

2020 年重庆市“巴渝工匠杯” 化学实验室技术技能大赛技术方案

1.项目简介

1.1项目描述

化学实验室技术人员适于在企业质量控制部门、产品研究和开发部门的化学实验室，或在不同行业的工厂的环境部门工作，涉及到的行业如石油与化工、制药、建筑材料、油漆和涂料、高分子材料、国防等行业。例如在企业生产中许多环节，包括原材料的特性、生产过程中的中间质量控制、产品最终的质量保证等，该工作是不可缺少的。

化学实验室技术人员应能在相应的岗位完成产品质量分析、一般物质的合成与化学测试、实验室组织与管理、安全预防与环保等工作。

1.1.1化合物的定量分析

- (1) 化合物的构成和其中化学元素的含量；
- (2) 采集数据的处理；
- (3) 报告、结果分析；
- (4) 实验室的其他类型工作：按照标准和规范要求，进行不同样品的合成、检测实验条件优化等工作，同时能够根据需求，完成实验室样品的试制、研发工作。

1.1.2本工作需要掌握以下专业活动的相关知识

- (1) 自然材料的性质；
- (2) 合成材料的性质；
- (3) 仪器和设备的使用；

1.1.3 规范和技术文档

化学实验室技术人员应该能确定最优的工具和方法分析不同的自然材料和合成材料，使用现代化学和物理化学方法进行定性和定量分析，应该有条理、系统化工作，遵守卫生和清洁要求、以及职业安全和健康标准。

1.2 考核目的

参照第45届世界技能大赛及国赛的技术要求和规则标准，使参赛选手、裁判等相关人员进一步熟悉世赛技术要求，加深对相关项目技术技能发展趋势的了解与认识，促进行业从业人员技术技能水平的提升。

本次比赛原则：

- (1) 以世赛和国赛竞赛题为主要参照，将关键技能融入到本次比赛中；
- (2) 能反映考生的潜质和应变能力；
- (3) 本着“公平、公正、开放、包容”精神，将试题公开，考评点与评分细则按照组委会的相关要求进行；
- (4) 着眼于“健康、安全、环保”等现代职业理念。

1.3 项目竞赛

竞赛为实际操作技能竞赛，满分100分。竞赛试题依据项目内容分为不同类型的四个模块共时长为450分钟，每一个模块的仪器设备参照世界技能大赛的要求进行选择，正式竞赛前，由专家组设计竞赛用题，由赛项组委会公布。

1.4 相关文件

本项目技术工作文件只包含项目技术工作的相关信息。除阅读本文件外，开展本技能项目竞赛还需配合其他相关文件一同使用：如竞赛规则、竞赛样题、配套素材、评分表、试剂设备使用说明，以及比赛所执行的专业技术规范和标准介绍。

