

## 有机化学实验II

# 乙酸乙酯的制备

*Preparation of Ethyl acetate*

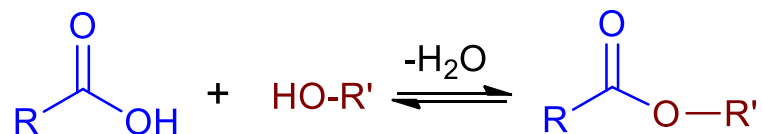


# 一、 实验目的

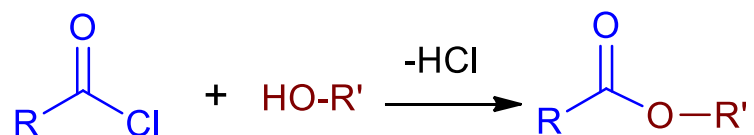
1. 学习由醇和羧酸制备羧酸酯的原理和方法以及影响反应速度的因素。
2. 熟练掌握萃取、洗涤、干燥、蒸馏等基本操作。

# 制备酯的常用方法

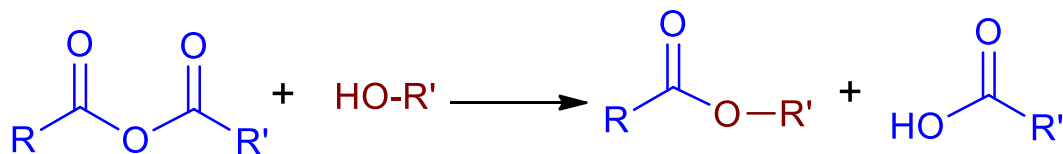
羧酸



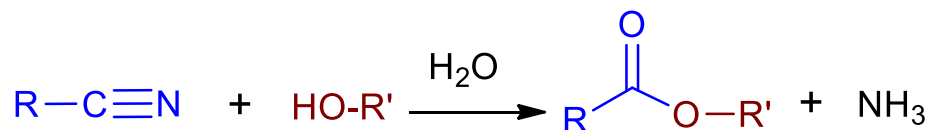
酰氯



酸酐



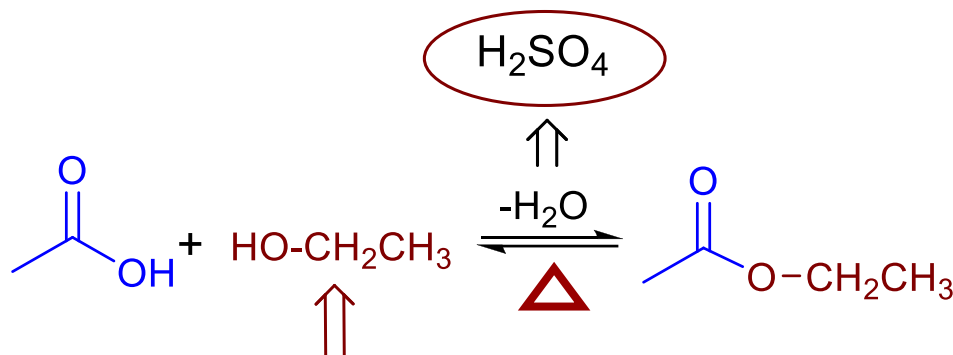
腈



高效

## 二、实验原理

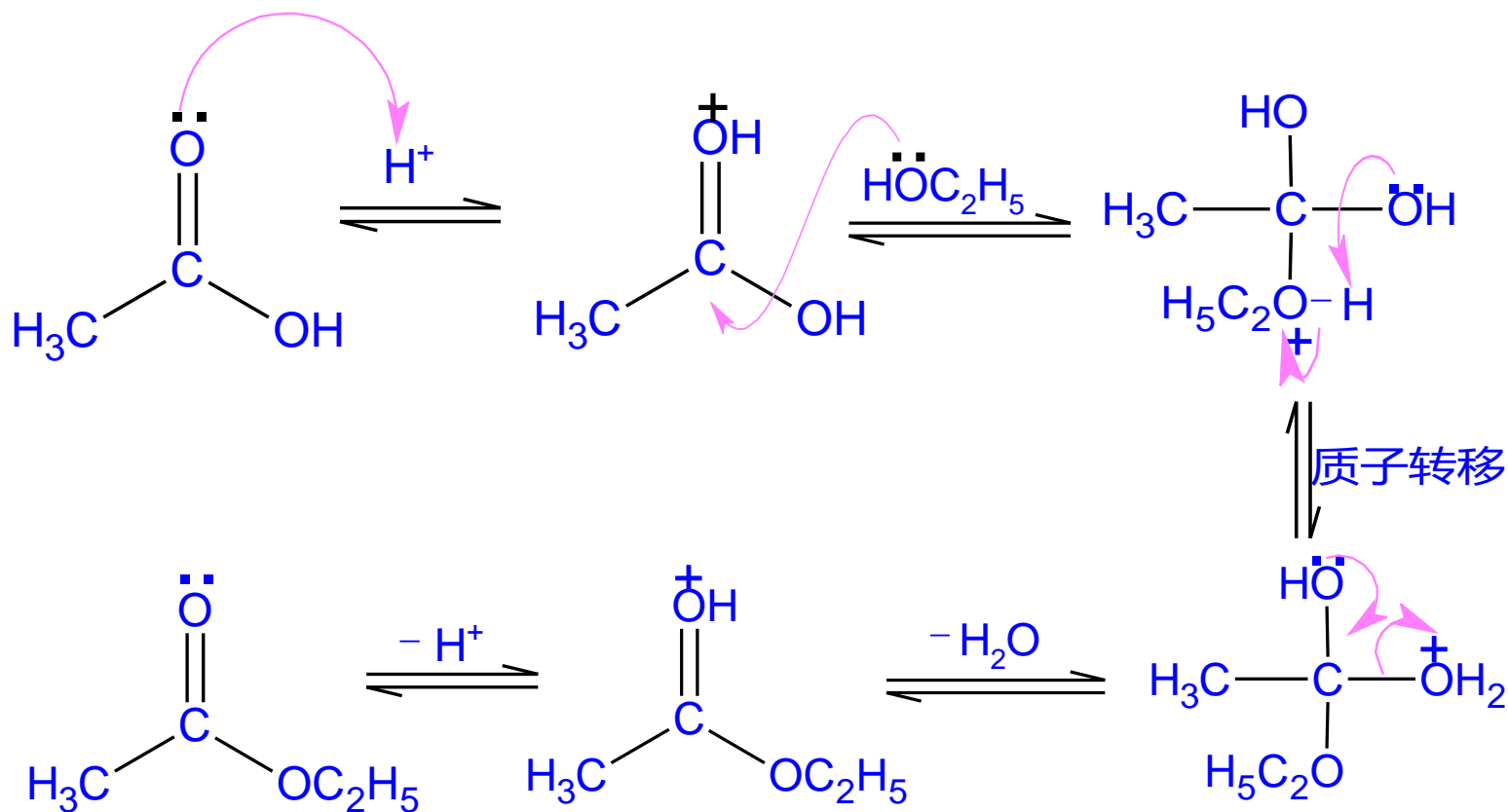
羧酸和醇反应制备酯的原理：



1. 由于酯化反应是可逆反应，为提高酯的产率，采用**增加乙醇的用量**以及不断**将产物乙酸乙酯和水蒸出**的措施，使平衡右移。
2. 反应中，**浓硫酸**除起催化作用外，还吸收反应生成的水，有利于酯的生成。



