

有机化学实验

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心



乙酸乙酯的制备

Preparation of ethyl acetate





1. 实验目的

2. 实验原理

3. 实验装置

4. 药品及物理常数

5. 实验步骤

6. 思考题



实验目的

1 熟悉和掌握酯化反应的基本原理和制备方法

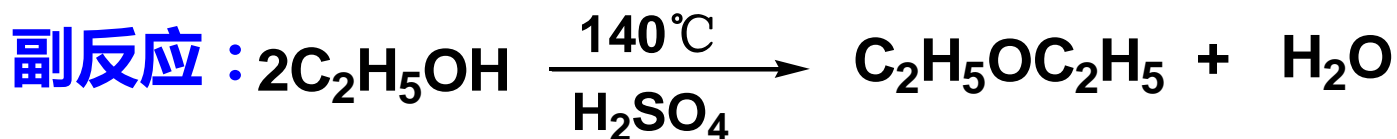
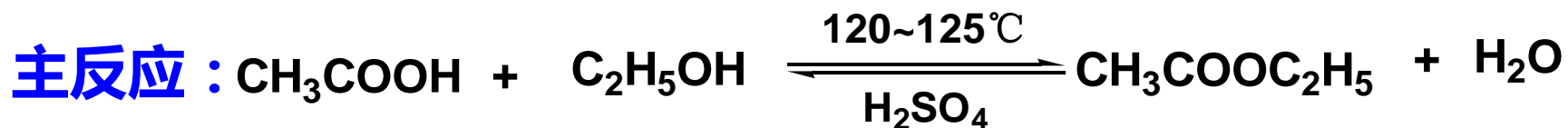
2 掌握液体有机化合物的精制方法