本技术文件仅应用于2020年重庆市“巴渝工匠杯”化学实验室技术项目。

2.选手需具备的能力

本项目选手应具备的能力中所列出的知识点及特定技能是参照第45届世界技能大赛项目标准规范编制的，可作为竞赛选手训练及准备的指引。

本项目竞赛内容是通过技能实操表现来评估知识及理解，将不再另外举行知识及理解的理论测试。

以下能力描述分为不同部分，每部分使用总分的百分比来表示它的重要性。竞赛测试项目及评分方案应尽可能的反映选手应具备的能力中所列知识点、技能。

项目		重要性(%)
1	工作组织及管理	10
	<p>参赛（选手）需了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 行业的规章制度 • 个人岗位身份、职业道德和行为规范 • 健康和法规、规定和最佳实践方法 • 基于实验室活动的科学原理 • 工作规划、时间计划、组织和完成计划的相关原则 • 无机化学、有机化学、分析化学及物理的基础知识 • 相关物质的废弃物安全处置或循环回收的原理和方法 	
	<p>参赛选手应能：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 始终保证个人健康和安全，包括穿戴个人防护服和设备 • 按照相关规定、规范的安全和环境标准进行工作 • 应用安全数据表、措施和步骤，用于： • 操作、维护和修理实验室设施、装置和设备 • 回收实验室中的化学品 • 遵守风险管理系统规定，主动地： • 维护良好的实验室卫生整洁 • 按照预算和预算流程，订购和维持一定的材料库存 • 确保电子设备完备可用 • 检查材料的结构、状态和可用性 • 独立工作，负责在当前的工作角色的范围内启动和完成任务 • 预估完成某项工作所需的时间、成本、资源和所需材料 • 开发工作目标和计划，设定目标和指标，优化、组织并完成工作 • 寻找滞后问题的解决方法和替代方法。 • 根据需求调整活动并及时告知其他相关人员 	
2	沟通及交际技巧	10
	<p>参赛（选手）需了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 通讯的原则 • 人际交互的原则 • 某人工作对他人的影响 • 与工作角色和行业相关的专业词汇 • 用于数据呈现的分析方法的意图和目的 	

	<ul style="list-style-type: none"> • 报告结果的限制 • 使用信息技术、管理信息系统和化学环境下的数据库 	
	<p>参赛（选手）应具备的能力：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 建立和维持人际关系 • 与他人协同工作和互动，包括团队内部 • 为化学工作人员或其他专业人员提供技术支持 • 在正式场合和非正式场合的沟通技能，包括发言、写作、肢体语言和主动倾听 • 使用专业术语，包括来自于其他语言中的专业术语 • 从所有相关资源获取信息，根据需要引用资源 • 阅读和应用技术文档中的相关内容并分析，如： <ul style="list-style-type: none"> • 公式 • 分步指令 • 规范要求 • 图表 • 主动倾听，适当的提问，以完全理解 • 使用实验室信息和实验室管理系统 • 按照逻辑和相关规定，获取信息和行动 • 应用分析技术进行数据呈现 • 使用各种文字和图形向他人传递信息 • 向观众或者受众以适当的科学信息进行沟通 • 准备并进行正式或非正式演讲陈述 • 以恰当的方式，寻求、接受和提供反馈和建设性意见 	
3	技巧、步骤和方法	35
	<p>参赛（选手）需了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 有关化学结构和化学键的无机化学基础 • 重要物质和合成物的化学知识 • 有机化学的原理和实践方法 • 化学反应机理和功能团转化 • 物理化学的概念和实践方法，包括热力学、反应力学、传导性、电化学、电解 • 实验室技术和科学实验原理 • 项目管理原理，以及如何应用于实验室工作 • 分析方法、仪表装置的开发和有效性要求，包括掌握适当的采样方法 	

	<ul style="list-style-type: none"> • 实验支持的最新趋势，包括使用工具包 	
	<p>参赛（选手）应具备的能力：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 使用适当的科学技术技巧、步骤和方法，进行实验室任务的相关准备 • 使用指定的仪器和实验室设备，包括必要的校准 • 评估材料或使用产品的品质 • 设计或制作实验装置，开发新产品或新工艺 • 使用特定的方法学完成实验室任务，包括标准、操作步骤 • 完成特定的采样任务，包括准备、样本的处理，以及从液体和固体混合物中的分离过程 • 实施清洗和浓缩工艺，例如：蒸馏、萃取 • 化学分析法，如滴定法、体积法、重量法 • 色谱法 • 电位分析法及电导分析法 • 电泳法 • 光谱法 • 物理或化学分离技术 • 显微镜检查 • 确定有机或无机化合物的构成 • 有机、无机、高分子化合物合成技术 • 对分析程序、方法和设备仪器的有效性需求 • 遵照标准化公式，或创建经验公式 • 制造、处理和准备化学溶液 	
4	数据处理和保留记录	10
	<p>参赛（选手）需了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 记录可追溯性和机密性的相关规定 • 保证所有使用的表格其安全的步骤程序 • 有关记录和显示数据的软件功能 • 确保信息的准确处理 • 误差和错误的影响 • 参考和引用所需方法 	
	<p>参赛（选手）应具备的能力：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 对实验室工作进行记录和保留文档，包括使用给定的排版风格、计算机信息技术和统计方法 • 处理和收集来自自动化数字机器的数字化信息 	

