿及杯壁，冷至室温。将溶液移入 250mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 2mg 铜。

（4.12）硫代硫酸钠标准滴定溶液[c（Na2S2O3·5H2O）≈0.04mol/L]

a.配制。称取 100g 硫代硫酸钠（$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$）置于 500mL 烧杯中，加入 2g 无水碳酸钠溶于约 300mL 煮沸并冷却的蒸馏水中，移入 10L 棕色试剂瓶中。用煮沸并冷却的蒸馏水稀释至约 10L，加入 10 mL 三氯甲烷，静置两周。

b.标定。移取 25.00mL 铜标准溶液（4.12）于 500 mL 锥形烧杯中，加入 5mL 硝酸（4.6），加入 1mL 三氯化铁溶液（4.9），置于电热板低温处蒸至溶液体积约为 1mL。取下冷却，用约 30mL 水吹洗杯壁，煮沸，取下冷至室温。按照分析步骤（5.3.2）进行标定。记录硫代硫酸钠标准滴定溶液在滴定中消耗的体积，随同标定做空白试验。

注：上述试剂、材料及器皿皆由赛务组准备。选手按 4.13.2 进行硫代硫酸钠标准滴定溶液标定。

5.分析步骤

（1）试料

根据试样中铜的含量称取试料，精确至 0.0001g。独立进行三次测定，结果取其平均值。

铜的质量分数/%	试料质量/g
2.00～10.00	0.50
＞10.00～25.00	0.30

（2）空白试验

随同试料做空白试验。

（3）测定

a.将试料（5.1）置于 500mL 锥形烧杯中。用少量水润湿，加入 10 mL 盐酸（4.5），置于电热板上低温加热微沸 3min～5min，取下

稍冷，加入 5mL 硝酸（4.6）和 0.5mL 溴（4.4），盖上表面皿，混匀，低温加热。待试料完全溶解后，继续加热蒸至近干，取下冷却。

b.用 30mL 水洗涤表面皿及杯壁，盖上表面皿，置于电热板上煮沸，使可溶性盐类完全溶解，取下冷至室温。若试料铁含量极少，补加 1mL 三氯化铁溶液（4.9）。滴加乙酸-乙酸铵溶液（4.8）至红色不再加深并过量 4mL，然后加入 4mL 氟化氢铵饱和溶液（4.7），混匀。加入 3g 碘化钾（4.2）摇动溶解，立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液（4.13）滴定至浅黄色，加入 2mL 淀粉溶液（4.10）。继续滴定至浅蓝色，加入 5mL 硫氰酸钾溶液（4.11），激烈摇振至蓝色加深，再滴定至蓝色刚好消失为终点，记录消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积。

6.滴定分析数据记录

天平编号		移液管编号			
滴定室温度	℃	滴定室湿度			
铜标准溶液浓度 $\rho_{铜}$（mg/mL）		滴定管编号			
硫代硫酸钠标准溶液浓度计算公式（Cu 分子量 63.546 g/mol）		$c=\frac{\rho_{铜}\cdot V_{铜}}{V_1\cdot M}$			
硫代硫酸钠标准溶液测定次数		1	2	3	空白
分取铜标准溶液体积 $V_{铜}$（mL）					
滴定开始体积（mL）					
滴定结束体积（mL）					
消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积 ΔV_1（mL）					
减空白后体积 V_1（mL）					
硫代硫酸钠标准溶液对铜的浓度 C_i（mol/L）（结果保留四位有效数字）					
		平均值			

金精矿中铜结果计算公式 （Cu 分子量 63.546g/mol）	$w_{Cu}=\frac{c\cdot \mathrm{V}_2\cdot M}{m\times 1\,000}\times 100$						
未知金精矿样品编号	考核样 A			考核样 B			空白
未知金精矿样品测定次数	1	2	3	1	2	3	
称取未知金精矿样品的质量 m（g）							
滴定开始体积（mL）							
滴定结束体积（mL）							
滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积 ΔV_2（mL）							
减空白后体积 V_2（mL）							
未知金精矿样品中铜含量 $\omega_i(Cu)$，%（结果表示至小数点后两位）							
报出值 $\omega(Cu)$，%： （结果表示至小数点后两位）							/

