



有机化学实验

苯甲酸乙酯的合成

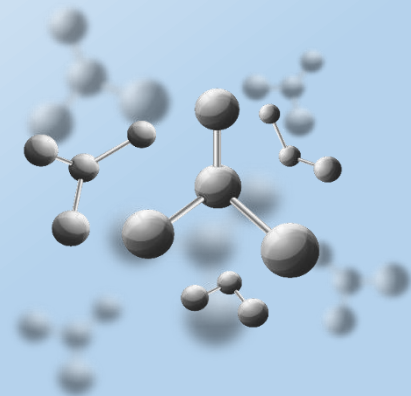
复旦大学化学实验教学中心





实验目的

1. 了解酯化反应的原理
2. 掌握油水分离器的使用方法
3. 掌握萃取、干燥，蒸馏等基本操作

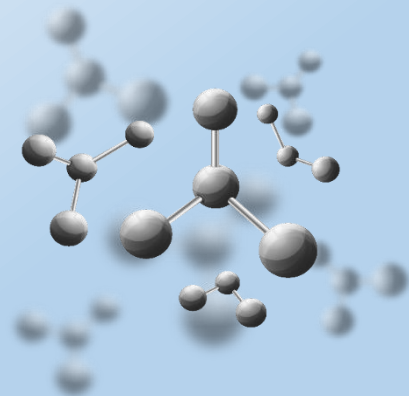




实验背景

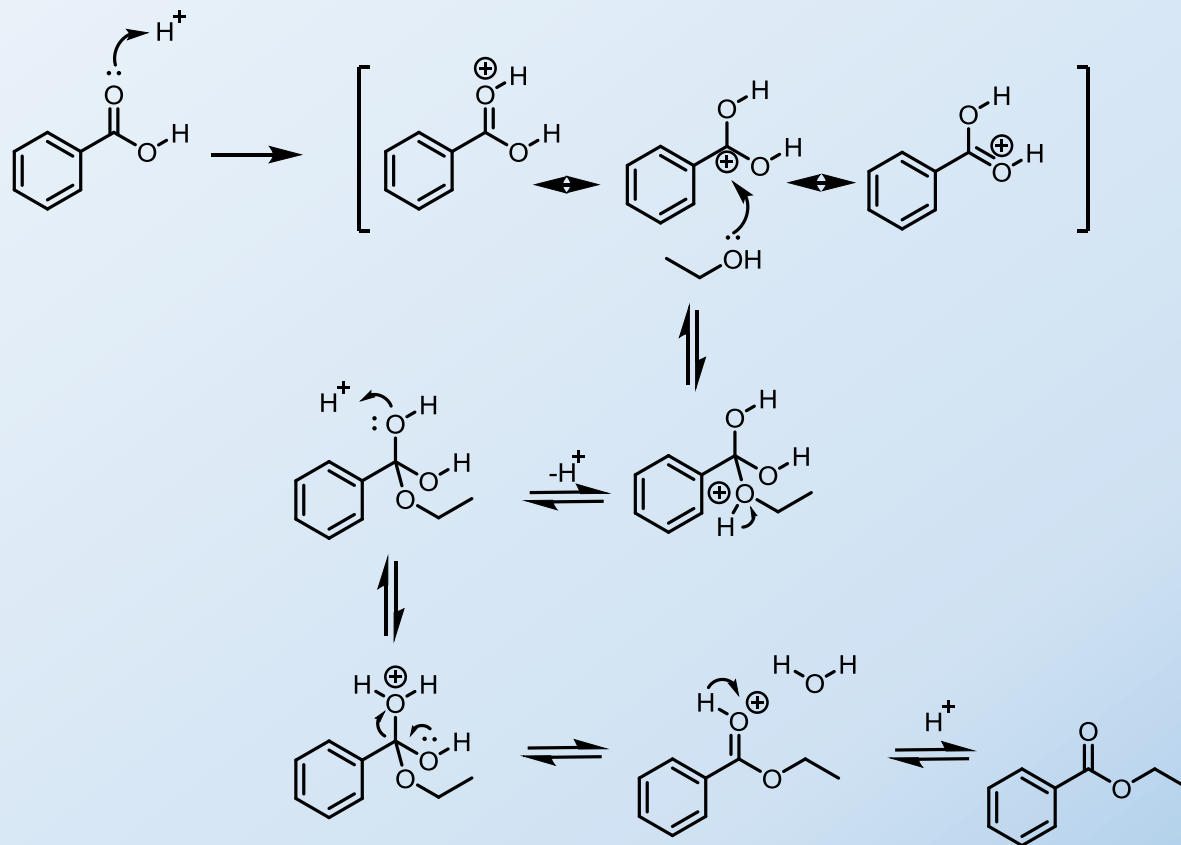
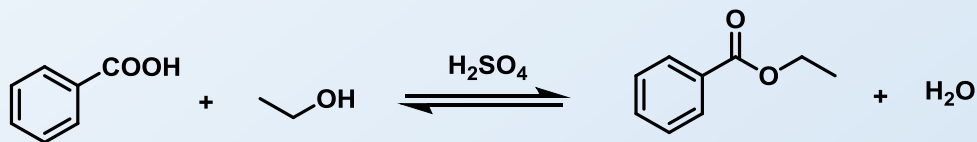
酯化反应是一类常见的有机化学反应，是醇跟羧酸或含氧无机酸生成酯和水的反应。羧酸跟醇的酯化反应是可逆的，并且一般反应极缓慢，故常用浓硫酸作催化剂，且在实验操作中可以采用带水操作促进反应正向进行。

