

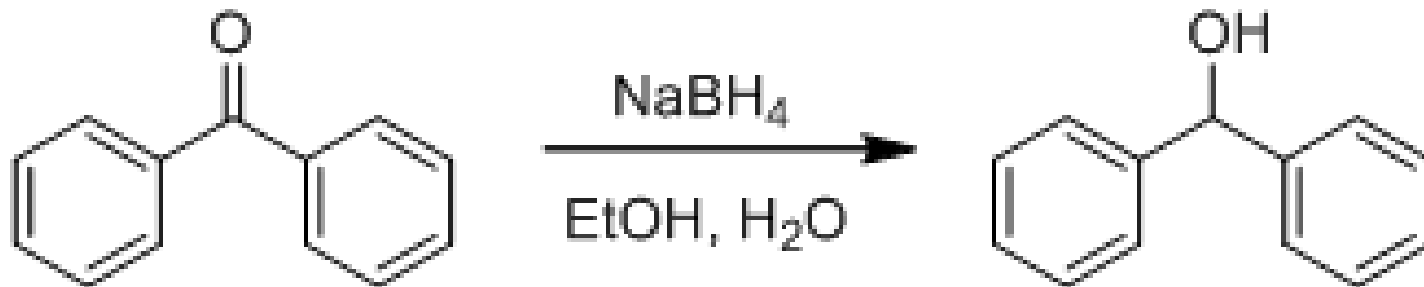
二苯甲醇的制备

一、实验目的

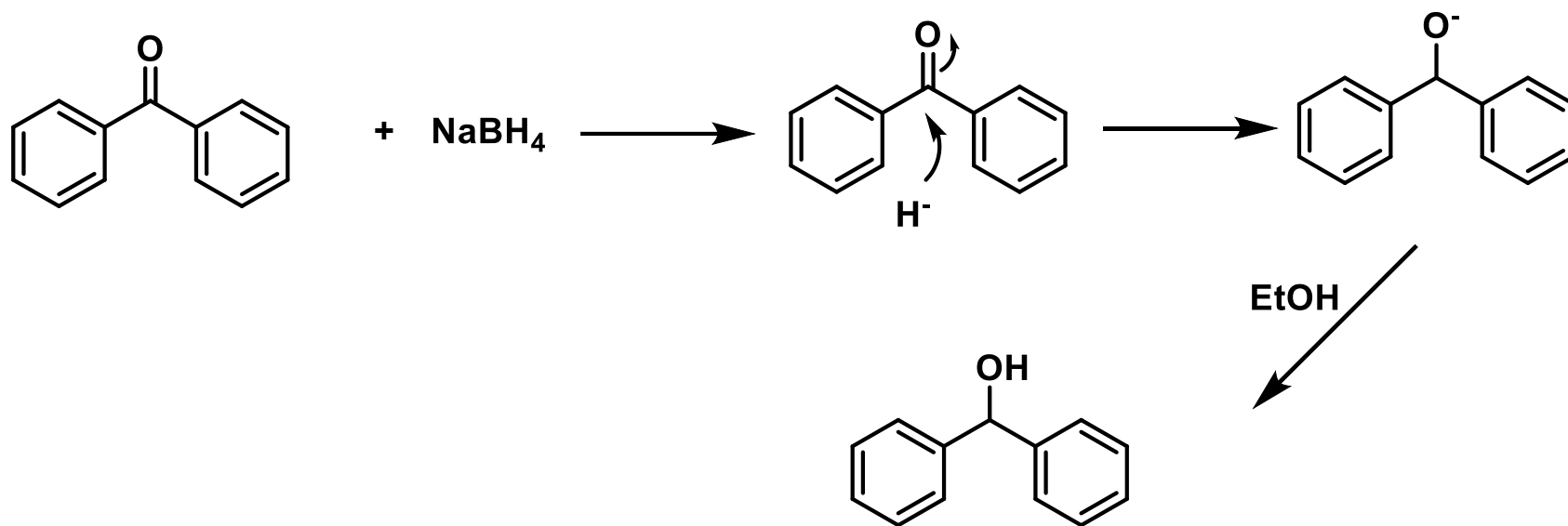
- **学习和掌握硼氢化钠还原醛酮制备醇的原理与基本操作。**
- **掌握回流，抽滤和TLC检测的基本操作。**

