# 苯乙酮的制备

来源：网络 作者：前尘往事 更新时间：2024-07-26

*苯乙酮的制备（6学时）【实验目的】学习利用Fridel-Crafts酰基化反应制备芳香酮的原理和方法【实验原理】1877年法国化学家付瑞德和美国化学家克拉夫茨发现了制备烷基苯和芳酮的反应，简称为付—克反应。制备烷基苯的反应叫付—克烷基化反应...*

苯乙酮的制备（6学时）

【实验目的】

学习利用Fridel-Crafts酰基化反应制备芳香酮的原理和方法

【实验原理】

1877年法国化学家付瑞德和美国化学家克拉夫茨发现了制备烷基苯和芳酮的反应，简称为付—克反应。制备烷基苯的反应叫付—克烷基化反应，制备芳酮的反应叫付—克酰基化反应。Friedel—Craffs

烷基化反应可合成乙苯

许多Lewis酸可作为Friedel—Craffs反应的催化剂：无水AlCl3、无水ZnCl2、FeCl3、SbCl3、SnCl4、BF3等，因为酸是一种非质子酸，在反应中是电子对的接受者，形成碳正离子，便于向苯环进攻。在烷基化反应中，AlCl3可以重复使用，所以烷基化反应的AlCl3用量只需催化剂用量。

由Friedel—Craffs酰基化反应制苯乙酮的原理：

反应历程：

从反应历程可看出：

1.酰基化反应：苯乙酮与当量的氯化铝形成络合物，副产物乙酸也与当量氯化铝形成盐，反应中一分子酸酐消耗两分子以上的氯化铝

2.反应中形成的苯乙酮/氯化铝络合物在无水介质中稳定，水解时，络合物被破坏，析出苯乙酮。氯化铝与苯乙酮形成络合物后，不再参与反应，因此，氯化铝的用量是在生成络合物后，剩余的作为催化剂

3.氯化铝可以与含羰基的物质形成络合物，所以原料乙酸酐也与氯化铝形成分子络合物；另外，氯化铝的用量多时，可使醋酸盐转变为乙酰氯，作为酰化试剂，参与反应：

4.苯用量是过量的，苯不但作为反应试剂，而且也作为溶剂，所以乙酸酐才是产率的基准试剂。

5.酰基化反应特点：产物纯、产量高（因酰基不发生异构化，也不发生多元取代）

【实验仪器及药品】

药品：乙酸酐

苯     硫酸镁

盐酸

氯化铝

氢氧化钠

仪器：圆底烧瓶

冷凝管

滴液漏斗

蒸馏装置

干燥管

搅拌装置

【主要反应试剂及产物的物理常数】

名称

分子质量

颜色晶型

mp

bp

D

溶解度

H2O

乙醇

乙醚

乙酸酐

Col,liq

-73

140

1.082

溶

sdh

∞

苯

无色液体

5.5

80.5

0.879

不溶

abs

∞

氯化铝

133.34

Wh

delqhex

194

181subl

2.44

10012.5

abs

s

苯乙酮

120.15

无色液体

20.5

202

1.0281

微溶

溶

溶

【实验装置图】

图8-1

无水滴加搅拌气体吸收反应装置

【实验步骤】

向装有10ml恒压滴液漏斗、机械搅拌装置和回流冷凝管（上端通过一氯化钙干燥管与氯化氢气体吸收装置相连）的100ml三颈烧瓶中迅速加入13g（0.097mol）粉状无水三氯化铝和16ml(约14g,0.18mol)无水苯。在搅拌下将4ml（约4.3g,0.04mol）乙酐自滴液漏斗慢慢滴加到三颈烧瓶中（先加几滴，待反应发生后再继续滴加），控制乙酐的滴加速度以使三颈烧瓶稍热为宜。加完后（约10min），待反应稍和缓后在沸水浴中搅拌回流，直到不再有氯化氢气体逸出为止。

将反应混合物冷到室温，在搅拌下倒入18ml浓盐酸和30g碎冰的烧杯中（在通风橱中进行），若仍有固体不溶物，可补加适量浓盐酸使之完全溶解。将混合物转入分液漏斗中，分出有机层（哪一层？），水层用苯萃取两次（每次8ml）。合并有机层，依次用15ml10%氢氧化钠、15ml水洗涤，再用无水硫酸镁干燥。

先在水浴上蒸馏回收苯，然后在石棉网上加热蒸去残留的苯，稍冷后改用空气冷凝管（为什么？）蒸馏收集195～202℃馏分，产量约为4.1g（产率85%）。

纯苯乙酮为无色透明油状液体，bp为202℃，mp为20.5℃，nD20

1.5372

【注意事项】

1.滴加苯乙酮和乙酐混合物的时间以10min为宜，滴的太快温度不易控制。

2.无水三氯化铝的质量是本实验成败的关键，以白色粉末打开盖冒大量的烟，无结块现象为好。若大部分变黄则表明已水解，不可用。

3.AlCl3

要研碎，速度要快。

4.加入稀HCl时，开始慢滴，后渐快；稀HCl（1：1，已配）用量约为140ml。

5.吸收装置：约20％氢氧化钠溶液，自配，200mL，特别注意防止倒吸。

6.苯以分析纯为佳，最好用钠丝干燥24小时以上再用。

7.粗产物中的少量水，在蒸馏时与苯以共沸物形式蒸出，其共沸点为69.4℃

【思考题】

1.Friedel—Craffs酰基化反应与Friedel—Craffs烷基化反应各有何特点？在两反应中，AlCl3和芳烃的用量有何不同？为什么？

答：Friedel—Craffs烷基化反应中，Lweis酸仅作催化剂。Friedel—Craffs酰基化反应中，无水AlCl3不仅做催化剂，还能与酰基苯中的羰基氧结合成盐。故为了反应顺利进行，需要多加一些Lewis酸，AlCl3。

2.反应完成后为什么要加入浓盐酸和冰水的混合物？

答：用酸处理是为了破坏酰基氧与AlCl3形成的络合物，析出产物苯乙酮，同时为了防止碱性铝盐产生沉淀析出，影响产品质量。

由于分解络合物的反应是放热的，故用冰水分解降温。

3.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过量苯+ClCH2CH2Cl；

1,2-二苯乙烷

②氯苯和丙酸酐；③甲苯和邻苯二甲酸酐；④溴苯和乙酸酐

4.为什么硝基苯可作为反应的溶剂？芳环上有OH、NH2等基团存在时对反应不利，甚至不发生反应，为什么？

5.在苯乙酮的制备中，水和潮气对本实验有何影响？在仪器装置和操作中应注意哪些事项？

答：破坏试剂影响产率，导致失败因三个试剂都属无水。应采取措施：⑴药品仪器均需干燥。⑵回流冷凝管上装一个干燥管。⑶整个装置密合不漏气。

【实验要求】

计算产率，上交实验报告

本DOCX文档由 www.zciku.com/中词库网 生成，海量范文文档任你选，，为你的工作锦上添花,祝你一臂之力！