	<ul style="list-style-type: none"> • 制作可信的、精确的数据 • 呈现实验室工作结果，有效地处理问题，书写和口头汇报简洁 • 书写技术报告，适当地使用图形和图表 • 检查自身工作，包括汇编整理、分类、计算、制作表格和完成程度 • 有效地认识错误、不准确和不足之处 • 整理信息或数据，用于校验或审计 • 文档存档 	
5	分析、解读和评估	15
	<p>参赛（选手）需了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 质量管理的原则 • 生产过程中质量管理的应用 • 在科学数据分析中运用数学和分析方法 • 误差的本质、可能性、来源，误差的类型 • 质量控制的原理和方法 • 持续改进的原理和应用 • 工作角色对心理方面的影响 	
	<p>参赛（选手）应具备的能力：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 保持良好的动觉和运动技能 • 应用个人方法，保持持续的关注和精力集中 • 遵照相关步骤，符合工作场所的质量标准 • 分析、解读和评估数据，识别需要深入调查的结果 • 评估信息，确定是否符合标准 • 在工作角色职责范围内独立开展工作 • 识别使用的分析方法得出结果的含义，并判断其重要性 • 使用适当的计算、统计和数学方法或公式对问题进行求解 • 通过分析基本原理、推论确定结果 	
6	应用科学方法解决问题	10
	<p>参赛（选手）需了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 运用科学原理和方法解决问题的原理和应用方法 • 批判性思维的原理和复杂问题的解决 • 自身角色的范围和局限，以及其对解决问题的理解和专业性知识 	
	<p>参赛（选手）应具备的能力：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 能正确认知可能出现问题或疑似问题 • 大量和干扰性材料的识别和察觉 	

	<ul style="list-style-type: none"> • 应用适当的科学方法，识别原因并获得解决方法 • 使用逻辑和推理，认识替代解决方法的优点和弱点，得出结论，或解决问题的途径，例如 <ul style="list-style-type: none"> • 应用通用规则，就特定的事项得出可信的结论 • 合并汇总不同的信息，形成可信的结论或判断 • 应用创造性思维和问题求解，挑战假设、创造，基于现有的观点的基础上提供新的提议 • 向资深的同事以适当的方式寻求建议 • 提出建议或科学的解决方法，改进工作流程 • 为新的调查提供支持，并就常规和非常规分析任务提供跟踪 • 积极寻求个人发展机遇，学习和自我提升 	
7	应用化学的趋势	10
	<p>参赛（选手）需了解和理解：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 跨学科的科学规律 • 在科学发展中应用化学的角色 • 数字化的不断增长的影响 • 可持续发展日益增加的重要性 • 新的可能发生的事所衍生的新的职业道德问题 	
	<p>参赛（选手）应具备的能力：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 安装、试运行和测试自动化实验室系统 • 安装和配置程序 • 开发简单的程序 • 自动化实验室系统 • 对自动化实验室系统的优化、调整和变更 • 维护和保养自动化实验室系统 • 有系统规定的搜索、确定故障位置，消除自动化实验室系统的错误、缺陷和故障 • 对于变更进行适当调整，并对管理流程进行相应调整 	
	合计	100

3.竞赛内容

3.1 竞赛方式

(1) 竞赛以团队方式进行统计参赛队2名选手的总成绩，每个单位可报1-2个队。

(2) 参赛队伍组成：每个参赛队由2名选手组成，男女不限，所有参赛选手必须参加所涉及模块的考核。竞赛分别计算总成绩。

(3) 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确定。

(4) 赛场的赛位统一编制。参赛队技能操作比赛前45分钟到指定地点检录，经2次加密抽签决定赛位号，抽签结束后，随即按照抽取的赛位号进场，然后在对应的赛位上完成竞赛规定的工作任务。赛位号不对外公布，抽签结果密封后统一保管，在评分结束后开封统计成绩。

