



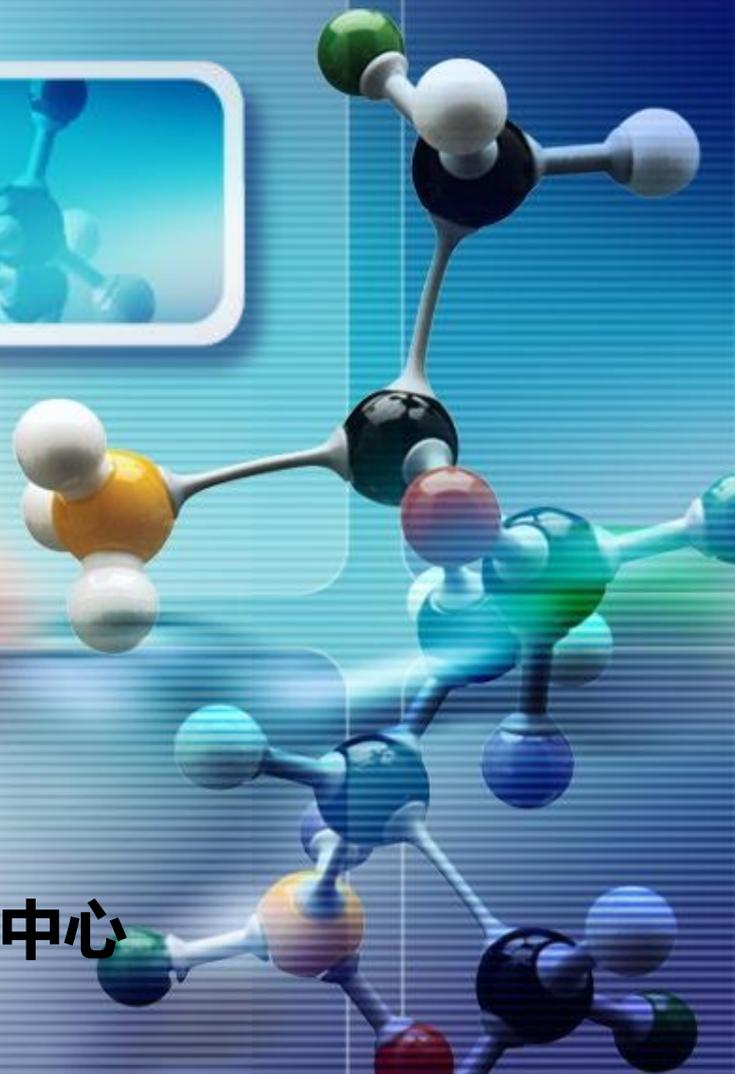
青島科技大學

Qingdao University of Science & Technology

有机化学实验

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心



苯甲酸乙酯的制备及水蒸气蒸馏

**Preparation of ethyl benzoate and
steam distillation**

- 实验目的
- 实验原理
- 试剂及物理常数
- 实验装置
- 实验步骤
- 思考题

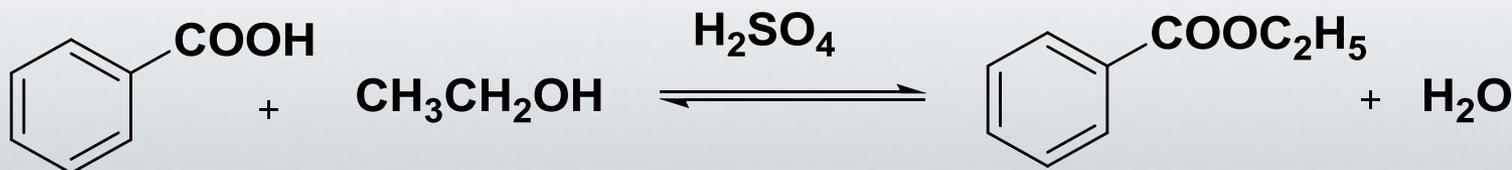
实验目的

巩固酯化反应的原理及三元共沸蒸馏的原理。

掌握分水装置的安装及其操作。

掌握水蒸气蒸馏的原理及操作方法。

实验原理



为了提高可逆反应的产率采取的措施：

- (1) 增大反应物**乙醇**的浓度；
- (2) 加入**第三组份**，使其与乙醇、水形成**三元共沸物**，在水的沸点温度以下，将水蒸馏出反应体系。第三种组分俗称为**夹带剂**，常用的夹带剂有：**苯、甲苯以及环己烷**。三元共沸物在分水器中分为两层，上层为夹带剂，再流回反应瓶，下层主要为水，放出下层，即可除去反应生成的水。