# 反应机理



# 三、实验试剂

冰醋酸      **12 mL** (12.6 g, 0.21 mol)      *1.00 equiv.*

无水乙醇    **24 mL** (19 g, 0.41 mol)      *1.97 equiv.*

浓硫酸      **12 mL**

饱和碳酸钠溶液 (~**10 mL**)      饱和食盐水 (**10 mL**)

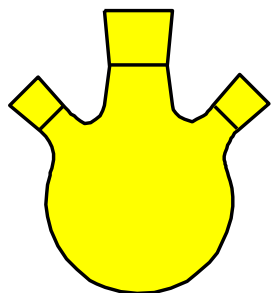
饱和氯化钙溶液 (**15 mL**)      无水硫酸镁 (**适量**)

名称	分子量	性状	比重	熔点 °C	沸点 °C	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	0.780	-114.5	78.4	∞	∞	∞
乙酸乙酯	88.10	无色液体	0.905	-83.6	77.3	8.5	∞	∞

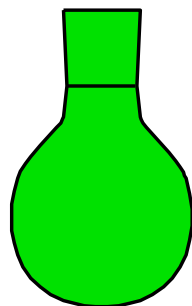
共沸物沸点 (°C)	共沸物组成 (%)		
	乙酸乙酯	乙醇	水
70.2	82.6	8.4	9
70.4	91.9		8.1
71.8	69.0	31.0	



