

## 基于“逆向-逐级优化法”改进经典有机合成实验 ——以乙酸乙酯合成为例

于娇娇<sup>1,2</sup>, 孙博<sup>3</sup>, 李娜<sup>2,\*</sup>, 文聪<sup>2</sup>, 李薇<sup>1</sup>

<sup>1</sup>兰州石化职业技术大学石油化学工程学院, 兰州 730060

<sup>2</sup>北京大学化学与分子工程学院, 北京 100871

<sup>3</sup>中核四零四剂量防护车间, 甘肃 嘉峪关 735100

**摘要:** 经典有机合成教学实验中, 学生实验的产率通常不高, 且结果不稳定。通过实验, 学生通常只能了解到实验原理、实验流程和实验注意事项, 对如何提高合成产品的产率和纯度缺乏深层次的探讨。为此, 我们提出了高效实用的“逆向-逐级优化法”。本文以乙酸乙酯合成实验为例, 采用色谱内标法分析产品的纯度和产率, 将乙酸乙酯合成实验分解为反应蒸馏、洗涤干燥和产品蒸馏三个实验阶段, 并按照从后向前的方式, 对各阶段影响纯度和产率的主要因素进行优化。经过优化后, 乙酸乙酯合成实验主要的影响因素和最优条件得以确定, 不同学生在不同地区进行实验, 均能保证产品纯度稳定在96%–99%之间, 产率稳定在72%–75%之间。在经典有机实验中融入“逆向-逐级优化法”, 不仅能帮助学生夯实基础, 增强对基本操作技能的掌握和对理论知识的理解, 还能培养学生的科研思维和解决问题的能力, 从而让经典实验焕发新的活力。

**关键词:** 逆向-逐级优化法; 经典有机实验; 学生培养

**中图分类号:** G64; O6

## Improvement of Classical Organic Experiment Based on the “Reverse-Step Optimization Method”: Taking Synthesis of Ethyl Acetate as an Example

Jiaojiao Yu<sup>1,2</sup>, Bo Sun<sup>3</sup>, Na Li<sup>2,\*</sup>, Cong Wen<sup>2</sup>, Wei Li<sup>1</sup>

<sup>1</sup> College of Petrochemical Engineering, Lanzhou Petrochemical University of Vocational Technology, Lanzhou 730060, China.

<sup>2</sup> College of Chemistry and Molecular Engineering, Peking University, Beijing 100871, China.

<sup>3</sup> Dose Protection Workshop, CNNC 404, Jiayuguan 735100, Gansu Province, China.

**Abstract:** In classical organic synthesis laboratory teaching experiment, students usually cannot achieve an expected yield and the variation of yield is often big. Students can usually understand the experimental principles, experimental procedures and experimental precautions, but there is a lack of in-depth discussion on how to improve the yield and purity of synthetic products. We propose an efficient “reverse-step optimization method”. The ethyl acetate synthesis experiment is first divided into three experimental stages, including reaction distillation, washing and drying, and product distillation. Then, the main influencing factors of each stage are optimized in a reverse manner by using internal standard chromatography to analyze the purity and yield of the product. After improvement, the product purity and yield remain stable with the former between 96% and 99%, and the latter between 72% and 75%. Integrating the “reverse-step optimization method” into the classic experiment helps to consolidate the foundation, strengthen

收稿: 2024-05-27; 录用: 2024-08-22; 网络发表: 2024-09-26

\*通讯作者, Email: lina@pku.edu.cn

基金资助: 甘肃省教育科学“十四五”规划2022年度课题(GS [2022] GHB1796)

students' mastery of basic operation skills and understanding of theoretical knowledge, and also helps to cultivate students' scientific research thinking, thereby revitalizing the classic experiment.