水蒸气蒸馏

1. 定义

水蒸气蒸馏是将水蒸气通入不溶或难溶于水但有一定挥发性的有机物质中，使该物质在低于 100°C 的温度下，随水蒸气一起蒸馏出来。

1. 2. 被提纯物质必须具备以下几个条件：

- (1) 不溶或难溶于水；
- (2) 与水共沸温度时不发生反应；
- (3) 在 100°C 时，必须具有一定的蒸气压（一般不少于 1.333 kPa ）。

3. 水蒸气蒸馏适用于如下几种情况

从大量树脂状杂质或不挥发性杂质中分离有机物；

除去不溶于水挥发性有机杂质；

从固体混合物中分离被吸附的液体有机物；

常用于蒸馏沸点较高且在接近或达到沸点温度时易分解。

4. 水蒸气蒸馏的原理

当与水不相混溶的物质与水共存时，根据**道尔顿定律**：在一定温度下**总蒸气压 P** 应等于各组分气体分压之和。即

$$P = P_{\text{H}_2\text{O}} + P_{\text{A}} \quad (\text{A为不溶或难溶于水的有机物})$$

P 随着加热温度的升高而增大，当温度升至 P 与外界大气压 P_0 相等时，该体系开始沸腾，这时的温度为该体系的沸点。此沸点比体系中任一组分的沸点都低。因为：

$$\text{纯物质沸腾时} \quad P_{\text{A}}V = n_{\text{A}}RT_{\text{A}} = P_0 \dots \dots \dots (1)$$

$$\text{混合物体系沸腾时} \quad PV = (n_{\text{H}_2\text{O}} + n_{\text{A}})RT = P_0 \dots \dots \dots (2)$$

$$\text{综合 (1) 和 (2) 得} \quad T = [n_{\text{A}} / (n_{\text{H}_2\text{O}} + n_{\text{A}})]T_{\text{A}}$$

又因为 $n_{\text{A}} / (n_{\text{H}_2\text{O}} + n_{\text{A}}) < 1$ ，所以 $T < T_{\text{A}}$ 。

