

酰氯法合成乙酸酐

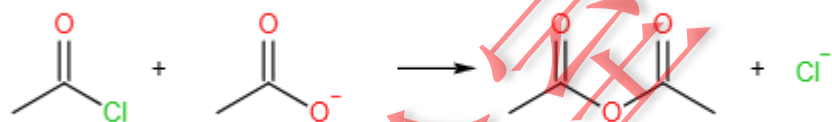
一、前言

乙酸酐，化学式为 $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ ，在工业和实验室中都有着重要的用途，是有机实验中重要的乙酰化试剂。但是，由于乙酸酐可用于制造毒品，作为二类易制毒化学品管理，受到公安部门严格管制，难以获得。因此自制乙酸酐便十分有用了。

乙酸酐的制取方法有多种，其中实验室常用的是用乙酰氯和干燥的乙酸钠反应。此外还有用脱水剂（如五氧化二磷、氯化亚砷等）对冰乙酸进行脱水的方法。但此方法大多需要加热回流来充分反应，较为不便。本文采用乙酰氯法来合成乙酸酐。

二、原理

乙酰氯和无水乙酸钠的反应，属于酰基碳上的亲核取代反应。反应方程式如下：



三、实验

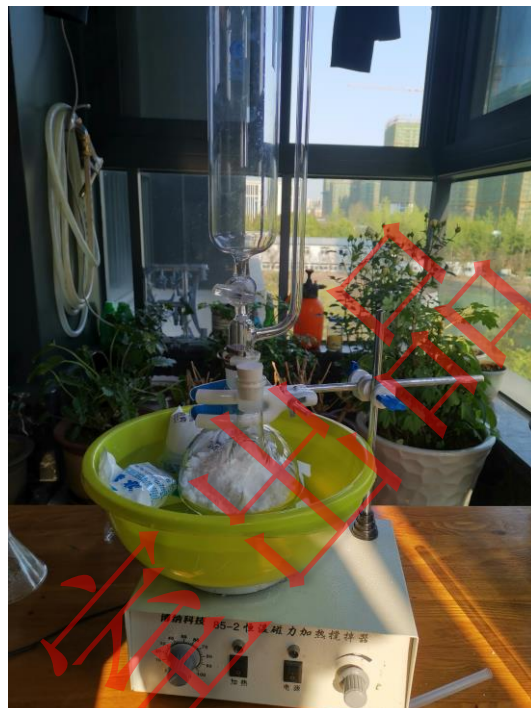
1、准备试剂：乙酰氯、无水乙酸钠



无水乙酸钠在使用前应 180-200℃ 烘干 2-3h。

※安全警告：乙酰氯极易水解生成氯化氢，实验场地应通风！

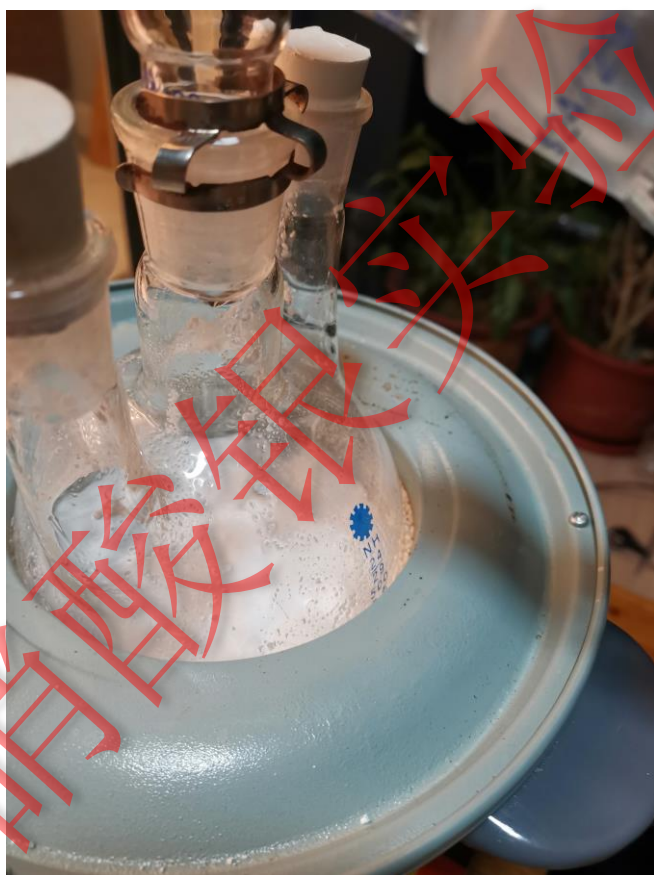
2、称取 160g 无水乙酸钠，加入三口烧瓶中。加完后在中间口插入恒压滴液漏斗，侧口应插温度计（因本人的温度计损坏所以没有装）。将三口烧瓶置于冰水浴中，并放置在磁力搅拌器上。



3、量取 150mL 乙酰氯，加入恒压滴液漏斗。开搅拌，缓慢滴加乙酰氯，控制反应温度不超过 60℃，防止乙酰氯损失。



4、粗产品蒸馏：待乙酰氯全部滴加完毕后，撤去滴液漏斗，振荡三口烧瓶，使未完全反应的乙酰氯和乙酸钠充分反应。搭建蒸馏装置，蒸出全部液体。在真空接收管的支管口处应加一个无水氯化钙干燥管（本人没有干燥管，用锥形瓶中装的氯化钙代替）



蒸馏完毕后获得粗产品。

5、产品精馏：将粗产品全部倒入 250mL 圆底烧瓶中，加入 2 粒人造沸石，加热。用一小烧瓶收集 130℃ 前的所有馏分，用 250mL 锥形瓶收集 130℃ 后的馏分，作为主产物。



温度计示数分别在 100°C 左右和 115°C 左右停留一段时间，说明粗产品中有一定量的水和乙酸。



温度计示数上升到 130°C 时，迅速转换接收瓶。此时已经开始收集到乙酸酐。此后温度计示数不断上升，最终稳定在 138°C 左右。



温度计示数继续上升至 140°C 时，圆底烧瓶内已无明显液体。此时停止蒸馏。



6、收集产物，装瓶称重。



乙酸酐产量 126.99g，理论产量 199.02g（按无水乙酸钠计算），产率 63.81%。

四、反思与总结

- 1、粗产品蒸馏过程中，本人观察到冷凝管内有白雾，且闻到明显酸味，表示粗产品中混有乙酰氯，即乙酰氯过量。这在经济上是不划算的（无水乙酸钠比乙酰氯便宜许多）。因此最好减少乙酰氯的用量到 110-120mL。
- 2、粗产品蒸馏末期，三口烧瓶内部出现黑色物质。本人推测其为固体物质分解的产物。由

于氯化钠难以分解，因此合理的解释是未反应完全的乙酸钠分解。为此，应设法改进装置，提高乙酸钠的转化率。

3、反应过程中，本人观察到磁力搅拌几乎无作用，即使把搅拌开到最大也未在烧瓶内看到明显漩涡。对此，本人认为是乙酸钠固体量大，且生成的氯化钠也是固体，难以搅拌。这也导致了反应的不充分而造成乙酸钠和乙酰氯的双重浪费。为解决此问题，可以用丙酮作溶剂，使乙酸钠溶于丙酮，而生成的氯化钠不溶于丙酮。这样既使反应物能够充分接触，也便于分离粗产品（过滤除去氯化钠即可，无需蒸馏）。

硝酸银实验室出品

2021-4-9

硝酸银实验室出品