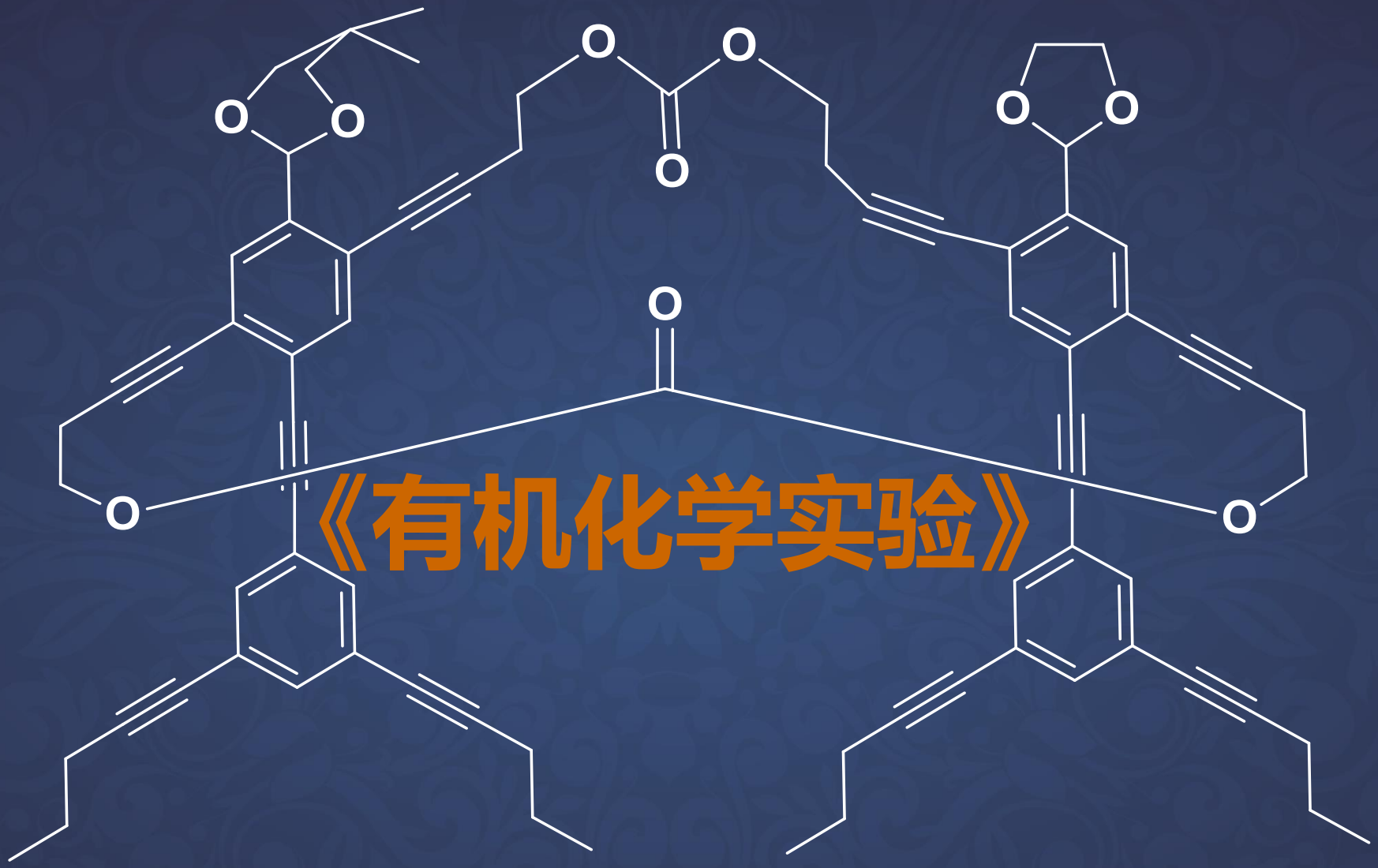
QUST



《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



苯亚甲基苯乙酮的制备

主讲人： 王书文

实验内容/Content

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



01

实验目的

1. 实验目的



1. 掌握羟醛缩合反应增长碳链的原理和机理
2. 进一步熟悉减压过滤和重结晶操作
3. 掌握磁力加热搅拌器的使用及如何控制反应温度

实验原理

02

2. 实验原理

具有α-活泼氢的醛酮在稀碱催化下，分子间发生羟醛缩合反应，首先生成β-羟基酮；若提高反应温度则进一步脱水，生成α，β-不饱和醛酮，这一反应叫作**羟醛缩合反应**。