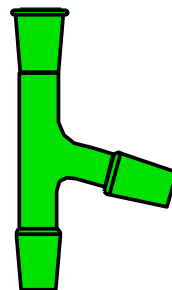
## 四、实验仪器



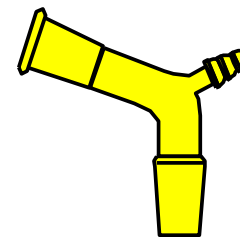
三口烧瓶



圆底烧瓶



蒸馏头



真空尾接管



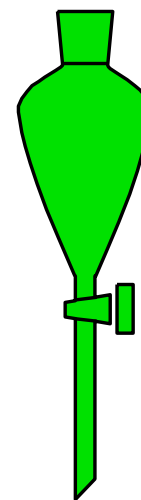
滴液漏斗



直形冷凝管



温度计

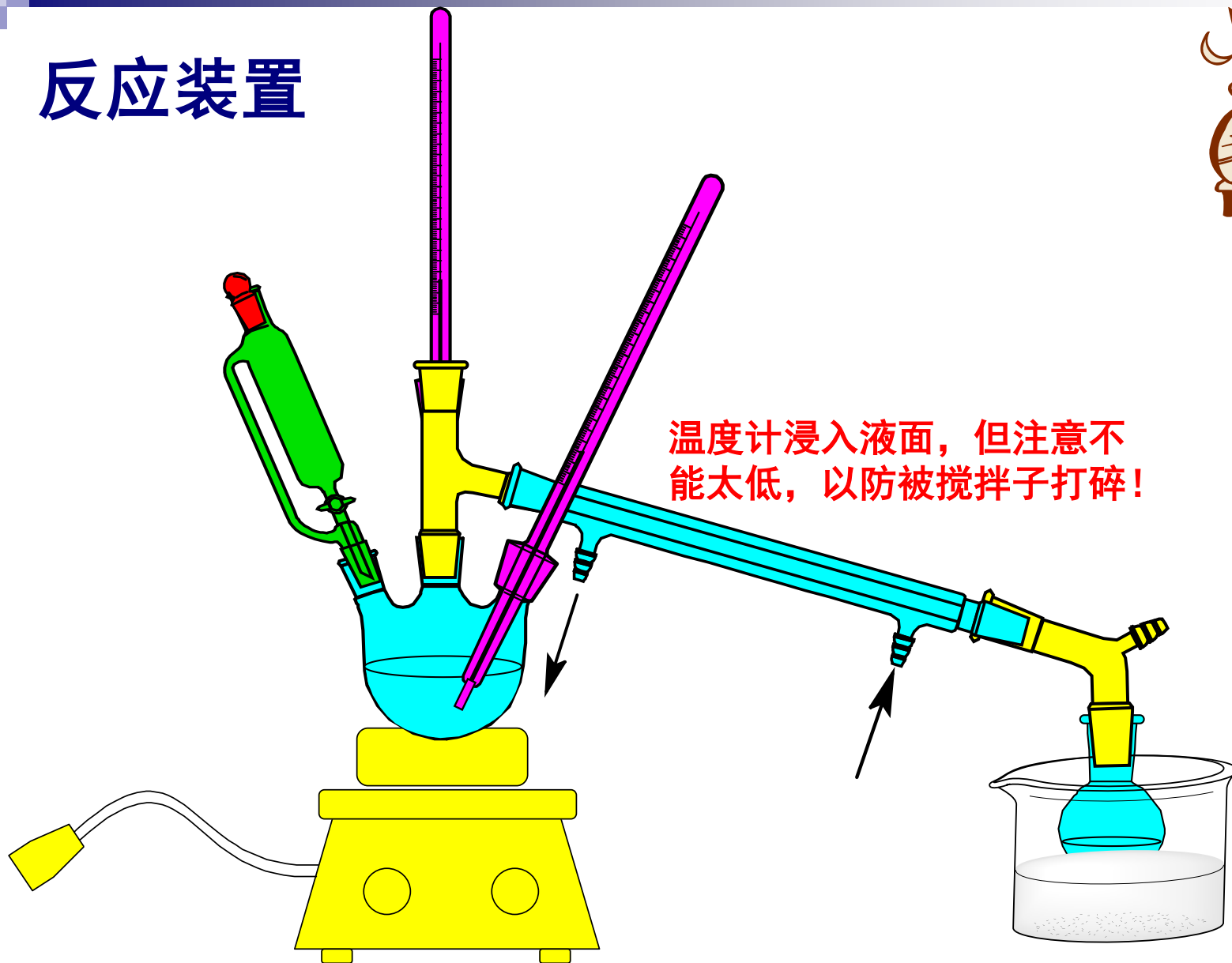


分液漏斗

# 反应装置



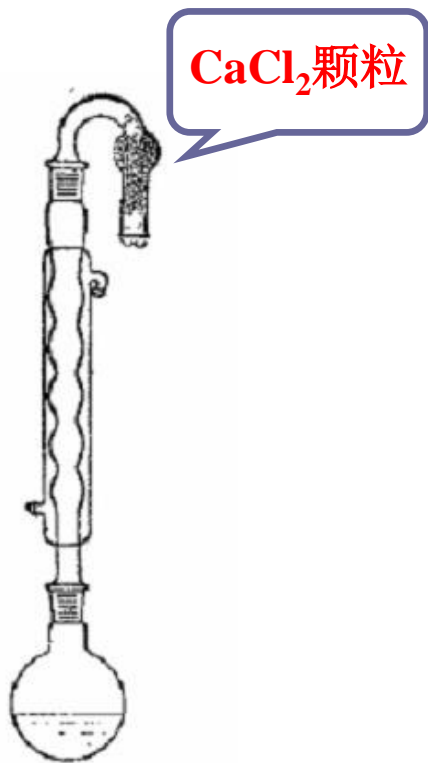
温度计浸入液面，但注意不能太低，以防被搅拌子打碎！



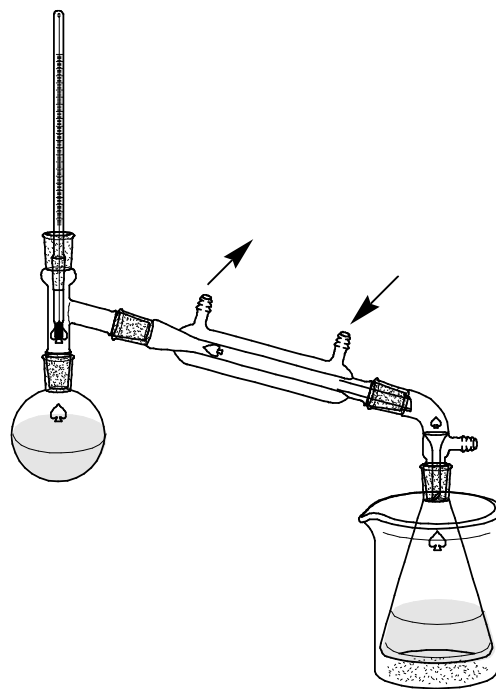