**Key Words:** Reverse-step optimization method; Classical organic experiment; Student training

创新能力培养是国家对高等学校人才培养的重要要求。早在2012年,《教育部 财政部关于实施高等学校创新能力提升计划的意见》中就提出了“寓教于研”的创新人才培养理念,建议以科学研究和实践创新为主导,通过产学研紧密合作等方式,实现学生实践精神和创新能力培养。实际教学中,我们发现创新能力的形成也需要一个循序渐进的过程。鉴于低年级本科生掌握的专业知识和技能还不够系统,因此对经典教学实验进行改革,在实验中渗透科学思路和研究方法,成为提升学生创新意识和创新思维的有效途径<sup>[1,2]</sup>。

乙酸乙酯是一种重要的有机化合物,作为常用的工业溶剂、粘合剂、提取剂,在涂料、印染、医药和香料合成等领域都有广泛应用<sup>[3-5]</sup>。乙酸乙酯的合成是高校有机化学实验课程的经典实验项目之一,也是第46届世界技能大赛化学实验室技术赛项和近5年全国职业院校技能大赛化学实验技术赛项的实操考核项目。乙酸乙酯的合成方法有酸醇酯化法、乙醇氧化法、乙醛缩合法、乙烯加成法等<sup>[6-8]</sup>。无论是工业生产还是教学实验中,最常用的方法是以乙酸和乙醇为原料,以浓硫酸作为催化剂的酯化反应合成法<sup>[9,10]</sup>。虽然酸醇酯化法实验原理清晰,操作简单,但在实验过程中有诸多因素会影响产品的纯度和产率。如果某项实验条件不合适,就无法获得理想的实验结果,因此学生实验的产率通常只有30%–50%。目前关于盐酸乙酯合成实验的研究文献主要集中于催化剂<sup>[4,8]</sup>和实验装置<sup>[11,12]</sup>改进上,关于实验条件优化方法的研究文献很少。

在有机合成实验中,影响因素通常错综复杂。看似非常简单的乙酸乙酯合成实验,实际上很难获得高纯度、高产率的产品。实验中不仅会遇到某一因素既与纯度成正相关又与产率成负相关的情况,还会遇到实验过程稍有偏差就会导致结果大相径庭的情况。采用常规的正向实验研究思路,从前向后对每个因素进行逐项优化,常常需要花费大量时间。我们在长期实践中,通过不断尝试和总结,提出了独特的“逆向-逐级优化法”(图1)。相较于正向的实验优化方式,“逆向-逐级优化法”可有效减少实验的工作量,提高研究效率。以乙酸乙酯合成实验为例,该实验主要包含3个阶段:反应蒸馏阶段探讨了3项影响因素,洗涤干燥阶段探讨了4项影响因素,产品蒸馏阶段探讨了2项影响因素。若按照常规的正向实验流程进行优化,需要探讨 $3 \times 4 \times 2 = 24$ 项不同的实验因素组合对实验结



图1 乙酸乙酯合成实验的“逆向-逐级”优化过程

果的影响, 才能找到理想的实验条件。而通过“逆向-逐级优化法”, 仅需要探讨 $2+4+3=9$ 项实验因素, 即可找到理想实验条件, 从而大大降低实验者的试错成本。对各影响因素进行优化后, 乙酸乙酯产品的收率和纯度均有显著提高。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂

无水乙醇(分析纯, 康科德); 乙酸(分析纯, 康科德); 浓硫酸(分析纯, 国药); 无水碳酸钠(分析纯, 国药); 氯化钠(分析纯, 国药); 无水氯化钙(分析纯, 国药); 无水硫酸镁(分析纯, 国药); 乙酸乙酯标准品( $\geq 99.9\%$ , 阿拉丁); 乙酸正丙酯标准品( $\geq 99.5\%$ , 阿拉丁)。

### 1.2 仪器

磁力搅拌电热套(ZNCL, 上海青浦实验仪器); 升降台; 反应蒸馏装置; 产品蒸馏装置; 气相色谱仪(GC2030, 日本岛津); 色谱柱(PEG毛细管柱, 中国科学院兰州化学物理研究所); 电子分析天平(ML503, 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司); 电子天平(LQ-C20002, 上海瑶新电子科技有限公司); 电热鼓风干燥箱(DHJ-9245A, 上海一恒科技有限公司); 气流烘干器; 分液漏斗; 量筒; 小烧杯等。