2. 实验原理

不含α-活泼氢的芳醛



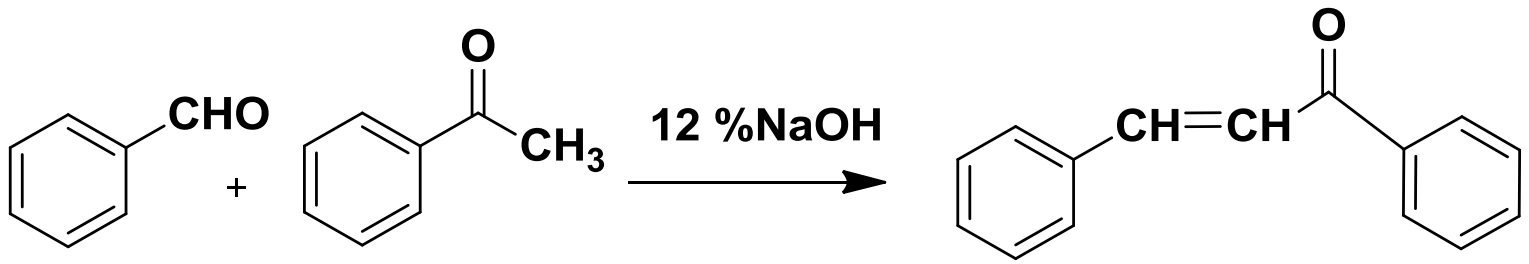
含有α-活泼氢的醛酮



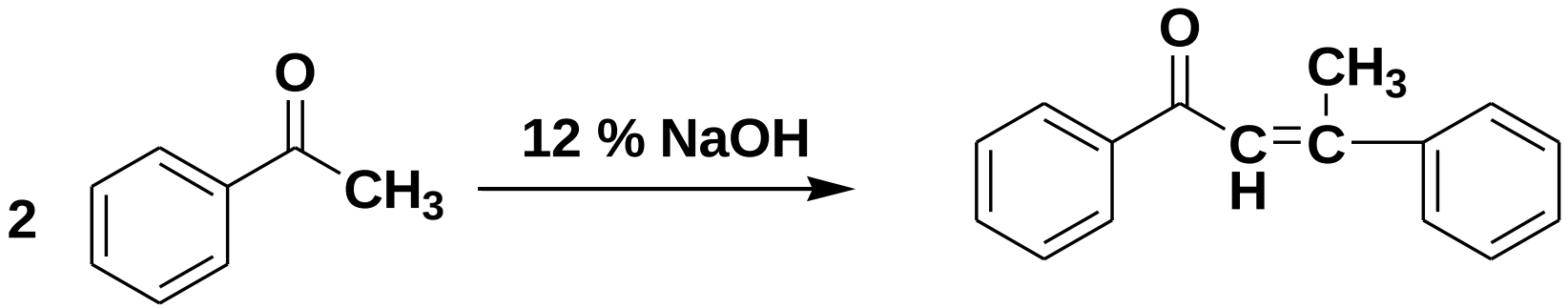
克莱森-斯密特缩合反应
（Claisen-Schmidt反应）

