

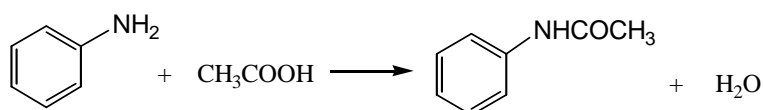
## 实验六 乙酰苯胺的制备

### 一、实验目的

1. 了解以冰醋酸为酰基化试剂制备乙酰苯胺的基本原理和方法。
2. 掌握分馏、减压过滤、热过滤及重结晶等基本操作。

### 二、实验原理

乙酰苯胺可通过苯胺与冰醋酸、醋酸酐或乙酰氯等试剂作用制得，其中苯胺与乙酰氯反应最激烈，醋酸酐次之，冰醋酸最慢，但用冰醋酸做乙酰化试剂价格便宜，操作方便。本实验是用冰醋酸做乙酰化试剂的。



### 三、实验仪器与试剂

**仪器：**圆底烧瓶（50 mL 或 100 mL 1 个）；分馏柱（1 支）；蒸馏头（1 个）；温度计套管（1 个）；水银温度计（150℃ 1 支）；接引管（1 个）；锥形瓶（50 mL 1 个）；吸滤瓶（1 个）；布氏漏斗（1 个）、电炉、石棉网。

**试剂：**苯胺 5.1 g 5 mL (0.055 mol)；  
冰醋酸 7.8 g 7.4 mL (0.13 mol)；  
锌粉、活性炭。

#### 【物理常数】

化合物名称	分子量	性状	比重 d	熔点 (°C)	沸点(°C)	折光率 (n)	溶解度		
							水	乙醇	乙醚
苯胺	93.12	无色或淡黄色液体	1.022	-6.1	184.4	1.5863	微溶	∞	∞
冰醋酸	60.05	无色液体	1.049	16.5	118.1	1.3715	∞	∞	∞
乙酰苯胺	135.16	白色鳞片状晶体	1.21	113~115	305	—	0.53 <sup>0</sup> 3.5 <sup>80</sup>	可溶	可溶

### 四、实验操作

#### 1. 仪器安装：

按教材 p93 图 2.6.9（简单分馏装置图）安装仪器：50 mL 圆底烧瓶上装一短的分馏柱作分馏装置，其上端装上温度计，支管上接上冷凝管，用锥形瓶作接受器。（安装时要求圆底烧瓶、分馏柱及直形冷凝管均应固定在铁架台上，做到平稳、接口严密。）

## 2. 加料:

在 50 毫升的圆底烧瓶中,加入 5 mL 新蒸馏的苯胺、15 mL 冰醋酸和少许锌粉(约 0.05g, 绿豆大小), 充分振摇使混合均匀, 然后加入几粒沸石。

## 3. 加热、分馏:

将烧瓶在石棉网上用小火慢慢加热, 是反应物保持微沸状态, 然后逐渐升高温度, 维持分馏柱上端的温度 100~110°C, 反应约 40~60 min。当水和大部分醋酸已蒸出时, 温度开始下降, 即可停止加热。

## 4. 处理反应物:

反应结束后, 趁热将反应也到入 100 mL 冰水中, 冷却后抽滤析出的固体, 用冷水洗涤。粗产物用水重结晶。

## 5. 称量产物、计算产率。

# 五、实验记录及数据处理

## 1. 制备乙酰苯胺:

时 间	实 验 步 骤	实 验 现 象

## 2. 实验结果:

产物外观:

产 量:

产 率:

# 六、实验注意事项

1. 加入锌粉的作用是防止苯胺氧化, 用量不易过多。否则不仅消耗乙酸(生成乙酸锌), 还会在后处理时因乙酸锌水解生成难溶于水的  $Zn(OH)_2$  而难以从乙酰苯胺中分离出去。锌粉加入适量, 反应液呈淡黄色或接近无色。

2. 反应温度的控制:保持分馏柱顶温度不超过 105°C。开始时要缓慢加热, 待有水生成后, 调节反应温度, 以保持生成水的速度与分出水之间的平衡。切忌开始就强烈加热。

3. 反应终点的判断: 温度计的读数较大范围的上下波动或烧瓶内出现白雾现象。反应时间约 40~60 min。

4. 因乙酰苯胺熔点较高，稍冷即会固化，因此，应结束后须立即倒入事先准备好的水中。否则凝固在烧瓶中难以倒出。

5. 活性炭脱色时，要在被提纯物完全溶解后加入，以便更好地除去有色杂质；不可在溶液沸腾时加活性炭，以防暴沸。

6. 热过滤时，布氏漏斗和吸滤瓶必须在水浴中充分预热，以防产物在吸滤瓶中结晶。所要滤纸用优质滤纸或双层普通滤纸,以防活性炭透过。

## 七、思考题

1. 反应时为什么要控制冷凝管上端的温度在  $105^{\circ}\text{C}$ ?
2. 用苯胺做原料进行苯环上的一些取代反应时，为什么常常首先要进行酰化?