

## 實驗十四 二苯醌(Benzil)的製備

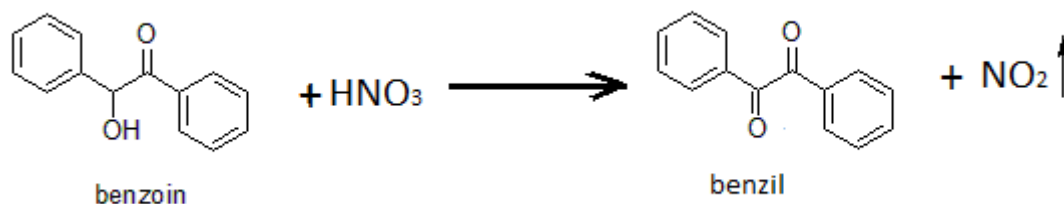
### 一、目的：

上一個實驗的產物安息香(Benzoin)是一個醛醇相鄰化合物，可進行還原反應產生雙醇化合物(1,2-diols)，也可進行氧化反應形成雙酮( $\alpha$ -diketones)的產物。

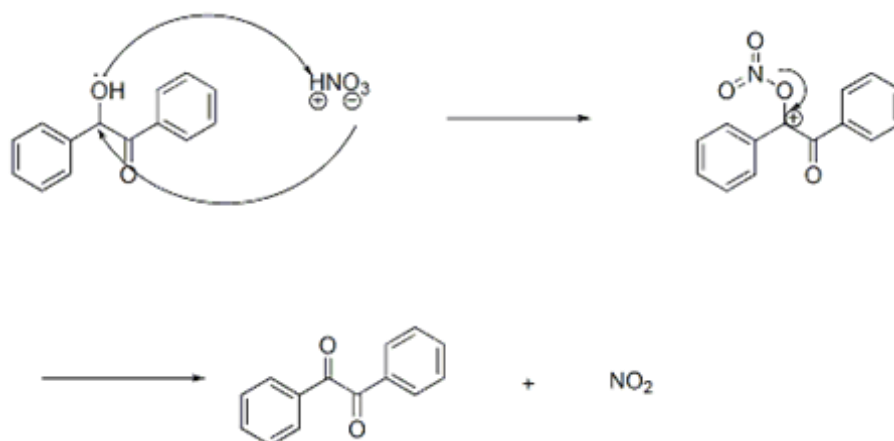
利用安息香(Benzoin)在硝酸的氧化下，可得到二苯醌(Benzil)。讓學生知道硝酸除了是強酸外，也是一種不錯的氧化劑。

### 二、原理：

利用濃硝酸來進行氧化反應，硝酸中的氮為+5價，因此與化合物安息香作用下，將安息香轉變成二苯醌而本身變為二氧化氮氣體。



反應機制如下：



### 三、藥品：

安息香 (benzoin)、濃硝酸、乙醇(ethanol)

### 四、器材：

25 mL 圓底燒瓶、磁攪拌棒、濾紙、布氏漏斗、燒杯、迴流管

### 五、實驗步驟：

1. 在抽風櫃內，將 2 g (9.4 mmol)的安息香和 7.5 ml 的濃硝酸置入 25 mL 的圓底燒瓶中，並放進一顆磁石。
2. 利用水浴法加熱(約 $\sim 100^{\circ}\text{C}$ )迴流反應 30 分鐘，接一條氣體捕捉引流管如圖 15-1，捕捉硝酸還原的氣體。
3. 回溫到室溫後加入 35~40 ml 冷水進入溶液內，旋轉此懸浮液幾分鐘；然後利用抽氣過濾收集粗產物，用水沖洗此黃色固體。
4. 風乾產物並使用玻棒押乾擠出多餘的水，利用熱乙醇再結晶。
5. 首先使用 3~5 ml 的熱乙醇溶解此粗產物，再逐漸低加熱水直到溶液變混濁；然後反滴加 1~2 滴的熱乙醇會使溶液再變澄清。
6. 冷卻到室溫晶體析出後，放入冰浴內；並利用抽氣過濾收集產物。
7. 紀錄產物顏色、乾燥、秤重、算產率、測熔點。
8. 可壓制產物的 KBr 鹽片測 IR(紅外線光譜儀)與安息香比較之。

### 六、注意事項：

1. 濃硝酸有很強腐蝕性，導致嚴重的灼傷，使用時請小心。
2. 反應中產生之氣體也有腐蝕性必須導入水中，並在抽風櫃內進行。

### 七、問題與討論：

1. 此反應除了使用硝酸當氧化劑外，還能利用何者氧化劑？
2. 粗產物的再結晶過程，請寫出你的步驟並說明是否可看到晶型？

### 八、參考文獻：

1. Experiments And Techniques In Organic Chemistry ; D. PASTO , C. JOHNSON ,  
M. MILLER ; ISBN:0-13-296872-X
2. Wikipedia, the free encyclopedia ; <https://en.wikipedia.org/wiki/>
3. P. Depreux, G. Bethegnies, and A. Marcincal-Lefebvre, J. Chem. Ed., 65,  
553(1998).

## 實驗十四 二苯醌(Benzil)的製備

### 一、實驗紀錄：

1. 圓底燒瓶空重：\_\_\_\_\_g。
2. 安息香：\_\_\_\_\_g。
3. 濃硝酸：\_\_\_\_\_g。
4. 濾紙重：\_\_\_\_\_g。
5. 濾紙+錶玻璃重：\_\_\_\_\_g。
6. 濾紙+錶玻璃重+產物重：\_\_\_\_\_g。
7. 產物重：\_\_\_\_\_g。
8. 產物外觀及顏色：\_\_\_\_\_。
9. 熔點：\_\_\_\_\_

★產率計算(須列計算過程)：