**实验报告**

专业： 化学工程与工艺

姓名： 项

学号： 3210100199

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 课程名称： 化工专业实验 | 指导老师： 徐佳慧 | 成绩： |
| 实验名称：固体酸催化合成乙酸丁酯 | 实验类型高分子化学实验 | 同组： |

一、实验目的和要求（必填） 二、实验内容和原理（必填）

三、主要仪器设备（必填） 四、操作方法和实验步骤

五、实验数据记录和处理 六、实验结果与分析（必填）

七、讨论、心得

**一、实验目的和要求**

1．了解与掌握固体酸催化酯化工艺特点；

**二、实验内容和原理**

有机酸与醇进行酯化反应，是一个典型的酸催化的可逆反应，如本实验中采用乙酸和正丁醇反应，其反应方程式如下：



并具有下列关系式：



式中：*C*—物质浓度，*k*—反应速度常数，*K*—平衡常数。

为使反应加速常加入少量催化剂，工业上是加浓硫酸或通干燥氯化氢为催化剂，本实验中采用固体酸催化剂。

固体酸催化酯化合成乙酸丁酯的工艺，采用阳离子交换树脂或分子筛固体酸催化剂代替硫酸液体催化剂合成乙酸丁酯，不仅可以克服因硫酸存在下的容器腐蚀和发生副反应的严重缺点，同时固体酸催化剂还具有来源容易、用量少、能反复使用，催化剂与产品分离容易，便于连续生产，而且产物乙酸丁酯纯度高的特点。

酯化与水解是可逆的化学平衡。从工业生产角度来看，采用一些简单的措施就可使转化率接近100%，主要的方法是蒸出水或酯。在乙酸乙酯的合成中，利用精馏的方法由水和醇、酯能形成共沸的特点将所生成的水蒸出，蒸出的酯及醇冷凝后在分水器中分层形成油层和水层，油层返回反应釜，直至反应完全。酯则留在反应釜中。

选用合适的酯化催化剂及其用量在保证酯化反应顺利进行方面有决定性作用。本实验用强酸性阳离子交换树脂，这类离子交换树脂均含有可被阳离子交换的氢质子，属强酸性，有很好的催化活性，即在此酸中心上可进行酸催化酯化反应。

本实验用阳离子交换树脂作为催化剂，以乙酸和正丁醇为原料进行反应，利用精馏的方法蒸出水，酯则留在反应釜中。然后对釜液进行汽相色谱分析。

**三、主要仪器设备**

1．试剂

乙酸（CH3COOH）沸点118 ℃，分子量60.05，比重约1.05

正丁醇（C4H9OH）沸点117.8 ℃，分子量74.12，比重0.81

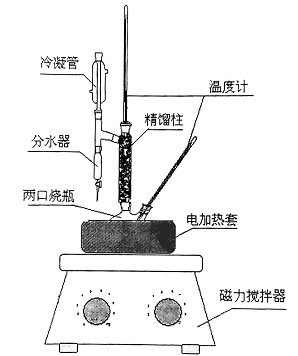
催化剂阳离子交换树脂A-15型

异丙醇

2．主要仪器设备

磁力搅拌加热器，三口瓶，精馏柱，冷凝管，温度计，气相色谱仪。

3．实验装置



**固体酸催化酯化合成乙酸丁酯的实验装置图**

**四、实验操作与步骤**

1．称出空三口瓶（包括搅拌子）的质量。

2．在量筒中量取约20ml的乙酸，并在天平上称量盛有乙酸的量筒的总质量并记录。

3．将量筒中的乙酸倒入三口瓶中，称量并记录剩下的乙酸与量筒的总质量。两次称量的质量差即为倒入三口瓶中的乙酸的质量。记录并计算出乙酸的摩尔数。

4．按照正丁醇：乙酸 = 1：1（摩尔比），算出正丁醇的体积（ml），量取正丁醇，倒入三口瓶中，称量并记录正丁醇的质量。（同样采用量筒与正丁醇总质量的差量法称重）

5．催化剂质量按乙酸质量的5%计算，称量并记录催化剂质量，倒入三口瓶中。注意不要让催化剂粘附在三口瓶的瓶口壁上，以免漏气造成损失。

6．开冷却水，打开磁力搅拌加热器，升温和搅拌。

7．加热回流，釜液沸腾，经精馏柱将水和醇、酯形成的共沸物蒸出。

8．此时蒸出由乙酸丁酯、水和正丁醇组成的共沸混合物，经过精馏柱，收集于分水器中。上层油层中含81%乙酸丁酯，13%正丁醇，6%水，下层水层中含有1%乙酸丁酯，3%正丁醇，96%水。油层返回反应釜中。

9．待分水器中的水量不再增加时，釜液温度约124~125 ℃，精馏柱温度约117~120 ℃，则可以认为酯化过程已终止。

10．关电源和冷却水，待反应釜内温度降至80 ℃以下时，卸下反应釜称重并记录釜液质量。然后用水冷却至室温，取釜液进行气相色谱分析，记录产品（反应产物）组成。

11．从分水器中放出全部水，称重并记录水量。

**五、实验数据记录与处理**

1．实验数据记录

（1）乙酸质量：21 g 正丁醇质量：25.952 g 催化剂质量：1.05 g

出水量：15.25 g 产品质量：32.400 g

釜底最后温度：127℃ 精馏柱最后温度：114℃

分析：

m 乙酸=21g

m 乙酸丁酯=32.4g

m 理论=21/60\*126 = 44.1g

产率=32.4/44.1=73.5%

**六、思考题**

（1）对该工艺进行评价。

此实验的工艺流程和传统的酯化反应流程类似，都是催化剂催化反应，利用冷凝回流，提高产率。但是采用的间歇式反应装置，在工业大规模生产的实现不太现实。

（2）本实验采用间歇式反应装置，需要考察哪些工艺条件？

原料的用量，催化剂的选择和用量，加热条件要求等。