

模块一：乙酸乙酯的合成

➤ 健康和安全

请分析本模块所涉及的健康和安全问题，并写出相应预防措施。

➤ 环境保护

请分析本模块可能会产生的环境问题，并写出相关环境保护措施。

➤ 基本原理

乙酸乙酯是乙醇与乙酸在一定条件下，发生酯化反应而生成。原料乙酸的含量以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液进行定量测定。

➤ 目标

- 标定氢氧化钠标准滴定溶液浓度。
- 测定原料乙酸的含量。
- 计算生成 14.4g 乙酸乙酯（设定理论产率为 70%，醇酸摩尔比为 1.5:1）

所需的乙酸和乙醇质量（精确到 0.01g）。

- 根据流程进行乙酸乙酯的制备。

完成工作的总时间是 180 分钟，由原料乙酸含量测定和乙酸乙酯产品合成两个任务组成，教师选手和学生选手分别独立完成其中一个任务。

➤ 仪器设备、试剂和解决方案

1. 仪器设备、试剂清单

主要设备	电热套（98-II-B，250 mL，磁力搅拌，可调温）
	升降台
	带十字夹的铁架台
	电子天平（精度 0.01g、0.0001 g）
	通风设备
	气流烘干器（30 孔，不锈钢）
	电炉（配石棉网）
玻璃器皿	单口烧瓶（100 mL/24#，磨口）
	三口烧瓶（100 mL/24#，磨口）
	分液漏斗（125 mL，聚四氟乙烯旋塞）
	恒压长颈滴液漏斗（60 mL/24#，磨口）
	直形冷凝管（200 mm/24#，磨口）
	球形冷凝管（200 mm/24#，磨口）
	分水器（24#，磨口）

	刺形分馏柱（200 mm/24#，磨口）
	蒸馏头（24#，磨口）
	真空尾接管（24#，双磨口）
	玻璃塞（24#，磨口）
	玻璃漏斗（40 mm）
	锥形瓶（50 mL/24#、100 mL/24#，磨口）
	温度计（0-100℃，0-200℃）
	温度计套管（24#，磨口）
	磁力搅拌子（1.5cm）
	平底烧瓶（2000mL，磨口）
	干燥管（磨口）
	滴定管（聚四氟乙烯塞，50 mL）
	锥形瓶（250 mL 或 300 mL）
	具塞锥形瓶（250 mL 或 300 mL）
	量筒（25mL、50mL、100mL）
	量杯（5mL）
	烧杯（100 mL、250 mL、500 mL、1000mL）
	试剂瓶（125mL）
	滴瓶（30mL）
	培养皿（90mm）
药品试剂	色谱样品瓶（2mL、5mL）
	无水乙醇
	乙酸
	浓硫酸
	环己烷
	无水碳酸钠
	氯化钠
	无水氯化钙
	无水硫酸镁
	氧化钙
	邻苯二甲酸氢钾（基准试剂）
	氢氧化钠标准滴定溶液（ $c_{\text{NaOH}} \approx 0.5\text{mol/L}$ ）
	酚酞指示液（10g/L）
	去离子水

2. 溶液（剂）准备

（1）无二氧化碳水：将去离子水注入 2L 的平底烧瓶中，煮沸 10min，接上装有氧化钙的干燥管，冷却至室温，备用。

（2）根据现场提供的试剂，按实际需求配制粗产品洗涤溶液（如：碳酸钠

饱和溶液、氯化钠饱和溶液、氯化钙饱和溶液），相关物理常数详见附表 1，配制时所用蒸馏水体积不超过 80 mL。

3. 原料乙酸含量测定

(1) 0.5 mol·L⁻¹ 氢氧化钠标准溶液标定

减量法（不能去皮）准确称取 3.25g（精确至 0.0001g）于 105℃~110℃干燥至恒重的基准试剂邻苯二甲酸氢钾于锥形瓶中，加无二氧化碳水溶解，加 2 滴酚酞指示液，用待标定的氢氧化钠溶液滴定至溶液由无色变为淡粉色，并保持 30 秒不褪色。

平行测定 4 次，同时做空白试验。

使用以下公式计算氢氧化钠标准滴定溶液的浓度 $c(\text{NaOH})$ ，单位 mol·L⁻¹。取 4 次测定结果的算术平均值作为最终结果，结果保留 4 位有效数字。

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2) \times M}$$

式中：

m ——邻苯二甲酸氢钾质量，单位为克（g）；

V_1 ——氢氧化钠溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——空白试验消耗的氢氧化钠溶液体积，单位为毫升（mL）；

M ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g·mol⁻¹）

$[M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 204.22 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}]$ 。

对结果的精密度进行分析，以相对极差 A 表示，结果精确至小数点后 2 位。

计算公式如下：

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\bar{X}} \times 100\%$$

式中：

X_1 ——平行测定的最大值；

X_2 ——平行测定的最小值；

\bar{X} ——平行测定的平均值。

(2) 乙酸含量分析

准确称取 0.95g（精确至 0.0001g）原料乙酸样品于具塞锥形瓶中，加入适量无二氧化碳水，加 2 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈淡粉色，并保持 30 秒不褪色。

