

# 苏州大学实验报告

院、系 材化部 年级专业 08高分子 姓名 邱翎 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 2010.11.11

## 实验名称 三苯甲醇的制备

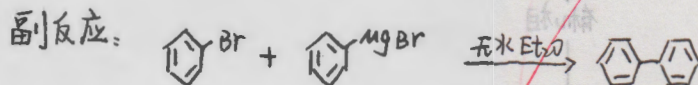
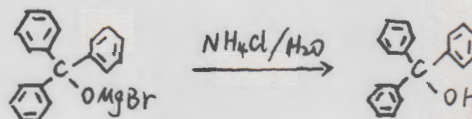
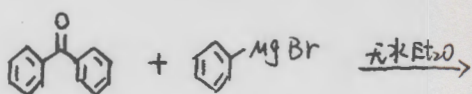
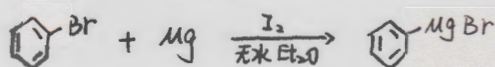
### 一. 实验目的

1. 了解格氏试剂的制备、应用和进行格氏反应的条件。
2. 掌握搅拌、回流、重结晶、萃取等基本实验技能低沸点、易燃液体的蒸馏技术和要领。

### 二. 实验原理

格氏试剂是有机合成中应用最广泛的金属有机试剂。其化学性质十分活泼，可以与醛、酮、酯、酸酐、酰卤、腈等多种化合物发生亲核加成反应，常用于制备醇、醛、酮、羧酸及各种烃类。

三苯甲醇是一种带有相同基团的第三醇，可以通过苯基溴化镁格氏试剂和二苯酮或苯甲酸乙酯反应制备得到，本实验采用二苯酮和苯基溴化镁的反应制备。



### 三. 仪器与药品

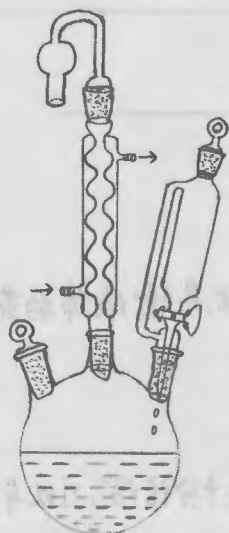
1. 仪器 100ml 三颈圆底烧瓶, 恒压漏斗, 回流冷凝管, 干燥管, 圆底烧瓶, 蒸馏头, 直型冷凝管, 尾接管, 锥形瓶, 温度计, 分液漏斗, 抽滤装置  
磁力搅拌器, 搅拌子, 量筒, 电吹风

