

乙酸乙酯的合成（精选文档）

(文档可以直接使用，也可根据实际需要修改使用,可编辑 欢迎下载)

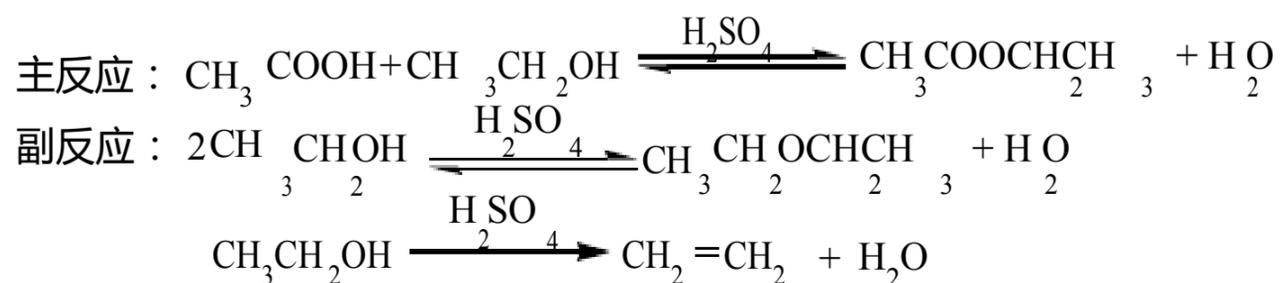
乙酸乙酯的制备

一、实验目的

1. 掌握乙酸乙酯的制备原理及方法，掌握可逆反应提高产率的措施。
2. 掌握分馏的原理及分馏柱的作用。
3. 进一步练习并熟练掌握液体产品的纯化方法。

二、实验原理

乙酸乙酯的合成方法很多，例如：可由乙酸或其衍生物与乙醇反应制取，也可由乙酸钠与卤乙烷反应来合成等。其中最常用的方法是在酸催化下由乙酸和乙醇直接酯化法。常用浓硫酸、氯化氢、对甲苯磺酸或强酸性阳离子交换树脂等作催化剂。若用浓硫酸作催化剂，其用量是醇的0.3%即可。其反应为：