### 1.3 乙酸乙酯的合成过程<sup>[13]</sup>

乙酸乙酯的合成主要包括反应蒸馏、洗涤干燥和产品蒸馏三个阶段。

**反应蒸馏(图2a):** 按照酸醇摩尔比为 $1:1.5$ <sup>[8]</sup>称取 $10.22\text{ g}$ 乙酸和 $11.76\text{ g}$ 乙醇, 将摩尔比为 $1:1$ 的乙酸和乙醇加入到恒压长颈滴液漏斗中并混匀。将剩余的乙醇和 $3\text{ mL}$ 浓硫酸(催化剂)加入三口烧瓶中, 混匀后加入磁力搅拌子。开始搅拌并加热, 通过液相温度计观察反应体系的温度, 当温度升至约 $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, 通过恒压长颈滴液漏斗开始滴加乙醇和乙酸的混合液。控制原料的滴液速度, 使原料滴入速度与产物馏出的速度大致相等, 确保滴入的乙酸和乙醇能充分转化为乙酸乙酯, 并及时蒸出。当乙醇和乙酸的混合液全部滴加完成, 且气相温度显示下降时, 反应结束, 停止加热, 收集粗产品。

**洗涤、干燥:** 将反应蒸馏阶段得到的粗产品转移至分液漏斗中。依次使用饱和碳酸钠溶液、饱和氯化钠溶液和饱和氯化钙溶液洗涤, 分液弃去水层; 然后将酯层倒入锥形瓶中, 使用无水硫酸镁干燥。

**产品蒸馏(图2b):** 将干燥后的乙酸乙酯用漏斗经脱脂棉过滤至蒸馏装置的单口烧瓶中, 加入磁力搅拌子, 搭建好蒸馏装置, 搅拌加热进行蒸馏。待气相温度达到产品收集温度时, 更换锥形瓶, 收集乙酸乙酯馏分, 称量得到产品质量。

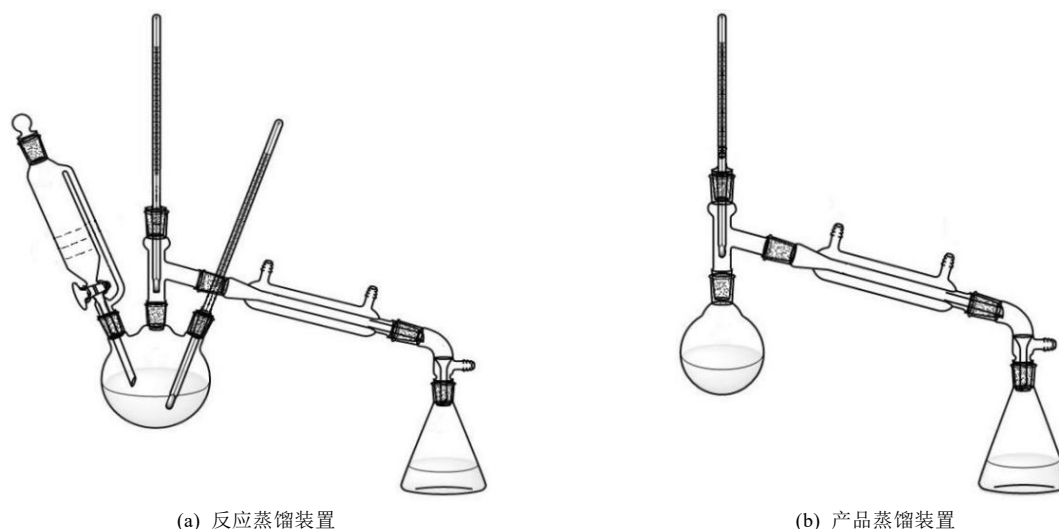


图2 反应蒸馏装置(a)和产品蒸馏装置(b)示意图

#### 1.4 产品纯度检测方法<sup>[14]</sup>

使用气相色谱(Gas chromatography, GC)法,以乙酸正丙酯为内标,对产品中的乙酸乙酯含量进行测定<sup>[11]</sup>。纯度检测包括相对质量校正因子测定和产物样品测定两个环节。

标准溶液的配制及相对质量校正因子测定:准确称取0.5 g的乙酸乙酯标准品和0.5 g乙酸正丙酯标准品(内标物)于样品瓶中,混匀。将配制好的标准溶液注入气相色谱仪进行分析,记录乙酸乙酯和乙酸正丙酯的峰面积。根据公式(1)可计算出乙酸乙酯和乙酸正丙酯的相对质量校正因子 $f_{i/s'}$ 。

$$f_{i/s'} = (A_s \times m_i) / (A_i \times m_s) \quad (1)$$

式中, $A_i$ 为乙酸乙酯标准品的峰面积; $m_i$ 为乙酸乙酯标准品的质量,g; $A_s$ 为乙酸正丙酯标准品(内标物)的峰面积; $m_s$ 为乙酸正丙酯标准品(内标物)的质量,g。

