

# 乙酸正丁酯的制备

华东理工大学有机化学教研室、有机化学实验室



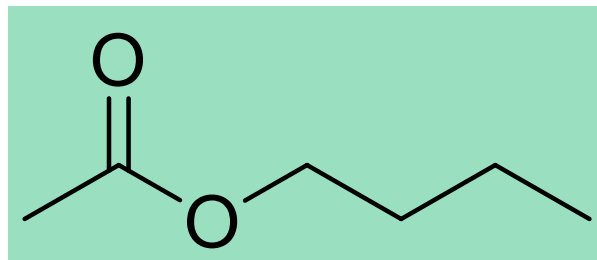
# 乙酸正丁酯

分子量：116.158

密度：0.8825 g/cm<sup>3</sup>

沸点：126.6 °C

闪点：22.2 °C



乙酸正丁酯为无色透明有愉快果香气味的液体。

主要用途：

- 1、GB 2760-96**规定为允许使用的食用香料。作为香料，大量用于配制香蕉、梨、菠萝、杏、桃及草莓、浆果等型香精。
- 2、**优良的有机溶剂，对醋酸丁酸纤维素、乙基纤维素、氯化橡胶、聚苯乙烯、甲基丙烯酸树脂以及许多天然树脂如栲胶、马尼拉胶、达玛树脂等均有良好的溶解性能。广泛应用于硝化纤维清漆中，在人造革、织物及塑料加工过程中用作溶剂，在各种石油加工和制药过程中用作萃取剂。

# 乙酸正丁酯

**健康危害:**对眼鼻有较强的刺激性，而且在高浓度下会引起麻醉。皮肤接触可引起皮肤干燥。

**燃爆危险:**易燃，其蒸气与空气可形成爆燃性混合物。遇明火、高温能引起燃烧爆炸。与氧化剂能发生强烈反应。

## 应急处理:

**皮肤接触:** 脱去被污染的衣着，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤。

**眼睛接触:** 立即提起眼睑，用大量流动清水或生理盐水冲洗至少15分钟。就医。

**吸入:** 迅速脱离现场至空气新鲜处。保持呼吸道通畅。就医。

**食入:** 饮足量温水，催吐

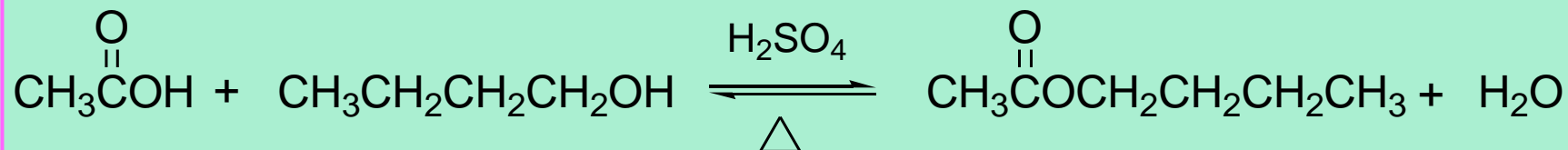
# 一、实验目的

- 掌握酯化反应的原理和特点
- 掌握共沸蒸馏分水法的原理和油水分离器的使用
- 掌握液体化合物的分离提纯方法

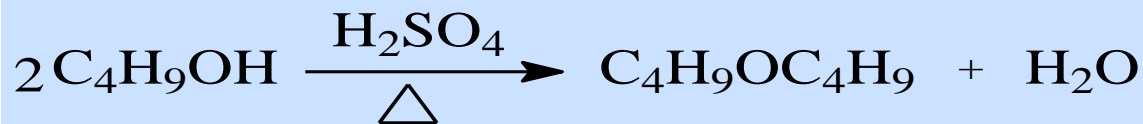
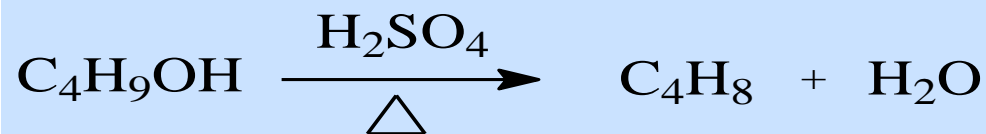
## 二、实验原理

- 制备酯类最常用的方法是由羧酸和醇直接酯化合成。合成乙酸正丁酯的反应如下：

主反应



副反应



脱水反应

## 二、实验原理

- 酯化反应是一个**可逆反应**，且在室温下反应速率很慢。加热、加酸作**催化剂**，可使酯化反应速率大大加快。
- 同时为了使平衡向生成物方向移动，可以采用**增加反应物浓度、将生成物除去**的方法，使酯化反应趋于完全。
- 为了将反应生成物中的水除去，可采用**共沸蒸馏分水法**，使生成的酯和水以共沸物形式蒸出来，冷凝后通过分水器分出水，油层则回到反应器中。