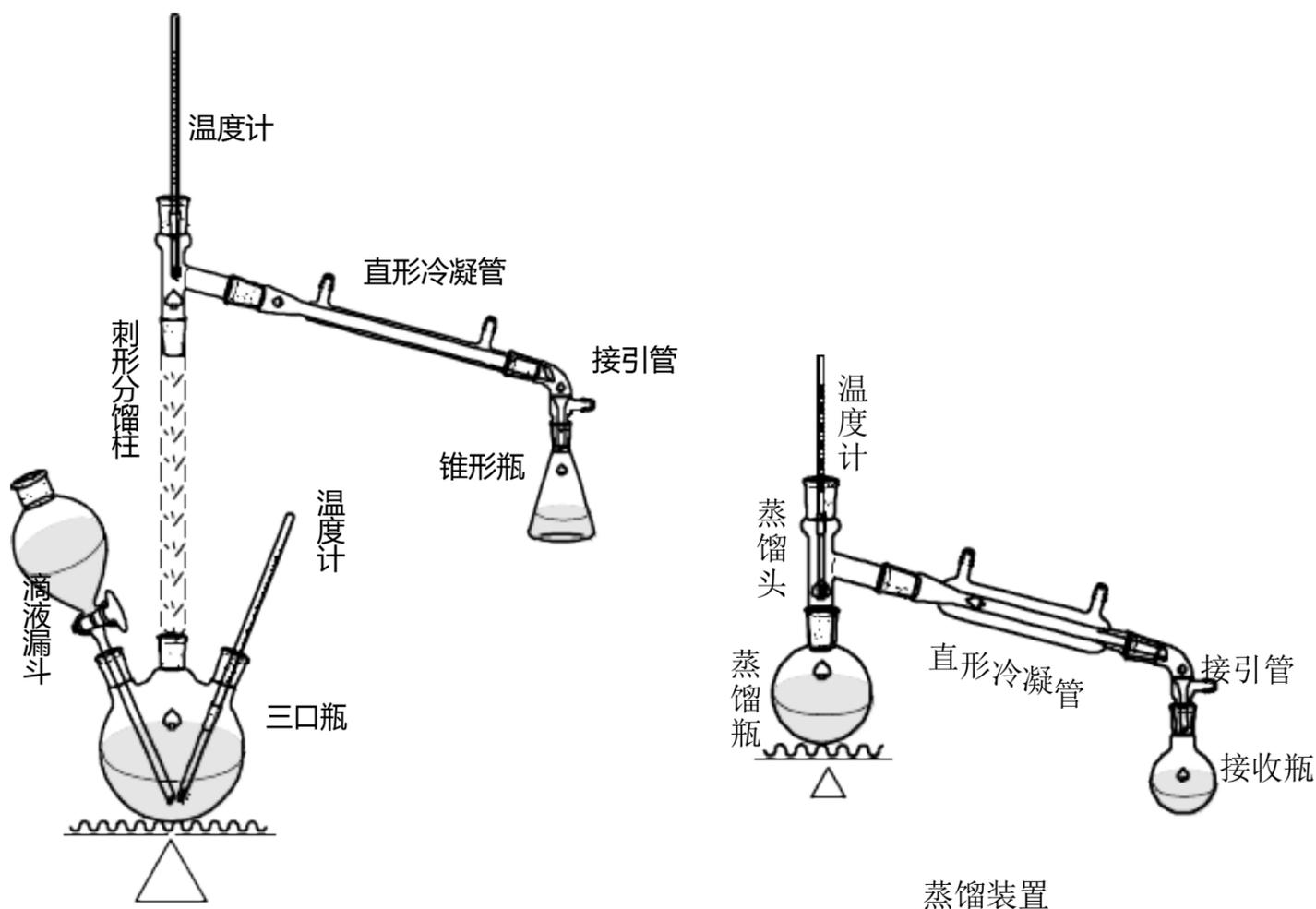


酯化反应为可逆反应，提高产率的措施为：一方面加入过量的乙醇，另一方面在反应过程中不断蒸出生成的产物和水，促进平衡向生成酯的方向移动。但是，酯和水或乙醇的共沸物沸点与乙醇接近，为了能蒸出生成的酯和水，又尽量使乙醇少蒸出来，本实验采用了较长的分馏柱进行分馏。