7.竞赛规则

选手真实、准确、可靠地记录原始数据，并将数据依次并及时记录在记录卡上，不得记在草稿纸上或他处。数据已经记录不得涂改。确因笔误等原因需要修改者，必须经现场裁判同意并签字确认方可修改，否则视为伪造数据，取消参赛资格。

四、理论知识考试纪律

（一）理论知识考试采用闭卷考试，优先机考。

（二）参赛选手提前 15 分钟进入考场。入考场前，由监考人员查验身份证、准考证，选手应按指定座位对号入座。

（三）笔试所用的笔、草稿纸统一由监考人员发放，参赛选手不得携带手机等通讯工具进入考场，违反者一律取消考试资格。

（四）参赛选手应遵守考场纪律，服从监考人员指挥。选手应保持肃静，不准交头接耳，传递纸条，偷看他人试卷以及进行其它作弊行为。违反者一律取消比赛资格。

（五）正式开考后迟到 10 分钟者，一律按自动弃权处理；开考 30 分钟后方可允许参赛选手离开考场，但不得在考场周围高声谈论、逗留。

（六）考试过程中有事可向监考人员举手示意，由监考人员负责处理。监考人员对涉及到考题的问题不得有任何解释和暗示行为。

（七）考场中除指定的监考人员外，其它人员（如领导、新闻记者等）应经组委会特许并佩带标志后方可进入。

（八）考试时间结束，一律交卷（应连同草稿纸一起上交），否则试卷作废。

五、实际操作考核规则

（一）赛场纪律

1.参赛选手必须服从监考人员指挥，按“实际操作考核评分标准”、“实际操作考核规则”进行实际操作考核。在实际操作考核中凡违反规则者，裁判员有权予以警告、制止，对劝阻不听者，裁判员应立即向裁判长汇报，由裁判长做出相应处理。

2.赛场内应保持肃静，不得喧哗和相互讨论。竞赛过程中如发现问题，应立即向监考人员反映。

3.除该场次的参赛选手及裁判人员、必要的工作人员和安保人员外，其他人员（包括领导、嘉宾、新闻宣传人员等）应在遵守赛

场纪律并佩戴规定标志的前提下，由组委会工作人员陪同进入赛场。

4.裁判员及赛场工作人员与参赛选手只能进行有关工作方面的必要联系，不得进行任何提示性交谈。其他允许进入考场的人员（包括由组委会工作人员陪同进入赛场的人员），一律不准与参赛选手交谈。任何赛场人员均不准干扰参赛选手的正常操作。发现营私舞弊者，应立即停止竞赛，若是裁判人员责任，则应当场取消其裁判资格，若是选手责任，则当场取消其竞赛资格，并将情况通知其所在单位做出处理。

5.对严重违反安全操作规程或竞赛规则者扣全分（有危害身体和设备安全的操作，裁判员应立即终止其比赛，并明确告知选手，此项目计0分），经裁判员警告、制止，不听劝阻等情节特别严重者取消其参赛资格，并通报所在单位。

6.选手在竞赛中必须服从裁判员的评判，不得在现场与裁判员发生争执。如果出现异议，由参赛选手所在单位于赛后向总裁判长提出申述，也可以向竞赛仲裁委员会以书面形式提出仲裁。具体办法参照竞赛相关规定。

7.未尽事宜，由竞赛组委会现场裁决。

（二）实际操作考核评分标准

1.定时定量称量项目

（1）操作过程（配分40分）

序号	主要过程	配分	得分
1	仪容仪表、劳保穿戴	2	
2	赛前检查、准备	4	
3	天平的使用	30	

4	场地清理	4	

（2）有效称量结果（配分 60 分）

整个称量过程应按照操作规范进行，称量超出规定范围的为无效称量。

有效称量个数最多的记为 m_{max} 个，每个选手有效称量个数为 m 个，得分=60-60×(m_{max}-m)/m_{max}。

（3）结果表达

字迹不清楚，每处扣 1 分；涂改不规范，每处扣 1 分；数据有效数值错误的，每处扣 1 分；

结果表达扣分为累计扣分，最多扣 10 分。

2.碘量法检测金精矿中铜含量项目要求

（1）操作过程（配分 30 分）

序号	主要过程	配分	得分
1	仪容仪表、劳保穿戴	1	
2	器皿清洗、润洗	1	
3	样品称量、铜标准溶液移取过程	8	
4	试剂加入量及溶样过程控制	6	
5	滴定过程	12	
6	场地清理	2	