平行测定 3 次。

按下式计算出样品中乙酸的含量，以质量分数 w 表示。取 3 次测定结果的算术平均值作为最终结果，结果精确至小数点后 2 位。

$$w = \frac{cV \times M}{m \times 1000} \times 100\%$$

式中：

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的准确浓度，单位为摩尔/升 ($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)；

V ——乙酸样品所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

m ——乙酸样品质量，单位为克 (g)；

M ——乙酸的摩尔质量，单位为克/摩尔 ($\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$)， $[M(\text{CH}_3\text{COOH})=60.05 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}]$ 。

对结果的精密度进行分析，以相对极差 A 表示，结果精确至小数点后 2 位。

计算公式如下：

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\bar{X}} \times 100\%$$

式中：

X_1 ——平行测定的最大值；

X_2 ——平行测定的最小值；

\bar{X} ——平行测定的平均值。

4. 产品合成

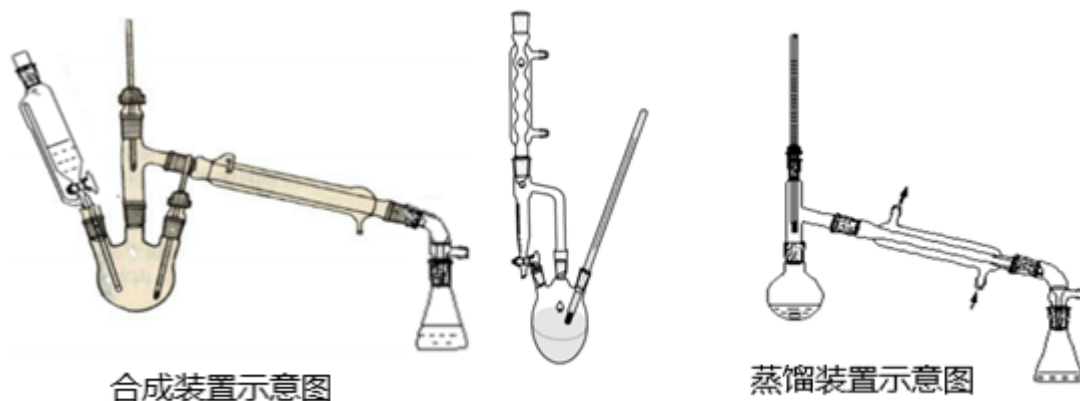
(1) 乙酸乙酯的合成

依据计算所得反应物用量，准确称取乙酸和乙醇（精确至 0.01g）。

将适量乙醇、浓硫酸加入 100 mL 三口烧瓶中，混匀后加入磁力搅拌子。在滴液漏斗内加入适量乙醇和乙酸并混匀。

开始加热，当温度升至 110 ~ 120 $^{\circ}\text{C}$ 时，开始滴加乙醇和乙酸混合液，保持滴液速度适当。反应结束后，停止加热，收集、保留粗产品。

合成反应也可采用回流方式：准确称取上述质量的乙酸和乙醇（精确至 0.01g），将乙酸、乙醇和浓硫酸加入 100 mL 三口烧瓶中，混匀后加入磁力搅拌子，加热回流至反应结束。



(2) 乙酸乙酯的精制

洗涤：在粗品乙酸乙酯中加入饱和碳酸钠等溶液洗涤纯化。

干燥：将酯层倒入锥形瓶中，并放入适量的无水硫酸镁，配上塞子，充分振荡至液体澄清透明，再放置干燥。

蒸馏：将干燥后的乙酸乙酯用漏斗经脱脂棉过滤至干燥的蒸馏烧瓶中，加入磁力搅拌子，搭建好蒸馏装置，加热进行蒸馏。收集乙酸乙酯馏分，记录馏程及精制乙酸乙酯的产量。

(3) 乙酸乙酯样品保存

将乙酸乙酯产品转移到一个 2mL 色谱样品瓶（内装产品不少于 1.5mL）和两个 5mL 色谱样品瓶中，标注赛位号。填写送样单，将 2mL 样品瓶和一个 5mL 样品瓶交给指定裁判，另一个 5mL 样品瓶放在赛位留存，备用（纯度分析）。

附表

附表 1-1 物料的物性常数表

药品名称	摩尔质量 (g/mol)	密度 (g/mL)	沸点(°C)	折光率	水溶解度
乙酸	60.05	1.049	118	1.376	易溶于水
乙醇	46.07	0.789	78.4	1.361	易溶于水
乙醚	74.12	0.7130	34.6	1.352	微溶于水
乙酸乙酯	88.11	0.9005	77.1	1.372	微溶于水
乙酸正丙酯	102.13	0.8878	101.6	1.3844	微溶于水
乙酸正丁酯	116.16	0.8825	126.6	1.3951	微溶于水

浓硫酸	98.08	1.84	——	——	易溶于水
环己烷	84.16	0.79	80.7	1.4266	不溶于水

注：以上数据为 1 标准大气压（101.325KPa）下测得。

附表 1-2 无机盐溶解度与温度对照表

药品名称	0 °C	10 °C	20 °C	30 °C	40 °C
氯化钠	35.7	35.8	35.9	36.1	36.4
氯化钙	59.5	64.7	74.5	100	128
碳酸钠	7.0	12.5	21.5	39.7	49.0

单位（g）：每 100 g 水中溶解无机盐的质量