二、实验原理

- 二苯甲醇可以通过还原二苯甲酮制备。
- 在碱性醇溶液中用锌粉还原是制备二苯甲醇常用的方法。
- 硼氢化钠 (NaBH_4) 还原是实验室制备的较好方法，反应可以在醇、含水醇溶剂中使用，操作简便，使用安全。
- 氢化铝锂 (LiAlH_4) 也是常见的氢负离子还原剂，还原性较 NaBH_4 强，不仅可以还原醛酮制备醇，还可以还原酯和羧酸，反应须在无水条件下进行。



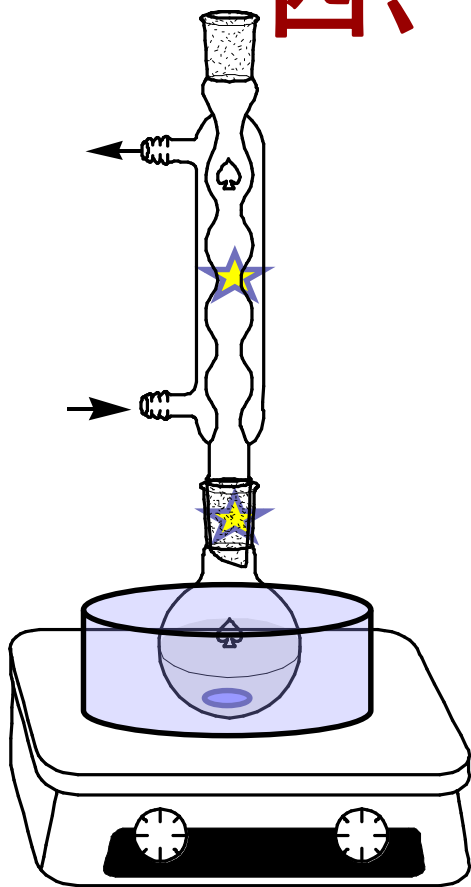
二、实验原理



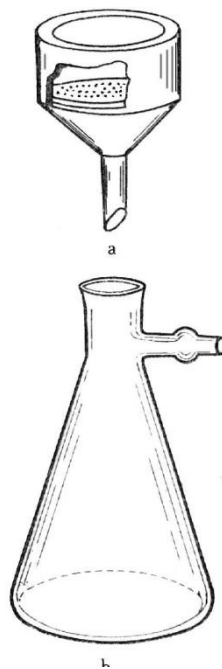
三、实验试剂

试剂	分子量	质量/体积	摩尔数	摩尔比	密度
二苯甲酮	182.22	3.0g	16.5 mmol	2.2	1.11 g/cm ³
硼氢化钠	37.83	0.3 g	8.0 mmol	1.0	1.074 g/cm ³
95%乙醇			17mL		
水			17mL		
10%盐酸			大约3mL		
重结晶（石油醚） 或 柱层析			3-5mL 石油醚：乙酸乙酯=20：1		