由下而上，从左到右



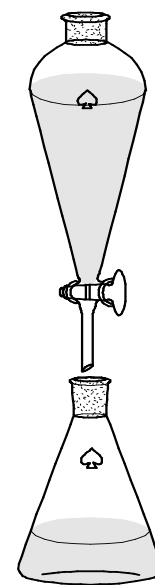
# 另一种实验装置



带有干燥管的回流装置



蒸馏装置



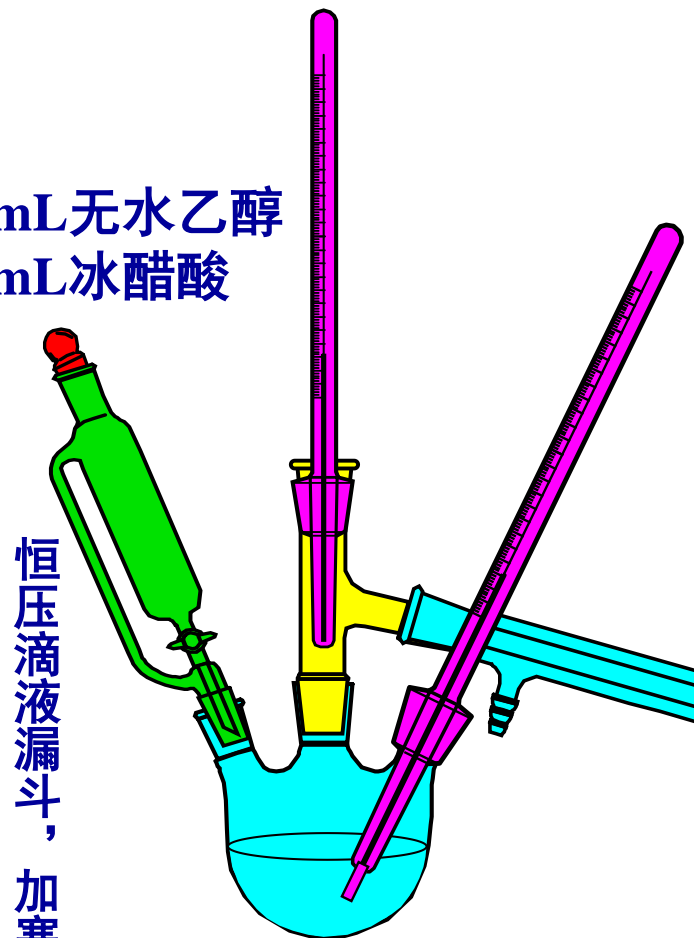
萃取/洗涤装置

# 五、实验步骤

## 1、加料反应：

- 在100 mL三口瓶中加入9.5 g (12 mL)无水乙醇，**搅拌下缓慢加入**12 mL浓硫酸（冰浴）。
- 滴液漏斗中加入9.5 g (12 mL)无水乙醇和12.6 g (12 mL)冰醋酸的混合液。
- 先滴加3-4 mL混合液，慢慢加热反应液至120°C左右，此时应有液体蒸出。
- 滴加剩余混合液，控制滴加速度与蒸出速度相同，温度120-140°C。
- 滴加完毕，继续加热至蒸馏头处温度计温度下降。