3 练习分液漏斗的使用及有机液体干燥操作

4 进一步熟悉蒸馏操作



实验原理



酯化反应的特点：

(1) 可逆反应 (2) 酸催化反应

注：本实验中采取乙醇过量的方式，同时将生成的产物乙酸乙酯和水蒸馏出反应体系，从而使平衡右移。



实验原理

液体有机物的干燥

干燥是常用的除去固体、液体或气体中少量水分或少量有机溶剂的方法。

目的：液体有机物含有水分，在蒸馏前通常要先行干燥以除去水分；水份会对有些有机反应产生负面影响，有些反应须在绝对无水条件下进行，所用的原料及溶剂要干燥。



液体有机物的干燥

干燥方法，从原理上可分为物理方法和化学方法两种

(1) 物理法：

吸附，如分子筛，硅胶等
分馏，沸点不同。

共沸蒸馏，如环己烷/水等体系

真空干燥

真空冷冻干燥

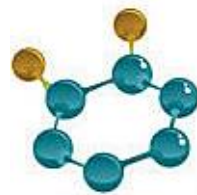


液体有机物的干燥

(2) 化学法：

以干燥剂来进行去水；分为两类：

- i、能与水可逆地结合生成水合物；如氯化钙、硫酸镁等；
- ii、与水发生不可逆的化学反应，生成新的化合物，例如金属钠、五氧化二磷。



液体有机物的干燥

干燥剂选择

基本原则：

- (1) 不发生化学反应或催化作用；
- (2) 不溶解于该液体中；
- (3) 考虑干燥剂的吸水容量和干燥效能；

先使用吸水容量大的干燥剂，后使用干燥效能强的干燥剂。



液体有机物的干燥

干燥剂的用量

一般的用量为每10mL液体约需0.5 ~ 1g，但由于影响因素诸多，因此很难规定具体的数量，实际用量通过观察干燥剂在液体中的外观和状态来决定！

干燥剂呈颗粒状，
不粘结，能够随溶
液旋转，溶液变得
澄清



液体有机物的干燥

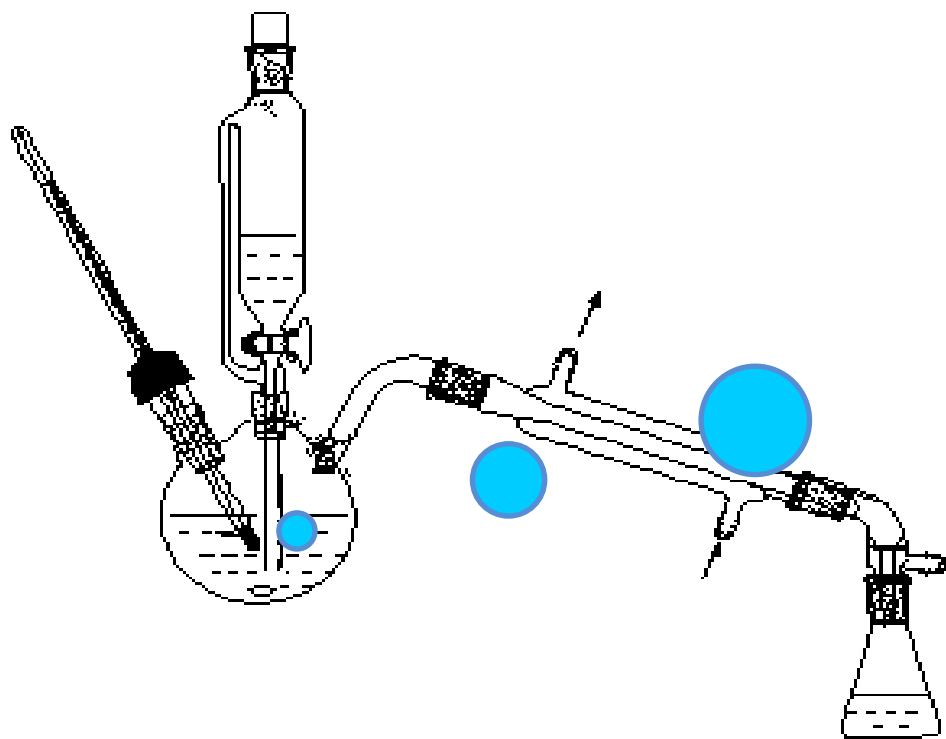
干燥剂干燥有机液体的操作

少量加入，振摇片刻，如若变态，再加少量，继续振荡，直至干燥剂保持原态，最后记得塞上塞子，放置至少0.5h！

并不一定说明有机液体已不含水分！



实验装置



滴液漏斗的末端和温度计的水银球必须浸到液面以下距瓶底**0.5 ~ 1 cm**处。



主要试剂及产品的物理常数

名称	分子量	性状	折光率	比重	熔点 ℃	沸点 ℃	溶解度：克 /100ml溶剂		
							水	醇	醚
冰醋酸	60.05	无色液体		1.049	16.6	118.1	∞	∞	∞
乙醇	46.07	无色液体	1.36	0.780	-114.5	78.4	∞	∞	∞
乙酸乙酯	88.10	无色液体	1.372	0.905	-83.6	77.3	85	∞	∞



