

# 浙江大学实验报告

课程名称: 有机化学实验 实验类型: 综合型

94

实验项目名称: 乙酸正丁酯的合成与蒸馏

学生姓名: 秦寒冰 专业: 生物科学(强基) 学号: \_\_\_\_\_

同组学生姓名: \_\_\_\_\_

指导老师: 蓝国纯

实验地点: 实验中心 532 实验日期: 2025 年 11 月 6 日

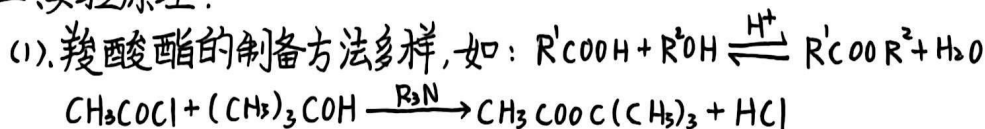
装订线

- 一、实验目的和要求
- 二、实验内容和原理
- 三、主要仪器设备(装置图)
- 四、主要试剂及产物的理化性质
- 五、实验步骤和现象及数据记录
- 六、实验结果与分析
- 七、讨论、心得

## 一、实验目的

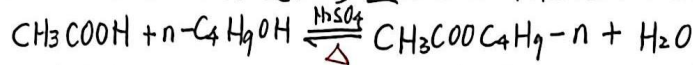
- ①. 合成并制备乙酸正丁酯, 掌握提高可逆反应产率的原理和方法。
- ②. 了解乙酸正丁酯的制备原理和方法, 加深对酯化反应的理解。
- ③. 熟悉分水器的使用方法及减压蒸馏操作技术。
- ④. 进一步学习有机化合物纯化技术与方法, 熟练回流、蒸馏、干燥以及液态样品折光率测定等技术。

## 二、实验原理

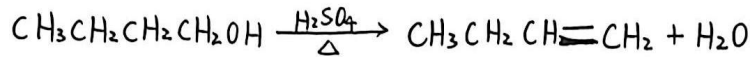
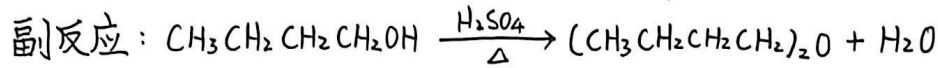


实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_ 学号: \_\_\_\_\_

本实验用正丁醇与冰醋酸在少量浓 $H_2SO_4$ 催化下反应生成乙酸正丁酯:



酯合成反应催化剂: 浓 $H_2SO_4$ 、对甲苯磺酸、阳离子交换树脂、固体超强酸、杂多酸。



酯化反应是可逆的, 为促进反应往生成产物方向平衡移动, 可增加反应原料酸或醇, 或除去反应生成的酯或水, 以提高产率。

(2)、共沸蒸馏: 共沸混合物——两组分或多组分的液体混合物, 在恒定压力下沸腾时, 其组分与沸点均保持不变。产生的蒸气与液体本身有着完全相同的组成。利用共沸混合物的形成将混合物中某一组分带出。

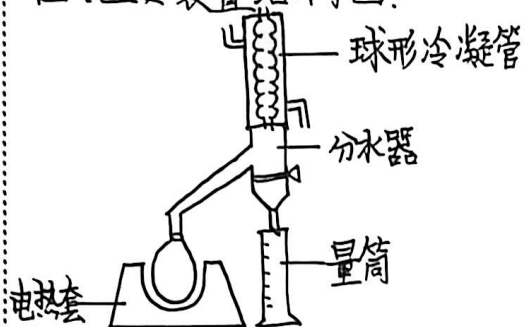
(3)、分水器的作用: 利用某些有机物在水中溶解度较小, 密度又较小, 与水较快分层让有机物返回反应体系, 使反应产生的水脱离反应体系。本实验中共沸多组分蒸气中乙酸正丁酯、正丁醇水中溶解度较小, 密度均小于水。因此上层液体主要为乙酸正丁酯、正丁醇, 下层主要是水。