12 mL无水乙醇  
12 mL冰醋酸



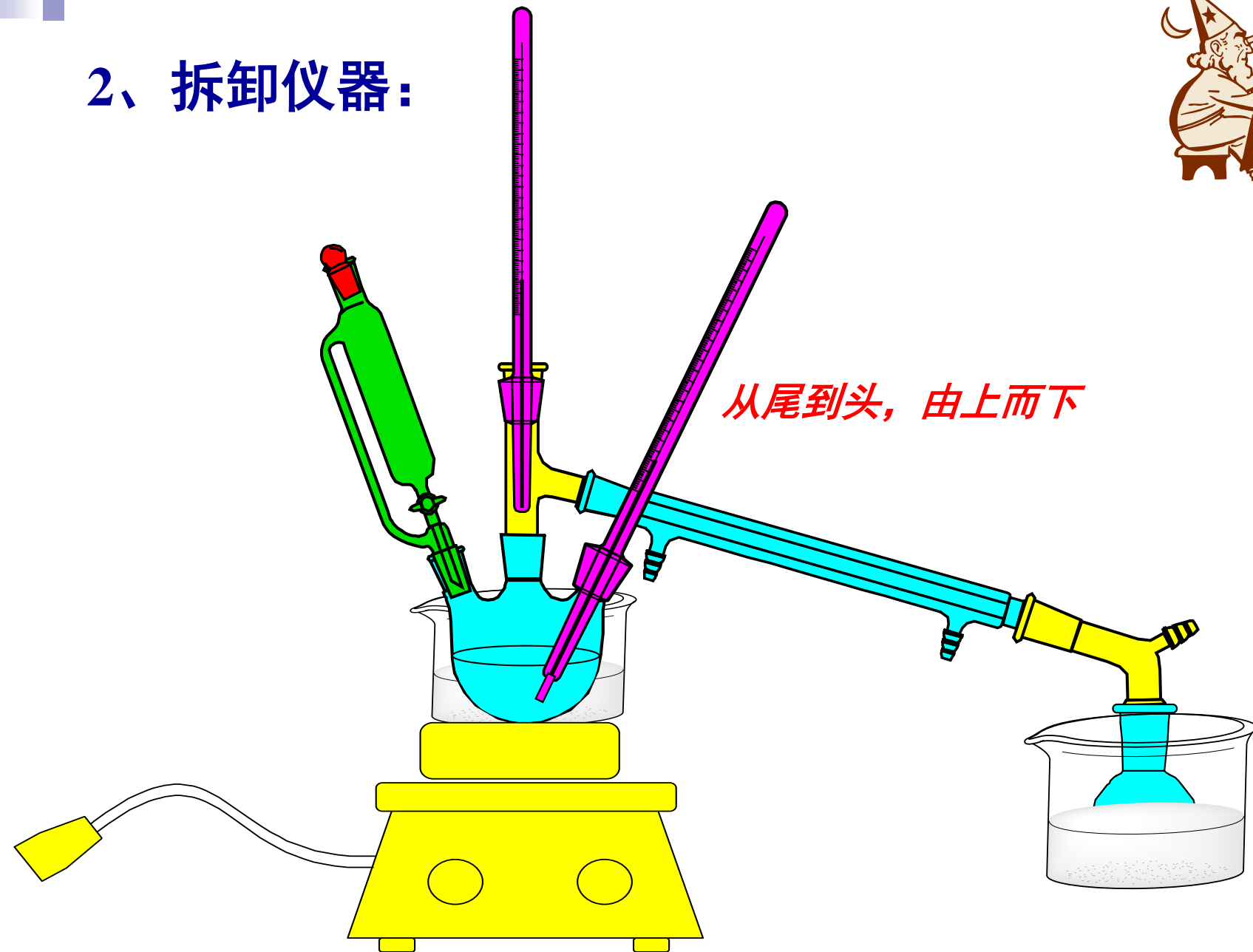
恒压滴液漏斗，  
加塞子！

12 mL无水乙醇，  
12 mL浓硫酸

## 2、拆卸仪器：



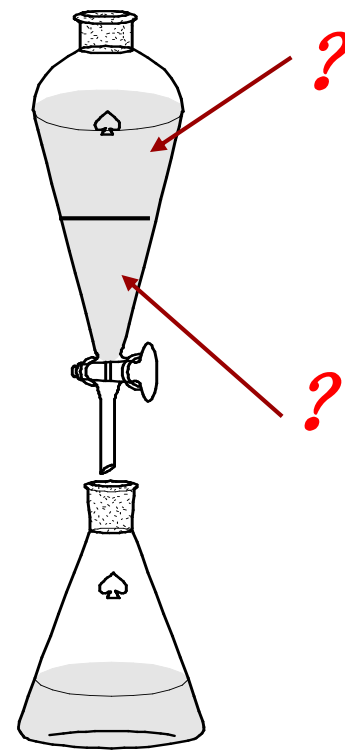
从尾到头，由上而下



### 3、洗涤粗产物：

(成分：EtOAc, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH, CH<sub>3</sub>COOH, H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>)

- 在搅拌下，慢慢加入5~10 mL饱和Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>溶液除酸，直至无CO<sub>2</sub>气体。
- 移至分液漏斗，分出水层，有机相用10 mL饱和食盐水洗涤以降低有机物中水的含量，分液后再用15 mL (5 mL × 3)饱和CaCl<sub>2</sub>溶液洗涤除醇。
- 分去水层（静置后再分液一次），有机层移至具塞锥形瓶，用适量无水MgSO<sub>4</sub>干燥10-15 min。
- 粗产品滤入25 mL圆底烧瓶，准备蒸馏。