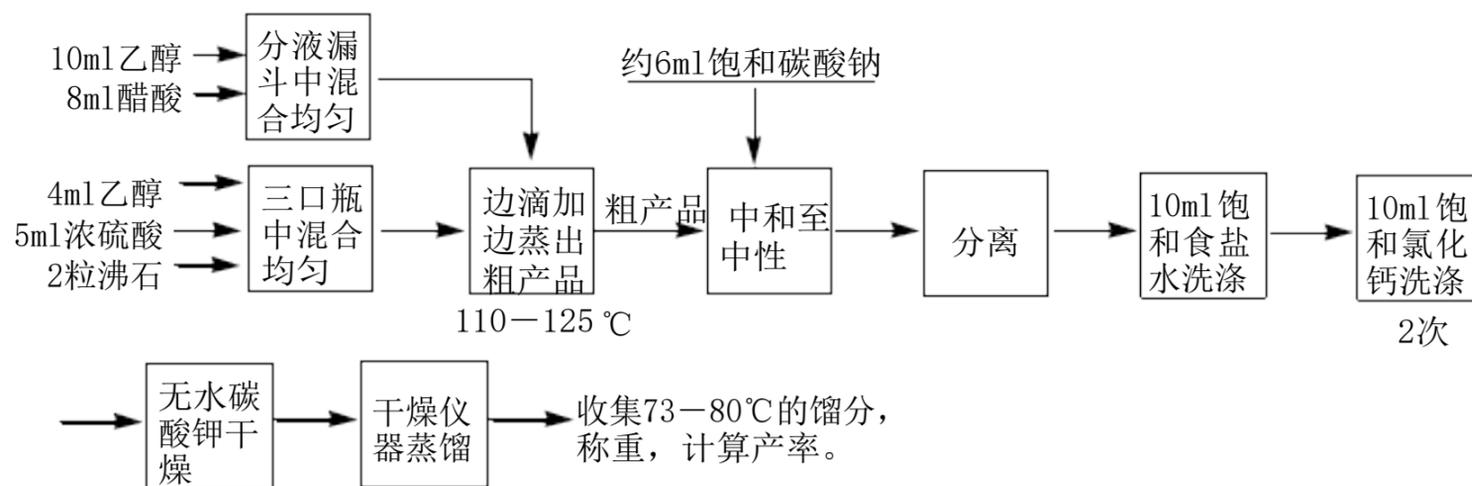
三、药品及物理常数

药品名称	分子量 (mol wt)	用量 (ml、g、mol)	熔点 (°C)	沸点 (°C)	比重 (d ₄ ²⁰)	水溶解度 (g/100ml)
冰醋酸	60.05	8ml (0.14mol)	16.7	118	1.049	易溶于水
95%乙醇	46.07	14ml (0.23mol)		78.4	0.7893	易溶于水
乙酸乙酯	88.12			77.1	0.9005	微溶于水
浓硫酸		5ml			1.84	易溶于水
其它药品	饱和碳酸钠溶液、饱和氯化钠溶液、饱和氯化钙溶液、无水碳酸钾					

四、 实验装置图



五、 实验流程图



六、 实验步骤

在 100ml 三颈瓶中，加入 4ml 乙醇，摇动下慢慢加入 5ml 浓硫酸，使其混合均匀，并加入几粒沸石。三颈瓶一侧口插入温度计，另一侧口插入滴液漏斗，漏斗末端应浸入液面以下，中间口安一长的刺形分馏柱（整个装置如上图）。

仪器装好后，在滴液漏斗内加入 10ml 乙醇和 8ml 冰醋酸，混合均匀，先向瓶内滴入约 2ml 的混合液，然后，将三颈瓶在石棉网上小火加热到 110—120℃ 左右，这时蒸馏管口应有液体流出，再自滴液漏斗慢慢滴入其余的混合液，控制滴加速度和馏出速度大致相等，并维持反应温度在 110—125℃ 之间，滴加完毕后，继续加热 10 分钟，直至温度升高到 130℃ 不再有馏出液为止。

馏出液中含有乙酸乙酯及少量乙醇、乙醚、水和醋酸等，在摇动下，慢慢向粗产品中加入饱和的碳酸钠溶液（约 6ml）至无二氧化碳气体放出，酯层用 PH 试纸检验呈中性。移入分液漏斗中，充分振摇（注意及时放气！）后静置，分去下层水相。酯层用 10ml 饱和食盐

水洗涤后，再每次用 10ml 饱和氯化钙溶液洗涤两次，弃去下层水相，酯层自漏斗上口倒入干燥的锥形瓶中，用无水碳酸钾干燥。

将干燥好的粗乙酸乙酯小心倾入 60ml 的梨形蒸馏瓶中（不要让干燥剂进入瓶中），加入沸石后在水浴上进行蒸馏，收集 73—80℃的馏分。产品 5—8g。

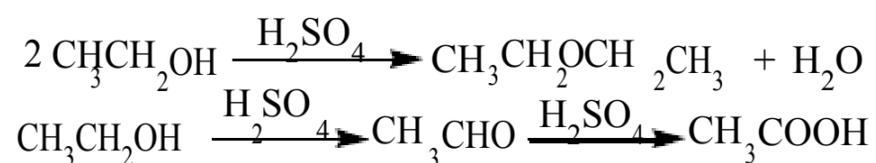
七、操作要点及说明

1、本实验一方面加入过量乙醇，另一方面在反应过程中不断蒸出产物，促进平衡向生成酯的方向移动。乙酸乙酯和水、乙醇形成二元或三元共沸混合物，共沸点都比原料的沸点低，故可在反应过程中不断将其蒸出。这些共沸物的组成和沸点如下：

共沸物组成	共沸点
(1) 乙酸乙酯 91.9%，水 8.1%	70.4℃
(2) 乙酸乙酯 69.0%，乙醇 31.0%	71.8℃
(3) 乙酸乙酯 82.6%，乙醇 8.4%，水 9.0%	70.2℃

最低共沸物是三元共沸物，其共沸点为 70.2℃，二元共沸物的共沸点为 70.4℃和 71.8℃，三者很接近。蒸出来的可能是二元组成和三元组成的混合物。加过量 48%的乙醇，一方面使乙酸转化率提高，另一方面可使产物乙酸乙酯大部分蒸出或全部蒸出反应体系，进一步促进乙酸的转化，即在保证产物以共沸物蒸出时，反应瓶中，仍然是乙醇过量。

2、本实验的关键问题是控制酯化反应的温度和滴加速度。控制反应温度在120℃左右。温度过低，酯化反应不完全；温度过高（>140℃），易发生醇脱水和氧化等副反应：



故要严格控制反应温度。

要正确控制滴加速度，滴加速度过快，会使大量乙醇来不及发生反应而被蒸出，同时也造成反应混合物温度下降，导致反应速度减慢，从而影响产率；滴加速度过慢，又会浪费时间，影响实验进程。