试剂及物理常数

苯甲酸

分子量122.12，熔点122℃，沸点249℃，1.5397，1.2659。白色结晶，略带特殊臭味。稍溶于水，能溶于乙醇、乙醚、氯仿、丙酮、苯等有机溶剂。

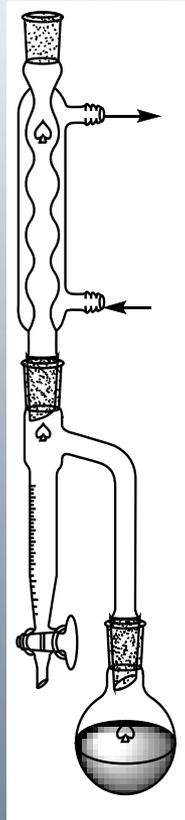
苯甲酸乙酯

分子量150.12，沸点213℃，1.5001，1.0509。无色澄清液体，具有芳香气味。微溶于水，能溶于乙醇和乙醚等有机溶剂。

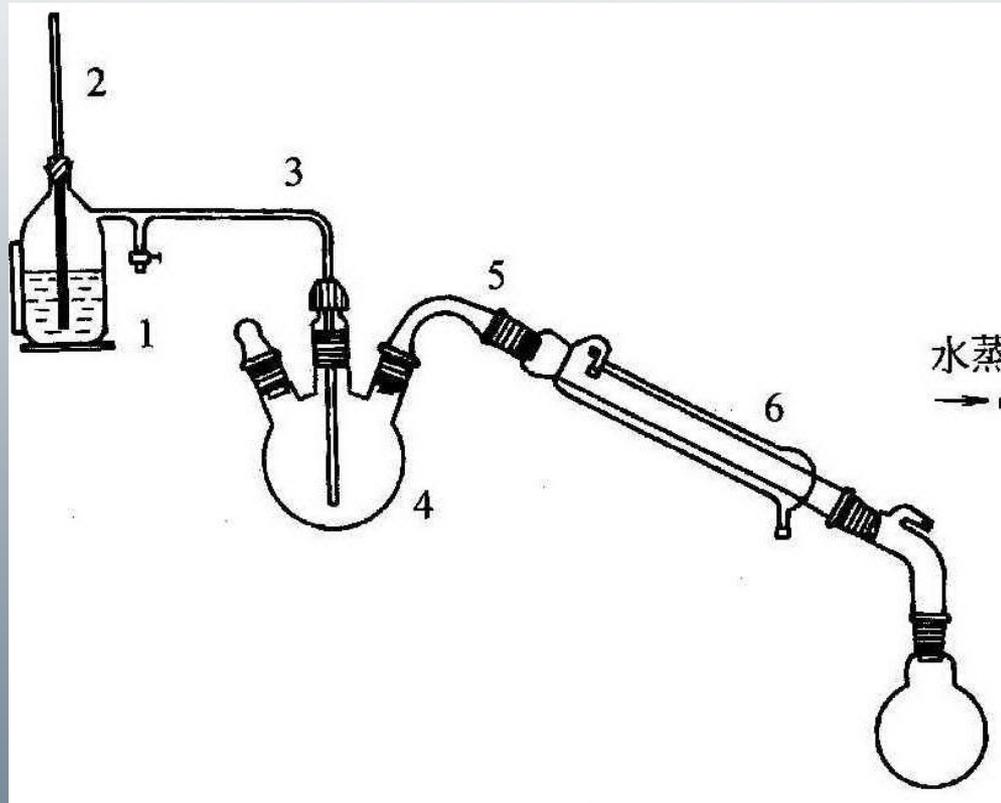
环己烷

分子量84.16，沸点80.7℃，1.4266，0.7786。无色澄清液体，不溶于水，与乙醇、乙醚、丙酮或苯混溶，是一种常用溶剂。

实验装置



反应装置



水蒸气蒸馏装置

实验步骤

50 mL圆底烧瓶

6.1 g 苯甲酸
13 mL 无水乙醇
10 mL 环己烷
2 mL 浓硫酸

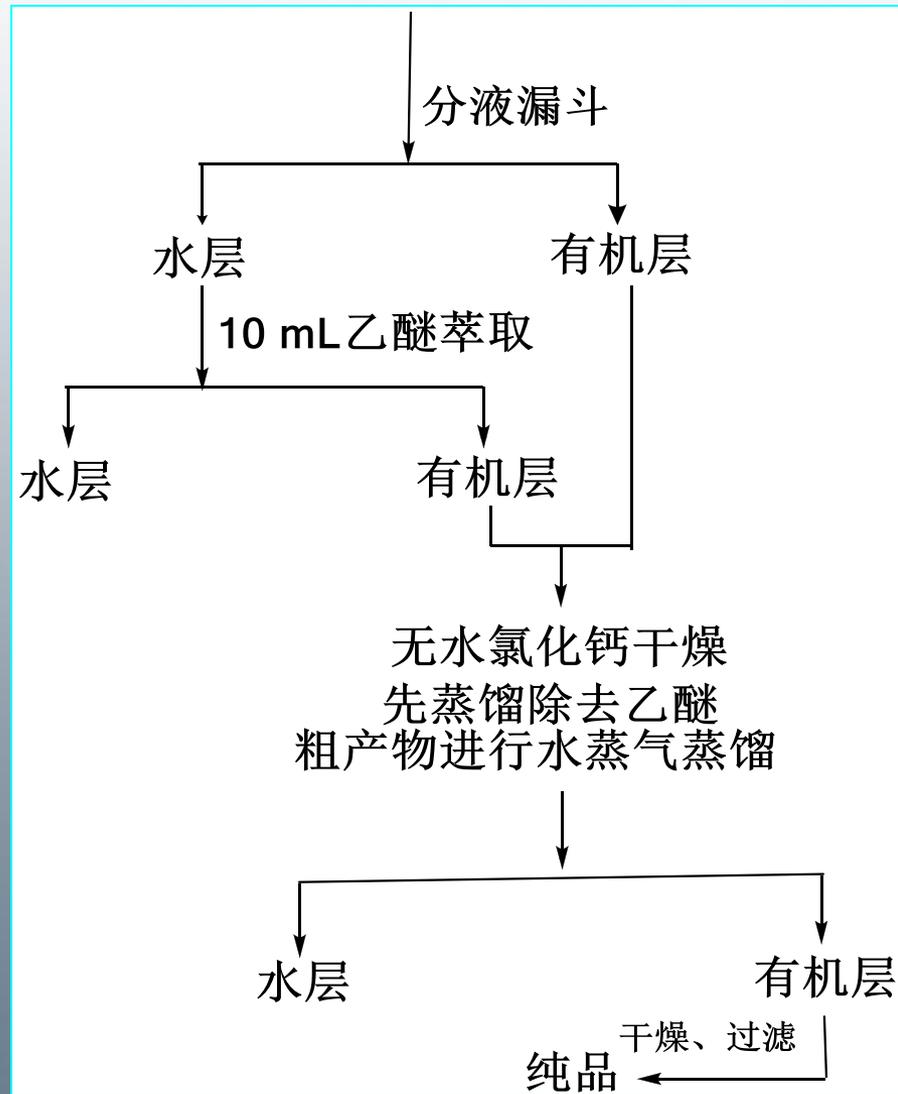
振摇下加入

摇匀，加沸石，接分水器，冷凝管

加热回流2-3 h

放出分水器中下层液体，直至无水生成，
加热将瓶中的乙醇及环己烷蒸到分水器中

倾入40 mL水中，分批加入碳酸钠粉末
中和至无气体产生，pH=7



水蒸气蒸馏操作步骤

**正确安装
水蒸气蒸
馏装置。**

在水蒸气发生瓶中，加入约1/2的水，在三口烧瓶中加入约1/3的待蒸馏物质。检查整个装置不漏气后，旋开“T”型管1的螺旋夹，加热至沸。

当有大量水蒸气产生并从“T”形管的支管冲出时，立即旋紧螺旋夹，水蒸气便进入蒸馏部分，开始蒸馏。

当馏出液无明显油珠，澄清透明时，便可停止蒸馏。其顺序是先旋开螺旋夹通大气，再停止加热并移去热源，否则可能发生倒吸现象。

思考题

本试验采用了什么原理和措施提高产率？

用固体碳酸钠中和反应液的目的何在？

被提纯物应该具备什么条件可使用水蒸气蒸馏？

数据签字

清洗并归还仪器
整理实验室卫生

关窗、关水、
关电

离开实验室



谢谢!



**基础化学实验中心
山东省省级实验教学示范中心**