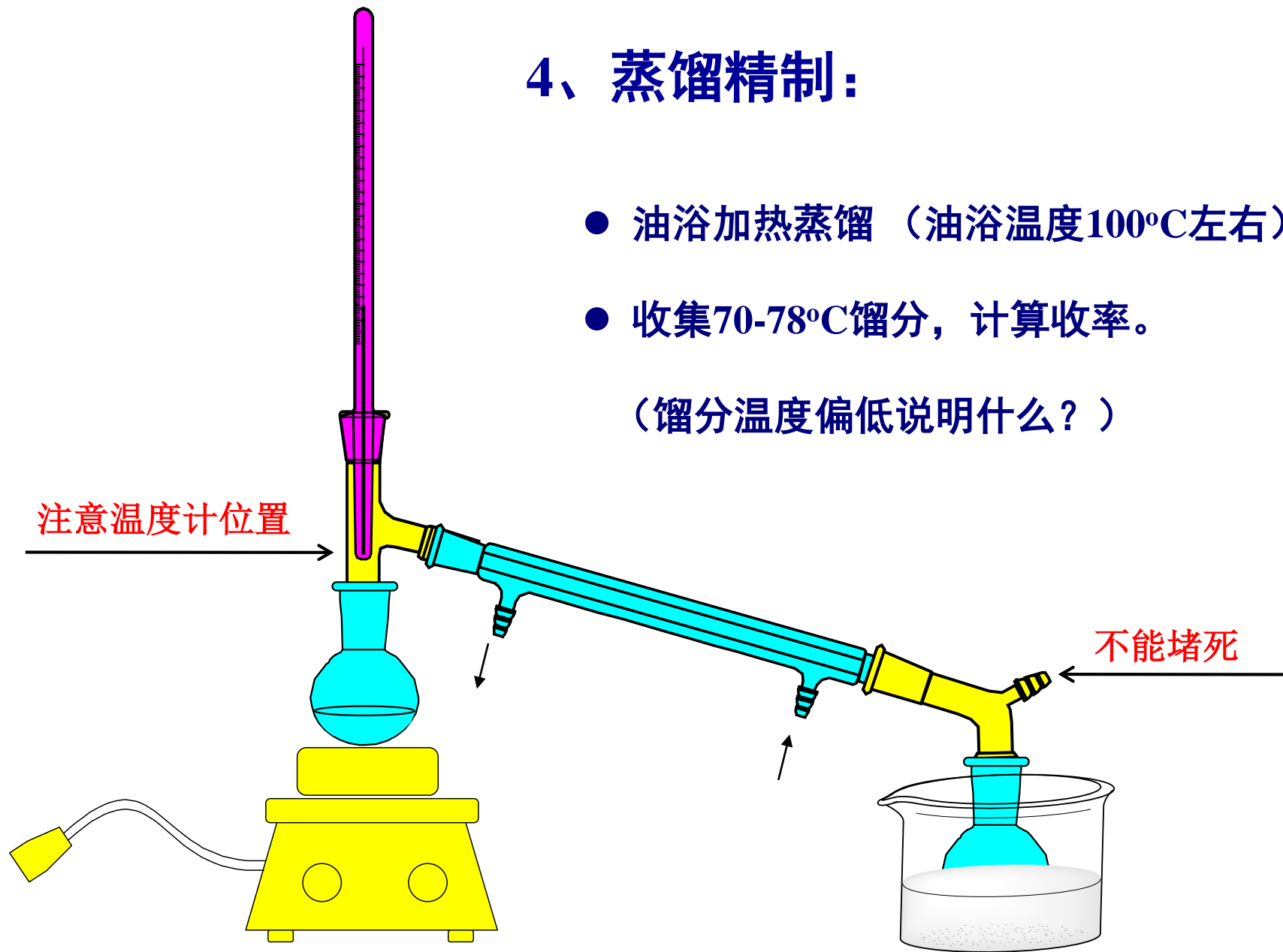


使用分液漏斗时  
注意放气！  
切勿对人！！

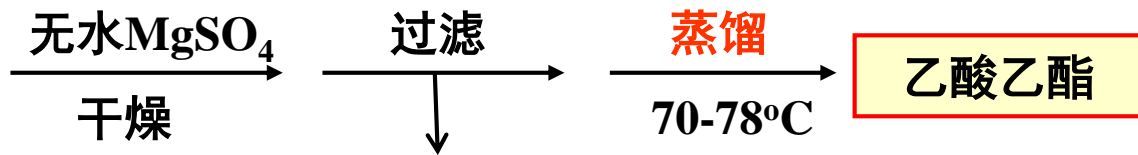
