

# 浙 江 大 学



## 基 础 化 学 实 验 报 告

课程名称 大学化学实验(0)

实验名称 乙酰苯胺的合成

专 业 理科试验班类

学 号 2

姓 名 1

实验日期 2

一、实验目的:

1. 学习固体样品的制备, 掌握由苯胺和乙酸合成乙酰苯胺的方法。
2. 学习分馏柱的使用原理及使用方法。
3. 学习重结晶的基本原理, 掌握重结晶的基本操作。
4. 学习固体样品熔点的测定 (b形管, 可视熔点仪两种方法)。

二、实验原理:

1. 合成:  $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2 \rightleftharpoons \text{H}_3\text{C}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_5 + \text{H}_2\text{O}$ , 通过分馏方法分出产物水和过量乙酸, 促使反应完成。

2. 结晶: 利用混合溶剂 (乙醇: 水 = 1:3) 对乙酰苯胺及杂质的溶解度不同, 使乙酰苯胺从过饱和溶液中析出, 让杂质全部或大部分留在溶液中, 从而达到提纯的目的。

3. 熔点原理: 固液两相蒸气压相等, 固液两相平衡共存这时的温度为该物质的熔点。

三、主要试剂及产物的物理常数:

名称	分子量	性状	折光率	比重	熔点 $^{\circ}\text{C}$	沸点 $^{\circ}\text{C}$	溶解度: 克/100ml 溶剂		
							水	醇	醚
苯胺	93.13	无色液体	1.5863	1.0217	-5.89	184.4	34 <sup>20</sup>	$\infty$	$\infty$
乙酸	60.05	无色液体	1.3720	1.0492	16.75	118.1	$\infty$	$\infty$	$\infty$
乙酰苯胺	135.17	白色固体	2.22 <sup>20</sup>	1.0261	114.3	304	3.5 <sup>80</sup>	46 <sup>60</sup> (易)	易

四、主要试剂用量及规格:

苯胺 5ml

冰醋酸 74ml

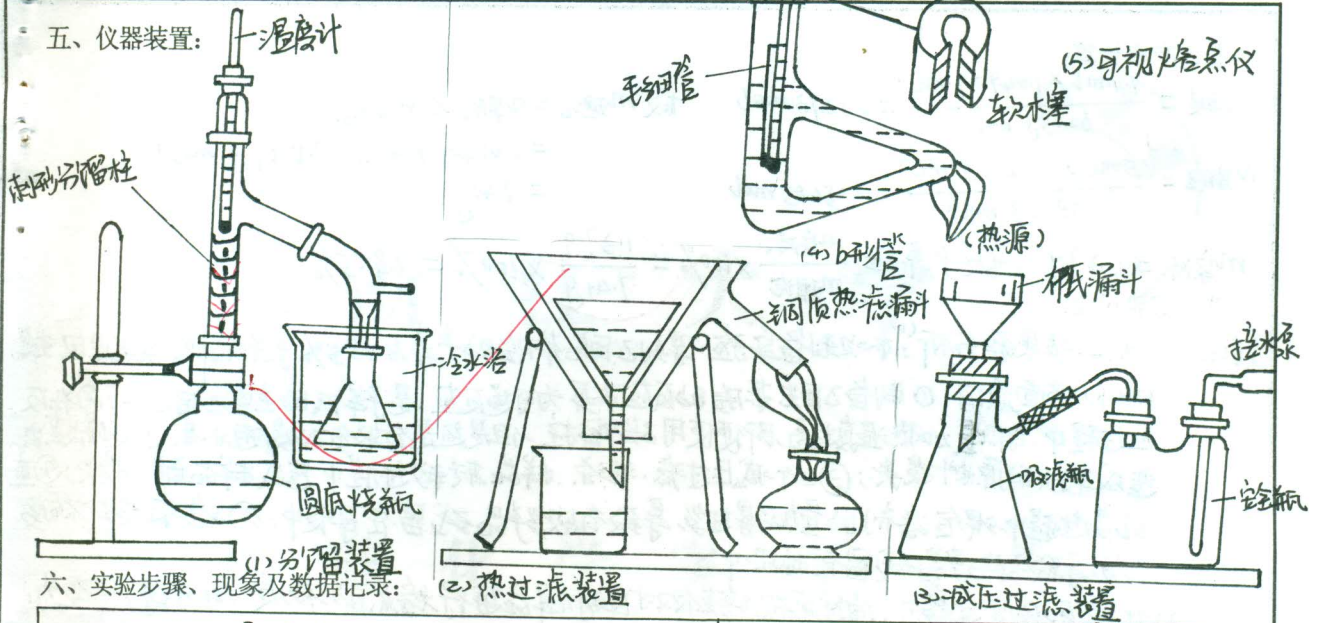
水 100ml

粉状活性炭

沸石

混合溶剂 (乙醇: 水 = 1:3) 42ml

五、仪器装置：



六、实验步骤、现象及数据记录：

实验步骤	实验现象及数据记录
1. 用刺形分馏柱搭好分馏装置，在50mL圆底烧瓶内加入5mL苯胺，74mL乙酸和数颗沸石，小火加热10min。	乙酸液，有强烈刺激性气味，苯胺呈黄色。观察温度计24℃时，混合液开始沸腾。混合液一直沸腾，溶液黄色略微变浅。
2. 控制温度在105℃，反应约30分钟，至温度计示数下降，停止加热。	烧杯内析出淡黄色固体，可观察到片状晶形；
3. 趁热将混合物以细流状倒入盛有100mL冷水的烧杯中，不断搅拌，冷却后抽滤压碎，洗涤，晾干，干燥称量产品重量。	$m_{\text{滤纸}} = 1.68g$ , $m_{\text{滤纸} + \text{样品}} = 5.17g$
4. 控其在80℃下在混合溶剂中溶解，加入20%混合溶剂。稍冷后加石墨炭脱色，搅拌煮沸5min，趁热过滤。	为防止乙酸挥发，在圆底烧瓶上方加球形冷凝管，过滤所得溶液接近无色。
5. 冷却滤液，减压过滤，压干，产品晾干称重，计算收率。	冷却时析出白色片状晶体。 $m_{\text{晶}} = 1.37g$
6. 每组装6支毛细管（自制样品、标准样品、混合物各2支），另用b形管和可视熔点仪测定熔点。	自制样品和混合物各用可视熔点仪测定一次，其余4次均用b形管测量，各次测量数据如下表。
<b>方法一：b形管测熔点实验步骤</b>	<b>方法二：可视熔点仪测熔点实验步骤</b>
1. 用研钵研细少量样品，将毛细管开口端朝下插入样品堆，使样品挤入管内。样品管开口向上，放入直读温度计下，压紧样品，高度2-3mm。	1. 105℃为置入温度，选择按键30%/min，直至温度稳定至105℃左右，插入装有样品的b形管。
2. 用棉签将样品管固定在温度计一侧，样品管紧靠温度计水银球中部。	2. 到达110℃选择1.5%/min。
3. 温度计固定于具开口木塞的b形管中，棉签高于液面，加热升温。	3. 到达112℃时选择10%/min。
4. 控制加热速度，即开始时升温4-6%/min，当温度与熔点相差10-15℃时，调整使升温1-2%/min，注意观察试样变化情况。初熔：样品开始塌落并有液相产生时（透明）；终熔：固体全部熔化，全部透明。	4. 到达113℃时选择0.5%/min，同时注意观察试样变化情况。在初熔、终熔时按下相应按键。初熔：样品开始塌落，出现液相（透明）；终熔：固体全部溶于液相（全部透明）。
5. 读出初熔和终熔时温度计读数，即熔程，并记录。	5. 读下可视熔点仪读出的数据，即熔程。

表1: 6次试样测定的熔程

编号	样品类别	测量方法	初熔温度	终熔温度	熔程
1	标准样品	b形管	112.5℃	113.5℃	112.5℃-113.5℃
2	标准样品	b形管	110.2℃	113.5℃	110.2℃-113.5℃
3	自制样品	可视熔点仪	112.2℃	113.7℃	112.2℃-113.7℃
4	自制样品	b形管	109.5℃	115.0℃	109.5℃-115.0℃
5	混合物	可视熔点仪	112.9℃	113.7℃	112.9℃-113.7℃
6	混合物	b形管	112.6℃	115.1℃	112.6℃-115.1℃