产物样品溶液的配制及测定:准确称取0.5 g的乙酸乙酯合成产品和0.5 g乙酸正丙酯标准品(内标物)于样品瓶中,混匀。经色谱进样分析后根据公式(2)可计算出乙酸乙酯产品的纯度。

$$\omega_i = [(A_i \times m_s) / (A_s \times m)] \times f_{i/s'} \times 100\% \quad (2)$$

式中, $A_i$ 为产物样品中乙酸乙酯的峰面积; $m$ 为加入的乙酸乙酯合成产品的质量,g; $A_s$ 为乙酸正丙酯标准品(内标物)的峰面积; $m_s$ 为加入的乙酸正丙酯标准品(内标物)的质量,g; $f_{i/s'}$ 为乙酸乙酯和乙酸正丙酯的相对质量校正因子。

GC分析条件:色谱柱为PEG-20M毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.33 μm);汽化室温度200 °C;检测器(FID)温度:200 °C;柱温:60 °C;载气(N<sub>2</sub>)平均速度:50 cm·s<sup>-1</sup>;空气流量:300 mL·min<sup>-1</sup>;氢气流量:30 mL·min<sup>-1</sup>;分流比:50:1;进样量:1.0 μL。色谱图示例如图3。

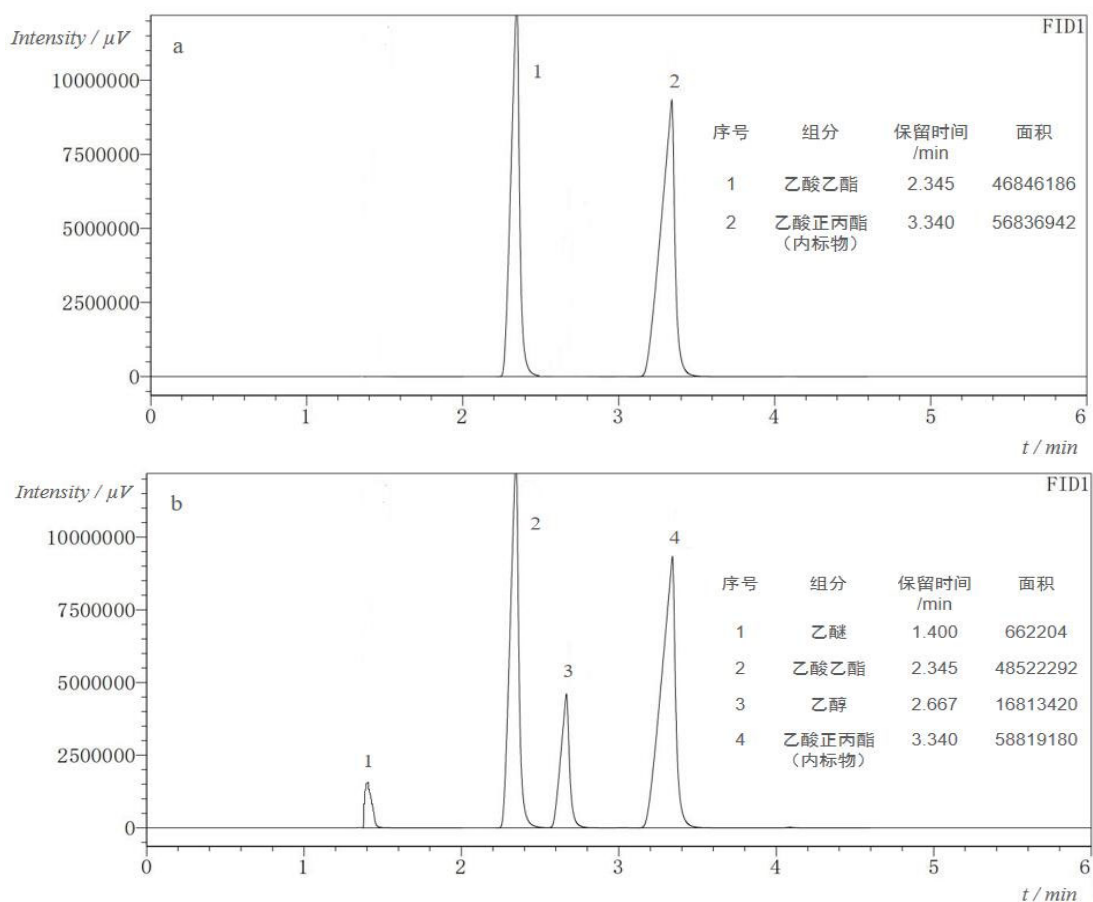


图3 内标法乙酸乙酯的标准溶液(a)和样品溶液(b)色谱分析结果示例

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 蒸馏阶段的主要影响因素

#### 2.1.1 蒸馏馏分收集温度对产品纯度和产率的影响

实验最终制备得到的乙酸乙酯产品通常都含有少量水和乙醇。乙酸乙酯、水和乙醇可形成多元共沸体系<sup>[15]</sup>。共沸物会先于产品蒸出，因此要合理设置产品馏分收集温度，以确保产品纯度的同时获得高的产品收率。