3.2 竞赛时间安排与流程

3.2.1 竞赛时间安排

报到时间1天，比赛时间为3天。各模块安排在上午、下午各进行考核。

3.2.2 体时间安排

具体时间安排见下表：

日期	时间	工作内容
第一天	全天（白天）	参赛队报到，安排住宿、发放参赛证 裁判员报到，熟悉比赛评分细则
	14:30 ~ 15:30	领队会议
	15:30 ~ 17:30	裁判员培训会议
第二天	8 : 30~10 : 00	开赛式
	10 : 30~11 : 00	熟悉考场
	12 : 30	检录（单号选手）
	13 : 00~17 : 00	模块一、二（单号选手）
	18 : 30 ~ 20:30	裁判员阅卷
第三天	7:30	检录（双号选手）
	8:00 ~ 11:30	模块三、四（双号选手）
	12 : 30~16 : 00	裁判员阅卷
	16 : 30	闭赛式

4.竞赛试题及评分标准

4.1 竞赛模块

选手在规定时间内需完成以下四个模块的工作。具体安排如下：

模块一 阅读资料制订工作计划

参赛选手需要开发工作目标和计划, 通过阅读技术文件, 独立制订实验方案, 并提出实验所需的实验设备与试剂申请, 由裁判带领领取。

模块二 有机试剂的合成

要求选手根据大赛提供的准确资料, 搭建乙酸正丁酯的合成装置, 使用所给定的试剂进行粗产品的合成, 运用萃取、过滤、蒸馏等方法, 进行粗产品的分离提纯, 计算有机试剂的产率。

模块三 化学滴定法

参赛选手需要完成基准试剂的称量、标准滴定溶液的标定、未知样品中铁含量的测定、相关的计算及数据处理等操作内容。

模块四 紫外-可见分光光度法

参赛选手需要完成标准曲线的建立、未知样品的测定、数据处理等操作内容。

4.2 竞赛模块及时间分配

模块编号	模块名称	竞赛时间 min
1	乙酸正丁酯的合成及条件优化	240
2	化学滴定法	210
3	紫外-可见分光光度法	
合计		450

4.3 竞赛试题基本内容

模块一 有机试剂的合成

考核目标：1、掌握酯化反应在合成中的应用；
2、掌握合成玻璃设备的选择、搭建；
3、掌握合成工艺条件的优化方法及条件确认。

具备技能：1、按行业要求, 作好有机合成实验的个人安全规范操作；
2、独立制订乙酸正丁酯合成工艺工作计划、进行相关量的计算；
3、完成工艺合成操作并判断合成程度的能力；
4、对合成条件进行优化操作的能力；
5、对合成产品的洗涤、过滤等提纯操作能力；
6、对合成过程规范记录的能力；

- 7、进行有机合成实验的实验室管理能力；
- 8、实验室安全及环保能力。

模块二 化学滴定法

考核目标：掌握用氧化还原滴定法测定铁含量的知识；

- 具备技能：**
- 1、按行业要求，作好化学分析实验的个人安全规范操作；
 - 2、按操作规程进行给定试样的检测；
 - 3、按要求及时填写检测记录，并完成相关计算；
 - 4、操作过程规范，仪器摆放有序；

模块三 紫外-可见分光光度法

考核目标：掌握分光光度法的测定铁的原理；

- 具备技能：**
- 1、按行业要求，作好仪器分析实验的个人安全规范操作；
 - 2、按照指定测定方法对物质进行测定的能力；
 - 3、对紫外-可见分光光度计的使用能力；
 - 4、对分析测定数据的处理能力。

