

# 实验十一 二苯基乙二酮的制备

## 一、实验目的：

1. 学习安息香氧化制备  $\alpha$ -二酮的原理与方法。
2. 掌握薄层色谱的原理，薄层板的制作。
3. 学习薄层色谱法跟踪反应进程。

## 二、实验原理：

### (一) 薄层色谱的有关知识

薄层色谱法是以薄层板作为载体，让样品溶液在薄层板上展开而达到分离的目的，故也称为薄层层析。它是快速分离和定性分析少量物质的一种广泛使用的实验技术，可用于精制样品、化合物鉴定、跟踪反应进程和柱色谱的先导（即为柱色谱摸索最佳条件）等方面。

#### 1. 薄层色谱常用的吸附剂

硅胶和氧化铝是薄层层析常用的固相吸附剂。化合物极性越大，它在硅胶和氧化铝上的吸附力越强，所以吸附剂均制成活性精细粉末。活化通常是加热粉末以脱去水分。硅胶是酸性的，用来分离酸性或中性的化合物。氧化铝有酸性、中性和碱性的，可用于分离极性或非极性的化合物。商用的硅胶和氧化铝薄层板可以买到，这些薄板常用玻璃或塑料制成。溶剂在薄层板上爬升的距离越长，化合物的分离效果越好。宽的薄层板也可用于量较大的样品，具有 1~2 mm 厚的大板可用于 50~1000 mg 样品的分离制备。

#### 2. 样品的制备与点样

样品必须溶解在挥发性的有机溶剂中，浓度最好是 1~2 %。溶剂应具有高的挥发性以便于立即蒸发。丙酮、二氯甲烷和氯仿等是常用的有机溶剂。分析固体样品时，可将 20~40mg 样品溶到 2mL 的溶剂中。在距薄层板底端约 1cm 处，用铅笔划一条线，作为起点线。用毛细管（内径小于 1mm）吸取样品溶液，垂直地轻轻接触到薄层板的起点线上。样品量不能太多，否则易造成斑点过大，互相交叉或拖尾，不能得到很好的分离效果。

#### 3. 展开

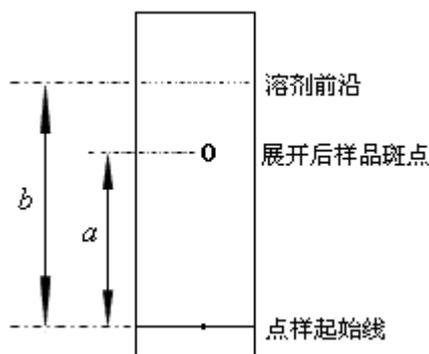
将选择好的展开剂放在层析缸中，使层析缸内空气饱和，再将点好样品的薄层板放入层析缸中进行展开。使用足够的展开剂以使薄层板底部浸入溶剂 3~5 mm，但溶剂不能太多，否则样点在液面以下，溶解到溶剂中，不能进行层析。当展开剂上升到薄层板的前沿（离顶端 5~10mm 处）或各组分已明显分开时，取出薄层板放平晾干，用铅笔划出前沿的位置后即可显色。根据  $R_f$  值的不同对各组分进行鉴别。

#### 4. 显色

展开完毕，取出薄层板，划出前沿线，如果化合物本身有颜色，就可直接观察它的斑点。但是很多有机物本身无色，可先在紫外灯下观察有无荧光斑点。另外一种方法是将薄层板除去溶剂后，放在含有 0.5g 碘的密闭容器中显色来检查色点，许多化合物都能和碘形成黄棕色斑点。也可在溶剂蒸发前用显色剂喷雾显色。

