

浅谈乙酸乙酯实验装置制备的改良

谭连梅

贵州省三穗县民族高级中学

[摘要]目前在中学的有机化学实验教学中,实验乙酸乙酯的制备是非常常见和重要的一种基本实验。但是该教学方法在实验过程中经常存在浓硫酸用量过多、使用过程繁琐、实验时间长等缺陷。随着绿色化学的蓬勃发展以及学生环境保护意识的提高,实践教学内容也从培育学生的环境保护意识开始,摒弃了某些对环境保护严格的教学内容取而代之以对环境保护友善的教学内容。因而应从精简重复性过程,减少教学实验时限,节省资金和实验试剂,保护环境的角度考虑,对现有方式加以改进以适应实验教学变革的要求,本文着重从加热装置的改进和实验操作的改进来探讨乙酸乙酯实验装置制备的探究与改良。

[关键词]乙酸乙酯;装置制备;实验;探究改良

[DOI] 10.12252/j.issn.2096-6261.2021.09.1819

一、引言

乙酸乙酯的制取是有机化学实验课程中的主要试验内容之一,传统方式为用浓硫酸催化合成乙酸、甲醇,在特定的室温下制取。这个方法也具有某些缺点,如:浓硫酸的剂量较多,作业过程繁琐,副化学反应较多(如炭化作用和产生丙烯、乙醚等),催化剂合成产率较低,对仪器设备的腐蚀严重,且教学实验用工时间过长等。

二、催化剂的改进

在不直接影响乙酸乙酯的输出条件下,我们可以将稀硫酸作为反应催化剂来进行实验,这样可以避免浓硫酸用于催化剂的很多缺点,输出纯度更高的乙酸乙酯,增强实验的稳定性,从而达到良好的测试效果,下面主要从加热装置和实验操作两个步骤来展开探究。

三、加热装置的改进

传统试验使用油浴加温,经过改良后的新试验则使用微波炉加温。方法为:先在三口烧杯中,添加冰醋酸、百分之九十五酒精、反应催化剂等,稍加震动,再放到微波炉中装上回流冷凝管,在规定的微波输出功率下辐照加热反应一段时间。反应过程完成后,冰水完全凝结,加热反应产品则用饱和的碳酸钠溶剂除去剩余酸;用完全的饱和和高盐溶液浸泡,析出酯层后再用零点五饱和氯化钙水溶液清洗;最后用去离子水溶剂清洗后,以有山无水碳酸钾溶液干燥酯液,经蒸馏后,收集73℃~78℃馏分,获得了带有果香气的无色或透明乙酸乙酯;称量,估计产量。

四、实验操作的改进

(一)粗产品的制备

向三颈烧杯中加入冰醋酸和95%乙醇,摇匀,加入H₂SO₄后再次进行摇匀,使原料完全混合,其次加入沸石,最后安装冷凝管,安装回流设备。紧接着在微波炉中预热反应瓶。停止加热后,拆除回流冷却管,使用蒸馏设备。在水蒸馏桶中加入沸石,并在接收器外用冷水冷却。实验期间可以得出:馏出物的沸点约为73℃~78℃,馏出率约为每秒1~2滴。在水蒸馏的最后阶段,馏出物非常缓慢,甚至在73℃以下停止,这时要将馏出物的沸点加热达到80℃以上。

(二)精制产品的改进过程

产品精制时,在小烧瓶中加入少量乙醇、甲醇、水和乙酸的馏出物,然后放入饱和水Na₂CO₃溶剂中分批浸泡。每次输液后,拧紧瓶口并剧烈摇晃,使两种溶剂完全接触,直到没有超临界二氧化碳气体逸出。在静态分层后,用大范围的pH值纸检查酯层。结果为中性后,应立即停止并清洁。

将以上混凝土置于分液漏斗中,经适当振荡后,静置片刻,取出上层酯水溶液,首先用完全的饱和NaCl水溶液洗净,然后再用CaCl₂水溶剂冲洗二遍。取上层酯水溶液注入干燥的双锥型桶中,再用无水K₂CO₃溶剂干燥。

将干燥的原油产品注入带有沸石的干馏分液中,然后将其置于温水浴中进行蒸馏。最后,在73℃~78℃收集馏分,得到乙酸乙酯,称取。

五、结束语

综上所述,经过改良后的乙酸乙酯制备方法解决了原试验方法的弊端,且实验过程简单易操作,节省资金和资源,有利于环保。既明显地减少了药物的使用率,又减少了副产物的生成,从而减少了试验合成时限,所以乙酸乙酯实验装置制备的探究与改良取得了比较满意的试验效果。

参考文献:

- [1] 李嘉. 乙酸乙酯制备实验的微型化改进[J]. 化学教育(中英文), 2018, 39(15): 76-77.
- [2] 王晓燕. 乙酸乙酯制备的实验装置改进[J]. 中学化学教学参考, 2018(02): 70.
- [3] 李翀宇, 钟文. 中学有机化学实验中乙酸乙酯的制备方法改进探索[J]. 数码设计, 2017, 6(05): 104-105+113.
- [4] 毛杨林. 课本重要实验的复习视角与价值——以乙酸乙酯的制备实验为例[J]. 中学化学教学参考, 2015(05): 34-36.
- [5] 吴民生. 套管式水浴加热装置制乙酸乙酯的研究[J]. 化学教学, 2014(10): 46-49.
- [6] 张建夫, 陈亚红, 陈娟娟. 乙酸乙酯实验制备的改进[J]. 考试周刊, 2008(33): 232-234.
- [7] 苑乃香. 乙酸乙酯制备实验的改进及研究性实验设计尝试[J]. 菏泽师专学报, 2001(02): 69-70.