4.4 评分标准制定原则、评分方法、评分细则

- 1、化学实验室技术赛项每个竞赛单元都由主观评分和客观评分两部分。
- 2、综合成绩等于各竞赛单元的成绩之合。

4.5 各竞赛单元配分比例

竞赛单元	有机试剂的合成	化学滴定法	紫外-可见分光光度法
配分	40	60	
总分	100		

5. 奖项设置

- 1、赛项设参赛选手团体奖，一等奖1名，二等奖2名，三等奖3名，优秀奖若干，奖项设置比例不超过总参赛队的30%。
- 2、获得一等奖的职业院校参赛队指导教师由组委会颁发优秀指导教师证书。

6. 技术规范

竞赛项目依据世界技能大赛、国家、行业、职业技术标准。

7.建议使用的比赛器材、技术平台和场地要求

7.1 竞赛仪器

序号	名称	规格	数量
1	温度计套管	螺口, 24#	1
2	球形冷凝管	直形 200mm, 24#	1
3	直形冷凝管	直形 300mm*24*24	1
4	单颈烧瓶	100mL/24#	2
5	玻璃仪器链接夹	24#	2
6	烧瓶夹	普通	1
7	冷凝管夹	普通	2
8	双顶丝	普通	3
9	升降台	150mm*150mm	2
10	蒸馏头	24#*3, 75度 高硼硅加厚	1
11	接收管	真空接收管 (双磨口) 24#	1
6	分液漏斗	100ml/个/1 四氟活塞	1
7	铁架台	个	2
8	电热套	100ml	1
9	量筒	100ml	1
10	量筒	50ml	1
11	量筒	25ml	2
12	量筒	10ml	1
13	量杯	5ml	1
14	磨口锥形瓶 (带塞子)	24#/50ml	3
15	温度计套管	24#	1
16	分水器	24#/30ml, 1 四氟活塞	1
17	护目镜	付	1
18	温度计	0-200℃/支	1
19	温度计	0-50℃/支	1
20	普通漏斗	60mL	1
21	可调电炉	1500W/台	1
22	玻璃滴定台	300*180 (套)	1
23	铝制蝴蝶夹	蝶式	1
24	电子秤(充电型)	500g/0.01g	1

25	移液管架	210*105*223	1
26	洗耳球	90ml	1
27	定量滤纸	9.0cm, 中速/盒	1
28	洗瓶	聚乙烯塑料瓶	1
29	蓝色石蕊试纸	普通	1
30	锥形瓶	300mL	4
31	石英比色皿(自带)	1cm	2
32	滴定管(自带)	50ml (带校正值)	1
33	容量瓶(自带)	100ml	15
34	容量瓶 (自带)	250ml (带校正值)	2
35	容量瓶 (自带)	500ml (带校正值)	1
36	移液管 (单标线)	1ml、2ml、25ml (带校正值)	各 1 支
37	吸量管	10ml	1 支
38	小烧杯	100ml	2
39	烧杯	250	1
40	烧杯	500	1
41	滴管	长	2
42	玻璃棒	磨头 15cm*7mm	2

7.2 竞赛赛场情况

1、实践操作考核赛场面积共计400m²，共设赛场6间，容纳赛位34个，每个赛位10m²。设置天平室2间，容纳25人。每个赛位按照比赛要求准备相应的设备。

2、检录设置隔离区。

3、设置独立阅卷室。

4、赛场设医疗服务站，比赛时安排救护人员现场服务。

5、赛位配有安全警示标语、安全操作规程、安全提示、护目镜、口罩等安全保护用品；赛场设有实训室安全管理规定、应急处理规定、化学药品使用规定，洗眼器、消防沙、消防毯、医护用品等消防和个人防护用品；校园内实训楼设有紧急疏散指示、安排专职疏散人员。学校设有安全领导小组和工作小组。

8、安全保障

8.1 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。
- 5、参赛人员不得将承办单位提供的仪器、工具、材料等物品带出赛场。
- 6、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。

8.2 赛场安全保障

- 1、领队、裁判、指导教师及参赛选手等所有人员佩戴标志分别进入指定区域，并主动向安保管理人员出示。
- 2、领队、裁判、指导教师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。
- 3、领队、裁判、指导教师及参赛选手等所有人员不准在指定区域和禁烟区吸烟。
- 4、听从指挥，在规定区域内活动，不得擅自离开。
- 5、参赛人员要妥善保管个人财物。
- 6、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。
- 7、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。

