



基础化学实验 II 环己酮的制备

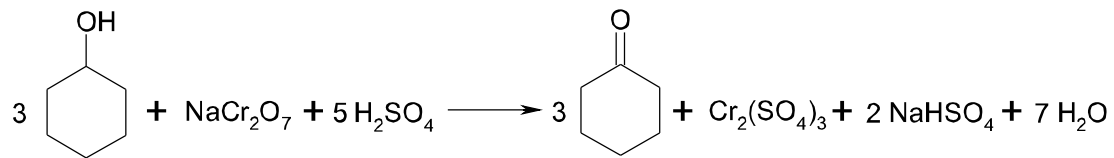
山东科技大学 王 鹏

环己酮的制备

一、实验目的：

- 学习用重铬酸盐氧化法制备环己酮的原理和方法；
- 掌握简易水蒸气蒸馏分离提纯液体有机物的操作。

二、实验原理



- 仲醇氧化是制备脂肪酮常用的方法，铬酸是常用的氧化剂；
- 本制备实验的关键在于反应温度的控制。



提问

能否采用高锰酸钾代替重铬酸盐？为什么？



环己酮的制备

三、操作步骤

■1、氧化反应：

在带有温度计的三口烧瓶中加入60 mL水，慢慢加入10 mL浓硫酸，充分混合后搅拌下加入10 g环己醇，并将之冷却至30℃以下。

10.5 g重铬酸钠溶于盛有16 mL水的烧杯中，将此溶液分批加入圆底烧瓶中，并充分振摇使之混合均匀。控制瓶内温度在55~60℃之间，待前一批重铬酸盐的橙色消失后再加入下一批，直到温度开始下降时为止，最后加入0.5g草酸消除橙色。

注意：

□硫酸加入时要小心操作，切勿加反顺序！

□加入重铬酸钠时要缓慢，耐心等待变色后再加下一批。

环己酮的制备



■ 2、粗品的精制:

在反应瓶中加入**50 mL水**，改为蒸馏装置将水和环己酮蒸出，至馏出液澄清后再多蒸**5 mL**，将馏出液用**10 g食盐**饱和后用分液漏斗分出有机层。水层用**15 mL乙醚提取**两次，合并有机层和乙醚提取液，用无水碳酸钾干燥。

过滤，分段蒸馏，收集**151 ~ 156℃**的馏分。称量产品质量并计算产率。

注意:

- 加水蒸馏时，水的馏出量不宜过多，否则使用盐析也无法避免环己酮的溶解损失；
- 最终产品的蒸馏中，应首先在水浴上蒸出乙醚，待乙醚蒸完后再换用电热套和空气冷凝管继续蒸馏，切勿直火加热。

环己酮的制备



四、注意事项

- 加水蒸馏时，水的馏出量**不宜过多**，否则虽然使用盐析仍难以避免环己酮的损失；
- 最终产品的蒸馏提纯中，应首先在**水浴上蒸出乙醚**，待乙醚蒸完后再换用电热套和空气冷凝管继续蒸馏，切勿直火加热；
- 注意记录实验现象。

五、思考

- 为什么要加入草酸除去多余的氧化剂？
- 反应温度过高或过低有什么不好？
- 如何用红外光谱鉴别环己醇和环己酮？