（2）结果准确度、精密度（配分 50 分）

说明：因未知因素，此判断方法为暂定方法，裁判组届时可根据竞赛实际情况予以必要调整(报竞赛组委会批准)。

序号	主要过程	配分	得分
1	准确度：Q=SUM(Q_i)。	35	

	单个样品准确度得分： Q_i =(17.5-7×K_i)，K_i=｜U_i- $\overline{X}_i$｜/方法再现性限，U_i为样品的标准值或认可值， $\overline{X}_i$为选手计算的样品平均值。Q_i小于零的按零计。		
2	精密度：总精密度得分为每个样品精密度得分及硫代硫酸钠标准溶液标定结果的精密度得分之和。 单个样品精密度得分：样品结果极差值大于0.04%的扣1分，大于0.08%的扣2分，大于0.12%的扣3分，大于0.16%的扣4分，大于0.20%的扣5分。 硫代硫酸钠标准溶液标定结果的精密度得分：标定结果极差值大于 0.00002mol/L 的扣 1 分；大于0.00004 扣 2 分；大于 0.00006 扣 3 分；大于0.00008mol/L 扣5分。	15	
3	结果表达： 1.字迹不清楚，每处扣1分；涂改不规范，每处扣1分；数据有效数值错误的，每处扣1分。 2.计算错误，每处扣2分。 3.缺少标定结果、样品结果，每处扣5分。 4.有意拼凑数据，扣10分。 5.结果表达扣分为累计扣分，50分扣完为止。		

（3）考试时间（配分 20 分）

竞赛的标准时间为 150 分钟，时间到停止比赛。裁判宣布比赛开始，计时开始。参赛选手提交结果报告,计时结束。超过 30 秒的按 1 分钟计算。

最短用时计为 t_{min} 分钟，选手用时为 t 分钟，用时得分=20-20×（$t-t_{min}$）/（$150-t_{min}$）。

六、安全规则

（一）参赛选手未经裁判员同意，不得擅自进入竞赛现场。

（二）参赛选手饮酒、服用药物（安眠、兴奋等）后，不得进入实际操作比赛场地。

（三）参赛选手须穿戴好必要劳保用品进入竞赛岗位，禁止穿凉鞋、拖鞋、高跟鞋。长发者应将头发盘起。

（四）参赛人员应爱护竞赛场所的仪器设备，操作设备时应按规定的操作程序谨慎操作。操作中若违反安全操作规定导致发生较严重的安全事故，将立即取消竞赛资格。

（五）安全文明作业，保持赛场安静，不允许有大声喧哗、吵闹、跑动等不文明行为。

七、实际操作考核设施

（一）大赛场地环境

理论场地：为标准考位，比赛时每位选手有独立参赛座位；

实操场地：各赛位之间分隔明显，赛位标识清晰；各赛位条件相当，保证大赛公平、公正、安全进行。

（二）场地其他配备

比赛场地周边配备参赛选手候考室、裁判工作室、医务室、专家休息室。现场配备医务人员、安保人员。

（三）实操赛场试剂、器具

1.试剂、纯净水。

2.通风橱、电热板、操作台。

3.电子天平。

4.称样勺、表面皿、镊子、毛刷、擦拭纸等。

5.锥形瓶、废样杯、量筒、洗瓶等。

6.滴定管、滴定架等。

八、其他

（一）选手自备材料清单

1.因设备及操作的差异性，基于安全考虑，各参赛单位必须在赛前准备好竞赛劳保用品（耐酸碱手套、防酸雾口罩、白大褂等）及计算器。裁判员及工作人员劳保用品由承办单位提供。

2.承办单位提前准备安全须知，竞赛前统一发放给选手、裁判、现场工作人员等。

（二）本技术文件解释权归2022年全国行业职业技能竞赛——“紫金杯”第十一届全国黄金行业职业技能竞赛组委会。