二苯基甲醇二苯甲酮的氧化

我们将开展仲醇的氧化成酮。此协议的独创性是实现此反应在无溶剂。在有机合成中通常使用的溶剂是一般危险对于环境。是?Ranchir溶剂,因此减少了对环境的综合影响,并采取更近了一步一个化学"绿色"更环保。



化工:

二苯基甲醇:C 13 ^h₁₂ O; *M* = 184.23克 ·摩尔 ^{= 1} ; *d* = 1 , 10; Ť*是*= 69 °C; *N* = 1 599。

高锰酸钾:高锰酸钾 4; **M = 158.03克·摩尔** = 1。

五水硫酸铜:硫酸铜 $_4$ · 5H $_2$ **O; M = 249.68克 · 摩尔** $^{=1}$ 。

戊烷:C _π^h₁₂; Ťvap = 36 °C; N = 1 371。

乙基乙:C $_4^h_8$ Ø $_2$; μ =1, 78 d; \check{T} VAP=77 °C.

无水硫酸钠钠 $_2$ SO $_4$.

二苯甲酮:C 13 ^ h₁₀ O; *M* = 182.23克 · 摩尔 ^{= 1} ; *d* = 1 , 11; *Ť* _Æ= 48 °C; *N* = 1 583。

°C.

处理:

1.启动洲系带水。

2.研磨1.58克高锰酸钾的 $_4$ 和2.50克的CuSO的 $_4$ · 5H $_2$ Ó在研钵中,直至得到均匀混合物。

3.在25ml烧瓶中,引入92,0mg二苯基甲醇,然后制备之前的氧化试剂 发声。均质化用玻璃棒将混合物。

4.有冷凝器提供的瓶中,100洲?呃得分浴

5.洲系带的一小时后,将混合物冷却至环境温度。

6.介绍关于戊烷15mL的烧瓶中3 N以回收产物。过滤后用洗 约15毫升戊烷。

7.用Na将有机相 $_2$ SO $_4$ 无水,? 滤波器,并在减压下蒸发。一

获得该结晶在几分钟内室温下为油状物。

8.开展薄层色谱法(TLC)对VERI?尔反应已经发生。洗脱液: 戊烷/乙酸乙酯(5/1)。

在老师的存在显示UV板。

问题:

- 1.过量引入试剂?如果是这样,哪个?
- 2.计算该反应的产率。
- 3.将反应确实发生?在一个CCM,什么参数依赖于比值 接待?JUSTI?呃在TLC观察任务的相对位置。

分析:

- 1.提出,可以实现此反应的溶剂。JUSTI?呃。
- 2.为什么我们可以从这里去溶剂?

- 3.为什么洲?我们呢?
- 4.这里为什么TLC是检查的好方法?呃,如果发生的反应?
- 5.建议另一种方式来检查?圣所形成的产物,其纯度的身份。

干燥的有机相

1.结合在一干燥烧瓶中干燥有机相。添加干燥(娜 或硫酸镁 $_4$ 无水)。

2.摇他手中的烧瓶以循环方式。

- 3.如果声音烧瓶的墙壁上粘贴,添加干燥剂直到 在搅拌过程中粉状。
- 4.通过倒入配备有一个漏斗过滤混合物?滤纸上。恢复 滤液在干燥烧瓶中小心地测量质量。

薄层色谱法的实现

- 1。 坦克的制备: 填充洗脱液 (大约0.5厘米) 和容器 收具有?n中的饱和蒸气洗脱液的罐。
- 2。 板的制备: 从底部大约1厘米,上侧包覆二氧化硅,一个跟踪 线(存款线)木铅笔不会伤及表面。请不要使用墨水。
- 3。 存款稀释样品: 如果是固体或每个待分析样品溶解 在小烧杯中的挥发性溶剂稀释如果液体。存款是由 使用毛细管,置于垂直于硅石板。该任务必须 从约一厘米的板的边缘是远程和大约一半分离 除了厘米级。制作共沉积:文件迪erent产品上的一样吗? 为了协助解释。
- 4。 VERI**阳离子存款?**: VERI**?呃存款,如果可能的话,在紫外灯。如果** 存款太大,他们可以洗脱期间重叠,使之无法 解释。
- 5。 坦克的介绍: 使用垂直放置的板在容器中 钳。液面应该是沉积线以下。关闭罐。
- 6。 洗脱: 洗脱过程中不要移动坦克。当洗脱液的前沿到达1或者 从板的前2厘米,从罐取出板材。标记前面的位置 的洗脱液得益于一支铅笔。
- 7。 启示: 如果所分析的分子在UV(254 nm)的吸收,将板在 UV来查看迪的位置?Erent任务。如果所分析的分子不吸收 UV,使用化学剂(磷钼酸,高锰酸钾,二碘...),这将主要氧化分子,并显示彩色斑点。

2 SO 4