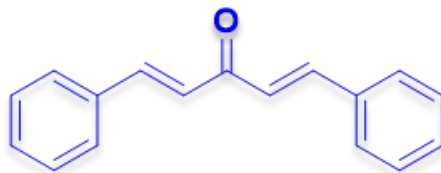


# 二苯乙烯基甲酮的合成

华东理工大学有机化学教研室、有机化学实验室



# 二苯乙烯基甲酮



化学名：1, 5-二苯基戊-1, 4-二烯-3-酮

分子式：C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>O

分子量：234.3

密度：1.17

熔点：112 - 114 °C

沸点：400.7 °C

闪点：176.2°C




二苯乙烯基甲酮是一类重要的有机合成中间体,可用于合成香料、医药中间体、防日光制品等各种精细化学品,由芳香醛和丙酮在酸或碱催化下通过 Claisen-Schmidt反应制备。有机合成化学为人类社会的发展创造了丰富的物质基础,使我们的生活变得更加便捷和美好,但作为化学工作者,我们更要了解我们所合成的这些化合物的行为习惯,从而可以掌控它们的影响,做到人与自然和谐共生。

**健康危害:** 对眼睛、皮肤、呼吸道具有刺激性。切勿吸入,避免与皮肤和眼睛接触。

**环境危害:** 对环境有危害。

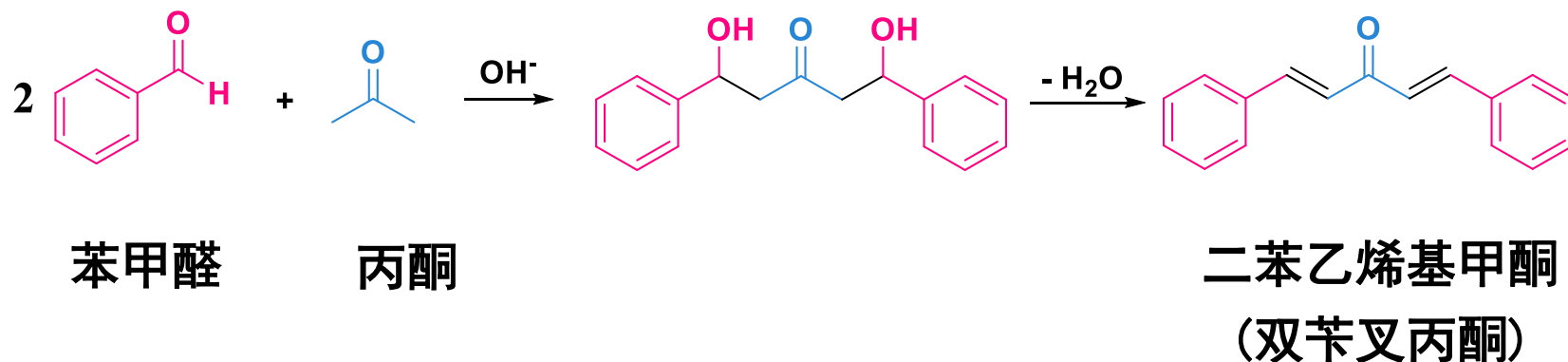
**稳定性:** 在常温常压下稳定。与粉尘、强氧化剂不具兼容性。

# 一、实验目的

-  掌握制备二苯乙烯基甲酮的原理和方法
-  掌握机械搅拌器的使用方法
-  熟悉重结晶的基本操作

## 二、实验原理

### 羟醛缩合反应(Aldol Reaction)

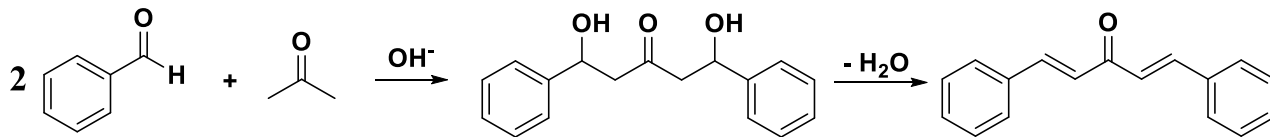


### Claisen-Schmidt反应

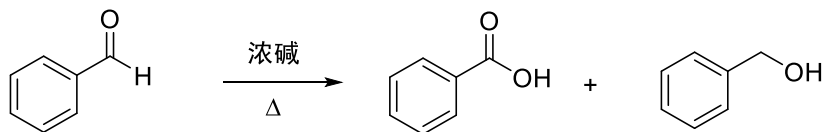


## 二、实验原理

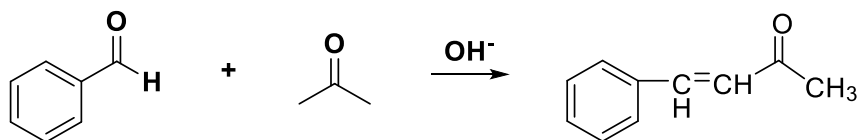
### 主反应



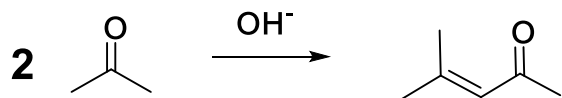
### 副反应



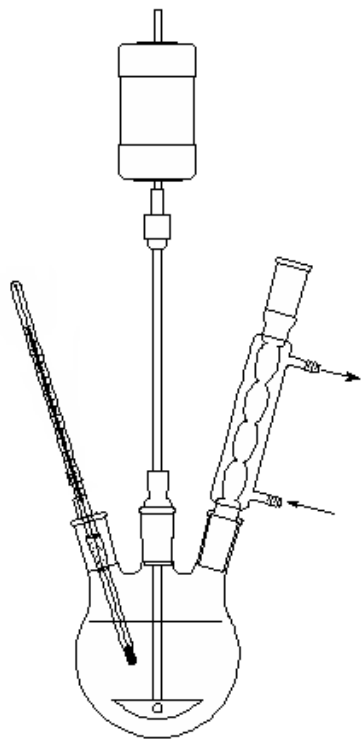
浓碱会导致苯甲醛发生歧化反应



碱性太弱，反应生成一缩合产物  
本实验通过控制苯甲醛和丙酮的  
投料比可以得到两种产物



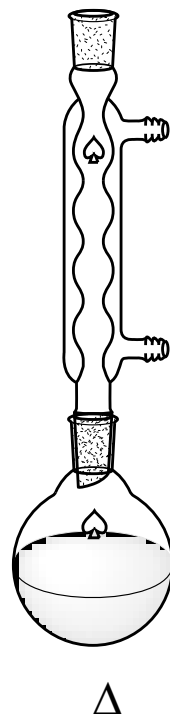
### 三、实验装置图



反应装置



抽滤装置



回流冷凝装置

