

浙江大学实验报告

97

课程名称: 有机化学实验 实验类型: 基础型实验

实验项目名称: 乙酰苯胺的合成与熔点测定

学生姓名: 秦寒冰 专业: 生物科学(强基) 学号: _____

同组学生姓名: 乙酰苯胺的合成

指导老师: 蓝国纯

实验地点: 化学中心532 实验日期: 2025 年 11 月 20 日

装订线

- 一、实验目的和要求
- 二、实验内容和原理
- 三、主要仪器设备(装置图)
- 四、主要试剂及产物的理化性质
- 五、实验步骤和现象及数据记录
- 六、实验结果与分析
- 七、讨论、心得

一、实验目的

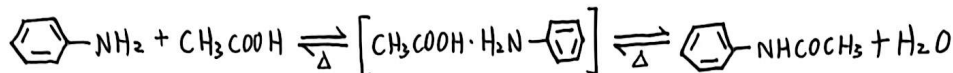
1. 掌握苯胺乙酰化反应的原理和实验操作。
2. 掌握分馏柱的作用原理及用途。
3. 掌握重结晶的原理和用途并练习该提纯方法。
4. 学习熔点测定的原理和用途, 掌握测定的操作方法。

二、实验原理

苯胺乙酰化可用苯胺与酰氯、酸酐或冰醋酸等试剂进行酰化反应。反应活性: $\text{CH}_3\text{COX} > (\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O} > \text{CH}_3\text{COOH}$, 若酰氯或酸酐作为酰化剂, 反应进行较快, 但原料贵, 易生成副产物与HCl。

实验名称: _____ 姓名: _____ 学号: _____

冰醋酸作为酰化剂, 反应较慢, 但价格便宜, 操作方便, 适用大规模制备。
反应方程如下:



提高产率: 乙酸过量, 使平衡右移; 将产生的水不断移出体系使平衡右移。

·分馏: 分馏柱内混合物进行多次汽化和冷凝, 柱内上升蒸气和回流液体呈逆流状态, 当上升的蒸气与下降的冷凝液相互接触时, 上升的蒸气部分冷凝放出热量使下降的冷凝液气化, 两者间发生能量交换。使得上升蒸气中易挥发组分增加, 而下降的冷凝液中高沸点组分增加, 继续多次后等于进行了多次气液平衡, 达到多次蒸馏的效果。顶端易挥发组分比例高, 高沸点组分则留在烧瓶中, 由此分离上层可达到将低沸点物质分离的效果。

·重结晶: 将晶体用溶剂加热溶解后, 又重新成为晶体析出的过程。利用混合物中各组分在某种溶剂中溶解度不同或在同一溶剂中不同温度时的溶解度不同而相互分离。

·熔点: 物质固液两相在大气压力下平衡共存时的温度, 固体分子得到足够动能以克服分子间的结合力而液化。纯粹的固体化合物一般有固定的熔点且范围很小, 约 $0.5 \sim 1^\circ\text{C}$ 。

三、主要试剂与产物的理化性质

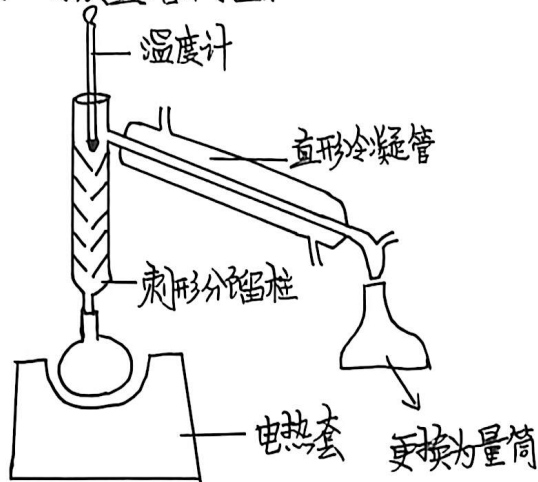
名称	分子量	性状	熔点/ $^\circ\text{C}$	沸点/ $^\circ\text{C}$	相对密度	折光率	溶解度
苯胺	93.13	无色微黄色油状	-6.2	181-185	1.0213	1.5845	微溶于水, 溶于乙醇、苯
冰醋酸	60.05	无色透明液体	16.625	117.9	1.0492	1.3716	溶于水、乙醇、乙醚, 不溶于 CS_2
乙酰苯胺	135.16	白色结晶粉末	114.3	304	1.2190		微溶冷水, 溶于热水、甲醇、乙醇、苯

乙酰苯胺在不同温度下, 在水中的溶解度. g/100mL 水

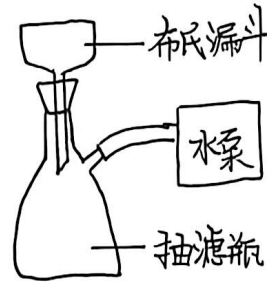
温度/ $^\circ\text{C}$	20	25	50	80	100
溶解度 g/100g H_2O	0.46	0.56	0.84	3.45	5.5

实验名称：_____ 姓名：_____ 学号：_____

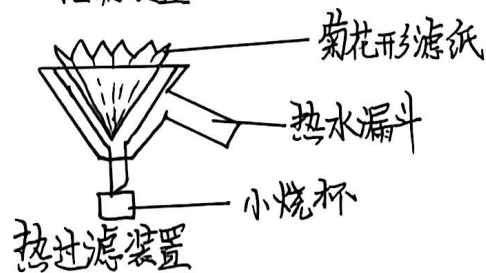
四、主要装置结构图



乙酰苯胺制备装置



抽滤装置



热过滤装置



加热溶解装置

装
订
线

五、实验步骤、现象与数据

简明步骤：
 3.3 mL 苯胺
 4.9 mL 冰醋酸
 $\xrightarrow[30\text{ min}]{105^\circ\text{C 反应约}}$
 $\xrightarrow[冷水]{60\text{ mL}}$
 \rightarrow 冷却结晶 $\xrightarrow[\text{洗涤、干燥}]{\text{抽滤}}$ 重结晶
 \rightarrow 干燥 \rightarrow 测熔点