## 2. 药品

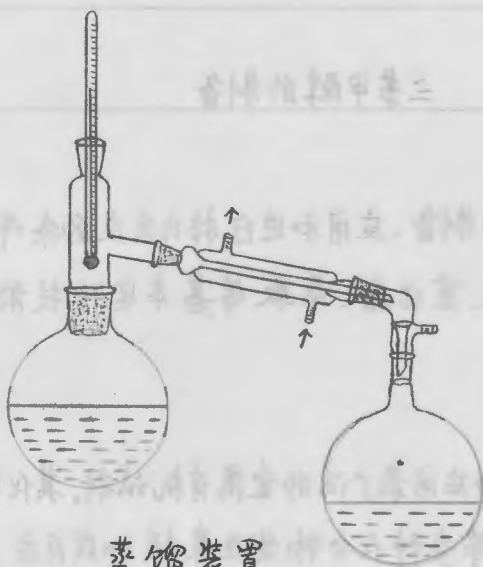
溴苯、镁条、碘、二苯酮、苯甲酸乙酯、乙醚、乙醇、石油醚、氯化铵

## 四. 实验步骤

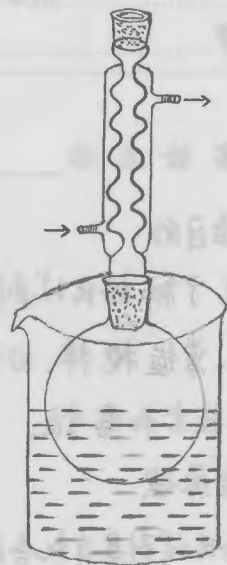
### 1. 实验装置图



反应装置

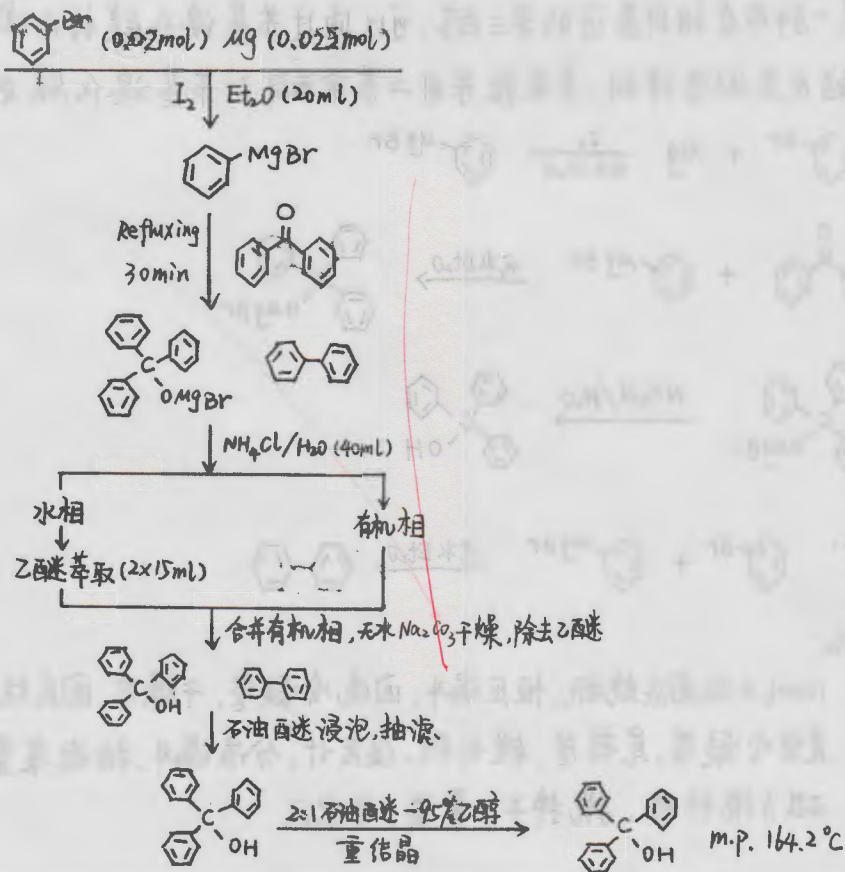


蒸馏装置



重结晶装置

### 2. 实验流程图



# 苏州大学实验报告

院、系 化化部 年级专业 08高分子 姓名 邱钰 学号 0809408041  
课程名称 有机化学实验 成绩 三  
指导教师 同组实验者 实验日期 2010.11.11

实验名称

三苯甲醇的制备

## 五. 实验结果

粗产品: 1.56g ; 取1g粗产品重结晶后得精产品 0.50g ;

计算得总精产品为 0.78g ; 产率:  $\frac{0.78}{4.74} = 16.46\%$

粗产品所得量过少原因分析: 萃取时不小心洒在桌子上一大半.

## 六. 思考题

1. 本实验的成败关键何在? 实验中采取了哪些措施?

答: 本实验的成败关键是, 整个反应体系和所使用试剂都要求无水. 如果在反应过程中有水引入, Grignard 试剂将难于制得, 或者所制得的 Grignard 试剂质量较差, 会直接导致产物产率低. 为使反应能顺利进行, 所使用的仪器都必须彻底烘干, 反应体系要装上干燥管; 所使用的药品均要进行无水处理.

2. 本实验中溴苯滴加太快或者一次加入, 有何影响?

答: 本实验中溴苯滴加太快或者一次加入, 会导致反应剧烈, 不易控制, 可能会使反应液冲出, 导致反应失败; 同时会有大量副产物生成, 使产物产率低, 产物难于提纯.

3. 以95%乙醇和石油醚进行混合溶剂重结晶时, 如何操作才是正确的?

答: 重结晶时先加入适量的95%乙醇, 加热回流使三苯甲醇粗产品溶解, 慢慢加入热的石油醚(90~120℃)至刚好出现混沌, 加热混沌不消失时, 再小心滴加95%乙醇直至溶液刚好变清, 放置结晶. 如果已知两种溶剂的比例, 也可事先配好混合溶剂, 按照单一溶剂重结晶的方法进行.

4. 是否可以直接用稀盐酸淬灭格氏反应?

答: 不可以. 应使用  $\text{NH}_4\text{Cl}$  的饱和溶液进行淬灭反应, 若仍有絮状  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  和金属镁, 则可加入少许稀盐酸.



5. 两种制备方法有什么区别?

答: ① 二苯甲酮与苯基溴化镁制备三苯甲醇, 直接使用二苯甲酮, 制备反应需两套实验装置(玻璃仪器)

② 苯甲酸乙酯与苯基溴化镁制备三苯甲醇, 利用苯甲酸乙酯与格氏试剂制得二苯甲酮, 再与苯基溴化镁反应制得三苯甲醇。反应需三套实验装置, 比第一种多了水蒸气蒸馏。