四、实验仪器及装置



回流装置

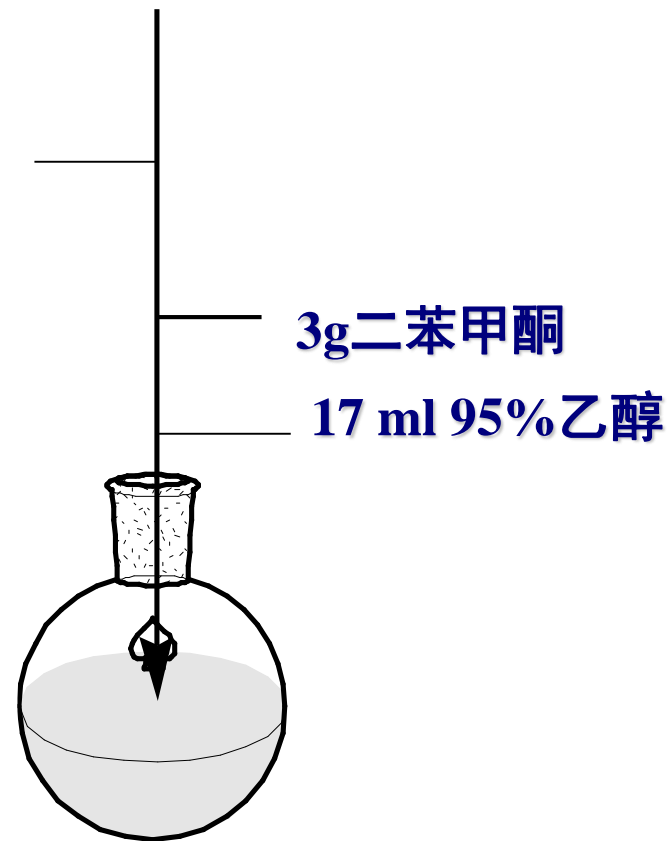


抽滤装置

五、实验步骤

1、加料

1. 在50 mL圆底烧瓶中加入17 ml 95%乙醇和3g二苯甲酮，0.3g硼氢化钠搅拌使之溶解。
2. 冷至室温后，在搅拌下分批加入0.3 g 硼氢化钠，控制反应温度不超过40 °C（过热时可冰浴冷却）。

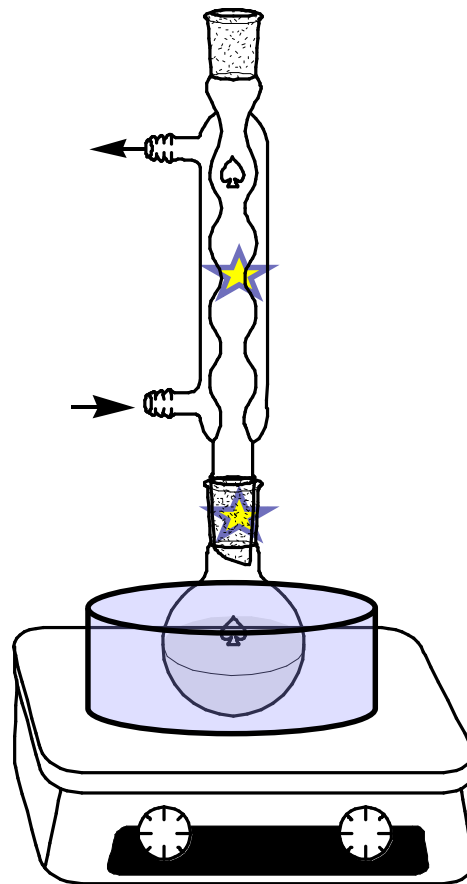


注意投料顺序！！！！

2、加热回流

加毕在室温下继续搅拌5分钟，然后加热回流20分钟，反应期间用TLC检测反应进程。

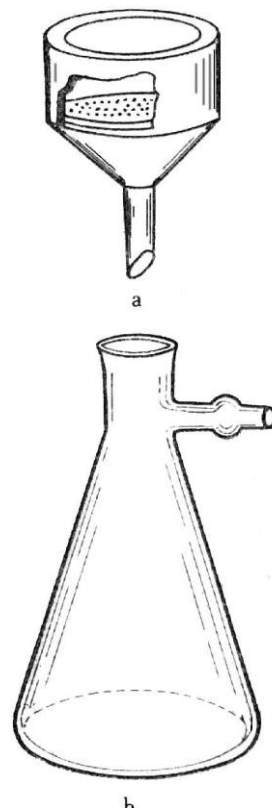
(控制水浴温度：蒸汽不超过冷凝管第二个球，回滴速度1秒1-2滴)



