

### 综合化学实验

## 甲基叔丁基醚的合成、分离和鉴定

指导教师: 雷鸣



## 背景知识

• 甲基叔丁基醚英文缩写为MTBE (methyl tert-butyl ether) 常用于无铅汽油中作为抗爆剂,在化工及生物领域也具有广泛用途。



## 用途

- 用作汽油添加剂,提高辛烷值,用作汽油添加剂,具有优良的抗爆性。它与汽油添加剂,具有优良的抗爆性。它与汽油的混溶性好,能够显著改善汽车尾气排放,降低尾气中一氧化碳的含量。
- 作为有机合成原料,可裂解制得异丁烯。



### 醚的制备方法

### 1. 醇脱水



### 2. Williamson反应



### 3. Ullmann反应

OH + CI
$$\longrightarrow$$
 NO<sub>2</sub>
 $\longrightarrow$  NO<sub>3</sub>
 $\longrightarrow$  NO<sub>3</sub>
 $\longrightarrow$  NO<sub>4</sub>
 $\longrightarrow$  NO<sub>5</sub>
 $\longrightarrow$  NO<sub>5</sub>
 $\longrightarrow$  NO<sub>5</sub>
 $\longrightarrow$  NO<sub>6</sub>
 $\longrightarrow$  NO<sub>7</sub>
 $\longrightarrow$  NO<sub>8</sub>
 $\longrightarrow$  NO



# 实验目的

- 1. 通过甲基叔丁基醚(MTBE)的合成,掌握均相催 化反应技术;
- 2. 进一步巩固蒸馏、洗涤等基本操作技术;
- 3. 掌握用气相色谱、折光率和红外光谱等大型仪器进行产品的鉴定。

# THE UNIVERSE

# 实验原理

• 本实验中用甲醇和叔丁醇为原料,以硫酸为催化剂,进行均相催化合成甲基叔丁基醚。



# 仪器与试剂

仪器:电子搅拌器、水浴锅、三颈烧瓶 (250mL) 滴液漏斗(100mL)、温度计、刺形分馏柱、冷凝 管。

试剂: 叔丁醇、甲醇、硫酸、无水碳酸钠。



### 叔丁醇

- 无色结晶或液体,有樟脑气味
- 熔点: 25.7℃
- 沸点:82.4℃
- 相对密度(水=1): 0.784
- 溶解性: 溶于水、乙醇、乙醚



# 甲醇

- 无色透明液体,有刺激性气味
- 熔点: -97.8℃
- 沸点: 64.7℃
- 相对密度(水=1): 0.79
- 溶解性:溶于水,可混溶与醇类、乙醚等多数有机溶剂



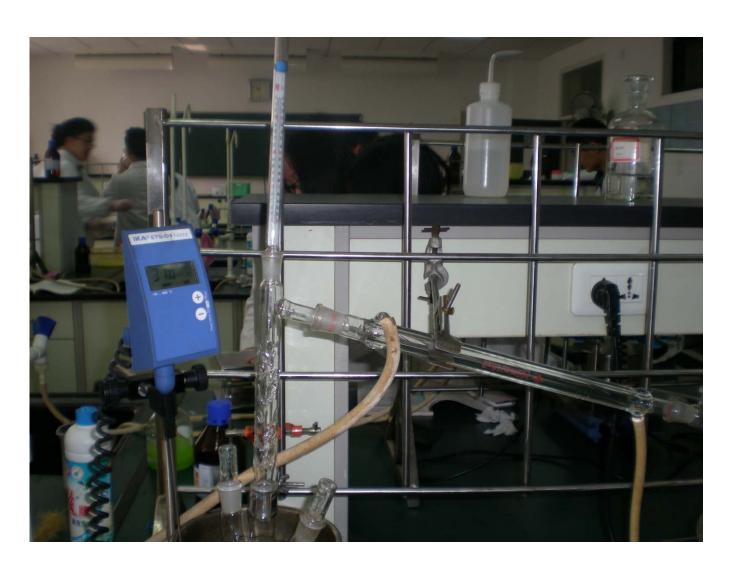
# 甲基叔丁基醚

- 无色透明、粘度低的可挥发性液体,具有特殊气味
- 无色液体,具有醚样气味。
- 熔点: -108.6℃
- 沸点: 55.2℃
- 相对密度(水=1): 0.74
- 溶解性:不溶于水,易溶于甲醇、乙醇、 乙醚



在装有滴液漏斗、温度计及维氏分馏柱(约 20cm长)的250mL三颈瓶中,加入15%稀硫 酸100mL、甲醇35mL及叔丁醇10mL。搅拌 并用水浴加热升温,控制反应温度在80-85℃范围内, 使馏出物温度保持在40-60℃ 之间, 使产物缓慢地蒸出并收集。1hr后, 从滴液漏斗中逐滴加入另外25mL叔丁醇, 使在2hr内滴加完毕,继续收集馏出物,直 至无蒸出物为止(约3hr左右)。







- 将馏出物移入分液漏斗中用水洗涤1-2次,每次用水25mL。分出醚层,加入少量无水碳酸钠干燥。
- 最后将回流装置改为蒸馏装置、蒸出甲基 叔丁基醚,收集54-56℃馏分。称重。
- 所得产品分别用气相色谱、折光率和红外 光谱进行鉴定。



## 实验结果和讨论

- 计算叔丁醇的转换率和产物的产率。
- 分析产物的红外光谱的图谱。
- 用折光率仪和气相色谱仪鉴定产物的纯度和分析气相色谱图。bp55-56℃; 折光率n<sub>20</sub>1.3690。



## 思考题

- 为什么叔丁醇分两部分加入反应体系?
- 为什么反应过程中分馏出粗产物?
- 可能生成哪些副产物?