

模块二：乙酸乙酯的质量分析与评价

➤ 健康和安全

请分析本模块所涉及的健康和安全问题，并写出相应预防措施。

➤ 环境保护

请分析本模块可能会产生的环境问题，并写出相关环境保护措施。

➤ 基本原理

合成产物乙酸乙酯用气相色谱进行鉴定，可采用内标标准曲线法对产物中乙酸乙酯的含量进行定量分析。

➤ 目标

- 准备标准曲线溶液
- 选择气相色谱测定条件
- 测定乙酸乙酯的含量
- 计算精制乙酸乙酯的产率（%）
- 完成报告

完成工作的总时间是 210 分钟，由选择气相色谱测定条件和乙酸乙酯产物含量测定两个任务组成。选择气相色谱测定条件由教师选手完成，标准曲线溶液和产品溶液的配制及气相色谱测定由学生选手完成，结果处理和工作报告撰写由教师选手和学生选手共同完成。

1. 仪器设备、试剂清单

主要设备	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）
	自动进样器
玻璃器皿	容量瓶（50 mL、100 mL）
	吸量管（5 mL、10 mL）
	色谱样品瓶（2mL）
	烧杯（100mL、500mL、1000mL）
药品与试剂	乙酸乙酯标准品
	乙酸正丙酯标准品
	乙酸正丁酯标准品
	混合标准样品（含乙酸、乙醇、乙醚、乙酸乙酯、乙酸正丙酯、乙酸正丁酯）
	乙酸
	无水乙醇

	乙醚（色谱纯）
	去离子水

2. 选择气相色谱测定条件

正确完成气相色谱仪的开机操作，设定合适的气相色谱条件，包括：

- 柱温、气化室温度、检测器温度；
- 载气流量、空气流量、氢气流量；
- 分流比；
- 进样量；
- 升温方式。

气相色谱条件应能对混合标准样品中乙酸乙酯含量进行正确定性和定量分析。混合标准样中含 6 种物质：乙酸、乙醇、乙醚、乙酸乙酯、乙酸正丙酯、乙酸正丁酯。

对混合标准样品和单标样品进行分析，采集数据，保存并打印谱图（有但不限于混合标准样品、乙酸乙酯、溶剂、内标物的谱图）。谱图命名方式：样品名称（如混合标准样、乙醇等）。谱图由仪器自带程序生成，打印信息中须包含上述色谱条件（其中**进样量须为 0.5 μ L**）、进样瓶位置、组分名称、保留时间、峰面积、峰高、半峰宽、峰分离度以及打印时间、进样时间、文件名等。

3. 产物含量分析

（1）乙酸乙酯标准溶液配制：准确称取 3.0g（精确至 0.0001g）乙酸乙酯标准品，用乙醇溶解并稀释，定容于一定规格的容量瓶中，摇匀。

（2）内标物标准溶液配制：选择合适的内标物，准确称取 3.0g（精确至 0.0001g）内标物标准品，用乙醇溶解并稀释，定容于一定规格的容量瓶中，摇匀。

（3）标准曲线工作溶液配制：用吸量管准确移取不同体积的乙酸乙酯标准溶液至 5 个容量瓶中；再准确移取一定体积的内标物标准溶液至上述 5 个容量瓶中，用乙醇稀释至刻度，摇匀。将标准曲线工作溶液分别转移到 2mL 气相色谱样品瓶中并编号。

（4）绘制标准曲线：在设置好的气相色谱测定条件下（**进样量须为 0.5 μ L**），测定各标准曲线工作溶液，保存并打印谱图，谱图命名方式：标准曲线序号（如：标准曲线 1，序号按浓度从小到大为 1~5）。以保留时间确定乙酸乙酯和内标物，

以 A_i/A_s 为纵坐标，以乙酸乙酯标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线。

(5) 产物样品中乙酸乙酯含量的测定：称取一定质量的产物样品配制成适合标准曲线的样品溶液，加入一定体积的内标物标准溶液，用乙醇稀释至刻度，摇匀。将样品溶液转移到 2mL 气相色谱样品瓶中并编号（此步骤须经裁判确认操作过程）。