### 七、产率计算:

$$n_{\text{乙酸}} = \frac{7.4 \text{ mL} \times 1.0492 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}}{60.05 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}} = 0.1293 \text{ mol}$$

$$n_{\text{苯胺}} = \frac{5 \text{ mL} \times 1.0217 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}}{93.13 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}} = 0.05485 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{故 } m_{\text{理论}} &= n_{\text{苯胺}} \times M_{\text{乙酰苯胺}} \\ &= 0.05485 \text{ mol} \times 135.17 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \\ &= 7.41 \text{ g} \end{aligned}$$

$$m_{\text{实际}} = 1.27 \text{ g}, \text{ 故产率} = \frac{m_{\text{实际}}}{m_{\text{理论}}} \times 100\% = \frac{1.27 \text{ g}}{7.41 \text{ g}} \times 100\% = 18.5\%$$

### 八、实验讨论:

讨论: 1. 实验结果和分析: 本次制备实验得到乙酰苯胺的产率为 18.5%, 产率偏低。究其原因, 有以下方面原因: ① 制备乙酰苯胺的反应本身为可逆反应, 是产率低的主要原因之一; ② 在反应过程中, 电热套加热温度过高, 即使使用分馏柱, 但是还是有较多乙酸随水蒸气一起汽化蒸出, 造成较大的原料损失; ③ 2 个减压过滤、洗涤、样品转移过程中造成样品部分损失; ④ 重结晶过程中, 混合溶剂的量加得过多, 导致有较多产品残留在母液中; ⑤ 溶液冷却不够充分, 导致部分产品残留在母液中。

(2) 在熔点测定过程中, 通过可视熔点仪对自制样品进行熔点的测定, 测得熔程为:  $112.2^{\circ}\text{C} \sim 113.7^{\circ}\text{C}$ , 熔程差为  $1.5^{\circ}\text{C}$ , 知自制样品纯度较高, 但用 b 形管测其熔程时得到熔程为:  $109.5^{\circ}\text{C} \sim 115.0^{\circ}\text{C}$ , 熔程差为  $5.5^{\circ}\text{C}$ , 偏大, 下面分析其原因: ① 最主要的原因是用 b 形管测量熔点过程中, 没有较好地控制加热速度, 即开始加热时升温过快, 而当温度与试样熔点相差  $10 \sim 15^{\circ}\text{C}$ , 也没有采取很有效的方法降低升温速度, 因而得到较大的熔程, 误差较大; ② 毛细管中样品高度略高于  $2 \sim 3 \text{ mm}$ , 导致所测熔程差偏大; ③ 观察初熔状态和终熔状态时会有视觉上的误差; ④ 观察样品变化的同学与观察温度计的同学反应不统一, 不同步, 造成部分误差。

2. 反应为什么用分馏柱, 为什么要控制分馏柱顶端温度在  $105^{\circ}\text{C}$ ?

答: 主要由原料  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (b.p.  $118^{\circ}\text{C}$ ) 和生成物水 (b.p.  $100^{\circ}\text{C}$ ) 的沸点所决定。使用分馏柱, 可以使混合物中沸点较高者的含量百分比逐渐减少, 减少乙酸的损失又不影响水的蒸出。控制在  $105^{\circ}\text{C}$ , 这样既可以保证原料  $\text{CH}_3\text{COOH}$  充分反应而不被蒸出, 又可以使生成的水立即移走, 促使反应向生成物方向移动, 有利于提高产率。

心得: 上次正溴丁烷的制备实验, 我学会了液体有机样品的制备和纯化 (主要通过洗涤和分液等操作), 而这次乙酰苯胺的制备实验, 我学会了固体有机样品的制备方法和提纯方法 (主要通过重结晶)。这次实验中, 我温习了电热套和减压过滤相关操作, 编了分馏柱的使用原理和操作方法, 同时学会了分别用 b 形管和可视熔点仪测量样品熔点的方法, 学会了如何对样品的熔程进行更精确的测量和更好地控制加热速度。

评语:

较好

成绩

A<sup>+</sup>

教员签名

孙