### 三、主要试剂与产物的理化性质。

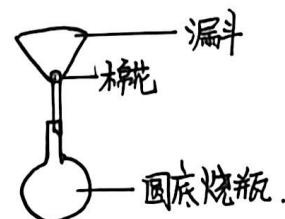
名称	分子量	性状	熔点 $^{\circ}C$	沸点 $^{\circ}C$	相对密度	折光率	溶解度
水	18.02	无色透明液体	0	100	0.99997	1	\
乙酸	60.05	无色透明液体	16.635	117.9	1.0492	1.3716	溶于水、乙醇、乙醚, 不溶 $CS_2$
正丁醇	74.12	无色透明液体	-90.2	117.7	0.8098	1.3993	溶于水、乙醇、乙醚
乙酸正丁酯	116.16	水果香无色易燃液体	-77.9	126	0.8825	1.3951	难溶于水, 溶于醇、醚、酯
丁醚	130.23	几乎不溶于水透明液体	-98	142	0.7704	1.3992	溶于乙醇、乙醚、丙酮
丁烯	56.1	无色气体	<del>-185.3</del>	-6.26	0.577	1.3962	不溶于水, 易溶于乙醇、乙醚
$Na_2CO_3$	105.99	白色结晶性粉末	851	1600	2.53	\	不溶于乙醇, 易溶于水
$MgSO_4$	120.37	白色结晶粉末	1124	\	2.66	\	易溶于水, 微溶于乙醇, 不溶于丙酮

实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_ 学号: \_\_\_\_\_

#### 四. 主要装置结构图.



分液(粗分离).

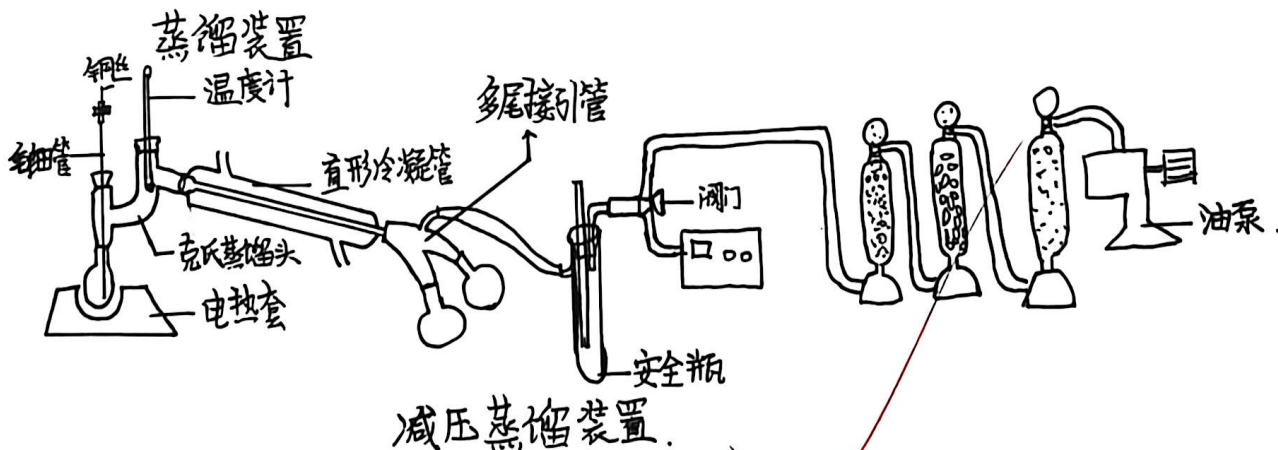


过滤.

#### 乙酸正丁酯反应装置图.



装  
订  
线



减压蒸馏装置.

#### 五. 实验步骤、现象与数据处理.

①. 50 mL 干燥的圆底烧瓶中加入约 11.5 mL (0.125 mol) 正丁醇和 7.2 mL (0.125 mol) 冰醋酸, 再加入 3-4 滴浓  $H_2SO_4$ , 混合均匀, 投入几粒沸石, 组装分水器和冷凝装置, 加水在分水器中使水面略低于支管口.

②. 加热回流, 反应一段时间后把水逐渐分去. 保持分水器中水面高度. 反应约 40 min 不再有水生成. 记录出水量. 冷却后取下冷凝管, 分水器中加水

加热进行, 烧瓶内液体逐渐沸腾, 冷凝管中开始有液体回流至分水器.

油与水分界线逐渐上升接近支管口时放出少量水

共放出水 2.6 mL.