用与绘制标准曲线相同的气相色谱测定条件测定，保存并打印谱图，谱图命名方式：样品序号（如：样品 1）。根据色谱图求出 A_i/A_s 。平行测定 3 次。

(6) 标准曲线校核：确称取 0.2g（精确至 0.0001g）乙酸乙酯标准品，加入与步骤（3）中标准曲线工作溶液配制时相同体积的内标物标准溶液，用乙醇稀释至刻度，摇匀。该溶液作为标准校核溶液。将标准校核溶液转移到 2mL 气相色谱样品瓶中并编号，用与绘制标准曲线相同的气相色谱测定条件测定，保存并打印谱图，谱图命名方式：标准曲线校核（如：标准曲线校核）。根据色谱图求出 A_i/A_s 。

特别注意：

气相色谱样品瓶须按顺序放入自动进样器 1~9 号样品架，经裁判确认，之后不得再移动，否则按作弊论处。

样品架上样品瓶放置顺序为：标准曲线工作溶液 1~5 号、样品 6~8 号、标准曲线校核溶液 9 号。

4. 结果处理

(1) 根据标准系列溶液、产物样品溶液和标准校核溶液的色谱图，分析并记录乙酸乙酯和内标物的峰面积（ A_i 、 A_s ）。测量结果汇总在原始记录表中。

(2) 以 A_i/A_s 为纵坐标，以乙酸乙酯标准溶液浓度为横坐标，用 Excel 绘制标准曲线，得出标准曲线回归方程和线性相关系数（绘制标准曲线时须考虑原点）。

(3) 计算产物中乙酸乙酯的含量（ w_i ），取 3 次平行实验结果的算术平均值作为最终结果，结果保留至小数点后 2 位。

(4) 计算校核标准样品中乙酸乙酯的含量（ $w_{校}$ ），结果保留至小数点后 2 位。

(5) 误差分析

① 对产物中乙酸乙酯含量 (w_i) 测定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:

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\bar{X}} \times 100\%$$

式中:

X_1 ——平行测定的最大值;

X_2 ——平行测定的最小值;

\bar{X} ——平行测定的平均值。

② 对标准校核样品中乙酸乙酯含量 ($w_{校}$) 的测定结果进行分析, 以相对误差 $A_{校}$ 表示, 结果精确至小数点后 2 位。计算公式如下:

$$A_{校} = \frac{(X_1 - 100\%)}{100\%} \times 100\%$$

式中:

X_1 ——标准校核样品的测定值;

(6) 按下式计算目标产物的精制收率, 结果保留 4 位有效数字, 计算理论产量时乙酸含量统一按 99.5% 计。

$$\text{精制收率} = \frac{\text{精制产品质量 (g)} \times \text{产品中的乙酸乙酯含量}}{\text{理论产量 (g)}} \times 100\%$$

5. 报告撰写

(1) 请完成一份工作报告 (电子文档), 存档并打印; 实操过程中的数据记录表、谱图等作为工作报告附件, 一并提交。

工作报告格式自行设计, 内容应包括: 实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施, 实验原理, 数据处理, 结果评价和问题分析等。

(2) 思考题:

① 本实验中用邻苯二甲酸氢钾标定 0.5000mol/L 氢氧化钠时, 化学计量点时的 pH 值是多少? 请计算说明。假设达到化学计量点时氢氧化钠消耗体积与邻苯二甲酸氢钾溶解初始体积相等。已知邻苯二甲酸的 $pK_{a1}=2.95$, $pK_{a2}=5.41$ 。

② 进样量是色谱分析中的重要操作参数, 过大的进样量可能会导致色谱柱过载、峰形变宽、峰分离不良或色谱系统性能下降。如何通过实验确定最大进样量?