这也是我们此次教学实验想要教给大家的东西——如何在实验操作中催化酯化反应的进行并促进反应的正向移动。





实验原理

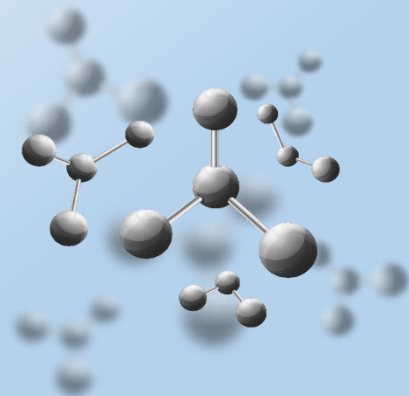


提高产率的方法:

乙醇过量

生成的水由分水器及时带出

圆底烧瓶、回流冷凝管干燥



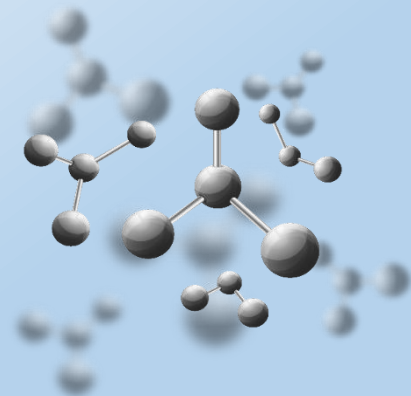


主要试剂及产物的物理常数

苯甲酸 FW 122.12 *mp* 122-123 °C

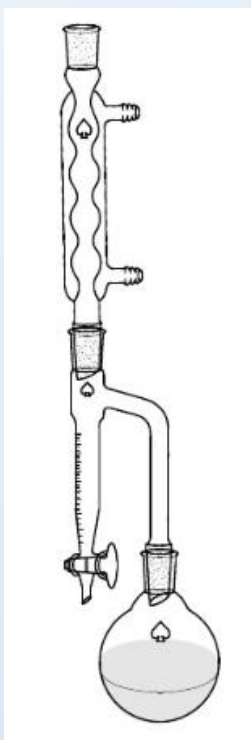
乙醇 FW 46.07 *bp* 78 °C *d* 0.789 n_D^{20} 1.3600

苯甲酸乙酯 FW 150.18 *bp* 212 °C *d* 1.051 n_D^{20} 1.5068

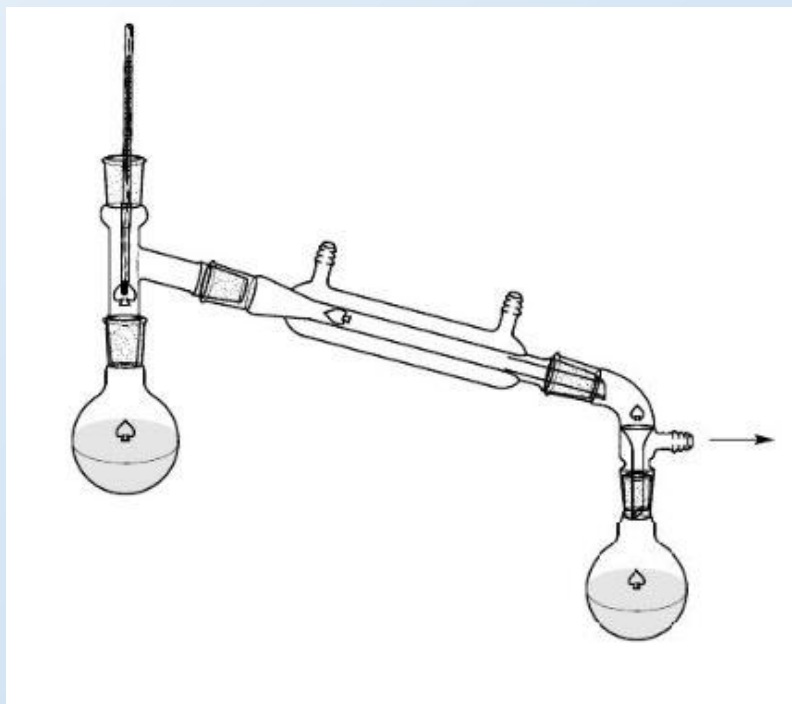




实验装置



合成装置



分离装置



实验流程

1. 在圆底烧瓶中加入8.0 g 苯甲酸，18 mL 95% 乙醇，15 mL 环己烷，3 mL 浓硫酸，从油水分离器的上端加入5 mL 环己烷，并搭建好装置。
2. 加热回流，当几乎没有水珠落下时，放出油水分离器下层液体，继续加热，将大部分乙醇和环己烷蒸至油水分离器中。
3. 将残液冷水中，边搅拌边慢慢加入碳酸钠粉末，中和至无二氧化碳气体产生，用 pH 试纸检验至中性。
4. 水层用20 mL 乙醚萃取，与产物层合并后用无水硫酸镁干燥0.5 h。
5. 搭好蒸馏装置，先蒸出乙醚，再用空气浴加热温度到达140 °C，将直形冷凝管换成空气冷凝管，蒸馏收集 210-213 °C 的馏分。



注意事项

1. 加热回流时，开始回流速度要慢
2. 加入碳酸钠粉末中和酸时，注意缓慢加入并搅拌
3. 蒸馏乙醚时，注意避免明火，并在接液管尾部接一根橡皮管通入下水管