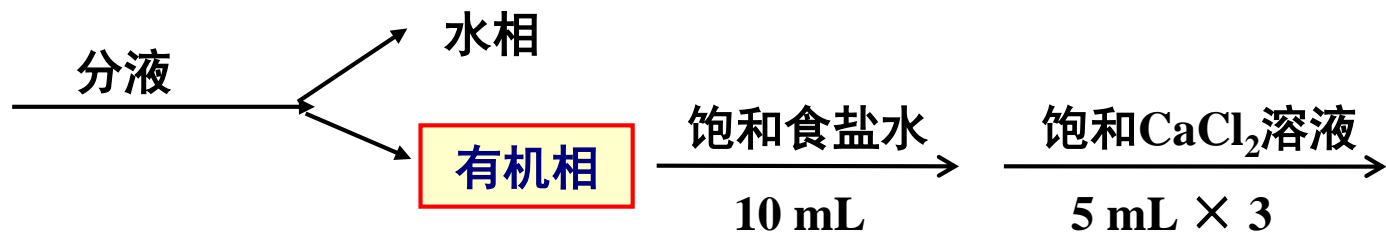
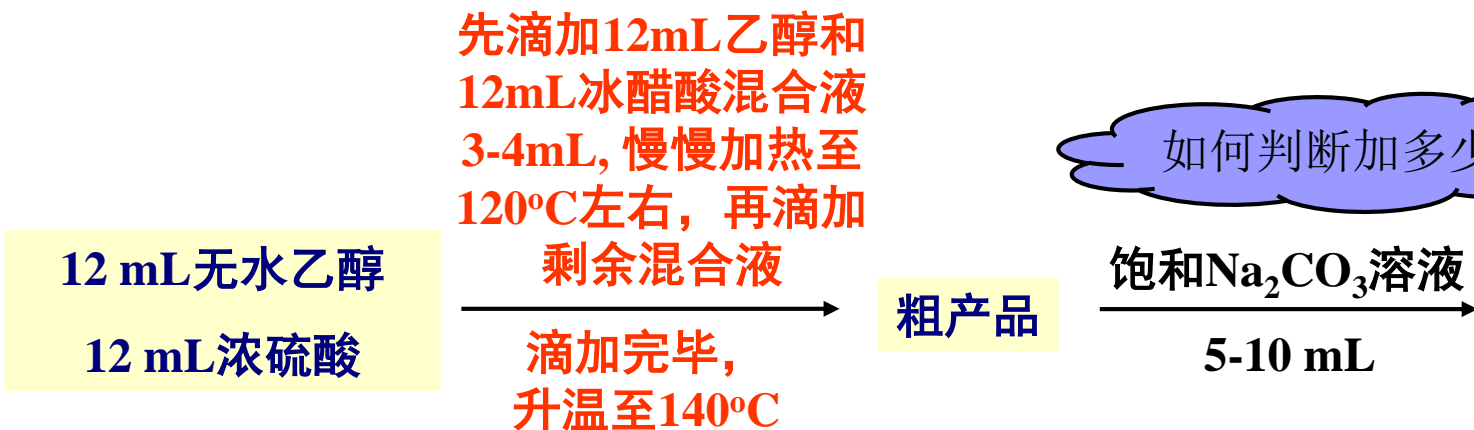
## 4、蒸馏精制：