实验步骤

1、投料并组装仪器装置：

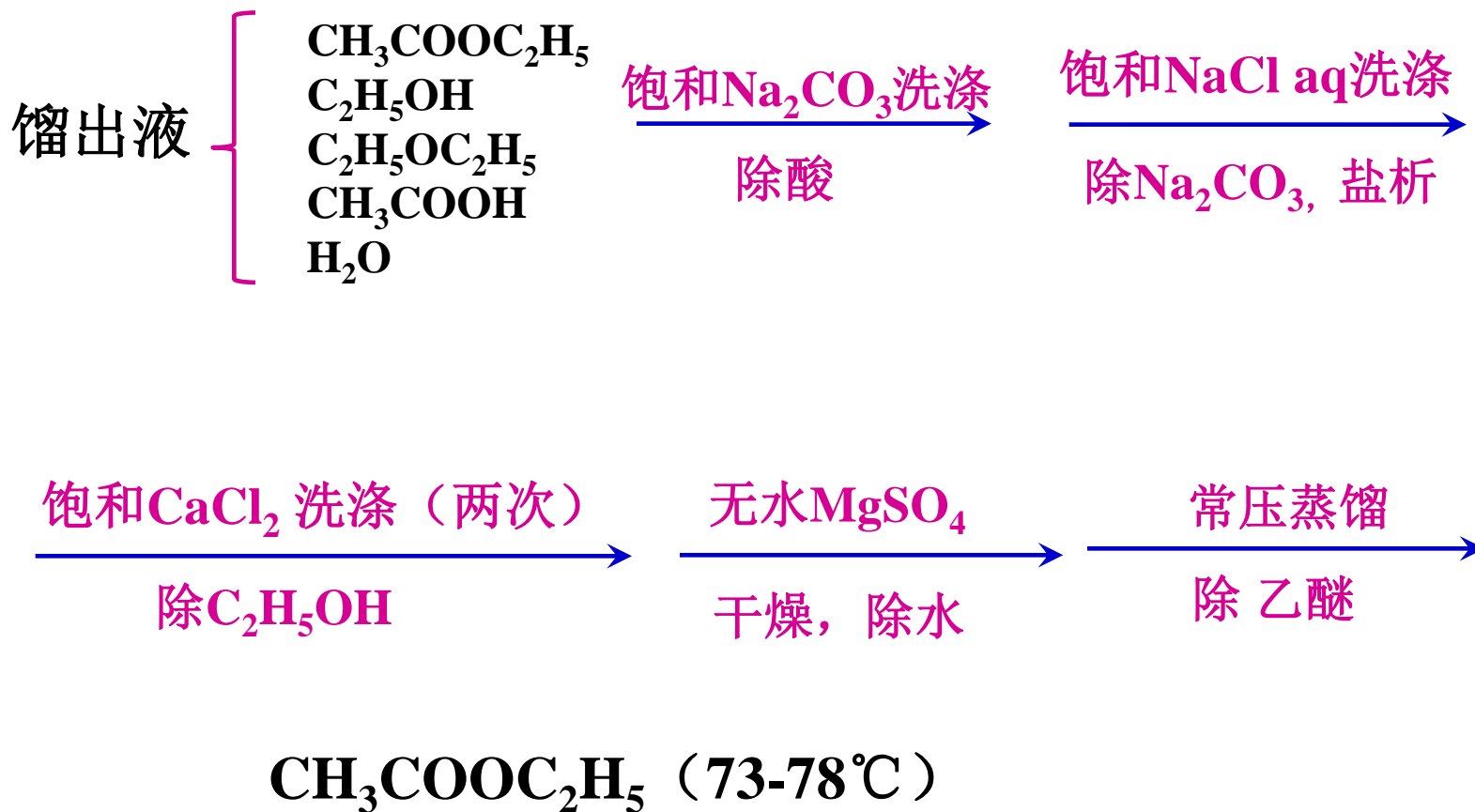
三颈烧瓶中依次加入12 mL乙醇，12 mL浓硫酸，加入沸石；在滴液漏斗中加入12 mL乙醇和12 mL乙酸，摇匀冷却，组装仪器。

2、反应过程：

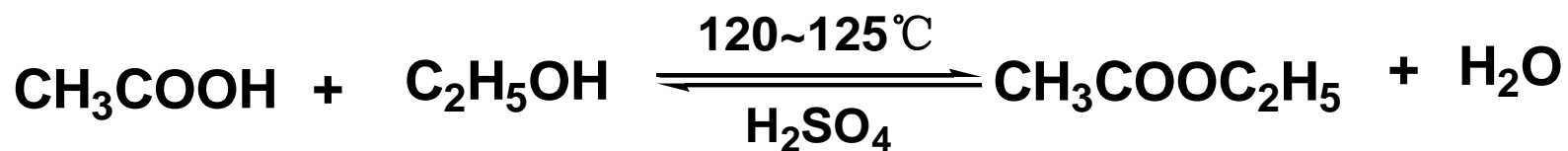
通水，缓慢加热烧瓶，从滴液漏斗滴加3~4mL乙醇和乙酸混合液。当T为120 °C时，开始滴加混合液（速度与馏出速度大致相等），并使温度维持在120~125°C左右。滴加完毕，继续加热数分钟，直到反应液温度升130°C，不再有馏出液为止。



3、产品的提纯过程



4、数据处理



$$\begin{aligned} V_{\text{乙酸乙酯 (理论)}} &= n_{\text{乙酸}} \times M_{\text{乙酸乙酯}} / d_{\text{乙酸乙酯}} \\ &= 0.21 \times 88.11 / 0.9003 = 20.55 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\text{产率} = V_{\text{乙酸乙酯 (实际)}} / 20.55 \times 100\%$$



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量向生成物方向进行？
2. 本实验若采用醋酸过量的做法是否合适？为什么？
3. 蒸出的粗乙酸乙酯中主要有哪些杂质？如何除去？
4. 本实验能否用氢氧化钠代替饱和碳酸钠溶液洗涤？



实验结束

数据及
产品签字

清洗及
归还仪器

打扫卫生及关
闭水电门窗



Thank You !



基础化学实验中心
山东省省级实验教学示范中心

