

# 苏州大学实验报告

院、系 材化部 年级专业 08高分子 姓名 邱翔 学号 0809408041  
课程名称 有机化学实验 成绩 \_\_\_\_\_  
指导教师 \_\_\_\_\_ 同组实验者 \_\_\_\_\_ 实验日期 2010. 11. 25

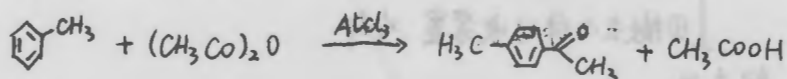
## 实验名称 对甲基苯乙酮的制备

### 一. 实验目的.

1. 掌握实验室制备对甲基苯乙酮的原理和方法.
2. 了解无水条件下的搅拌、滴加及带有尾气吸收装置, 减压蒸馏的操作技术.

### 二. 实验原理.

傅克酰基化反应是制备芳基酮类化合物的重要方法, 反应中常用三氯化铝为催化剂



### 三. 仪器与药品

1. 仪器: 带干燥管以及HCl尾气吸收的回流装置, 标准磨口玻璃仪器、加热套、搅拌器、简单蒸馏装置、减压蒸馏装置.
2. 药品: 无水甲苯、醋酸酐、无水三氯化铝、浓盐酸、5% NaOH、无水  $\text{CaCl}_2$

### 四. 实验步骤

#### 1. 实验装置图

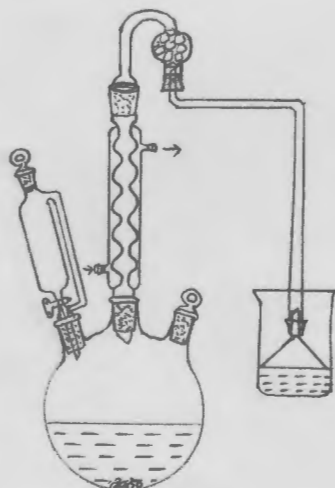


图1 反应装置

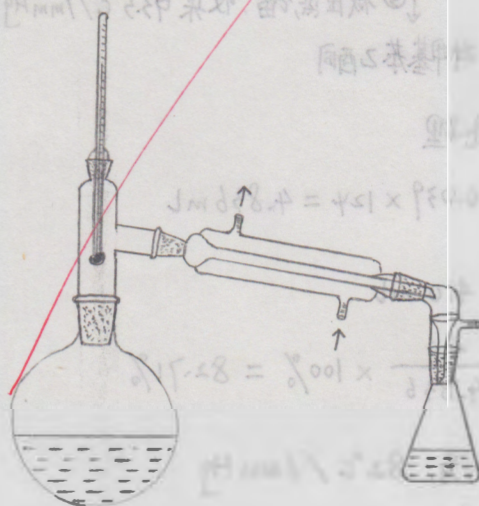


图2 蒸馏装置

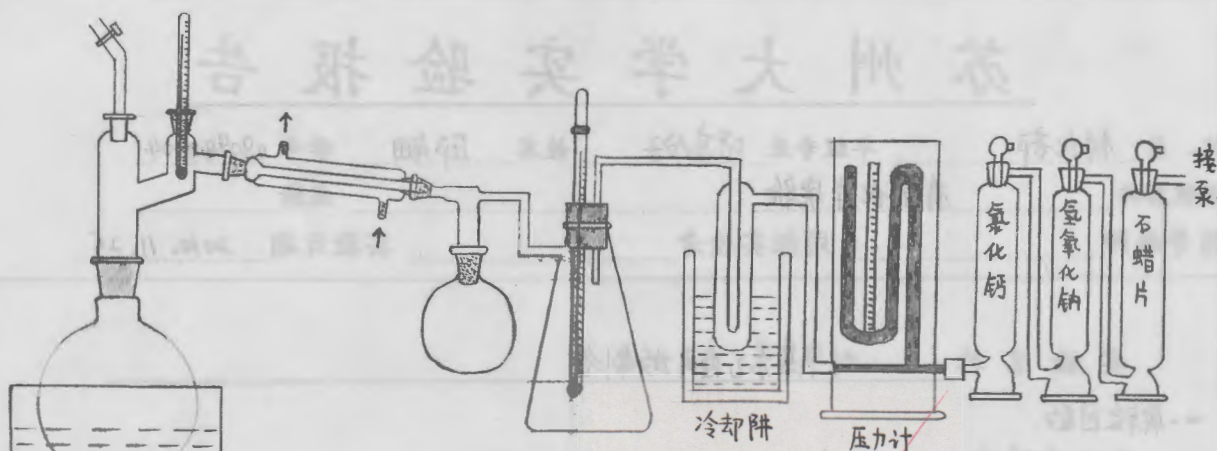


图3. 减压蒸馏装置

## 2. 实验流程图

13g 无水  $\text{AlCl}_3$  + 20ml 甲苯

- ① 慢慢滴加滴液漏斗中的 3ml 醋酐与 5ml 甲苯混合溶液, 20min 隔旋
- ②  $90 \sim 95^\circ\text{C}$  水浴加热, 约 30min
- ③ 撤去气体吸收装置, 冷却

粗产物

- ① 将反应液倒入 30ml 浓盐酸与 30ml 冰水的混合液
- ② 水层用 10ml 甲苯萃取 2 次, 合并有机层
- ③ 有机层依次用水, 5%  $\text{NaOH}$ , 水各 15ml 洗涤.