## 5. $R_f$ (比移值) 的测定

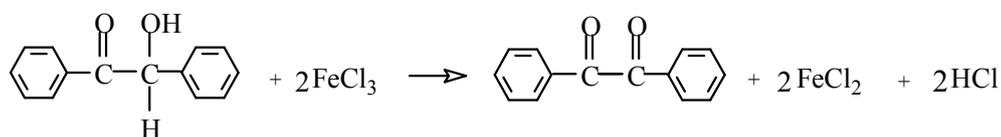
$R_f$  (比移值) 表示物质移动的相对距离, 即展开后样品点到原点的距离和溶剂前沿到原点的距离之比, 常用分数表示。 $R_f$  值与化合物的结构、薄层板上的吸附剂、展开剂、显色方法和温度等因素有关。但在上述条件固定的情况下,  $R_f$  值对每一种化合物来说是一个特定的数值。当两个化合物具有相同的  $R_f$  值时, 在未做进一步的分析之前不能确定它们是不是同一个化合物。在这种情况下, 简单的方法是使用不同的溶剂或混合溶剂来作进一步的检验。



$$R_f = \frac{\text{溶质移动距离}}{\text{展开剂移动距离}} = \frac{a}{b}$$

式中:  $a$  为溶质由点样中心到展开后溶质最高浓度中心的距离;  $b$  为由点样中心到展开剂前沿的距离。

### (二) 制备二苯基乙二酮的反应式



## 三、实验步骤:

### (一) 薄层板的制作及活化: 每人制两块硅胶板。

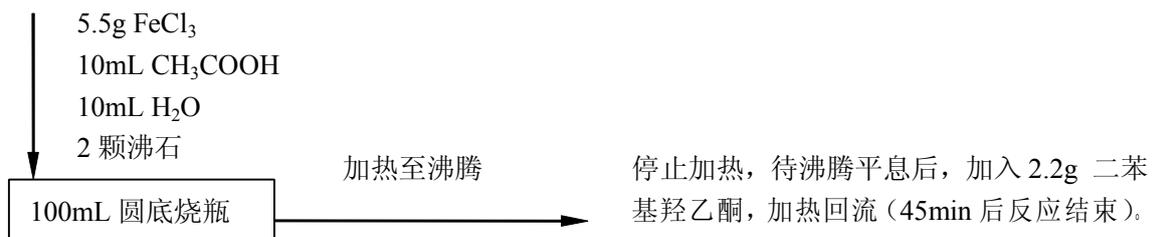
1. 选用 2.5×7.5 (cm) 规格的玻璃板两块, 用肥皂水洗净, 用蒸馏水淋洗两次后烘干, 用时再用酒精棉球擦除手印至对光平放无斑痕。

2. 称取 2g 硅胶 GF<sub>254</sub>, 边搅拌边慢慢加入到盛有 4~5mL 0.3% CMC 清液的烧杯中, 调成糊状, 平铺在玻片上。

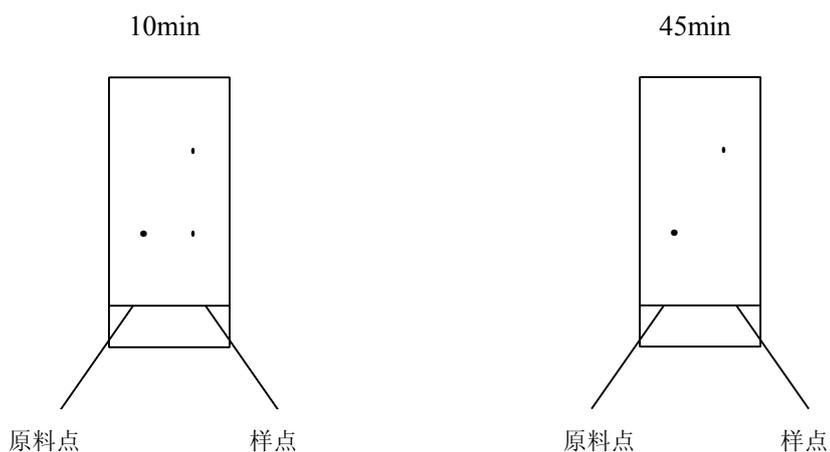
3. 晾干后放入 105~110℃ 烘箱内烘 30 分钟 (活化)。

### (二) 二苯基乙二酮的制备

#### 1. 反应:



采用薄层色谱跟踪反应进程（展开剂：二氯甲烷）：



反应结束后，在反应瓶中加入 50mL 水，加热至沸腾，冷却，即有黄色固体析出（注意：一定要冷却充分，以减少损失）。过滤，得到粗产物。

## 2. 提纯：

用 70%乙醇 40mL 重结晶（活性炭脱色），得到淡黄色针状晶体。