将产品模拟样1(组成：20.00 g乙酸乙酯、0.50 g去离子水、1.00 g无水乙醇)加入蒸馏装置的圆底烧瓶中，加入磁力搅拌子，搭建好蒸馏装置，在标准大气压下记录蒸馏过程中的气相温度变化(图4)。

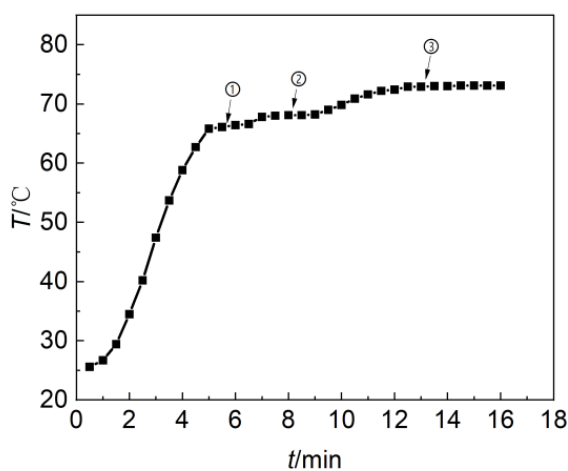


图4 产品模拟样的蒸馏过程中气相温度随时间的变化曲线

由图4可知，产品模拟样的蒸馏过程存在三个恒沸阶段(标记为①、②、③)；恒沸温度分别为70.1、71.8和77.0 °C。分别收集①、②、③三个阶段的产品馏分，并进行纯度分析，测得各馏分中的乙酸乙酯含量分别为81.7%、70.2%、98.5%。通过对比乙酸乙酯-乙醇-水体系恒沸组成数据<sup>[16]</sup>，可知：①阶段主要是乙酸乙酯-乙醇-水三元共沸；②阶段主要是乙酸乙酯-乙醇二元共沸；③阶段主要是乙酸乙酯沸腾。

对同样的产品模拟样，考察不同产品馏分收集温度对乙酸乙酯产品纯度以及收率的影响，结果如表1所示。由实验结果可知，产品馏分收集温度是产品纯度的主要影响因素。收集温度越高，收集到的产品纯度越高，但产品产率会先增加后降低。综合考虑产品的纯度和收率，在标准大气压下宜选择72 °C(稍高于乙酸乙酯-乙醇的共沸温度)开始收集产品。由于各地大气压不同，共沸温度也有所不同，因此产品馏分收集温度也应相应调整。例如若在海拔1500 m的甘肃兰州进行实验，当地的大气压为84.3 MPa，产品馏分收集宜选择68.5 °C。

表1 产品馏分收集温度的对产品纯度和产率的影响

产品馏分收集温度/°C	产品质量/g	产品纯度/%	收率/%
71.0-77.1	13.24	92.8	61.4
72.0-77.1	13.08	96.1	62.8
73.0-77.1	12.20	97.3	59.4
74.0-77.1	10.42	98.2	51.2
75.0-77.1	8.63	98.6	42.5

