

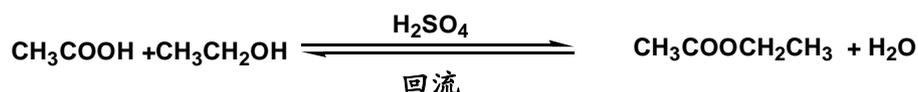
## 实验十一 乙酸乙酯的制备及折光率的测定

[实验目的] 1. 了解从有机酸合成酯的一般原理及方法；  
2. 掌握蒸馏、分液漏斗的使用等操作方法。

[实验药品] (用量为教材中的 1/2) 4.75 mL 无水乙醇，3 mL 冰醋酸，1.25 mL 浓硫酸  
饱和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液，2.5 mL 饱和食盐水，2.5 mL 饱和氯化钙，无水硫酸镁。

[仪器设备] 阿贝折光仪，电热套，标准磨口仪

[实验原理]



[实验步骤]

1. **粗产物的制备：**于圆底烧瓶中加入 4.75 mL 无水乙醇和 3 mL 冰醋酸，再慢慢小心地加入 1.25 mL 浓硫酸，混匀后，加如 1~2 粒沸石，按图安装好装置。加热回流 0.5h，冷却后，将回流装置改装成蒸馏装置，蒸出生成的乙酸乙酯，溜出液约为反应物总体积的 1/2 为止。

2. **分离提纯：**① 在溜出液中加入饱和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液，不断振荡，直至无  $\text{CO}_2$  产生，在分液漏斗中分去水层。② 将有机层用 2.5 mL 饱和食盐水洗涤，分去水层。③ 将有机层用 2.5 mL 饱和氯化钙洗涤，分去水层。④ 将有机层用水洗涤，再分去水层。⑤ 将有机层转入一干燥的三角烧瓶中，用无水硫酸镁干燥。⑥ 进行蒸馏，收集 73~78℃ 馏分。称重，计算产率。测定其折光率。

[注意事项] 1. 乙醇为低沸点易燃烧的物质，操作时必须注意安全。

2. 在分离提纯时，洗涤的顺序不能颠倒，否则会给分离带来麻烦。

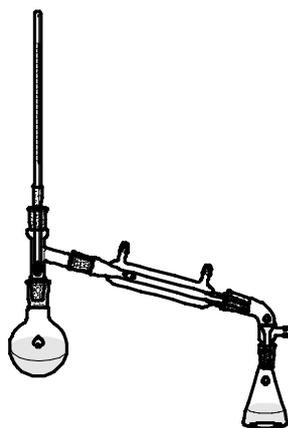
3. 每一次洗涤时，都应注意分去水层后，再加第二个洗涤试剂。

4. 乙酸乙酯和水能形成恒沸物，用无水硫酸镁干燥时一定要完全，蒸馏装置中的仪器必须事先干燥。

[思考题] P123, T1, 3。



回流装置



蒸馏装置