

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

72-101

化学试剂生产技术资料

北京化工厂 編

(内部资料·注意保存)

6.144

化学工业出版社

HUAXUE SHUJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料



北京化工厂 编

(内部资料·注意保存)

化学工业出版社

乙酸乙酯 $C_4H_8O_2$

一、产品名称、性状、用途及规格

1. 产品名称、性状及用途:

产品名称: 乙酸乙酯

分子式: $C_4H_8O_2$

分子量: 88.10

产品一般性质: 清亮无色液体, 具特殊香味。沸点 77.15°C 。比重 0.89。微溶于水, 溶于乙醇、乙醚、苯中。其酸性溶液或碱性溶液易被水解; 尤其在强碱性溶液中, 即使在常温下放置, 亦易水解。

用途: 有机溶剂。

2. 产品规格

最低含量: 99.5%

最高不纯物含量: %

測定項目	含 量	測定項目	含 量
不揮發物	0.005	沸點範圍	76~77°C (99.5%)
有機不純物	合 格	游離酸	0.005

二、原料規格

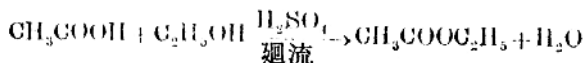
原料名稱	控 制 項 目	檢 驗 方 法
酒 精	成份 95% 以上，硫酸溶解度清亮，顏色不深于黃色。	見Rosin 取硫酸 2 毫升冰 至 10°C，加入冰醋酸 2 毫升，溶液應清亮，顏色不得深于黃色。
冰 醋 酸	成份 98% 以上，硫酸溶解度清亮，顏色不深于黃色。	
硫 酸	比重：1.84	
發烟硫酸	20%左右	
氫氧化鈉	工 業 品	
碳 酸 鈉		
食 鹽		
氯 化 鈣	干 燥 用	
活 性 炭		

三、制備理論及操作過程

1. 理論 醋酸與酒精在硫酸的影響下生成乙酸乙酯。此反應系平衡反應。

為了使酒精作用完全，可用過量的醋酸，這樣所得的粗油也較易洗滌。

A. 合成 —— 迴流



B. 蒸餾粗油

C. 洗滌:

a. 加入NaOH溶液——中和粗油中的酸



b. 加入用食盐飽和的碳酸鈉溶液洗滌

2. 操作过程

(一) 操作工序:

① 合成: 将醋酸7950毫升与酒精5640毫升放入20立升圓底烧瓶中, 加入沸石。按裝一800毫米球形冷凝器, 自冷凝器上端注入浓硫酸(1.84)210毫升, 于水浴上加热迴餾。自反应物沸腾算起, 迴餾2小时后, 試其反应是否达到平衡[中間控制(1)]; 如已达到平衡, 可将迴餾冷凝器取下, 另按裝一800毫米高的填有碎玻璃的直管分餾柱进行分餾, 直至沒有粗油餾出为止(約4小时)。将蒸出的粗油分析含酸量[中間控制(2)]后进行洗滌, 余下的底子加料繼續合成。

② 洗滌: 将粗油置一10立升烧瓶中, 按其含酸量加入适量用食盐飽和的10%碳酸鈉水溶液, 其容积約为烧瓶总容积的2/3(便于洗滌); 用力搖蕩, 使其充分混合, 然后放置, 分层后, 检查其酸性是否合格[中間控制(3)]。如不合格則繼續洗滌, 必要时更換碱液, 直至合格为止。

再用70%的氯化鈣水溶液(每次用量是粗油的1/3)洗去其中所含的酒精。分四次洗滌, 每次20~30分钟。最后分出粗油, 加入約为其重量5%的无水氯化鈣, 放置6小时以上檢驗是否合格[中間控制(4)]。如不合格須将油层分出, 分二次干燥, 直至合格为止。

合格后, 在錐形漏斗中用滤紙(上鋪一层活性炭)过滤, 滤液必須清亮; 否則須从新过滤, 直至清亮为止。

③ 分餾: 将上述滤液10立升置于15立升烧瓶中, 加入2克无水碳酸鈉及数块沸石。按裝1.2米高的填有碎玻璃的直管分餾柱, 于水浴上加热并分餾, 餾出液按下列温度分別收集:

[1] 75°C以前——半成品。

[2] 75~76.5°C——含量97%，实验室用产品。

[3] 76.5°C以上——“分析纯”规格产品。

将第一馏段半成品重新分馏，或酌情作酒精原料供合成用。底子可集中再分馏。

(二) 半成品处理方法：

(1) 蒸馏后的残渣：成分为醋酸、硫酸、乙酸乙酯、酒精及少量水。可重新加料回流合成。

(2) 底子：将粗油蒸出后的底子约4000克，加入冰醋酸6000毫升，粗酒精4824毫升。装上回流冷凝器，再从回流冷凝器上端加入24毫升30%发烟硫酸；加完后，在冷凝器上端连接一弯管，再接一斜冷凝器，通蒸气于水浴内加热，沸腾回流2小时，试验是否达到平衡。（发烟硫酸的量筒务必干燥，否则会发生爆炸）。

(三) 包装操作工序：

用棕色螺絲小口瓶，体积950毫升，每瓶分装500克。瓶盖内垫一软木垫及二锡纸垫，拧紧后外套胶帽。

分装场所注意通风良好，温度不得过高；分装所用虹吸管及瓶必须洗净烘干；分装时，不得与乙醇、异戊醇、甲醇、丙酮等同时操作。产品应保存于阴凉处。防火，勿曝晒。

四、注意事項

1. 中間分析

(1) 于反应液中取出2毫升放入量筒中，加水冲稀至3.5毫升，两层分清后记录油层的体积，继续回流15分钟以后，再用上法试验两次油层体积，相同时表示达到平衡。

(2) 取粗油5毫升用1N NaOH滴定，以酚酞为指示剂。计算。

$$\frac{N \times a}{5 \times 0.9} = b \times 10^{-3}$$

$N = \text{NaOH}$ 的当量, $a = \text{NaOH}$ 消耗量, $b =$ 每克粗油含酸的当量数。

(3) 用碳酸鈉食盐溶液洗完后, 用石蕊試紙檢驗油层是否已无酸性。

(4) 干燥以后不应出现有两层液体, 如有, 应再干燥一次; 干燥以后不应有結晶状物附于氯化鈣表面上, 如有, 则表示有酒精, 須再用氯化鈣洗滌。如无上述现象, 取出 2 毫升加入一小粒电石, 如不冒气泡或有乙炔的恶臭, 表示干燥合格, 否則应多加入氯化鈣, 再放置。

2. 安全注意事項

(1) 乙酸乙酯、酒精、冰醋酸皆为易燃物, 車間内外严禁火源。禁止使用馬达, 或因摩擦可能发生火花。室内注意通风。

(2) 生产前应仔細檢查一切防火設備, 如沙箱、灭火器等, 并注意室内有无自燃物着火。

(3) 乙酸乙酯、醋酸、酒精均应有明显标志, 如标明: “乙酸乙酯麻醉, 易燃” “醋酸腐蝕, 易燃” “酒精易燃” “硫酸腐蝕” 等字样。用瓶子必須塞上塞子。

(4) 使用冰醋酸、浓硫酸时, 必須戴眼鏡及胶皮手套, 穿胶皮衣(天热时, 可用胶皮围裙代替)、胶皮鞋。

(5) 加硫酸时, 应从冷凝器上慢慢加入, 以免濺出。

(6) 洗滌操作应在室内或远离火源的阴凉处, 不得在阳光下操作。

乙 酸 乙 酯

书号：(内) 208

定价：0.03元

化学工业出版社(北京安定門外和平北路)出版

北京市书刊出版业营业許可証出字第 092号

化学工业出版社印刷厂印刷 内部发行

1959年10月第1版 1950年 3月第1版第2次印刷

开本：787×1092·¹/₃₂ 字数：3千字

印张： $\frac{6}{32}$ 印数：2001—5000