3、用饱和氯化溶液洗涤之前，要用饱和氯化钠溶液洗涤，不可用水代替饱和氯化钠溶液。粗制乙酸乙酯用饱和碳酸钠溶液洗涤之后，酯层中残留少量碳酸钠，若立即用饱和氯化钙溶液洗涤会生成不溶性碳酸钙，往往呈絮状物存在于溶液中，使分液漏斗堵塞，所以在用饱和氯化钙溶液洗涤之前，必须用饱和氯化钠溶液洗涤，以便除去残留的碳酸钠。乙酸乙酯在水中的溶解度较大，15℃时 100g 水中能溶解 8.5g，若用水洗涤，必然会有一定量的酯溶解在水中而造成损失。此外，乙酸乙酯的相对密度（0.9005）与水接近，在水洗后很难立即分层。因此，用水洗涤是不可取的。饱和氯化钠溶液既具有不的性质，又具有盐的性质，一方面它能溶解碳酸钠，从而将其双酯中除去；另一方面它对有机物起盐析作用，使乙酸乙酯在水中的溶解度大降低。除此之外，饱和氯化钠溶液的相对密度较大，在洗涤之后，静置便可分离。因此，用饱和氯化钠溶液洗涤既可减少酯的损失，又可缩短洗涤时间。

4、注意事项

- (1) 加料滴管和温度计必须插入反应混合液中，加料滴管的下端离瓶底约5mm为宜。
- (2) 加浓硫酸时，必须慢慢加入并充分振荡烧瓶，使其与乙醇均匀混合，以免在加热时因局部酸过浓引起有机物碳化等副反应。
- (3) 反应瓶里的反应温度可用滴加速度来控制。温度接近 125℃，适当滴加快点；温度落到接近 110℃，可滴加慢点；落到 110℃停止滴加；待温度升到 110℃以上时，再滴加。
- (4) 本实验酯的干燥用无水碳酸钾，通常只少干燥半个小时以上，最好放置过夜。但在本实验中，为了节省时间，可放置 10 分钟左右。由于干燥不完全，可能前馏分多些。

八、 教学方法

1、合成乙酸乙酯的反应是典型的可逆平衡反应，本实验应重点分析、总结提高可逆平衡反应产率的实验方法。

2、组织讨论以下问题：

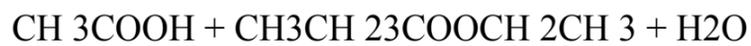
- (1) 为什么使用过量的乙醇？
- (2) 蒸出的粗乙酸乙酯中主要含有哪些杂质？如何逐一除去？
- (3) 能否用浓的氢氧化钠溶液代替饱和碳酸钠溶液来洗涤蒸馏液？为什么？
- (4) 用饱和氯化钙溶液洗涤的目的是什么？为什么先用饱和氯化钠溶液洗涤？是否可用水代替？
- (5) 如果在洗涤过程中出现了碳酸钙沉淀，如何处理？

