海南省职业院校技能大赛

化学实验技术

（高职组）

试卷

## 模块A：原料乙酸含量分析

* **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**

请问本模块在产品合成中，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**

乙酸的含量以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液进行定量测定。

* **目标**
* 标定氢氧化钠标准滴定溶液浓度
* 测定原料乙酸的含量
* 完成报告

**完成工作的总时间是210分钟。**

* **仪器设备、试剂清单**

|  |  |
| --- | --- |
| **主要设备** | 电子天平（精度0.0001 g） |
| 通风设备 |
| 电炉 |
| 滴定台 |
| **玻璃器皿** | 滴定管（聚四氟乙烯塞，50 mL） |
| 锥形瓶（250 mL或300 mL） |
| 具塞锥形瓶（250 mL或300 mL） |
| 量筒（100mL）） |
| 洗瓶（500 mL） |
| 烧杯（100mL、250mL、500m、1000mL） |
| 平底烧瓶（2L，磨口） |
| 干燥管（与平底烧瓶配套） |
| **药品试剂** | 乙酸 |
| 邻苯二甲酸氢钾（基准试剂） |
| 氢氧化钠标准滴定溶液 |
| 酚酞指示液 |
| 氧化钙 |
| 去离子水 |

1. **溶液（剂）的制备**

无二氧化碳水

将去离子水注入2L的平底烧瓶中，煮沸10min，装上有氧化钙的干燥管，冷却。

1. **0.5 mol·L-1氢氧化钠标准溶液标定**

减量法准确称取3.6 g基准试剂邻苯二甲酸氢钾于锥形瓶中，加无二氧化碳的水溶解，加2滴酚酞指示液，用待标定的氢氧化钠溶液滴定至溶液由无色变为淡粉色，并保持30秒不褪色。

平行测定4次，同时做空白试验。

使用以下公式计算氢氧化钠标准滴定溶液的浓度*c* (*NaOH)*，单位mol·L-1。取4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。

式中：

*m* ——邻苯二甲酸氢钾质量，单位为克（g）；

*V1* ——氢氧化钠溶液体积，单位为毫升（mL）；

*V2*——空白试验消耗的氢氧化钠溶液体积，单位为毫升（mL）；

*M* ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g·mo1-1）

[*M(KHC8H4O4) = 204.22*]。

对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：

式中：

*X1* ——平行测定的最大值；

*X2* ——平行测定的最小值；

——平行测定的平均值。

1. **原料乙酸含量分析**

准确称取1.0 g原料乙酸样品，加入适量去除二氧化碳的水，加2滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈淡粉色，并保持30秒不褪色。

平行测定3次。

按下式计算出样品中乙酸的含量，以质量分数*w*表示。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。

式中：

*c* ——氢氧化钠标准滴定溶液的准确浓度，单位为摩尔/升（mol·L-1）；

*V* ——乙酸样品所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升（mL）；

*m* ——样品的质量数值，单位为克（g）；

*M* ——乙酸的摩尔质量，单位为克/摩尔（g·mo1-1）

[*M(CH3COOH)=60.05*]。

对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：

式中：

*X1* ——平行测定的最大值；

*X2* ——平行测定的最小值；

——平行测定的平均值。

## 模块B：乙酸乙酯的合成及质量评价

* **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**

乙酸乙酯是乙醇与乙酸在一定条件下，发生酯化反应而生成。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乙酸乙酯的含量进行定量分析。

* 物料的物性常数表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 药品名称 | 分子量 | 密度（g/mL） | 沸点(℃) | 折光率 | 水溶解度  （g/100mL） |
| 乙酸 | 60.05 | 1.049 | 118 | 1.376 | 易溶于水 |
| 乙醇 | 46.07 | 0.789 | 78.4 | 1.361 | 易溶于水 |
| 乙酸丙酯 | 102.13 | 0.8878 | 101.6 | 1.3844 | 微溶于水 |
| 浓硫酸 | 98.08 | 1.84 | —— | —— | 易溶于水 |
| 环己烷 | 84.16 | 0.79 | 80.7 | 1.4266 | 不溶于水 |
| 乙酸乙酯 | 88.11 | 0.9005 | 77.1 | 1.372 | 微溶于水 |

* 无机盐溶解度温度对照表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 药品名称 | 0 ℃ | 10 ℃ | 20 ℃ | 30 ℃ | 40 ℃ |
| 氯化钠 | 35.7 | 35.8 | 35.9 | 36.1 | 36.4 |
| 氯化钙 | 59.5 | 64.7 | 74.5 | 100 | 128 |
| 碳酸钠 | 7.0 | 12.5 | 21.5 | 39.7 | 49.0 |