## 二、实验原理

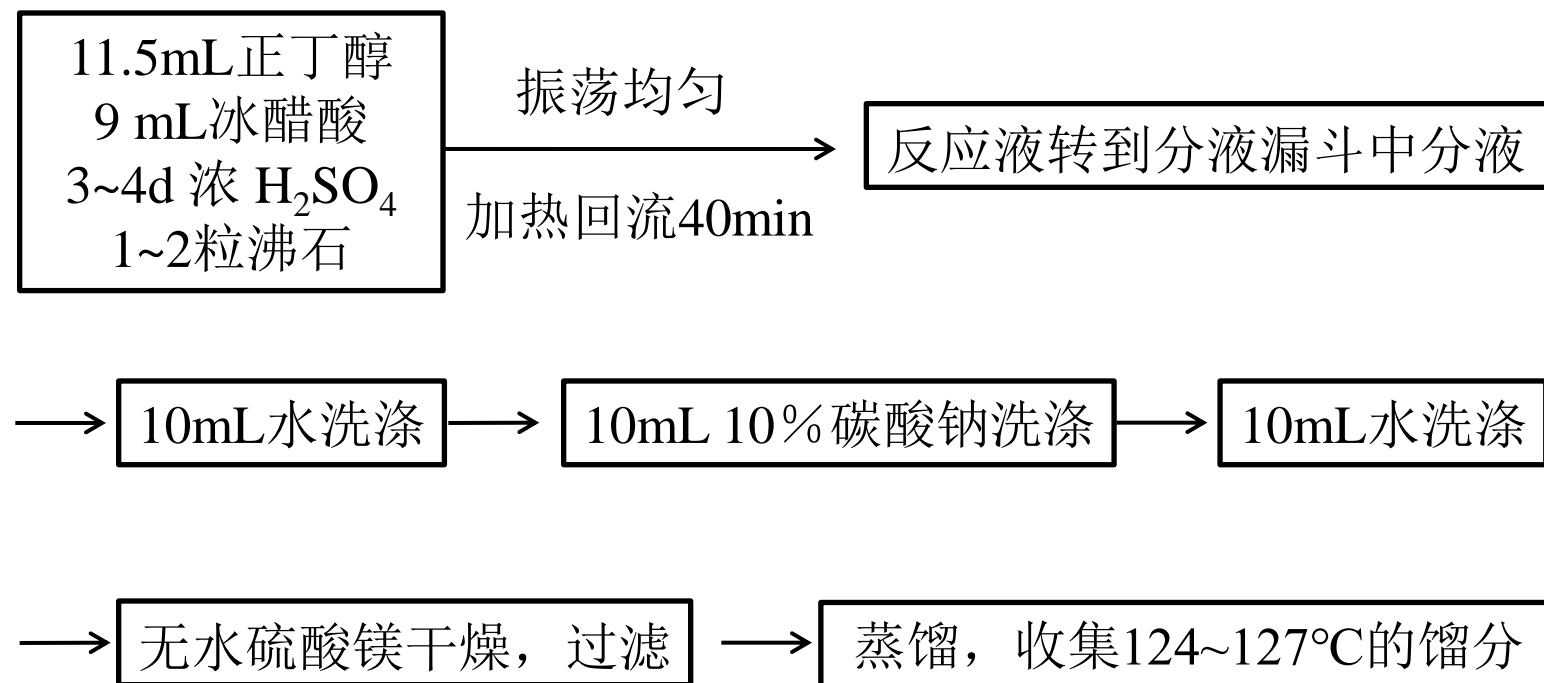
- 酯化反应是一个**可逆反应**，且在室温下反应速率很慢。加热、加酸作**催化剂**，可使酯化反应速率大大加快。随着人们环保意识的增强，采取其它优良的催化剂代替浓硫酸已成为必然趋势。目前已发现的酯化反应的催化剂有分子筛、杂多酸、固体超强酸、阳离子交换树脂、无机盐等。
- 同时为了使平衡向生成物方向移动，可以采用**增加反应物浓度、将生成物除去**的方法，使酯化反应趋于完全。
- 为了将反应生成物中的水除去，可采用**共沸蒸馏分水法**，使生成的酯和水以共沸物形式蒸出来，冷凝后通过分水器分出水，油层则回到反应器中。

### 三、主要试剂

试剂	m.p/°C	b.p/°C	$\rho/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	性质
正丁醇	-89.5	117.7	0.8098	无色透明液体，蒸气有刺激性 溶于水，与乙醇、乙醚混溶
乙酸	16.6	117.9	1.05	无色透明液体，蒸汽对眼和鼻有 刺激性作用；能溶于水、乙醇、 乙醚等
浓硫酸	10.5	330	1.83	无色无味油状液体，强腐蚀性 易溶于水，能以任意比与水混溶
碳酸钠	851	1600	2.53	易溶于水，不溶于乙醇、乙醚等
乙酸正 丁酯	-77.9	126.5	0.88	无色透明有愉快果香气味的液体； 易燃；难溶于水，与醇、醚、酮 等有机溶剂混溶