### 2.1.2 蒸馏完成时间对产品收率的影响

称取18 g的乙酸乙酯标准品置于圆底烧瓶中，加入磁力搅拌子，搭建好蒸馏装置，通过调节蒸馏加热温度，控制产品蒸馏完成的时间。考察不同蒸馏时间对乙酸乙酯产品收率的影响，结果如表2所示。

表2 蒸馏完成时间对产品产率的影响

乙酸乙酯的加入质量/g	蒸馏加热温度/°C	蒸馏完成时间/min	蒸馏出的乙酸乙酯的质量/g	损失的乙酸乙酯质量/g
18.00	150	28	16.60	1.40
18.06	180	23	17.18	0.88
18.03	200	19	17.26	0.77
18.01	220	15	17.39	0.62
18.00	250	10	16.91	1.09

由表2可见，随着蒸馏加热温度升高，产品蒸馏完成时间缩短，产品的损耗量是先减少后增大，蒸馏时间为15 min左右时，产品损耗量最低。这是由于蒸馏装置的尾接管有一出口是连通大气的，用于平衡整个装置的压力，但不可避免会有一部分乙酸乙酯产品以气体形式从该出口溢出，适当缩短蒸馏时间可减少这一部分损失。但蒸馏时间过短时，也会增加产品损耗，这是因为单位时间内蒸馏出的乙酸乙酯太多，冷凝管无法使蒸馏出的乙酸乙酯充分冷凝为液体，没有得到冷凝的乙酸乙酯气体，通过尾接管连通口快速溢出，导致损耗增加。因此，在保证蒸馏出的产品能被充分冷凝前提下，蒸馏时间短一些比较好。

### 2.2 洗涤、干燥阶段的主要影响因素

根据乙酸乙酯-乙醇-水多元共沸体系组成可知，最后蒸馏时产品中若存在水分，会形成乙酸乙酯-水二元共沸体系；若存在乙醇会形成乙酸乙酯-乙醇二元共沸体系；若水和乙醇同时存在，则会形成乙酸乙酯-乙醇-水三元共沸体系。而且共沸体系会先于产品蒸出，带走大量乙酸乙酯，使产品产率大大降低。因此在洗涤、干燥阶段保证杂质的有效去除非常重要。

反应蒸馏阶段产生的粗产品需先用饱和碳酸钠溶液洗涤，除去产品中的乙酸；再用饱和氯化钠溶液洗涤，除去前一步引入的 $\text{CO}_3^{2-}$ ；然后用饱和氯化钙溶液洗涤，除去粗产品中的乙醇；最后用无水硫酸镁干燥，除去水分。

相较于乙酸、水和引入的 $\text{CO}_3^{2-}$ ，粗产品中的乙醇含量是较高的，这使得乙醇的去除最为关键。这是因为反应蒸馏阶段为促使乙酸和乙醇的快速反应，通常会使乙醇过量，让乙酸乙酯和乙醇形成共沸快速蒸出。

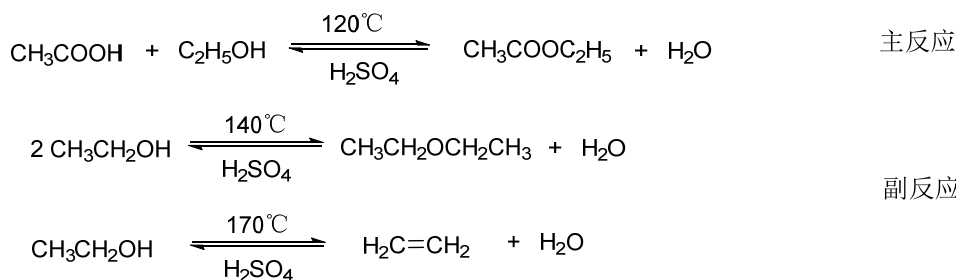
乙醇可以和氯化钙反应生成 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ，该醇化物不溶于有机溶剂但微溶于水。因此实验使用饱和氯化钙溶液能去除乙醇。将产品模拟样2 (组成：20.00 g乙酸乙酯和4.00 g乙醇)加入分液漏斗，用不同用量的饱和氯化钙溶液洗涤，实验结果如表3所示，当饱和氯化钙溶液用量为40 mL时，酯层变得较澄清，乙醇去除效果较好，产率较高。