8.3 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搞好抢救工作。

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，现场人员应主动向公安机关报警并向领导汇报，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。

9、裁判人员工作内容

1、裁判员应服从裁判长的管理，裁判员的工作由裁判长指派决定；

2、裁判员的工作分为现场执裁、检测监督、安全管理、客观评判和主观评判等。主观评分前应由裁判长统一评判标准；

3、裁判员在工作期间不得使用手机、照相机、录像机等设备。

4、安全和规范操作评判应由两名以上裁判在竞赛现场打分。

5、现场执裁的裁判员负责检查选手携带的物品。违规物品一律清出赛场。比赛结束后裁判员要命令选手停止一切操作。监督选手撤离竞赛工位。

6、比赛中除裁判长和现场裁判长外，其他裁判员除非必要的评判，不得接近选手，不得与选手进行非必要的语言交流，除非选手举手示意裁判长解决比赛中出现的问题。

附：竞赛内容

一、乙酸正丁酯的合成及条件优化

1、技术要求

用磨口玻璃仪器进行乙酸正丁酯合成及条件优化。

2、技术支撑

(1) 该项目所需仪器试剂：

表 1 乙酸正丁酯的合成及条件优化物品清单

序号	名称	规格	数量	备注
1	温度计	0~200C°	1根	
2	分水器	24#*2	1个	
3	温度计套管	螺口, 24#	1个	
4	球形冷凝管	200mm, 24#	1根	
5	直形冷凝管	300mm*24*24	1根	
6	单颈烧瓶	100mL/24#	3个	
7	量筒	50mL	1个	
8	量筒	25mL	1个	
9	玻璃塞	24#	5个	
10	玻璃仪器链接夹	24#	3个	
11	胶皮管	2m	2根	
12	药匙	不锈钢药匙	1个	
13	橡胶手套	耐酸碱手套	1副	
14	剪刀	不锈钢剪刀	1把	
15	橡皮筋	小橡皮筋	4根	
16	吸水纸	10*10mm 张	10张	
17	铁架台	国标标准款	2台	
18	电热套	调温电热套 (250mL)	1台	
19	烧瓶夹	普通	1个	
20	冷凝管夹	普通	1个	
21	双顶丝	普通	2个	
22	升降台	150mm*150mm	2台	
25	乳胶手套	实验用手套	1副	
26	一次性滴管	耐酸碱滴管, 3mL	2根	
27	接引瓶	50mL/24#	3个	
28	蒸馏头	24#*3	1个	
29	接收管	真空接收管 (双磨口) 24#	1个	
30	分液漏斗	125mL (聚四氟乙烯旋塞)	1个	
31	锥形瓶	250mL	1个	
32	玻璃棒	磨头 15cm*7mm	1个	

33	普通漏斗	50mL	1 个	
34	定量滤纸	9.0cm, 中速	1 个	
35	封口膜	5cm	1 张	
36	进样瓶	4mL	1 个	
37	称量纸	10cm*10cm	5 张	
38	标签纸	普通	1 张	
39	洗瓶	聚乙烯塑料瓶	1 个	
40	蓝色石蕊试纸	普通	1 盒	
41	分析天平	赛多利斯	1 台	
42	玻璃仪器气流烘干仪	30 孔, 不锈钢	1 台	共用
43	水浴锅	电热恒温数显水浴锅	1 台	共用

表 2 乙酸正丁酯的合成及条件优化试剂清单

序号	名称	规格	数量	备注
1	冰乙酸	500mL, AR	1 瓶	
2	正丁醇	500mL, AR	1 瓶	
3	浓硫酸	500mL, AR	1 瓶	
4	10%Na ₂ CO ₃ 溶液	60mL	1 瓶	
5	无水 MgSO ₄	500g, AR	1 瓶	
6	氯化钠	500g, AR	1 瓶	
7	沸石	约 20 粒, 分装	1 瓶	共用
8	蒸馏水	2L	1 桶	
9	凡士林	500g, 实验试剂	1 瓶	共用