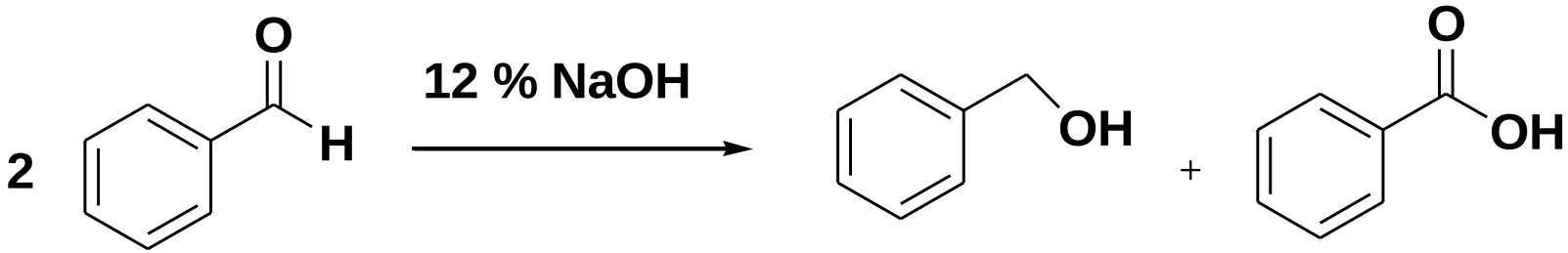
2. 实验原理

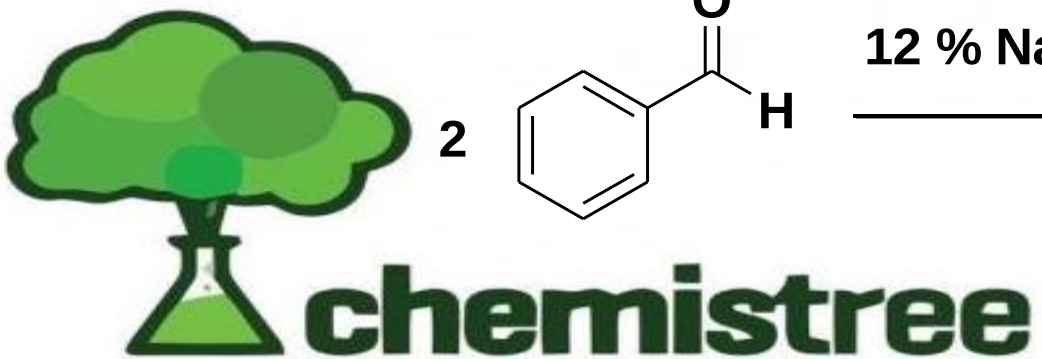
主反应：



副反应：

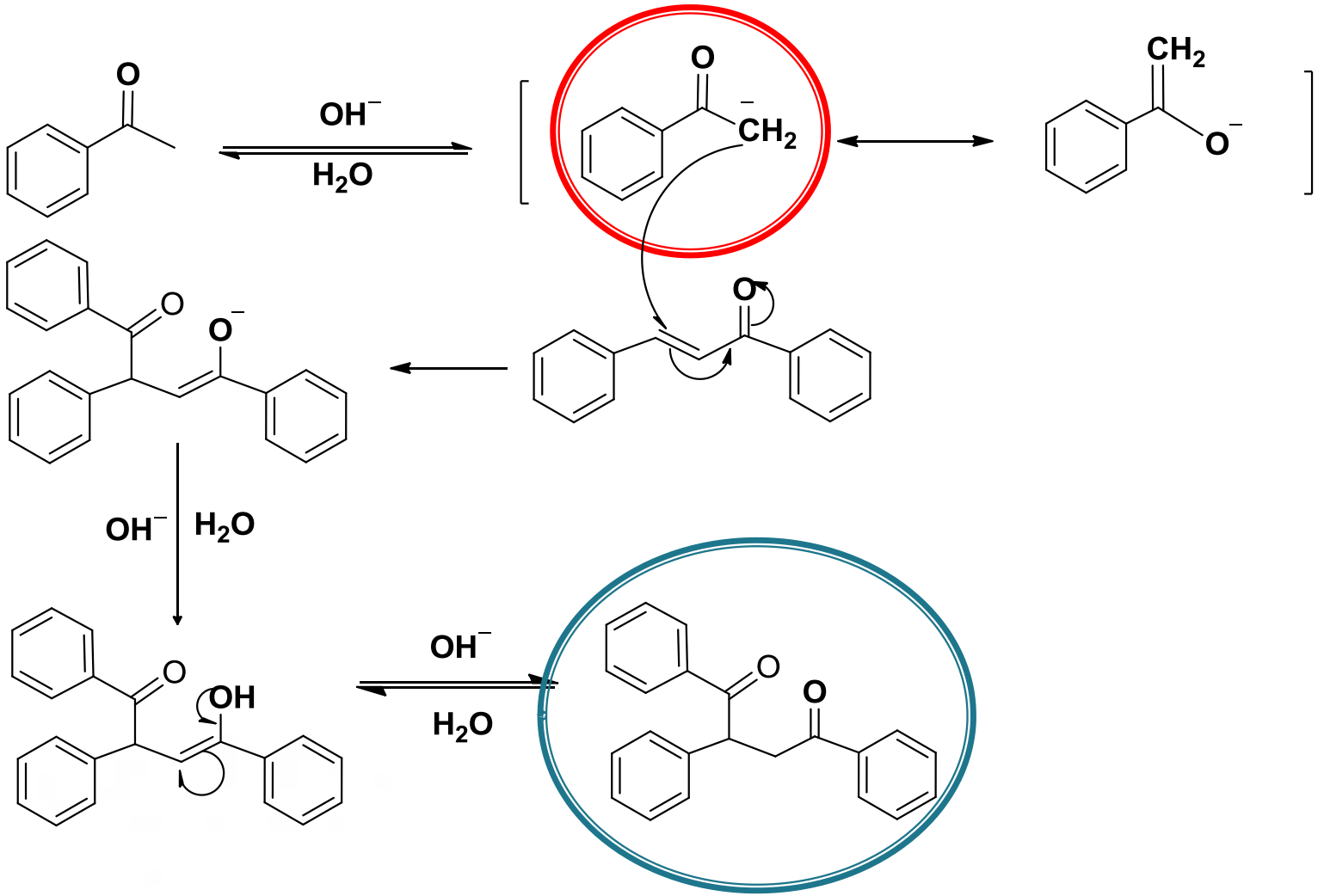






2. 实验原理