实验名称：\_\_\_\_\_ 姓名：\_\_\_\_\_ 学号：\_\_\_\_\_

将油层排入圆底烧瓶中。

③. 反应瓶中液体倒入分液漏斗，10mL水洗，分去；再10mL 10%  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  洗，检验是否有酸性，分去，再10mL水洗至中性，分去。

④. 加入无水  $\text{MgSO}_4$  保存备用。过滤产品至圆底烧瓶中得粗液，放入25mL梨形瓶，加入沸石，加热蒸馏收集124~125°C 馏分，弃去前馏分收集主馏分。

补充：减压蒸馏。

搭建装置，向蒸馏瓶中加入20mL苯甲醇，旋紧毛细管的螺旋夹，打开安全瓶活塞，仪器调零，再打开油泵调节毛细管的气泡流速后开始加热，关注温度计与测压仪读数，控制馏出速度，收集前馏分，再转动多尾接液管收集主馏分。蒸馏结束后停止加热，稍冷后逐渐打开活塞与螺旋夹。

第一次水洗上层乳白色  
下层透明无色，分层明显。

第二次洗涤，分层明显，  
上、下层均无色透明。

主馏分得到9.4g

温度逐渐明显上升  
119°C 稳定

大气压 101.68 kPa  $\approx$  762.67 mmHg  
温度稳定在 91°C.  
回收产品 17.0 mL.

线

## 六、实验结果与分析

-2

• 乙酸正丁酯的合成中，使用的反应物之比为 1:1，且均为理论 0.125 mol。

理论产量： $m_{\text{理}} = 0.125 \times 116.16 = 14.52 \text{g}$ 。反应最后收集得到 9.4g 主馏分的乙酸正丁酯。因此，产率为： $w = \frac{m_{\text{收}}}{m_{\text{理}}} \times 100\% = \frac{9.4 \text{g}}{14.52 \text{g}} \times 100\% \approx 64.7\%$ 。

反应中分水器收集到水约为 2.6 ml。  $\frac{2.6}{18} \approx 0.14 \text{ mol} > 0.125 \text{ mol}$ 。

可能是有部分分水器中原有的水分也被收集，导致结果偏大。而乙酸正丁酯的产率也较为合理，说明整体分离纯化结果不错。

• 对于减压蒸馏实验，加入 20 ml 的苯甲醇，最终收集得到 17.0 ml 收集率为  $\frac{17 \text{ ml}}{20 \text{ ml}} \approx 85\%$ ，即在减压至 ~~101~~ 6.67 mmHg 时，温度稳定在 91°C 的产品回收率。整体而言，收集的产品的量较为不错。

气相色谱结果也可见产品浓度很高，提纯效果好。

实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_ 学号: \_\_\_\_\_

### 七. 实验讨论与心得.

(i). 本次合成乙酸正丁酯的产率64.7%, 考虑到反应合成时, 多次分液萃取, 蒸馏等操作过程中的损耗, 该产率也在正常范围内, 现对存在的误差来源与可能的改进方案进行讨论.

(i). 合成过程中观察到冷凝管至分水器中, 残余有乙酸正丁酯产品, 且为了除开分水器中的水, 上层油层仍残余少部分产品, 可以用毛细管将此部分产品回收.

(ii). 本次实验选取的实验条件为乙酸:正丁醇=1:1, 反应过程中馏分稳定温度为119°C, 而正丁醇与乙酸 ~~二元~~ 正丁酯二元共沸物 (共沸点为117°C) 会作为前馏分分馏出来<sup>[1]</sup>, 因而实际反应的量下降且乙酸正丁酯损失量增大. 因此可能可以适当增大正丁醇的投量, 由相关文献知正丁醇:乙酸=1.05:1的投料比产品的产率最高<sup>[1]</sup>, 可以由此进行实验方案的改进.

(iii). 由于分水器中的水过多地放入量筒之中, 导致无法进行判断是否反应进行彻底. 本次反应共进行了约30 min后, 肉眼难以分辨分水界面上升了, 但可以尝试延长反应时间, 进而使反应更加充分.

(iv). 对于3步洗涤, 中间一次选择使用的10%  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液10 ml左右, 但  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  用量过多会导致生成  $\text{NaHCO}_3$ , 反而达不到除去酸的效果. 因此洗涤时可以缓慢加入  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液, 边加入边观察, 可以多次测 pH 来确定酸是否除尽. 还可以适当加入  $\text{NaCl}$  溶液增大盐浓度, 进一步降低酯的溶解度, 或者也可尝试改用其他催化剂, 易于分离, 从而避免了多步洗涤的损耗.

(2) 本次减压蒸馏实验的产品回收率85%, 较为理想.

