山东省“技能兴鲁”职业技能大赛

2019年全省医药行业职业技能竞赛

**有机合成工竞赛技能试卷样题**

**考核项目：**

**一、间歇反应釜仿真操作**

**本题分值：**15分

**考核时间：**0.5h

**考核形式：**仿真操作

**考核要求：**根据要求，进行加料的计量，进行加料速度、反应温度、反应时间等关键工艺条件的控制，得出产品，完成仿真操作。

**二、乙酰苯胺的制备**

每位选手均需在6.5h内完成以下所有项目。

**（一）粗品制备**

**本题分值：**25分

**考核时间：**建议2.5-3h

**考核形式：**实操

**考核要求：**

1. 选手进入考场后抽签决定考位。
2. 选手根据需要选择合适的防护用品。

3、能够正确选用仪器、设备进行搭装，能够称取适量的试剂，设定合理的反应条件。

4、能够正确取样，选择合适的展开剂，根据反应中控制定反应时间。

5、能够正确使用过滤装置进行固液分离。

**（二）粗品的精制、干燥**

**本题分值：**20分

**考核时间：**建议2.5-3h

**考核形式：**实操

**考核要求：**

1、选手能够选用合适的溶剂、设备对粗品进行精制。

2、能够使用活性炭脱色。

3、选手根据需要选择适合的方式对精制后产品进行干燥。

**（三）性质表征**

**本题分值：**10分

**考核时间：**建议0.5-1h

**考核形式：**实操

**考核要求：**

1、选手能将干燥好的精制产品进行熔点测定，要求过程正确，符合《中国药典》2015版相关要求。

2、选手能够准确记录数据，并由当值裁判员进行认定。

**（四）报告书写**

**本题分值：**30分

**考核时间：**选手根据实验自定

**考核形式：**笔试

**考核要求：**

1. 能够写出合理的投料量、正确的反应机理、反应步骤、反应现象。

2、能够画出实验装置图。

3、能够画出薄层情况，计算Rf值。

4、能够根据产品质量计算反应收率、成本。

5、正确记录干燥好的产品熔点。

6、实验讨论及问答。

**乙酰苯胺的制备（职工组）**

**一、实验目的**

1.掌握乙酰苯胺的制备方法；

2.熟练掌握分馏装置的安装与操作；

3.熟练重结晶、趁热过滤、减压过滤、薄层色谱等操作技术；

4.熟悉熔点测试仪的使用。

**二、实验原理**



三、**主要试剂及仪器**

**（一）主要仪器设备**

1.防护用具：防毒面具、塑胶手套

2.常规玻璃仪器

3.主要设备：循环水式真空泵SHZ-D(Ⅲ)、电热鼓风干燥箱DHG-9070A、三用紫外分析仪ZF7-C、熔点测试仪YRT-3、电热套KDM型、恒温加热磁力搅拌器DF-101S

**（二）原料及主要试剂**

苯胺、冰醋酸、锌粉、活性炭、冰水、95%乙醇、乙酸乙酯、石油醚、甲醇、二氯甲烷

**四、实验设计**

以苯胺10mL及实验室现有原料制备乙酰苯胺，自选仪器设备进行反应。

通过薄层色谱法监测反应进度，制定实验时间，结果请报告给裁判，计算Rf值，并在报告中画出薄层结果。利用熔点测定对产品进行表征（请及时报给裁判）。

|  |
| --- |
| **乙酰苯胺的制备** |
| 1. 实验目的
 |
|  |
| 1. 实验原理
 |
|  |
| 1. 实验装置图（粗品制备反应装置和减压抽滤装置）
 |
|  |
| 四、 实验步骤 | 实验现象 |
|  |  |
| 五、产品外观、产量、收率、成本计算及表征数据 |
| 1、外观2、产量、收率计算3、成本计算根据实验过程中具体所使用的物料不同，计算单耗和总成本以及单位成本（元/克），对于不能明确的物料价格，可以咨询裁判。已知：苯胺58.5元/500ml；冰醋酸12元/500ml；95%乙醇7元/500ml；锌粉55元/500g。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **原料** | **单耗（g/g产品）** | **单价( 元/** g**)** | **折价（元/** g**）** |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 总计 | ----- | ----- |  |

4、熔点 |
| 1. 讨论及问答
 |
|  |

**乙酰苯胺的制备（学生组）**

**一、实验目的**

1.掌握乙酰苯胺的制备方法；

2.熟练掌握分馏装置的安装与操作；

3.熟练重结晶、趁热过滤、减压过滤、薄层色谱等操作技术；

4.熟悉熔点测试仪的使用。

**二、实验原理**



三、**主要试剂及仪器**

**（一）主要仪器设备**

1.防护用具：防毒面具、塑胶手套

2.常规玻璃仪器

3.主要设备：循环水式真空泵SHZ-D(Ⅲ)、电热鼓风干燥箱DHG-9070A、三用紫外分析仪ZF7-C、熔点测试仪YRT-3、电热套KDM型、恒温加热磁力搅拌器DF-101S

**（二）原料及主要试剂**

苯胺、冰醋酸、锌粉、活性炭、冰水、95%乙醇、乙酸乙酯、石油醚、甲醇、二氯甲烷

**四、实验设计**

以10mL苯胺、15mL冰醋酸和锌粉适量，自选仪器设备进行反应。通过薄层色谱法监测反应进度，制定实验时间，结果请报告给裁判，计算Rf值，并在报告中画出薄层结果。利用熔点测定对产品进行表征（请及时报给裁判）。

|  |
| --- |
| **乙酰苯胺的制备** |
| 一、实验目的 |
|  |
| 二、实验原理 |
|  |
| 三、实验装置图（粗品制备反应装置和减压抽滤装置） |
|  |
| 四、 实验步骤 | 实验现象 |
|  |  |
| 1. 产品外观、产量、收率及表征数据
 |
| 1.外观2.产量、收率计算3.熔点 |
| 六、讨论及问答 |
|  |