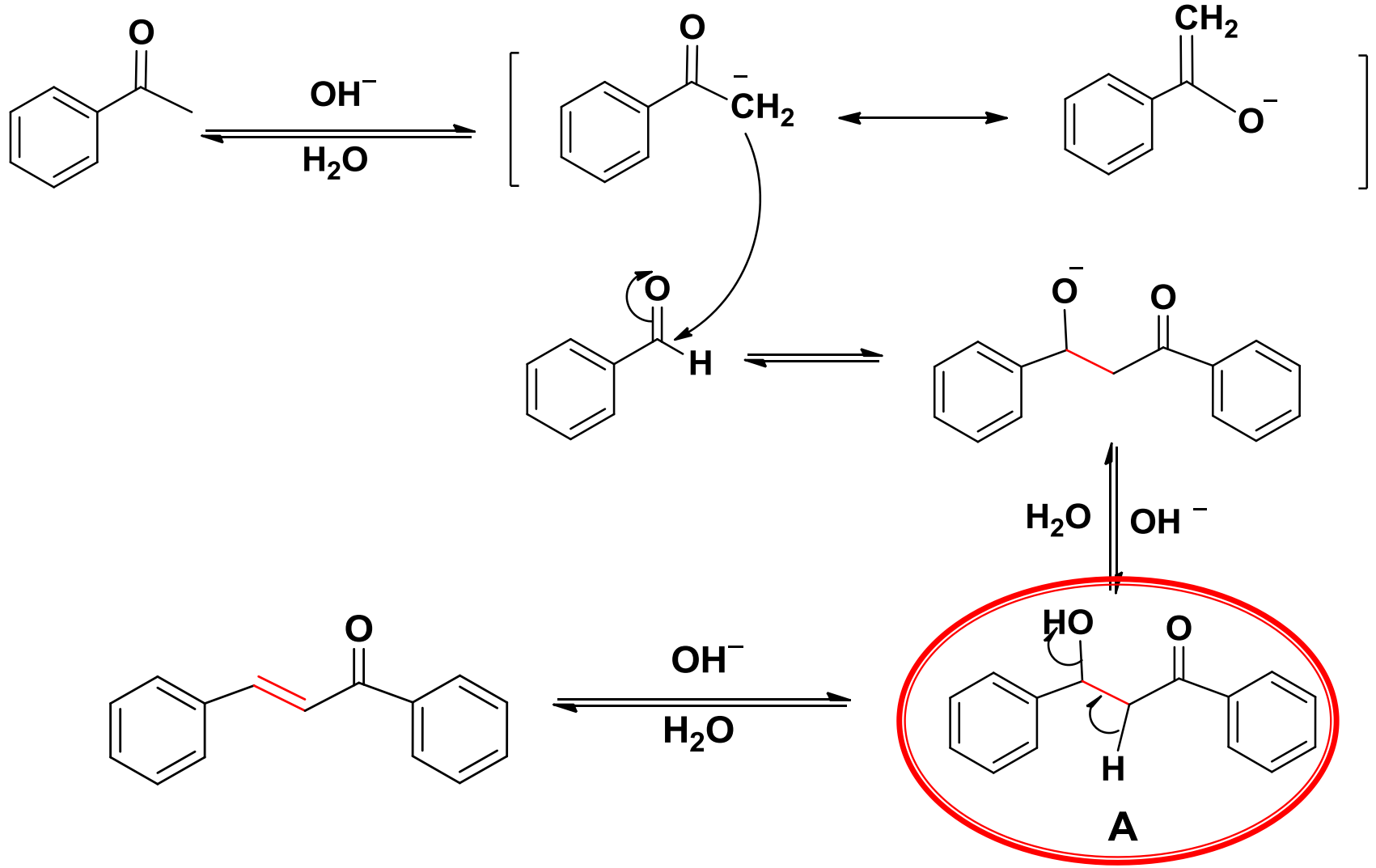
副反应：



chemistree

2. 实验原理

反应机理：



03

试剂及物理常数

3. 试剂及物理常数

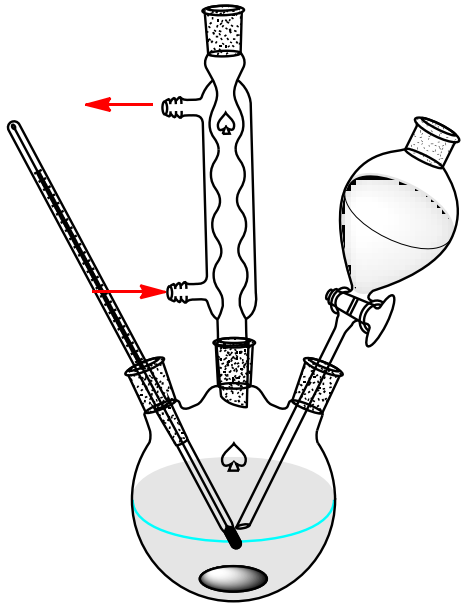
名称	分子量	状态	比重	熔点/℃	沸点/℃	溶解性
苯甲醛	106.12	无色或微黄色液体	1.0447	-26	178	乙醇、乙醚、丙酮、苯、石油醚
苯乙酮	120.14	无色或淡黄色油状液体	1.0281	19.7	202.3	乙醇、乙醚、丙酮、苯、氯仿
苯亚甲基苯乙酮	208.26	淡黄色晶体	1.6458	E构型：58~59 Z构型：45~46	208	热乙醇