有机层

- ① 无水  $\text{MgSO}_4$  干燥
- ② 常压小火蒸, 出甲苯
- ③ 减压蒸馏, 收集  $73.5^\circ\text{C}/7\text{mmHg}$  的馏分

对甲基苯乙酮

水层

## 五. 实验数据处理

$$V_{\text{理论}} = 0.039 \times 124 = 4.836 \text{ ml}$$

$$V_{\text{实际}} = 4.0 \text{ ml}$$

$$\text{产率} = \frac{4.0}{4.836} \times 100\% = 82.71\%$$

产物沸点, 为  $82^\circ\text{C}/6\text{mmHg}$

# 苏州大学实验报告

院、系 材化部 年级专业 08高分子 姓名 邱翔 学号 0809408041  
课程名称 有机化学实验 成绩  
指导教师 葛健峰 同组实验者 实验日期 2010.11.25

实验名称 对甲基苯乙酮的制备

## 六. 思考题

1. 反应体系为什么要处于干燥的环境? 为此你在实验中采取了哪些措施?

答: 反应所用  $AlCl_3$  吸水会影响催化效率。措施: 预先干燥处理所用试剂, 烘干仪器, 快速取用  $AlCl_3$ , 冷凝管上口装干燥管。

2. 在傅克烷基化和酰基化反应中三氯化铝的用量有什么不同? 为什么?

答: 由于芳香酮与三氯化铝可形成配合物, 与烷基化相比, 酰基化反应的催化剂量要大得多。对烷基化反应,  $AlCl_3/RX$  (摩尔比) = 0.1, 酰基化反应  $AlCl_3/R_2CO = 1.1$ , 由于芳烃与羧酐反应产生的有机酸会与  $AlCl_3$  反应, 所以  $AlCl_3/Ac_2O = 2.2$

3. 在怎样的情况下才用减压蒸馏?

答: 沸点高的物质以及在普通蒸馏时还没达到沸点, 温度就已分解, 氧化或聚合的物质才用减压蒸馏。

4. 使用油泵减压时, 有哪些吸收和保护装置? 其作用分别是什么?

答: 油泵的结构较精密, 工作条件要求较严, 蒸馏时如有挥发性的有机溶剂、水、酸蒸气都会损坏泵和改变真空度。所以要有吸收和保护装置。

主要有: ① 冷阱, 使低沸点 (易挥发) 物质冷凝下来不致进入真空泵

② 无水  $CaCl_2$  干燥塔: 吸收水汽

③ 粒状  $NaOH$  塔: 吸收酸性气体

④ 切片石蜡: 吸收烃类物质

5. 在进行减压蒸馏时, 为什么必须用热浴加热, 而不能用直接火加热? 为什么进行减压蒸馏时须先抽气才能加热?



答: 用热浴的好处是加热均匀, 可防止暴沸, 如果直接用火加热的话, 情况正好相反。

因为系统内充满空气, 加热后部分溶液气化, 再抽气时, 大量气体来不及冷凝和吸收, 会直接进入真空泵, 污染泵油, 损坏泵体以致于改变真空度。如先抽气再加热, 可以避免或减少之。

6. 当减压蒸馏完所要的化合物后, 应如何停止减压蒸馏? 为什么?

答: 蒸馏完毕移去热源, 慢慢旋开螺旋夹, 并慢慢打开二通活塞, (这样可以防止倒吸), 平衡内外压力, 使测压计的水银柱慢慢地回复原状, (若放开得太快, 水银柱很快上升, 有冲破压力计的可能) 然后关闭油泵和冷却水。

7. 反应完成后加入浓盐酸与水水混合液的作用何在?

答: 溶解铝与铝盐, 便于分层。

8. 下列试剂在无水三氯化铝存在下相互作用, 应得到什么产物?

① 苯和 1-氯丙烷 ② 苯和丙酸酐 ③ 甲苯和邻苯二甲酸酐  
④ 过量苯和 1,2-二氯乙烷

答: ① c1ccccc1CC(C)C ② c1ccccc1C(=O)CCC(=O)c2ccccc2 ③ Cc1ccccc1C(=O)c2ccccc2C(=O)c3ccccc3 ④ c1ccccc1CCc2ccccc2

101212  
7  
2