

二苯乙烯基甲酮的制备



实验目的

- 学习利用羟醛缩合反应增长碳链的原理和方法
- 掌握二苯乙烯基甲酮的合成方法
- 掌握机械搅拌的使用方法
- 进一步熟悉用有机溶剂重结晶的基本操作

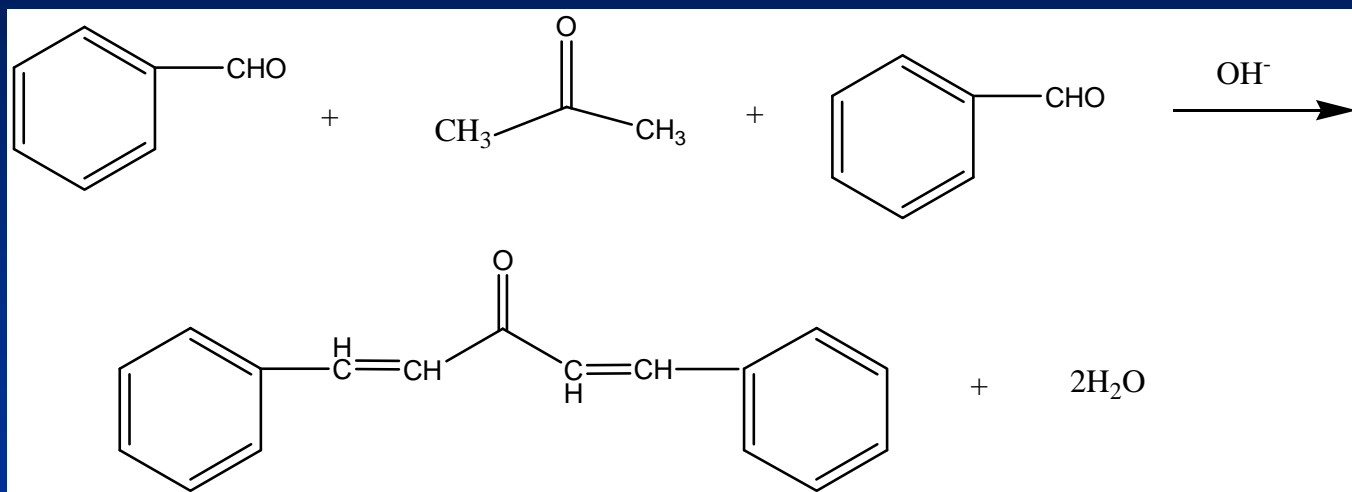


反 应 原 理

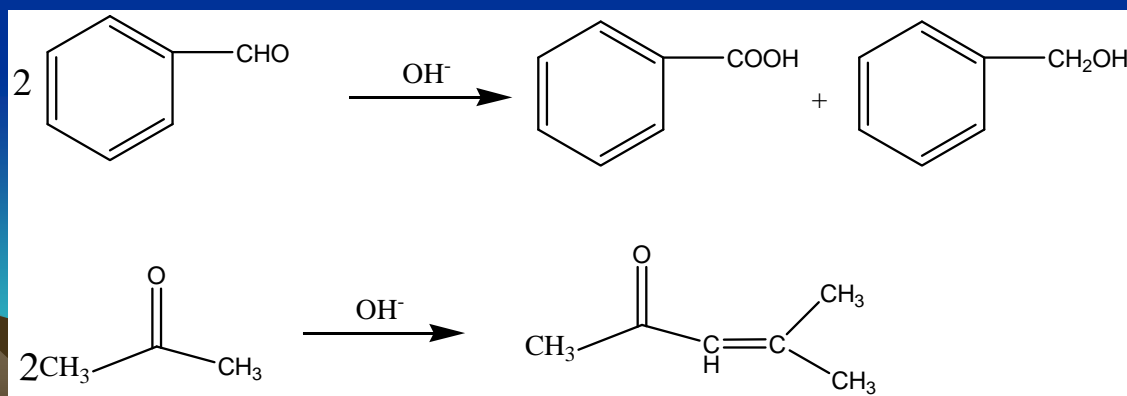
- 本实验利用不含 α -H 的醛（苯甲醛）和含 α -H 的醛酮（丙酮）发生交叉羟醛缩合反应，利用羟醛缩合反应制备 β -羟基醛酮，提高反应温度进一步失水生成 α, β 不饱和醛酮.这种交叉的羟醛缩合称为Claisen-Schmidt反应