(2) 乙酸正丁酯合成及优化实验步骤 (供参考) :

在 100mL 圆底烧瓶中加 14g 冰醋酸和 18g 正丁醇, 再加入 2~3 滴浓 H₂SO₄, 混合均匀后加入 2 颗沸石。如图 1 所示, 安装带有水分离器的回流反应装置, 并在分水器中预先加适量的水, 小火加热回流。记下第一滴回流液滴下的时间并控制冷凝管中的液滴流速为 1~2d·s⁻¹, 反应进行 50 分钟左右结束。

在参考方法中改变一种反应物的量或其他工艺条件进行合成反应优化, 收集的产品量作为合成反应条件优化分析的依据。

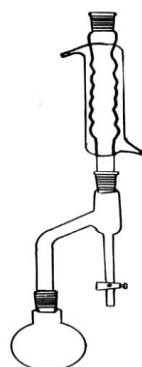


图 1 乙酸正丁酯的合成—共沸蒸馏分水装置

(3) 乙酸正丁酯产品提纯实验步骤 (供参考) :

①洗涤 : 将烧杯中的粗产品和分水器中的液体一并倒入分液漏斗中, 用适量水洗涤烧杯内壁, 洗涤液并入分液漏斗中充分振荡, 静置。分出水层。有机相继续用适量 10% Na_2CO_3 溶液洗涤至中性 ; 再用适量 饱和 NaCl 溶液洗涤, 分出酯层。酯层由分液漏斗的上口倒入干燥的锥形瓶中。

②干燥 : 在盛放粗产品的锥形瓶中放入 2g 左右无水 MgSO_4 , 配上塞子, 充分振摇至液体澄清透明, 再放置 30min。

③蒸馏 : 将干燥后的乙酸正丁酯用少量棉花或滤纸通过三角漏斗过滤至干燥的 100mL 蒸馏烧瓶中 (注意 : 不要将 MgSO_4 倒进去 !), 加入 2~3 粒沸石, 安装好蒸馏装置, 加热蒸馏。收集 $124 \sim 127^\circ\text{C}$ 的乙酸正丁酯馏分, 记录精制乙酸正丁酯的产量, 并保留 2mL 产品到色谱进样瓶中, 用封口膜密封备用。实验装置如图 2 所示 :

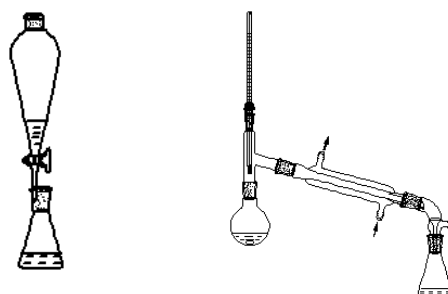


图 2 乙酸正丁酯提纯装置图

表 3 乙酸正丁酯的制备

	正丁醇的 加入量	冰醋酸的 加入量	乙酸正丁酯的 理论产量	乙酸正丁酯 的实验产量	产品产率/% (由第三方气相色谱法 测定得出产品的含量)
质量	g	g	g	g	

二、未知试样中铁含量的测定

1、氧化还原滴定法测定未知铁试样溶液 (I) 的浓度

(1) 配制重铬酸钾标准滴定溶液

用减量法准确称取适量的已在 $120^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量的基准试剂重铬酸钾，溶于水，移入 250mL 容量瓶中，用水定容并摇匀。移取未知铁试样溶液 (I) 25mL 于 250mL 锥形瓶中，加 12mL 盐酸 (1+1)，加热至沸，趁热滴加氯化亚锡溶液还原三价铁，并不时摇动锥形瓶中溶液，直到溶液保持淡黄色，加水约 100mL，然后加钨酸钠指示液 10 滴，用三氯化钛溶液还原至溶液呈蓝色，再滴加稀重铬酸钾溶液至钨蓝色刚好消失。冷却至室温，立即加 30mL 硫磷混酸和 15 滴二苯胺磺酸钠指示液，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液刚呈紫色时为终点，记录重铬酸钾标准滴定溶液消耗的体积。平行测定，同时做空白试验。

