

苏州大学材料与化学化工学部课程教案

[实验名称] 苯甲酸乙酯的制备

[教学目标] 学习酯化反应合成苯甲酸乙酯的原理和方法，了解共沸除水的原理。学习分水器的使用，巩固回流、减压蒸馏等基本操作。

[教学重点] 共沸蒸馏技术，减压蒸馏技术。

[教学难点] 减压蒸馏技术。

[教学方法] 讨论法，演示法，讲述法

[预习内容] 课本实验 42. P150.

[复习内容] 蒸馏，减压蒸馏，萃取。

[教学过程]

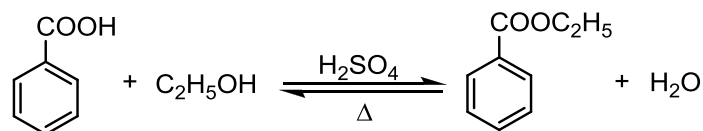
[引言] 【实验内容】苯甲酸乙酯的制备

【实验目的】学习酯化反应合成苯甲酸乙酯的原理和方法，了解共沸除水的原理。

掌握分水器的使用，巩固回流、蒸馏等基本操作。

[讲述] 【实验原理】羧酸酯一般是由羧酸和醇在催化剂存在下通过酯化反应进行制备的。

苯甲酸和乙醇在浓硫酸的催化下进行反应，生成苯甲酸乙酯和水：



由于该反应可逆，因此加入过量的乙醇使平衡向右移动。同时，实验中加入苯，使苯、乙醇和水形成三元共沸物，用分水器不断除去反应中生成的水，使酯化反应完全。

[讲述] 【实验步骤】

苯甲酸乙酯的制备：

在干燥的 50 mL 圆底烧瓶中，加入苯甲酸（4 g，33 mmol）、无水乙醇（10 mL）、苯（8 mL）和浓硫酸（1 mL），摇匀后加沸石，安装分水器^[1]，回流冷凝管。水浴加热至回流，开始控制回流速度 1~2 d/s。加热回流约 1 小时，至分水器中不再有小水珠生成时，停止加热^[2]。改为蒸馏装置，蒸出过量乙醇和苯。

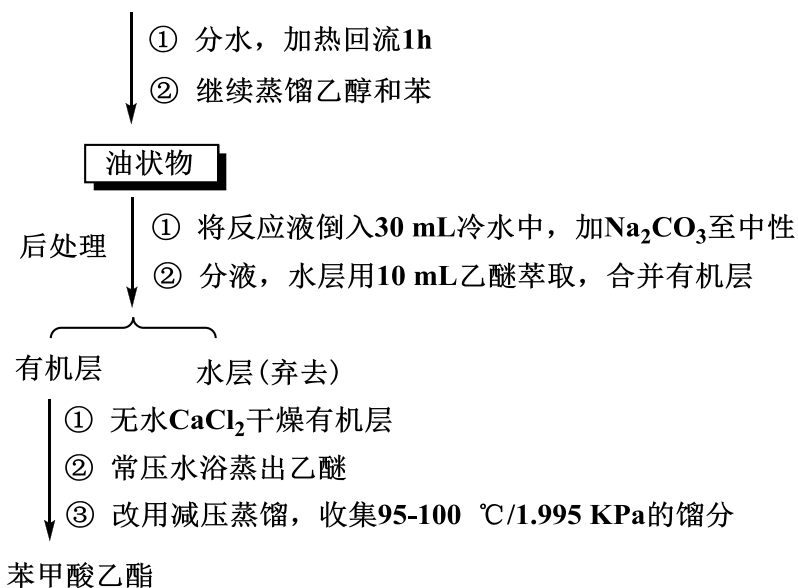
将烧瓶中的液体倒入盛有 30 mL 冷水的烧杯中，搅拌下分批加入饱和 Na_2CO_3 溶

液（或研细的粉末），中和至无气体产生，pH 试纸检测下层溶液呈中性^[3]。用分液漏斗分出粗产物，水层用乙醚（10 mL）萃取^[4]。合并有机相，用无水 CaCl_2 干燥。干燥后的粗产物先用水浴蒸除乙醚^[5]，再改用减压蒸馏，收集 95~100 °C/1.995 kPa 的馏分。称量，计算产率。

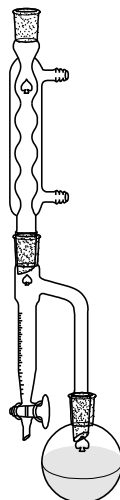
纯对苯甲酸乙酯的沸点为 213 °C，折光率 n_D^{20} 1.5001。

【实验操作流程】

4 g 苯甲酸 + 10 mL 无水乙醇 + 8 mL 苯 + 1 mL 浓硫酸



【装置说明】



[讲述] 【注释】

[1] 可以在分水器中加满带水剂苯。

[2] 根据理论计算，反应生成水约1 g。因本反应通过共沸蒸馏除水，反应中形成了苯-乙醇-水共沸物（沸点64.6 ℃，含苯74.1%、乙醇18.5%、水7.4%）。

[3] 加入 Na_2CO_3 的目的是除去硫酸和未反应的苯甲酸。如用固体 Na_2CO_3 ，则需研细后分批加入，防止大量泡沫产生导致液体溢出。

[4] 若粗产物含有絮状物难以分层，可直接用 10 mL 乙醚分两次萃取。

[5] 使用和蒸除乙醚时，实验室中要杜绝明火。

【作业】 课本 151 页 1~3 题