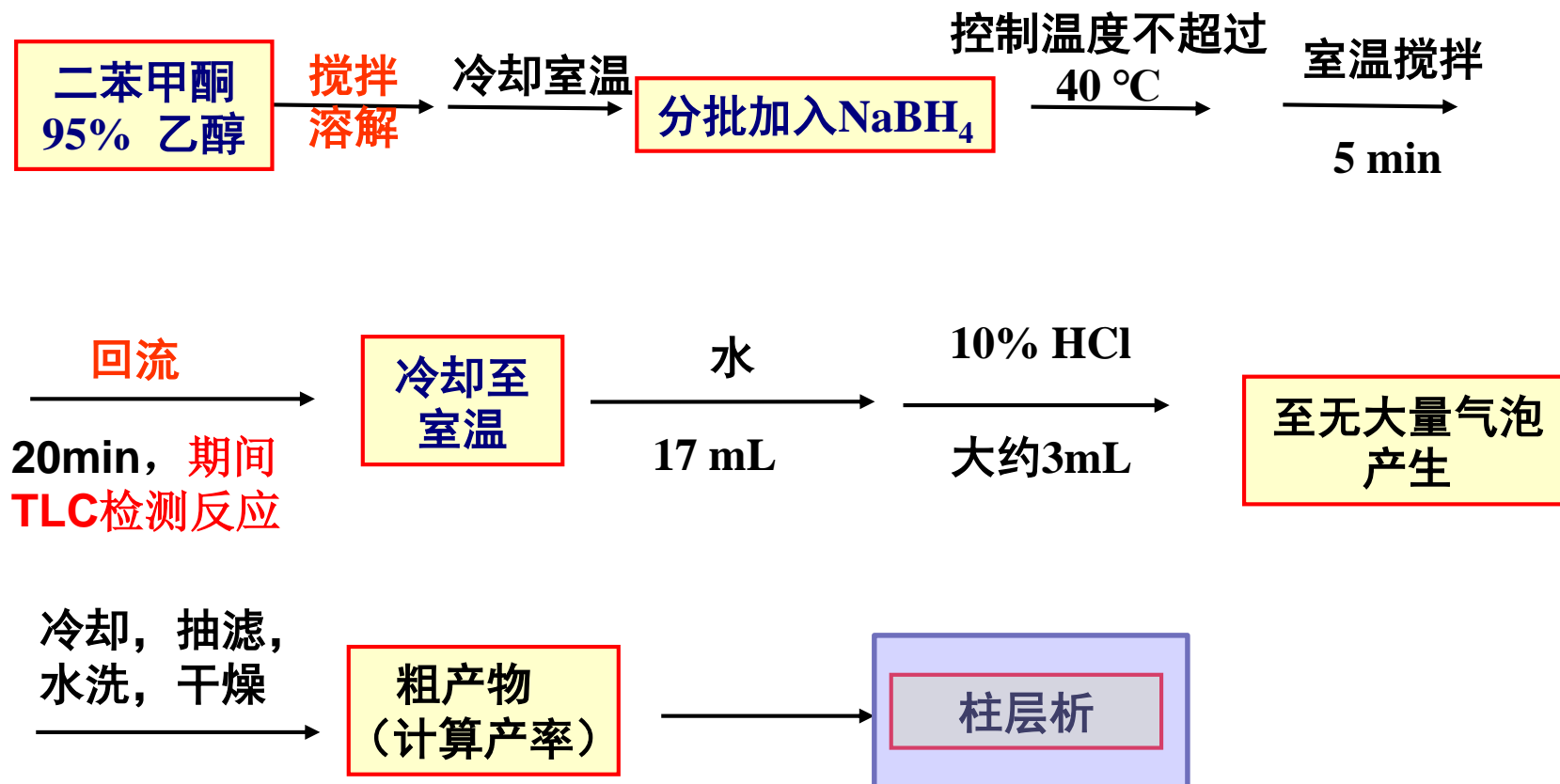
3、后处理

•冷却至室温后，加入17 mL水，再逐滴加入10%盐酸大约3 mL，至无大量气泡产生。

•冰浴冷却，抽滤，水洗，自然干燥，得粗产品，计算产率。



实验流程



六、注意事项

1. 硼氢化钠易吸潮，具腐蚀性。称量操作应快速，注意勿触及皮肤。
2. 滴加盐酸时不宜速度过快
3. 严格按照规定的顺序投料；投料后，一定要混合均匀。

注意事项

4. 反应时，保持回流平稳进行（微沸）。

5. 废液**禁止**倒入下水道！

思考题

- 硼氢化钠和氢化铝锂的还原反应特点有何区别？对溶剂的要求有何不同？
- 为什么加入盐酸会产生大量气体？

教材及课件

药物化学实验指导（复旦 大学出版社）
复旦化学系 教材



每次的实验课件等相关课程信息可在实验中心的网页上下载。实验中心网页可通过“药学院首页-学科建设-实验教学”进入，也可直接输入<http://etcps.fudan.edu.cn/>进入。17级同学们的信息即将输入使他们成为学生会会员，默认密码为每个人的学号，可以请大家登陆后尽快修改密码，同学们有什么意见、建议和感想也可通过登录中心网页发表。