

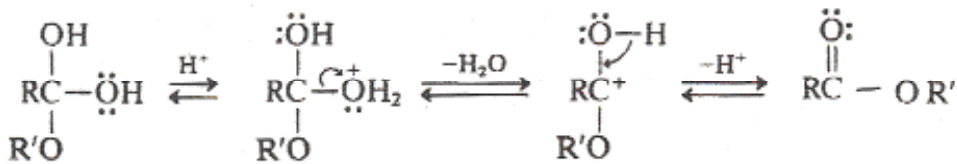
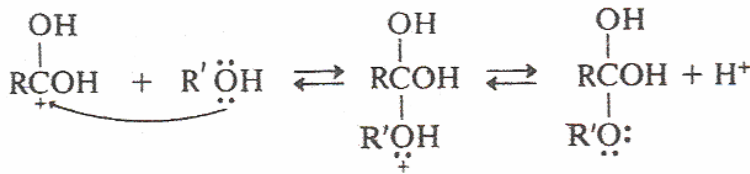
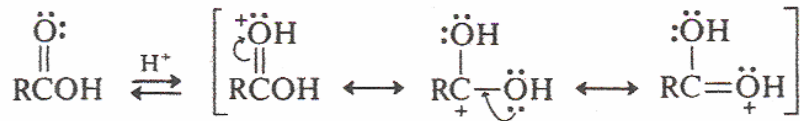
實驗十 Esterification Synthesis of Methyl Benzoate

一、目的

學習酯化反應之原理及合成方法

二、原理

酯類可直接由羧酸與醇在酸催化下合成，也可由鹵氣(acid chloride)或酸酐(anhydride)或晴(nitrile)經 alcoholysis 合成。羧酸與醇在酸催化下合成酯類稱為 Fischer esterification，反應機制如下：



由於反應為可逆，必須使平衡向右移才能得到高產量，其方法或是使用過量反應物，或是移除產物，均可達到提高產量的目的。

上述反應之平衡常數 K 為：

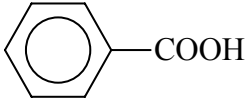
$$K = \frac{[\text{RCO}_2\text{R}'][\text{H}_2\text{O}]}{[\text{RCO}_2\text{H}][\text{R}'\text{OH}]}$$

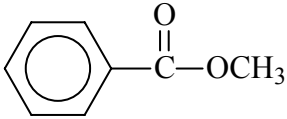
在理想狀況下，平衡下的組成不受催化劑的影響，但實驗顯示酸催化劑會使平衡常數增大，因酸與OH結合，形成H₂O分子，移除水分子的方法還可蒸去(H₂O—alcohol)共沸物，將共沸物以乾燥劑除水，再將alcohol倒回反應混合物中。另一方法是將苯或類似的烴類加入反應物中，蒸去(苯—醇—水)共沸物。

反應速率與醇及羧酸的結構有關，立體組障為一重要因素，羧酸的α或β位置取代基越大，反應速率就越慢：



三、藥品

1. 苯甲酸 (benzoic acid) , 
2. 甲醇(methanol) , CH₃OH
3. 濃硫酸(conc. sulfuric acid) , H₂SO₄
4. 二氯甲烷(methylene chloride, dichloromethane) , CH₂Cl₂
5. 無水碳酸鈉(anhydrous sodium carbonate) , Na₂CO₃
6. 無水硫酸鎂(anhydrous magnesium sulfate) , MgSO₄

7. 苯甲酸甲酯(methyl benzoate) , 

四、器材

1. 圓底燒瓶
2. 冷凝管
3. 抽氣過濾裝置
4. 分液漏斗

五、步驟

1. 將 3g benzoic acid 及 10ml methanol 放入圓底瓶中，在將 1ml 濃硫酸沿玻璃壁小心倒入，攪拌均勻，加入兩顆沸石，接上直立 condenser，加熱迴流 30 分鐘後冷卻至室溫。
2. 倒入裝有 12.5 mL H₂O + 12.5 mL ethyl acetate 的分液漏斗中，搖晃均勻後，取出上層有機層，以 25 mL H₂O 沖洗，再以 6.3 mL 5% Na₂CO₃ 水溶液沖洗以除去未作用的苯甲酸(小心起泡沫)。
3. 再以 6.3 mL 5% Na₂CO₃ 水溶液第二次沖洗有機層，最後以水沖洗有機層，取出有機層加 1 g 之無水硫酸鎂乾燥之，加蓋搖晃，靜置 20 分鐘，抽氣過濾後濃縮，稱重，計算產率，並測折射率。

六、實驗結果紀錄

1. benzoic acid 克數
2. methanol 毫升數
3. 理論產量
4. 產物重
5. 產率
6. n_D^t ; t ; n_D^{20} ($n_D^{20} = n_D^t + 0.00045(t-20)$)