实验装置 04

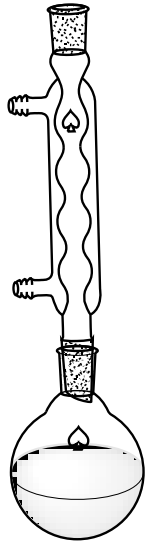
4. 实验装置



图一



图二



图三



图四

05

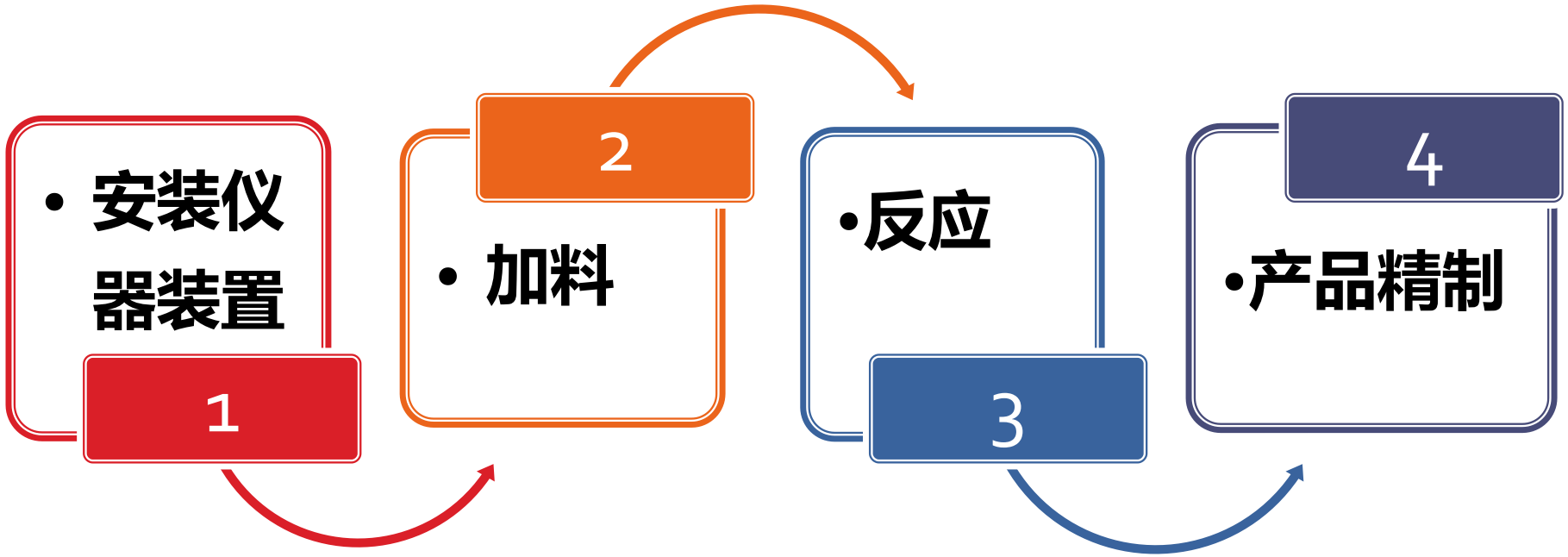
实验步骤

5. 实验步骤



本实验中苯甲醛:苯乙酮的摩尔比是1:1；选择10%氢氧化钠为催化剂；15 mL95%乙醇为反应溶剂；反应温度在20~25℃之间。

5. 实验步骤



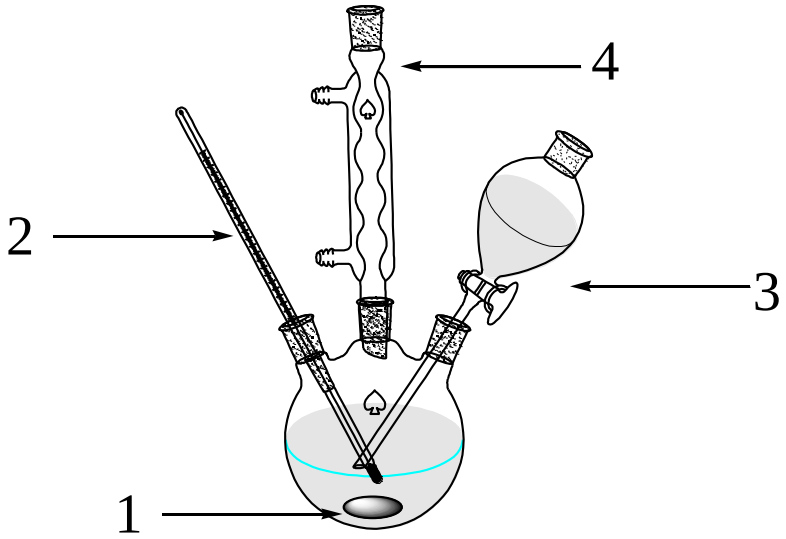
实验流程图

5. 实验步骤

1 安装仪器装置

- 三口瓶中依次加入磁力搅拌子、安装温度计及套管，安装滴液漏斗；
- 安装回流冷凝管





5. 实验步骤

2 加料

- 三口瓶中依次加入10 mL 12 %的氢氧化钠溶液、15 mL 95%乙醇、3 mL苯乙酮

- 滴液漏斗中加入2.5 mL苯甲醛 + 5 mL95%乙醇的混合物



先将苯乙酮与碱混合，产生碳负离子，同时一定要控制低温，防止苯乙酮的自身缩合反应。

5. 实验步骤

3 反应

慢慢滴加苯甲醛的乙醇溶液，控制滴加速度，保持反应温度在20~25℃，滴加完毕，继续搅拌1~1.5 h。

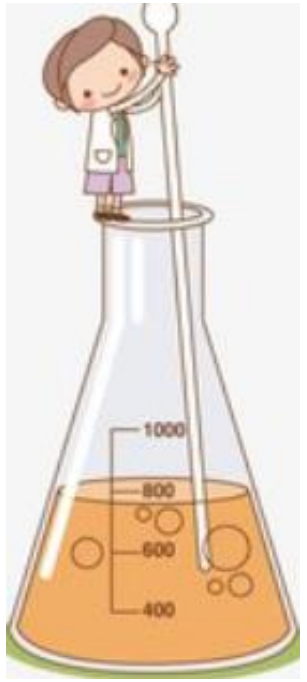


温度过低，产物发粘，不易过滤；