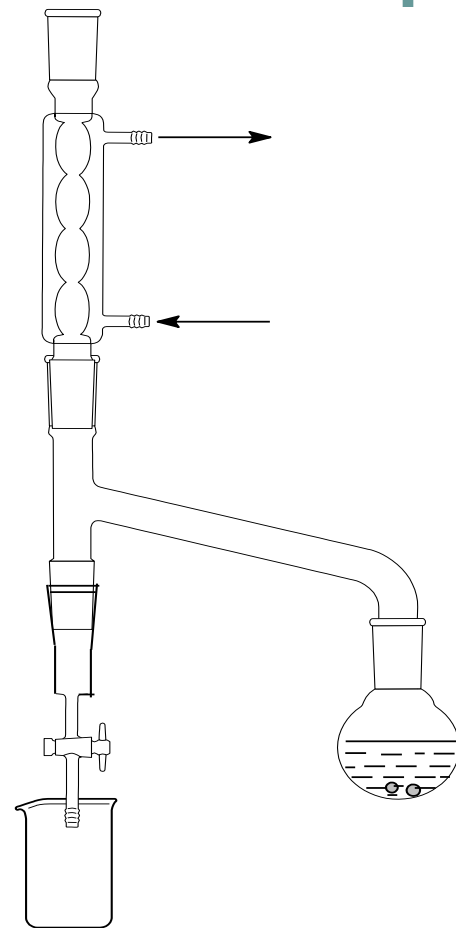


## 四、实验操作



## 五、实验步骤与装置——合成

1. 按装置图装配好反应装置。
2. 用定量加料器在100ml圆底烧瓶中加入11.5ml正丁醇，再加入9ml冰醋酸（适当过量），加入3~4滴浓 $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，摇匀，投入沸石。
3. 在分水器中加入计量过的水，使水面稍低于分水器回流支管的下沿。
4. 打开冷凝水，加热回流。

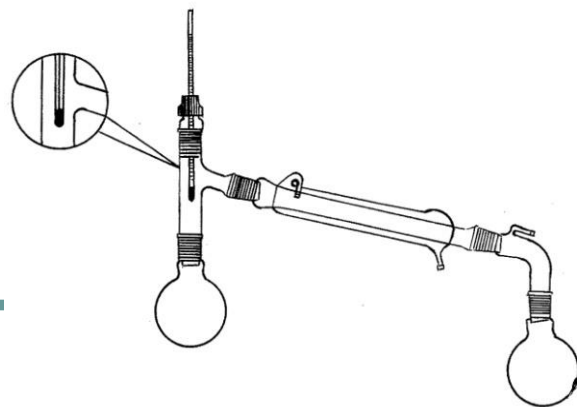
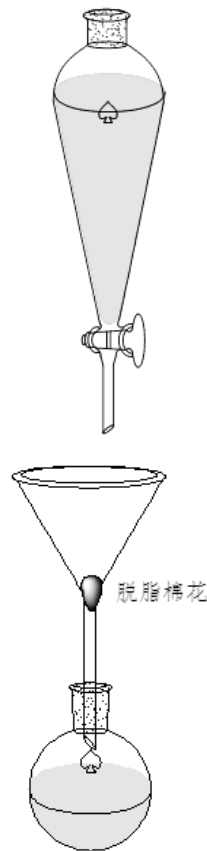


## 五、实验步骤与装置——合成

5. 反应过程中，不断有水生成，并进入分水器的下部，通过分水器下部的开关将水分出，要注意**水层与油层的界面**，不要将油层放掉。
6. 反应约**40 min**后，分水器中水层不再增加时，即为反应的终点。
7. 将分水器中液体倒入分液漏斗中，分出水层，量取水的体积，减去预加入的水量，即为反应生成的水量。上层的油层与反应液合并。

## 五、实验步骤与装置——分离提纯

8. 分别用10ml水，10ml 10%碳酸钠，10ml水洗涤反应液，将分离出来的上层油层倒入一干燥的锥形瓶中，加入无水硫酸镁干燥，直至液体澄清。
9. 干燥后的液体，用少量棉花通过三角漏斗过滤至干燥的圆底烧瓶中，加入沸石，安装蒸馏装置后加热，**收集124~127°C的馏分**。
10. 产品称重，计算得率，并回收。纯乙酸正丁酯是无色液体，有水果香味。



## 六、注意事项

- 高浓度**醋酸**在低温时凝结成冰状固体（熔点**16.6℃**），取用时可用温水浴温热使其融化后量取，**注意不要接触到皮肤！！！！**
- **浓硫酸**起催化作用，只需少量即可，**务必操作规范，注意安全！！！！**
- 分水时不要分去过多的水，以能让上层液溢流回圆底烧瓶继续反应为宜。

## 六、注意事项

- 碱洗时注意分液漏斗要放气，否则二氧化碳的压力增大会使溶液冲出来。
- 本实验不能用无水氯化钙为干燥剂，因为它与产品能形成络合物而影响产率。

## 七、思考题

1. 酯化反应有哪些特点？
2. 本实验中如何提高产品收率？又如何加快反应速率？
3. 计算反应完全时应分出多少水？
4. 在提纯粗产品的过程中，用碳酸钠溶液洗涤主要除去哪些杂质？若改用氢氧化钠溶液是否可以？为什么？