表3 饱和氯化钙溶液用量的对产品产率的影响

饱和氯化钙溶液用量	产品质量/g	产品纯度/%	收率/%
洗涤2次，每次5 mL	15.70	96.2	75.5
洗涤3次，每次5 mL	15.78	96.4	76.1
洗涤2次，每次10 mL	16.60	96.3	79.9
洗涤3次，每次10 mL	17.16	95.9	82.3
洗涤4次，每次10 mL	17.43	96.2	83.8

### 2.3 反应蒸馏阶段的主要影响因素

在浓硫酸的催化下，乙酸和乙醇可以在120 °C左右发生酯化反应(见下式)。由于这是一个可逆反应，为了促使反应持续向右进行，实验中必须严格控制原料的滴加速度，并及时移除反应生成的乙酸乙酯和水。通常反应过程中，需要保持原料的滴入速度和乙酸乙酯产品的滴出速度一致。需要注意的是，当反应温度过高时，可能会引发副反应，导致生成乙醚或乙烯等副产物。因此，温度控制至关重要。通常反应温度维持在115–120 °C之间，实验结果是比较理想的。通过精确控制原料滴加速率和蒸馏速率，并始终保持适宜的反应温度，可以有效地提高乙酸乙酯的产率和纯度。



#### 2.3.1 原料的滴加速度对产品收率的影响

按照酸醇摩尔比为1 : 1.5，称取10.22 g乙酸和11.76 g乙醇。将过量部分的乙醇和3 mL的浓硫酸加入到三口烧瓶中，加入磁力搅拌子。剩余当量部分的乙醇和乙酸加入到长颈恒压滴液漏斗中混匀。搭建好反应蒸馏装置，严格控制温度在115–120 °C之间，设置不同的原料加入速度，检测最终产品的纯度和产率(表4)。

表4 原料滴加速度对产品产率的影响

滴速/(mL·min <sup>-1</sup> )	产品质量/g	产品纯度/%	产品产率/%
1.20	15.12	97.4	68.7
0.80	16.00	97.4	72.7
0.60	15.84	97.3	71.9
0.40	15.56	96.7	70.2

结果显示，原料的加入速度为0.80 mL·min<sup>-1</sup>时，产率最高。滴速过快或过慢都会使乙酸乙酯的产率降低。探究乙酸和乙醇酯化反应的机理<sup>[12]</sup>可知，乙酸和乙醇的酯化反应主要受加成反应步骤的控制，此步反应较慢。因此，反应过程中需要让原料的加入滴速与加成反应步骤的速度相匹配，才能获得较高的产率。

#### 2.3.2 原料的酸醇比对产品收率的影响

乙酸乙酯合成反应是一个可逆反应，为了使反应平衡尽可能的向右移动，通常会使乙醇稍过量。通过设置不同的酸醇比，检测最终产品的纯度和产率，发现酸醇摩尔比为1 : 1.4时，得到的产品产率最高，达到74.2% (表5)。

表5 投料酸醇比对产品产率的影响

酸醇比	产品质量/g	产品纯度/%	产品产率/%
1 : 1.3	15.56	96.8	70.3
1 : 1.4	16.47	96.5	74.2
1 : 1.5	15.84	98.4	72.7

## 2.4 实践效果

本文对乙酸乙酯合成实验中各阶段的主要影响因素逐一优化后,得到乙酸乙酯合成条件为:酸醇摩尔比为1:1.4,浓硫酸用量为3 mL,反应蒸馏温度为115–120 °C,原料加入速度为0.80 mL·min<sup>-1</sup>,饱和碳酸钠溶液、饱和氯化钠溶液用量为5 mL,饱和氯化钙用量40–60 mL(酯层澄清),无水硫酸镁用量0.4–1.0 g(产品澄清透明),产品蒸馏时间约为15 min,产品馏分收集温度要稍高于当地乙酸乙酯和乙醇的共沸温度。在此条件下,乙酸乙酯制备实验得到的产品纯度通常在96%–99%之间,产率通常在72%–75%之间。不同操作者在不同地方进行实验均能达到此水平(表6),实验结果重现性好。

表6 不同操作者在不同地区的实验结果

操作者	实验地	产品纯度/%	产品产率/%
黄鑫	兰州	96.5	74.2
孙博	潍坊	96.2	72.6
郭海东	广州	98.4	73.3
杨曼	上海	97.6	71.9
刘宁宁	石河子	95.8	72.2

