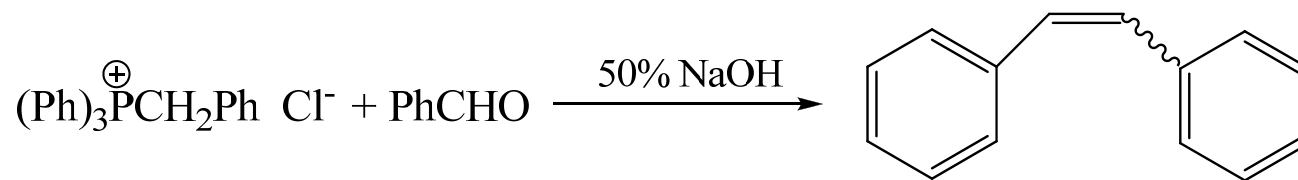
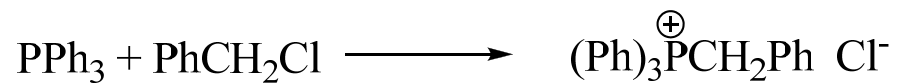


# Wittig反应

顺、反-1,2-二苯乙烯的制备

# 反应式



# 苄基三苯基氯化磷的制备

- 配有回流冷凝管的50ml圆底烧瓶中依次加入4g三苯基磷和25ml氯仿，待三苯基磷完全溶解后再加入2g氯化苄，混匀后加热回流反应3小时。
- 反应完毕，蒸除氯仿，再向反应瓶中加入二甲苯，当充分混匀后，抽滤，并以少量二甲苯洗涤结晶
- 抽净溶剂后，于110°C下干燥1小时，可得5g无色结晶状磷盐（mp310-312°C），贮存于干燥器中备用

# 顺、反-1,2-二苯乙烯的制备

- 反应操作
- 将2.06g (20mmol) 苯甲醛, 7.86 g (20mmol) 苄基三苯基氯化磷及10ml二氯甲烷置于已具有搅拌、滴液漏斗及回流冷凝管的50ml三口瓶中
- 在剧烈搅拌下将10ml 50% NaOH溶液缓慢滴入反应液中, 使其保持微沸。
- 滴加完毕, 继续搅拌反应10-15分钟

# 顺、反-1,2-二苯乙烯的制备

后处理与纯化:

- 分出有机层，用水洗涤，再用无水硫酸镁干燥。
- 滤除干燥剂后，将15ml无水乙醇加到已干燥的有机反应液中，以冰浴冷却之，此时则析出无色晶体——反-1,2-二苯乙烯
- 抽滤，自然干燥后约重1.2g（产率33%，mp123-124°C）。
- 上述操作后的母液蒸除溶剂后，减压蒸馏，收集沸程为60-62°C/0.1mmHg的顺-1,2-二苯乙烯馏分，重约1.7g（产率33%， $n_D^{20} 1.6215$ ）