温度过高，增加副反应的发生。

3 反应

冰水浴冷却，促使结晶析出，抽滤，滤饼用60 mL水分三次洗涤至中性，挤压、抽干得粗品苯亚甲基苯乙酮。

一般在室温搅拌1h即可析出结晶，为引发结晶较快析出，最好加入事先制好的晶种。



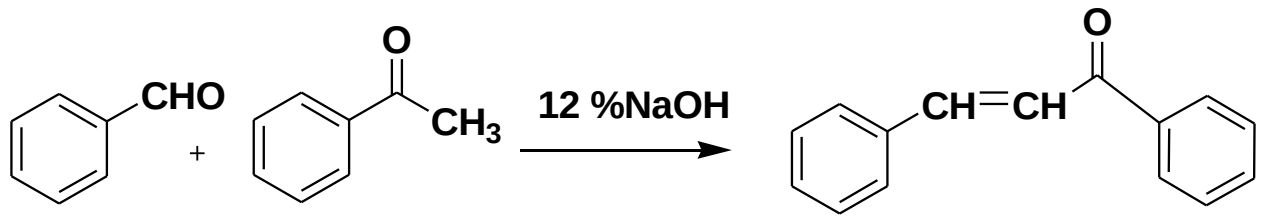
4 产品精制

粗产物用95%的乙醇重结晶，若颜色较深，可用少量活性炭脱色，最终得到浅黄色片状结晶。



苯亚甲基苯乙酮的熔点低，回流时呈熔融状态，必须加入溶剂使其溶解呈均相。

5. 实验步骤



1 1

2.5*1.0447/102.09 $n_{理论}$

$n_{理论}$ = 2.5*1.0447/102.09 = 0.025 mol

$m_{理论}$ = 0.025*208.26 = 5.21 g

产率=$m_{实际}$/ $m_{理论}$ 5.21*100% = $m_{实际}$/ 5.21*100%



思考题 06

6. 思考题

1. 为什么本实验的主要产物不是苯乙酮的自身缩合或者苯甲醛的Cannizaro反应？

2. 本实验如何避免副反应的发生？

3. 本实验中苯甲醛与苯乙酮加成后为什么不稳定并会立即失水？



青島科技大学
Qingdao University of Science & Technology

谢谢大家！

基础化学实验中心