(2) 空白试验用未知铁试样溶液 (I) 进行测定，取样为 1mL，其余步骤同上。

(3) 计算被测未知铁试样溶液 (I) 中铁的浓度和平行测定的相对极差。

计算重铬酸钾标准滴定溶液浓度按下式计算：

$$c\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right) = \frac{m(K_2Cr_2O_7)}{M\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right) \times V_{\text{实}} \times 10^{-3}}$$

式中： $c\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right)$ —— $\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7$ 标准滴定溶液的浓度，mol/L；

$V_{\text{实}}$ ——250 mL 容量瓶实际体积，mL；

$M(K_2Cr_2O_7)$ ——基准物 $K_2Cr_2O_7$ 的质量，g；

$M\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right)$ —— $\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7$ 摩尔质量，49.031g/mol。

空白试验消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积按下式计算：

$$V_0 = V_{\text{空实}} - \frac{V_{\text{实}} (\text{实际消耗重铬酸钾体积的平均值})}{V_{\text{实}} (25\text{mLFe 实际体积})} \times V_{\text{实}} (1\text{mLFe 实际体积})$$

未知铁试样溶液 (I) 中铁的浓度按下式计算：

$$c(\text{Fe}) = \frac{c\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right) \times (V_{\text{实}}(\text{实际消耗重铬酸体积}) - V_0)}{V_{\text{实}}(25\text{mLFe实际体积})}$$

注： $M(\text{Fe})$ ——Fe 的摩尔质量，55.85g/mol。

2. 分光光度法测定未知铁试样 (II) 中铁含量 (该测定中玻璃计量器具用标示值)

(1) 标准工作曲线制作

①将上述测定的未知铁试样溶液 (I) 配制成适合于分光光度法对未知铁试样 (II) 中铁含量测定的工作曲线使用的铁标准溶液。

②标准系列溶液配制：用吸量管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铁试样溶液 (II) 中铁含量的标准系列溶液。

③显色：制作标准工作曲线的每个容量瓶中溶液按以下规定同时同样处理：加入适量水，2.0 mol/L 氯化铵溶液 1.00ml，磺基水杨酸溶液 1.00ml，用 7.0mol/L 氨水溶液至少 1.00ml，调节溶液 pH 大于 9.0。加入每种试剂后彻底混合。然后加蒸馏水至刻度线，混匀，放置 5 分钟，等待显色。

④测定：以不加铁标准溶液的一份为参比，在最大吸收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，计算线性回归方程。

(2) 未知铁试样溶液 (II) 中铁含量的测定

①显色与测定：确定未知铁试样溶液 (II) 的稀释倍数，配制待测溶液于所选用的 100mL 容量瓶中，加入适量水，2.0 mol/L 氯化铵溶液 1.00ml，磺基水杨酸溶液 1.00ml，用 7.0mol/L 氨水溶液至少 1.00ml，调节溶液 pH 大于 9.0。加入每种试剂后彻底混合。然后加蒸馏水至刻度线，混匀，放置 5 分钟，等待显色后，按照工作曲线制作时相同的测定方法，在最大吸收波长处进行吸光度测定。平行测定 3 次。

②由测得吸光度，通过线性回归方程中计算出待测溶液中铁的浓度，根据未知铁试样溶液 (II) 的稀释倍数，求出未知铁试样溶液 (II) 中铁含量。

(3) 线性回归方程 $y=a+bx$ 按下式计算：

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

(4) 未知铁试样溶液 (II) 中铁含量按下式计算：

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

式中： ρ ——未知铁试样溶液 (II) 中铁的浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

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

n ——未知铁试样溶液 (II) 的稀释倍数。