主反应



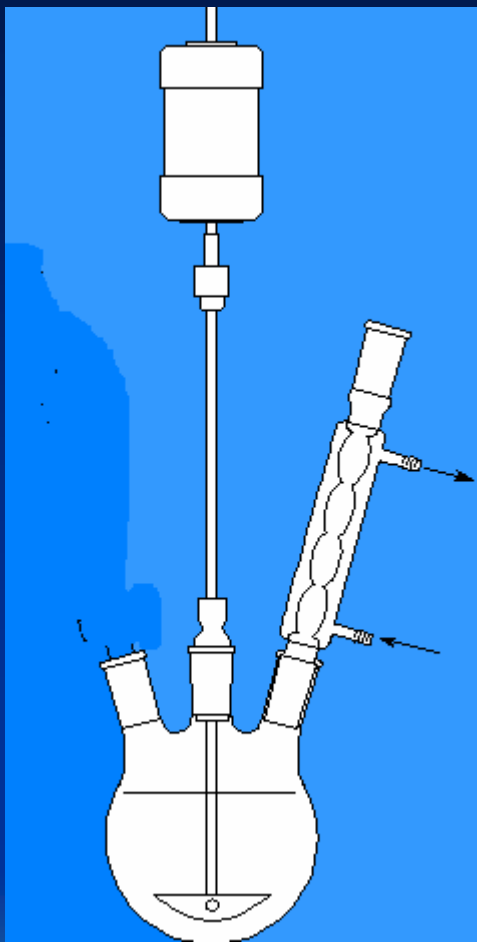
副反应



- 结构式： **$\text{PhCH}=\text{CH}-\text{COCH}=\text{CHPh}$**
- 性质：反-反式为结晶固体，熔点110-111℃；顺-反式为淡黄色针状结晶，熔点60℃；顺-顺式为黄色油状液体，沸点130℃（2.7Pa）。溶于乙醇、丙酮、氯仿，不溶于水。



反应装置



实验试剂

- 苯甲醛: 3g 3ml (0.028mol)
- 丙酮: 0.79g 1ml (0.014mol)
- 95%乙醇 36ml
- 10%氢氧化钠溶液28ml
- 冰醋酸
- 无水乙醇



实 验 操 作

1. 100ml三口烧瓶中口接机械搅拌装置，一个侧口接回流冷凝管，另一侧口用空心塞塞住。打开冷凝水。
2. 在三口烧瓶中放入3ml苯甲醛，1ml丙酮和22ml95%乙醇。继而加入28ml 10%氢氧化钠溶液，搅拌15min，反应物起初是澄清均相的，几秒钟后变为乳状液体，不久有黄色固体颗粒产生。



- 抽滤产品，并用水洗涤。
- 再用**0.56ml**冰醋酸和**14ml 95%**乙醇配成的混合液洗涤，在布氏漏斗内静置**30**秒钟，再抽滤。
- 最后再用水洗涤一次，得黄色粉状固体。
- 将固体移至**50 ml**圆底烧瓶中，分批加入无水乙醇（共约**12 ml**），加热回流进行重结晶，待饱和溶液制得后再多加**2 ml**无水乙醇，冷却至室温，产品呈淡黄色的片状结晶。抽滤，产品放在表面皿上自然晾干。



注意事项

- 碱性太大会造成苯甲醛的歧化反应，碱性太小会主要产生一缩合产物卞叉丙酮；
- 缩合反应是一个放热反应，而丙酮沸点为 56.2°C ，故不需加热并注意冷却，以免使缩合反应温度过高；
- 结晶后的溶液一定要冷却至室温，否则产品有损失。