- 油浴加热蒸馏（油浴温度 $100^{\circ}\text{C}$ 左右）。
- 收集 $70\text{-}78^{\circ}\text{C}$ 馏分，计算收率。

（馏分温度偏低说明什么？）



# 实验流程



不能用水浸润的滤纸! 可用棉花

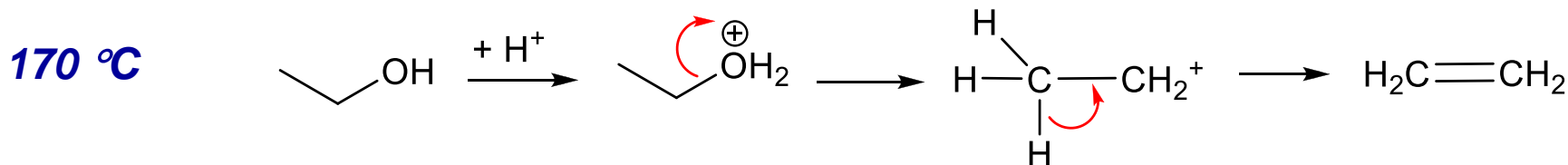
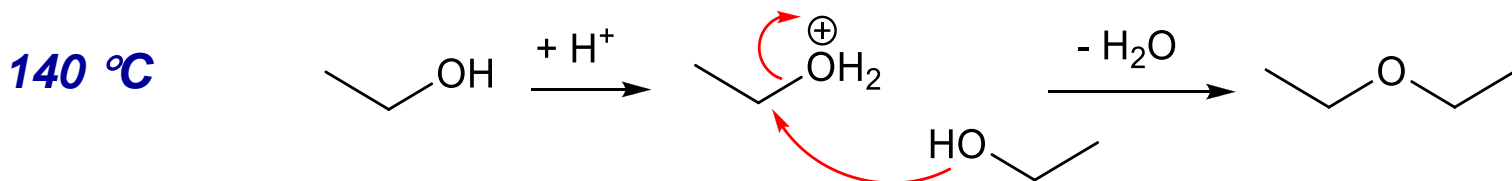
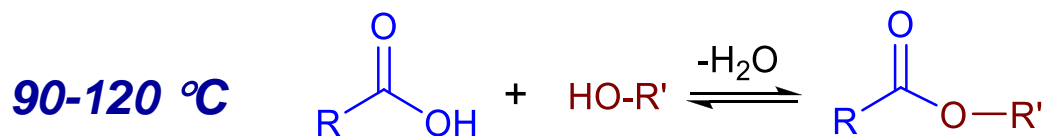


# 六、注意事项

1. 使用**浓硫酸**时注意安全，**戴手套，搅拌下滴加，容器及时处理。**

★**紧急处理：**接触**少量**浓硫酸可直接大量水清洗；  
接触**大量**浓硫酸先用干抹布擦拭，再用大量水冲洗。

2. 反应温度不应过高 (**< 140°C**) 。



## 六、注意事项

3. 洗涤时注意**放气**，**放气时切勿对人**！
4. 尽量将有机层中的乙醇除尽和**充分干燥**，否则形成低沸点共沸混合物，影响酯的质量。
5. 干燥剂的使用量应适当。
6. 废液**严禁**倒入下水道。
7. 滴液漏斗可去领取，用后归还。





## 七、思考题

1. 酯化反应有什么特点？本实验如何创造条件使酯化反应尽量向生成物方向进行？
2. 在纯化过程中，饱和 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液、饱和食盐水、饱和 $\text{CaCl}_2$ 溶液、无水 $\text{MgSO}_4$ 分别除去什么杂质？
3. 本实验可能会有哪些副反应发生？