单位（g）：每100 g水中溶解无机盐的质量

* **目标**
* 根据物料常数表和酸醇摩尔比计算物料质量
* 根据流程进行乙酸乙酯的制备
* 测定乙酸乙酯的含量
* 计算精制乙酸乙酯的收率（%）
* 完成报告

**完成工作的总时间是210分钟。产品溶液配制由选手完成，气相色谱测定由气相色谱技术专家完成，选手配制好待测样品交给裁判员，统一送至气相色谱室。**

* **仪器设备、试剂清单**

|  |  |
| --- | --- |
| **主要设备** | 电热套（98-II-B，250mL，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 |
| 气流烘干器（20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** | 乙醇 |
| 乙酸（冰醋酸） |
| 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 |

1. **物料计算**

设定乙酸用量为14.00g，酸醇摩尔比为1:1.5，计算所需乙醇的用量。

1. **溶液准备**

根据现场提供的试剂，参考无机盐溶解度温度对照表，配制饱和碳酸钠等溶液，要求所有溶液体积均不能超过80mL。

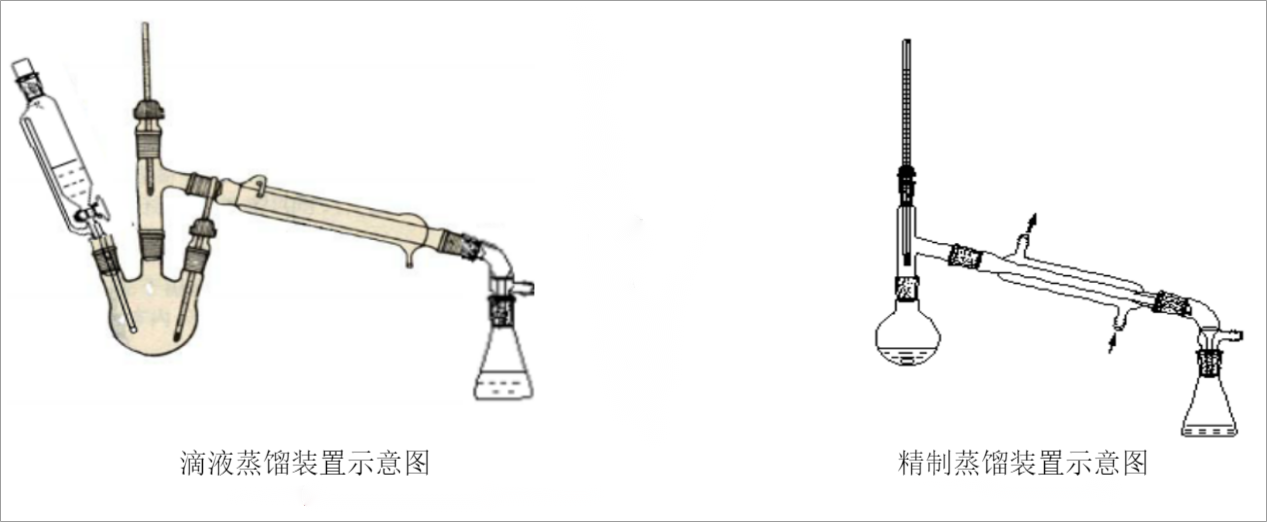
1. **产品合成**

**（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100 mL三口烧瓶中，混匀后加入磁力搅拌子。在滴液漏斗内加入适量乙醇和乙酸并混匀。

开始加热，当温度升至110 ~ 120 ℃时，开始滴加乙醇和乙酸混合液，调节滴液速度适当。反应结束后，停止加热，收集保留粗产品。



**（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等溶液洗涤纯化。

干燥：将酯层倒入锥形瓶中，并加入适量的无水硫酸镁，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。

1. **产品含量分析**

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），混匀，盖塞备用。**每份溶液的总质量控制在1.5~2g。**

产品样品溶液测定：除上述配好的样品溶液外，另收集1份合成产品于样品瓶中。2份样品分别标记选手的赛位号+a/b，交由现场裁判，其中配好的样品溶液（a）送检，另1份样品（b）封存留用备查（保存5天）。

1. **计算产品收率，完成实验报告**

**乙酸的含量为99.5%**，按下式计算目标产物的精制收率，结果保留3位有效数字。