实验六 酯化反应-乙酸乙酯的制备一

、酯化反应原理、方法、注意事项1

、原理

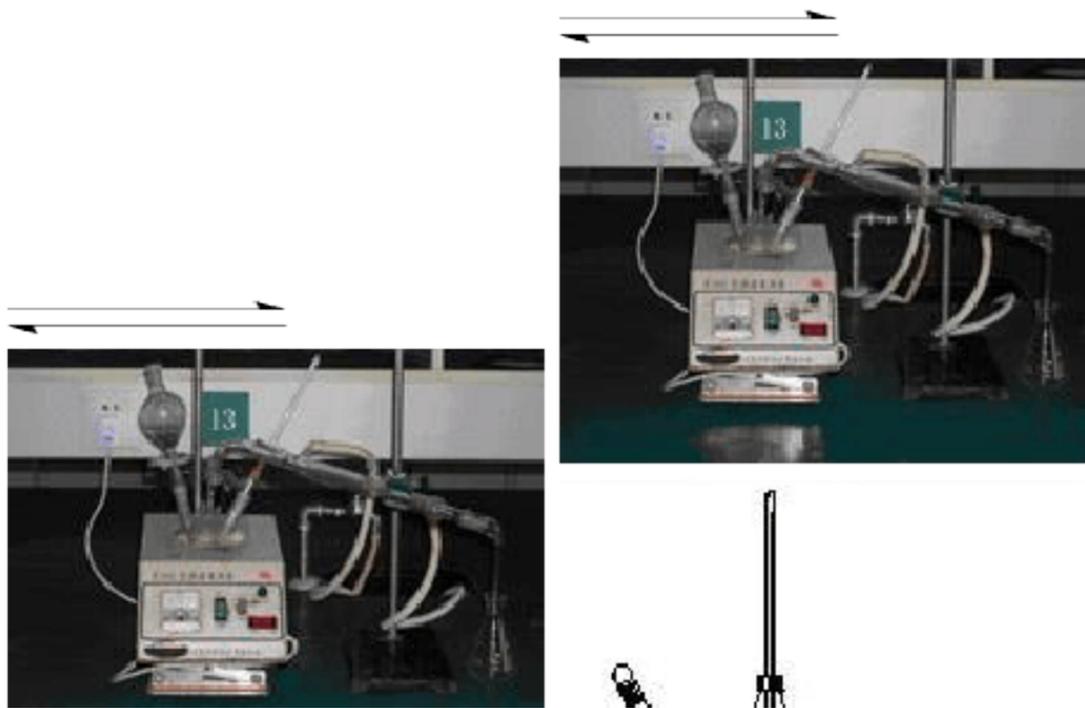
羧酸与醇在酸的催化下作用生成酯和水的反应叫做酯化反应。



酯化为一可逆反应,升高温度与使用催化剂可加速反应达到动态平衡。当平衡达到后,酯的生成量就不再增多。为了提高产量,可以根据质量作用定律,增加反应物的浓度,或除去生成物以破坏平衡,使平衡向右进行。

本实验以浓硫酸作催化剂,加速达到平衡,使用过量醋酸,并用分水装置,不断移去反应过程中生成的乙酸乙酯和水,使反应完全

2、实验方法



用下列装置图进行实验

图 14 乙酸乙酯合成实验装置

3、注意事项

(1 酸的用量为醇的用量的 3% 时即能起催化作用。当硫酸用量较多时,由于它同时又能起脱水作用而增加酯的产率。但硫酸用量过多时,由于高温时氧化作用的结果对反应反而不利。

(2 用油浴加热时,油浴的温度约在 135℃左右。如果不采用油浴,也可改用在电热套上接加热的方法,但反应液的温度必须控制在不超过 120℃的范围,否则将增加副产物乙醚的量。

二、实验—乙酸乙酯的制备

(一实验目的

了解从有机酸合成酯的一般原理及方法;熟练掌握蒸馏、分液漏斗的使用等操作。(二实验原理

同上

(三药品和仪器

1、仪器

125ml 三颈烧瓶 150℃温度计 150ml 分液漏斗 直型冷凝管 接收管 50ml 锥形瓶 电热套。

2、药品

95%乙醇 冰醋酸 浓硫酸 饱和碳酸钠溶液 饱和食盐水 饱和氯化钙溶液 无水硫酸钠 pH 试纸

(四实验步骤

按图 14 装置进行实验。在 100 毫升三颈瓶中放入 10 毫升乙醇,在用冷水冷却的同时,一边振摇一边分批加入 10 毫升浓硫酸 [1],使混合均匀,加入几粒沸石,在烧瓶两侧的两口分别插入温度计和 60 毫升滴液漏斗(其中已经分别加入 10 毫升 95%乙醇和 10 毫升醋酸并混合均匀,温度计的水银球必须浸入液面以下距离瓶底 0.5~1 厘米处,烧瓶的中间一口装一根与直型冷凝管相连接的蒸馏头,直型冷凝管通过一接引管与三角瓶相通。

将反应瓶在油浴上加热,当反应液温度升到 110~120℃时 [2],开始通过滴液漏斗滴加 混合液,控制滴加速度与蒸出液体的速度尽可能等同 [3],并始终维持反应液温度在 110~ 120℃之间,滴加完毕后继续加热数分钟,直到反应液温度升高到 130℃时不再有液体馏出 为止。

在馏出液中慢慢加入饱和碳酸钠溶液,边加边摇,直至不再有二氧化碳气体产生,然后 将混合液移入分液漏斗,分去下层水溶液,酯层用 6 毫升 /次饱和食盐水洗涤 2~3 次,再用 饱和氯化钙溶液 20 毫升分两次洗涤。最后分去下层液体,酯层自漏斗上口倒入一干燥的三 角烧瓶中,用无水硫酸钠干燥。