(i). 根据牛顿-哈斯经验图可见在约6 mm Hg 时, 乙酸正丁酯的减压沸点在70°C左右, 而本次实验温度保持在91°C, 略偏高. 又因本次大气压为762 mm Hg左右, 大于理论760 mm Hg, 因此苯甲醇的常压沸点升高, 伴之还有实验值6.67 mm Hg. 由此修正后再根据经验图可见减压沸点约为88°C. 与实验结果是较为一致的. 因此可以得到验证. 见图 -2

(ii). 心得: 搭建装置时要在冷凝管与多尾接引管之间涂上真空油脂并旋紧, 否则气密性不佳或实验结束后难以拆除装置.

实验名称: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_ 学号: \_\_\_\_\_

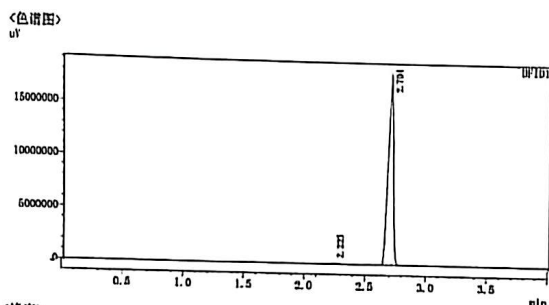
启动油泵之后要通过活塞缓慢调节压力,防止液体暴沸,且实验开始前要等气化中心处气泡均匀冒出,且不太大时进行,同时开始加热后要时刻关注液体中气泡流速与大小,时刻控制毛细管上方的夹子,且反应结束后,一定要先移去热源,再协同调毛细管处与安全瓶处的气压,防止倒吸。

附.参考文献.

[1] 邹静. 乙酸正丁酯的实验室合成条件优化研究[J]. 化学工程师, 2024, 38(03): 14-18.  
DOI: 10.16247/j.cnki.23-1171/tq.20240314.

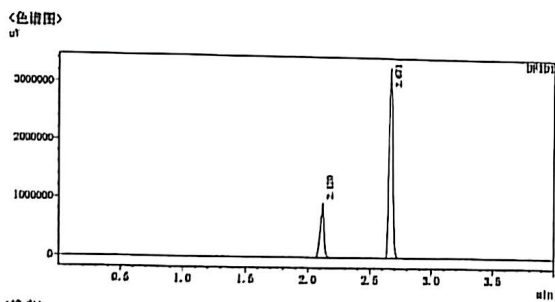
附.气相色谱结果

装  
订  
线



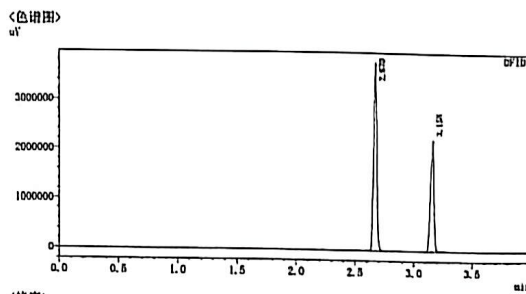
<峰表>

峰号	保留时间	面积	高度	展宽	展宽单位	标记	化合物名
1	2.225	272633	118252	0.612		W	
2	2.701	62902029	17905118	99.488		W	
总		63174662	18023370				



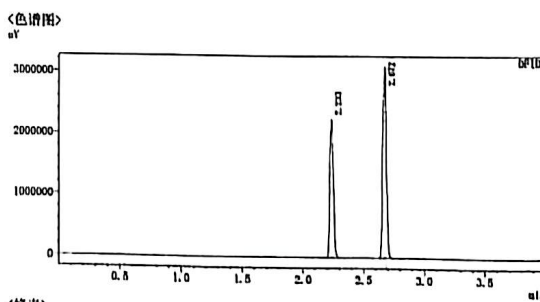
<峰表>

峰号	保留时间	面积	高度	展宽	展宽单位	标记	化合物名
1	2.120	1912228	391379	22.056			
2	2.677	6462037	2310721	17.931			
总		8374265	4111111				



<峰表>

峰号	保留时间	面积	高度	展宽	展宽单位	标记	化合物名
1	2.670	7241429	3648524	61.168		W	
2	3.198	62902029	2291777	38.482		W	
总		11807853	6480001				



<峰表>

峰号	保留时间	面积	高度	展宽	展宽单位	标记	化合物名
1	2.223	6531777	2221813	41.902		W	
2	2.672	6510330	3466639	58.098		W	
总		11805907	6291461				