



# 苯佐卡因的制备

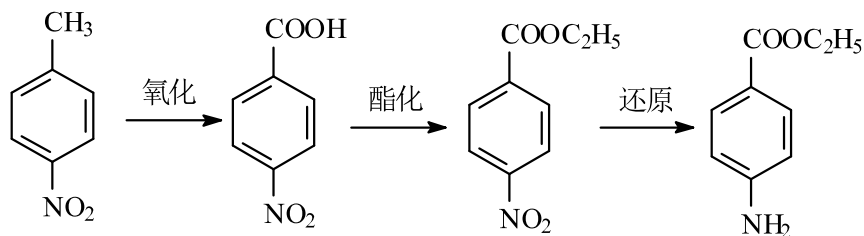
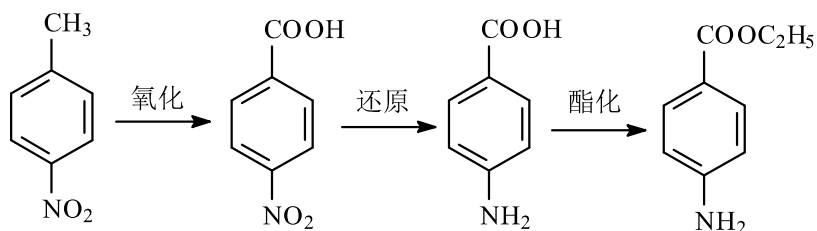
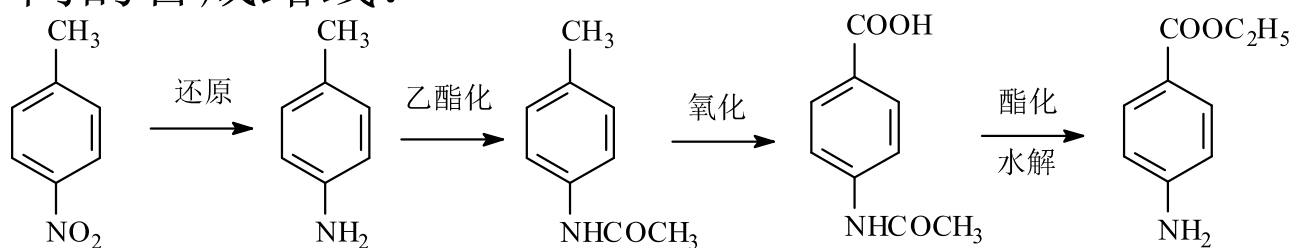
## 一、实验目的

- 学习多步骤合成制备苯佐卡因的原理和方法。
- 练习多步骤合成的实验操作技术。
- 巩固回流、过滤和结晶等基本操作技术。

## 二、实验原理

- 苯佐卡因（**Benzocaine**）是对氨基甲酸乙酯的俗称，可用作局部麻醉剂（**Local Anesthetics**）或止痛剂（**Painkiller**）。

苯佐卡因有多种合成方法。若以对硝基甲苯为原料可有三种不同的合成路线：



### 三、实验试剂与仪器

对硝基苯甲酸：4g (0.02mol)；锡粉：9 g (0.08mol)；  
浓HCl：20mL (0.25mol)；浓氨水；冰醋酸；对氨基苯甲  
酸（自制）：2g (0.145mol)；无水乙醇：20mL (0.34mol)；  
浓硫酸：2mL；

Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>粉末；10% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>溶液

三口烧瓶；圆底烧瓶；滴液漏斗；回流冷凝管；电热套；  
磁力搅拌器；布氏漏斗；表面皿；烧杯；量筒

## 四、实验步骤

### 1.还原反应

在100 mL三口烧瓶上安装回流冷凝器和滴液漏斗。三口烧瓶中加入4g对硝基苯甲酸、9g锡粉和磁力搅拌子，滴液漏斗中加入20mL浓HCl。开动磁力搅拌，从滴液漏斗中滴加浓HCl，反应立即开始。如有必要可稍稍加热以维持反应正常进行（反应液中锡粉逐渐减少）。约20~30min后反应接近终点，反应液呈透明状。

稍冷后，将反应液倾入250 mL烧瓶中。待反应液冷至室温后，在不断搅拌下慢慢滴加浓氨水，使溶液刚好呈碱性，注意总体积不要超过55 mL，可加热浓缩。向滤液中小心地滴加冰醋酸，即有白色晶体析出。继续滴加少量冰醋酸，则有更多的固体析出，用蓝色石蕊试纸检验直到呈酸性为止。在冷水浴中冷却后抽滤得白色固体，晾干后称重，产量约为2 g。

## 2.酯化反应

在100 mL三口烧瓶中加入2g对氨基苯甲酸、20mL无水乙醇和2mL浓硫酸。将混合物充分摇匀，投入沸石，安上回流冷凝管，在电热套中加热回流1h，反应液呈无色透明状。

趁热将反应液倒入盛有85 mL水的烧杯中。溶液稍冷后，慢慢加入 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 固体粉末，边加边用玻璃棒搅拌，使 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 粉末充分溶解。当液面上有少许白色沉淀出现时，再慢慢滴加10%  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液，将溶液的pH值调至9左右。所得固体产品用布氏漏斗抽滤。晾干后称重。产量为1~2克。

将对氨基苯甲酸溶于乙醇中，加入浓硫酸，加热回流1h，反应液呈无色透明状。

## 五、数据处理

苯唑卡因的实际值和理论值，并计算分步转化率和最终转化率。

## 六、思考题

1. 试提出其它合成苯佐卡因的路线并比较它们的优缺点。
2. 酯化反应为何先用 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 粉末中和，再用10% $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液中和反应液？