将干燥后的酯层进行蒸馏,收集 73~78℃的馏分,产率在 60%左右。

纯乙酸乙酯为无色而有香味的液体,沸点为 77.06℃,折光率为 1.3723。

(五注意事项)

1、若滴加速度太快则乙醇和乙酸可能来不及完全反应就随着酯和水一起蒸出,从而影 响酯的收率。

2、在馏出液中除了酯和水外,还含有未反应的少量乙醇和乙酸,也还有副产物乙醚。 故必须用碱来除去其中的酸,并用饱和氯化钙溶液来除去未反应的醇。 否则将影响到酯的收 率。

3、当酯层用碳酸钠洗过后,若紧接着就用氯化钙溶液洗涤,有可能产生絮状的碳酸钙 沉淀,使进一步分离变得困难,故在这两步操作之间必须水洗一下。 由于乙酸乙酯在水中有一 定的溶解度,为了尽可能减少由此而造成的损失,所以实际上用饱和食盐水来进行水洗 4、乙酸乙酯与水或乙醇可分别生成共沸混合物,若三者共存则生成三元共 沸物:

沸 点 ℃	组 成 (%)		
	酯	乙 醇	水
70.2	82.6	8.4	9.0
70.4	91.9	/	8.1
71.8	69.0	31.0	/

因此, 酯层中的乙醇不除净或干燥不够时, 由于形成低沸点的共沸混合物, 从而影响到 酯的产率。

(六) 思考题

- 1、酯化反应有什么特点?在实验中如何创造条件促使酯化反应尽可能向生成物方向进行?
- 2、实验中若采用醋酸过量的做法是否合适?为什么?
- 3、实验有哪些可能副反应?蒸出的粗乙酸乙酯中主要有哪些杂质?如何除去?
- 4、洗涤步骤的作用是什么?

四川大學

“乙酸正丁酯的制备”实验报告

班 级:工艺一班

实验组号:

同组姓名

实验时间

撰写实验报告时间:2021 年 12 月 10 日

1 实验目的

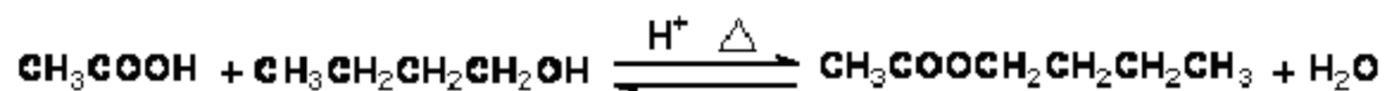
(1 初步了解和掌握化工产品开发的研究思路和实验研究方法。

(2 学会组织全流程实验,并获得高纯度的产品。

(3 学会分析实验流程及实验结果,提出实验改进方案。 二、实验原理

酸与醇反应制备酯,是一类典型的可逆反应:

Reaction:



Side reaction:



为提高产品收率,一般采用以下措施:

1、使某一反应物过量;

2、在反应中移走某一产物(蒸出产物或水;

3、使用特殊催化剂

用酸与醇直接制备酯,通常有三种方法。

第一种是共沸蒸馏分水法,生成的酯和水以沸物的形式蒸出来,冷凝后通过分水器分水,油层回到反应器中。

第二种是提取酯化法,加入溶剂,使反应物、生成的酯溶于溶剂中,和水层分开。

第三种是直接回流法,一种反应物过量,直接回流。

制备乙酸正丁酯用共沸蒸馏分水法较好。为了将反应物中生成的水除去,利用酯、酸和水形成二元或三元恒沸物,采取共沸蒸馏分水法。

使生成的酯和水以共沸物形式逸出,冷凝后通过分水器分水,油层则回到反应器中。三

、仪器、试剂与装置

仪器 蒸馏装置玻璃磨口仪器、球形冷凝管、分水器、圆底烧瓶(250ml)、温度计(200℃)、锥形瓶(50ml)、烧杯(400ml)、油浴锅、分液漏斗、量筒(10ml、50ml)、电热套、铁架台、铁夹及十字头、铁圈、橡胶水管、天平

试剂 正丁醇 (23ml,0.25mol)、冰醋酸 (16.5ml,0.28mol 稍微过量)、KHSO₄ 1g (催化剂)、NaCl、无水硫酸镁、冰块、沸石、甘油、pH 试纸

装置