

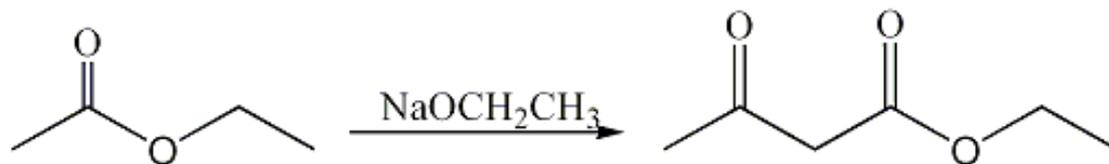
# 乙酰乙酸乙酯的合成与应用(I)

## 乙酰乙酸乙酯的合成

# 实验目的

- 1、金属钠的取用操作
- 2、反应淬灭操作的练习
- 3、Claisen酯缩合反应的实施和应用
- 4、减压蒸馏技术训练

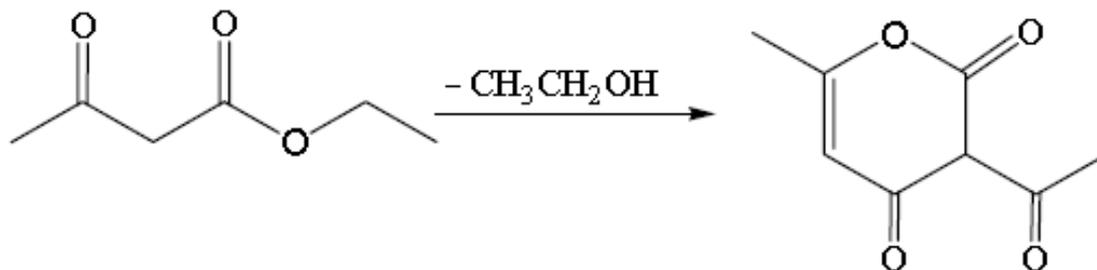
# 主反应



乙酰乙酸乙酯存在互变异构平衡



# 副反应



# 实验前的准备

- 1、反应用玻璃仪器烘干
- 2、乙酸乙酯处理：  
    熔融过的无水碳酸钾干燥  
    用前蒸馏

# 反应操作步骤

- 在干燥的**50mL**圆底烧瓶中加入**15mL**乙酸乙酯和**1.0g**剪成小段的金属钠丝
- 迅速装上带有无水氯化钙干燥管的冷凝管
- 油浴小心地加热回流直至金属钠全部作用完

# 反应操作要点

- 1、 $\text{CaCl}_2$ 干燥管的准备
- 2、装置准备
- 3、防止乙醇钠损害磨口
- 4、金属钠的取用
  - 除油污
  - 切除氧化物
  - 切块称量
  - 防火安全事项

# 反应淬灭

- 1、淬灭的重要性
- 2、淬灭操作中的安全事项

缓缓滴加12ml 50%乙酸水溶液

# 后处理

- 反应液用氯化钠饱和
- 静置后用分液漏斗分出酯层
- 水层用**5mL**乙酸乙酯萃取一次
- 合并酯层及萃取液
- 用**5%**碳酸钠溶液洗至中性（提醒：注意安全）
- 无水硫酸镁干燥
- 分离干燥剂，安装蒸馏装置，先蒸出低沸点的乙酸乙酯

# 产物纯化

- 减压蒸馏，收集80-83°C / 27kPa(20mmHg)的馏分
- 称重并计算产率

# 乙酰乙酸乙酯的化学性质

- 取1滴乙酰乙酸乙酯加入1滴2,4-二硝基苯肼试剂，微热后冷却可得橙黄色沉淀
- 取1滴乙酰乙酸乙酯加入1滴 $\text{FeCl}_3$ 溶液