(一)、合成乙酰苯胺

- 搭建好分馏装置，50 mL 圆底烧瓶中加入 3.3 mL 苯胺、4.9 mL 冰醋酸与几粒沸石，加热 10 min (小火)，再控制在 105°C 左右反应 40-60 min。
- 反应生成的水及过量冰醋酸被蒸出，温度计读数下降时，且出现白雾则停止加热。

实际加入：3.2 mL 苯胺
5.0 mL 冰醋酸。

可观察到蒸气逐渐上爬
到支管口时温度上升至
 100°C

且开始有小液滴凝结
温度保持在 103°C

产生 1.2 mL 水

实验名称: _____ 姓名: _____ 学号: _____

· 不断搅拌下趁热慢慢将产品倒入装有 60~70 mL 水的 100 mL 烧杯中, 搅拌并使其冷却, 使产品完全析出。抽滤压碎, 冷水洗涤, 晾干。

总体积为 2.6 mL。

当倒入烧杯中时立即产生大量沉淀, 得粗产品 2.08 g

(二) 重结晶与测熔点

以水为重结晶溶剂, 结合溶解, 将粗产品在加热下配制饱和溶液, 再加入 20%~30% 体积的水。稍冷后加活性炭并煮沸 5 min 脱色, 趁热用保温漏斗过滤, 冷却析出, 减压过滤, 测熔点。

初始加入 56 mL 水
后续补加了 8 mL 水。

过滤后小烧杯内有白色晶体析出。重结晶产品 1.40 g

六、实验结果与分析。

装 本次实验制备乙酰苯胺理论产量为: $m_{理} = \frac{3.2g}{93.13} \times 135.16 = 4.64g$ 。

订 由于冰醋酸易挥发, 其加入量为过量, 理论产量以加入的苯胺为标准。

粗产品: 2.08 g, 因此粗产品的产率为 $w_{粗} = \frac{m_{粗}}{m_{理}} \times 100\% = \frac{2.08}{4.64} \times 100\% = 44.8\%$

线 重结晶后产品为 1.40 g, 因此重结晶产率为: $w_{重} = \frac{m_{重}}{m_{理}} \times 100\% = \frac{1.40}{4.64} \times 100\% = 30.2\%$

粗产品经过重结晶后的回收率为 $w_{回收} = \frac{m_{重}}{m_{粗}} \times 100\% = \frac{1.40g}{2.08g} \times 100\% = 67.3\%$

由上可见在初始合成乙酰苯胺时产率较低, 其原因可能是反应不充分或不完全, 亦或者是过程中损失量过多。

分析: 实验中初始的理论产水量应约 0.8 mL 左右, 但实际上收集水达 1.2 mL, 多余的部分可能是挥发的乙酸与水一起被携带出来。而最终量筒中共应有 3.3 mL 左右液体, 但仅收集到 2.6 mL, 体积偏小, 说明反应可能并未充分进行, 其次也确实有多的乙酸被提前蒸馏出来, 导致并未与苯胺完全反应, 产生的水量也并非 1.2 mL, 1.2 mL 中混有部分乙酸。因此初产品仅 2.08 g。此外还可能与中途的抽滤洗涤相关, 乙酰苯胺与冷水为微溶, 但洗涤过程中加入的水过多, 洗涤时间过长, 导致乙酰苯胺实际的损耗也偏大。

实验名称: _____ 姓名: _____ 学号: _____

对于标准乙酰苯胺样品熔点测定结果如下:

标准 样品	1. 初熔: 113.6°C 终熔: 115.4°C	平均初熔: 113.6°C
	2. 初熔: 113.7°C 终熔: 115.7°C	
	3. 初熔: 113.4°C 终熔: 115.5°C	平均终熔: 115.5°C.

纯度
有点低

由标准样品测得熔点在 113.6°C ~ 115.5°C, 与查阅得到的熔点 114.3°C 基本相符合。

制备样品	1. 初 113.3°C 终 114.9°C	平均初熔: 113.5°C.
	2. 初 113.7°C 终 114.8°C	
	3. 初 113.4°C 终 114.8°C	平均终熔: 114.8°C.

基本符合熔点范围, 仅含极少杂质使熔点略微偏低, 产品纯度较高。

装

订七、实验讨论与心得

-2

本次实验在制备乙酰苯胺粗产品时产率略微偏低。回顾实验原理方法与操作, 其可能原因是冰醋酸的提前蒸出与洗涤产品时过量的水加入且洗涤时间过长。对于乙酸蒸出问题应当调整温度控制, 使用电热套时先把温度打到最低档慢慢加热, 尤其当蒸气上升到支管口时切忌立即升高温度, 观察支管口处是否有小液滴可以在进入支管一侧凝结, 可以的情况下可以不升高温度, 待反应一段时间后再升高温度, 由此可以避免蒸气上升后迅速升温导致的乙酸大量损失。

而对于洗涤的问题是加入水刚好没过产品一点距离时即可, 避免过多水将产品溶解消耗, 同时加入洗涤剂后即可连上抽滤, 时间也会影响损耗量。

测量产品熔点时使用可视熔点仪, 对于初熔与终熔时的观察需要一定的经验, 如观察到略有小点空隙时其实已经有产品开始熔化, 即初熔。而后只用观察几粒还未熔化的晶体, 无法观察到小粒晶体时即终熔。

线