## 3 结语

本文提出的“逆向-逐级优化法”在不用其他改进技术(如催化剂或装置)的前提下,仅通过实验条件优化,就可以获得较高的乙酸乙酯产品纯度和产率。这种自后向前的“逆向-逐级优化法”,不仅适用于乙酸乙酯合成实验的改进,在乙酸正丙酯的合成和乙酰水杨酸的合成等实验中也获得了很好的效果。

该方法对于经典有机合成和无机制备实验的改进均具有一定的指导意义。在教学中,一方面可将有机化学实验和无机化学实验最后一个实验设置为创新探索性实验。可选择一项实验结果不理想的实验项目作为教学内容,根据“逆向-逐级优化法”,对实验过程进行逆向分解,分析并选择要优化的实验条件,设计优化方法,分组开展条件优化实验,然后根据学生的优化结果,再进行正向实验。对比优化前后实验结果,分析探讨实验的主要影响因素、理论依据和最优条件。另一方面可结合学生的专业基础进行个性化教学,同一实验项目,一部分同学可按照正常教学完成实验任务,专业基础比较好的同学可采用“逆向-逐级优化法”先优化后再完成实验,然后通过分享和讨论加强学生对实验的理解与掌握。

综上所述,将“逆向-逐级优化法”融入教学中,对经典教学实验进行优化改进,不仅能帮助学生夯实基础,增强学生对基本操作技能的掌握和对理论相关知识的理解,还有助于培养学生的科研思维和创新意识,从而让经典实验在培养学生的方面焕发新的活力。

## 参 考 文 献

- [1] 程绍玲, 解洪祥, 张环. 化学教育(中英文), **2023**, *44* (14), 55.
- [2] 祝淑颖, 吴舒婷, 郑欧. 大学化学, **2024**, *39* (4), 107.
- [3] Tiwari, A.; Keshav, A.; Bhowmick, S.; Sahu, O. *J. Mol. Liq.* **2017**, *231*, 86.
- [4] 裴强, 徐果, 徐文豪. 化学教育(中英文), **2020**, *41* (10), 31.
- [5] Wettere, B. V.; Thybaut, J. W.; Werd, E. D.; Aghakhani, S.; Lauwaert, J. *Chem. Eng. J.* **2023**, *460*, 1.
- [6] Wettere, B. V.; Aghakhani, S.; Lauwaert, J.; Thybaut, J. W. *Appl. Catal. A-gen.* **2022**, *646*, 1.
- [7] Zhang, Z. G.; Wu, K. F.; Zhang, Q. Q.; Zhang, T.; Zhang, D. B.; Yang, R.; Li, W. X. *Fluid. Phase. Equilib.* **2017**, *454*, 91.

- [8] 关宏宇, 林觅, 刘方正, 王瑶, 白子明. 化学工程与装备, **2023**, No. 8, 4.
- [9] Meng, D. P.; Dai, Y.; Xu, Y.; Wu, Y. M.; Cui, P. Z.; Zhu, Z. Y.; Ma, Y. X.; Wang, Y. L. *Process. Saf. Environ.* **2020**, *140*, 14.
- [10] 李春利, 董立会, 段丛, 常立芳, 彭飞. 河北工业大学学报, **2017**, *46* (3), 68.
- [11] 李嘉. 化学教育(中英文), **2018**, *39* (15), 76.
- [12] 王佳人, 赵放, 何文英. 现代盐化工, **2020**, *47* (3), 3.
- [13] 曾向潮. 有机化学实验. 武汉: 华中科技大学出版社, 2023: 89-91.
- [14] 国家市场监督管理总局, 国家标准化管理委员会. GB 10345-2022 白酒分析方法. 北京: 中国标准出版社, 2022: 7-10.
- [15] 张秀华. 乙酸乙酯-乙醇-水共沸物渗透汽化脱水[硕士学位论文]. 厦门: 厦门大学, 2009.
- [16] Ma, S. T.; Shang, X. Y.; Li, L. M.; Song, Y. F.; Pan, Q.; Sun, L. Y. *Sep. Purif. Technol.* **2019**, *226*, 337.