# 四、实验流程

苯甲醛 (3 mL)  
丙酮 (1 mL)  
95%乙醇 (22 mL)

开启冷凝水，搅拌

分批加入10 % NaOH(28 mL)

继续搅拌反应15 min

待反应结束；  
抽滤，得黄色固体

粗产品转移至50 mL圆底  
烧瓶，用无水乙醇重结晶  
得纯品为黄色片状晶体。  
烘干，称量，计算产率。

黄色固体用水，乙酸-乙醇  
溶液、水洗涤。抽干，得  
黄色粉末状粗产品。

# 五、实验步骤

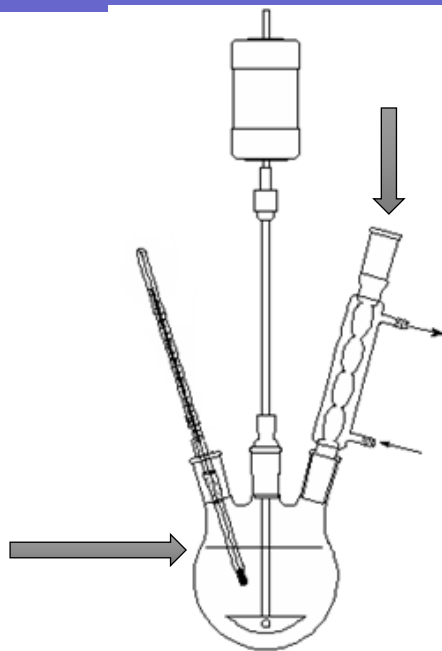
## (一) 开设反应

### 先加：

苯甲醛 (3 mL)

丙酮 (1 mL)

95 % 乙醇 (22 mL)



### 后加：

10 % NaOH (28 mL)

开启冷凝水，搅拌冷凝管  
上端分批加NaOH溶液

1. 安装好实验装置，调节搅拌正常，整个装置不晃动。
2. 加料（**加料顺序？**）
3. 加完NaOH后，再继续搅拌反应15 Min，**注意记录实验现象。**



# 五、实验步骤

## （二）处理反应

4. 抽滤收集析出的黄色固体，用**水**洗涤，并抽干水分。
5. 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。
6. 最后用**水**洗涤（滤液倒入废液缸中），得黄色粉末状粗产品。

## （三）纯化（重结晶）

7. 将粗产品移至50 ml圆底烧瓶中，加入沸石，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。
8. 将溶液倒入小烧杯中，冷却至室温，抽滤，产品为淡黄色片状结晶。转移至培养皿，烘干，计算产率。

## 六、实验清理

1. 固体废弃物（玻璃、纸屑、沸石、滤纸等）不得丢入水槽内，需要倒入指定的固体回收桶
2. 滤液倒入废液桶
3. 最终产品转移至二苯乙烯基甲酮回收瓶

## 七、注意事项

1. 苯甲醛、丙酮易燃，有毒，具刺激性，取用时在通风橱中进行；而且在实验过程中，规范使用通风橱，并戴好防护眼镜和手套。
2. 缩合反应是一个放热反应，而丙酮沸点为 $56.2^{\circ}\text{C}$ ，故不需加热并注意冷却，以免使缩合反应温度过高。

## 八、思考题

1. 碱的浓度过高，会对反应有什么影响？
2. 碱的浓度过低，会对反应有什么影响？
3. 此反应的原理是什么？会有什么中间体生成？
4. 重结晶后的溶液为什么一定要冷却至室温？