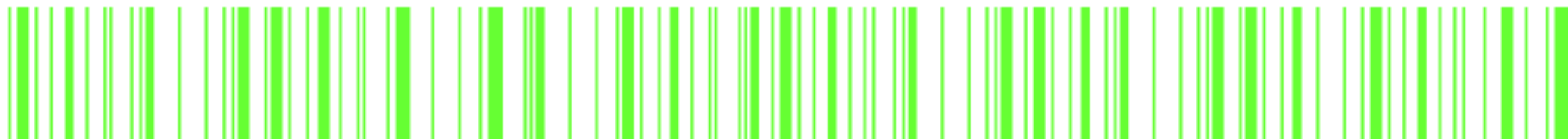




Synthetic Chemical Experiment

合成化学实验

复旦大学化学教学实验中心



合成化学实验

- 合成化学实验要求及实验安全知识
- **1-溴丁烷的合成**
- 苯甲酸丁酯的合成
- 双甘氨酸合铜（II）一水合物顺、反异构体的合成
- 乙酰丙酮锰的合成及其性质分析
- 从茶叶中提取咖啡因
- **Cannizzaro反应——苯甲酸和苯甲醇的合成**
- **Aldol 缩合反应：1-(4-甲苯基)-3-苯基-丙-2-烯-1-酮的合成**
- **Friedel-Crafts反应：对甲苯乙酮的合成**
- **Grignard 反应：1-苯基环戊醇的合成**
- **Sandmeyer反应：对氯甲苯的合成**
- **Claisen 酯缩合反应：乙酰乙酸乙酯的合成**
- 二芳基醚的合成——芳环上的亲核取代反应
- 辅酶催化合成安息香及其系列反应
- 麻醉药物苯佐卡因的合成

合成化学实验要求 及实验安全知识

学生守则

1. 准时进实验室，不迟到。
2. 实验时穿白大衣，戴防护镜。不穿短袖和短裤，不穿凉鞋。长发扎在背后。
3. 保持实验室安静，不大声喧哗。
4. 保持实验室环境整洁。
5. 保持实验室清洁卫生。
6. 爱护公物。
7. 养成良好的实验习惯。

实验室卫生

- 保持实验台、仪器及周围地面整洁。
- 实验废弃物分类收集在指定的废物缸内，不应随便丢入水槽。
- 不将杂物丢入下水管道。
- 保持公用部位的整洁。称量时要避免试剂沾污天平和台面，一旦沾污立即擦干净。
- 实验结束时，做好台面和公用部位的清洁整理工作。
- 学生轮流做值日，包括：清洁水槽、拖地板、清倒废物，整理清洁公用部位，检查水、电、煤气是否关妥。

合成化学实验要求

1. 实验预习

实验目的、实验内容、反应式、试剂物理常数及用量、实验步骤（要求实验时不看实验教材）

2. 实验操作

要求操作正确、规范。合理安排实验，有连贯性。

3. 实验记录及报告

如实记录实验过程及现象。认真及时完成实验报告。

实验报告应包括以下内容：

- 摘要
- 关键词
- 引言（实验原理、反应式、操作原理等）
- 实验部分（包括操作及现象，应反映实验的实际情况）
- 实验结果及讨论（包括产率、产物的性状，熔点、沸点等）
- 参考文献

实验评分与考核

实验成绩的依据

- 预习情况
- 操作及结果
- 实验记录和实验报告
- 实验作风及习惯
- 期末实验考核成绩

有机化学实验室常见事故的预防

1. 着火和爆炸

有机物大多易燃易爆

乙醚：沸点 35°C ；闪燃点 -45°C ；

爆炸极限 $1.9-36.8\%$

预防

- 在通风柜中进行实验
- 有机物远离火源、易燃物附近不能有明火
- 用小口带塞瓶盛放液体有机物，以防挥发
- 回收溶剂不乱倒，应倒入指定回收瓶中
- 规范实验操作（加热、加沸石、不密闭）

处理

- 小火：少量溶剂燃烧可任其烧完，或用湿布覆盖。
- 大火：用灭火器。不可用水浇。

喷淋器



2. 中毒

许多有机物有毒

预防

- 在通风柜中进行实验
- 存放在密闭容器内，以防挥发
- 实验残渣和回收溶剂倒入指定回收瓶中
- 规范实验操作，不用手直接接触药品、试剂及实验所得产物
- 实验后洗净双手。不在实验室中吃食物

3. 烫伤和割伤

烫伤：涂蓝油烃（预备室备有）

割伤：冲洗、包扎。重者去医院。

4. 化学试剂灼伤

处理方法见p5。

酸灼伤：水洗、饱和碳酸氢钠洗、水洗

碱灼伤：水洗、稀乙酸洗、水洗

有机试剂灼伤：水洗、稀乙醇擦洗

严重者清洗后需涂上烫伤膏

5. 化学试剂溅入眼中

处理方法见p5

酸溅入：大量水冲洗、
1%NaHCO₃洗

碱溅入：大量水冲洗、
1%硼酸液洗



洗眼器

实验 正溴丁烷的合成

实验目的:

- 学会安装带气体吸收的回流冷凝装置。
- 掌握卤代物的一般制备和分离提纯。
- 掌握蒸馏、萃取、洗涤、液体干燥等基本操作

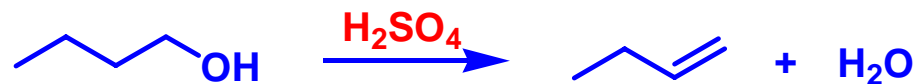
实验原理:

1-溴丁烷是由正丁醇与卤代试剂（溴化钠和浓硫酸反应生成的氢溴酸），通过亲核取代反应而制备得到。

主反应:

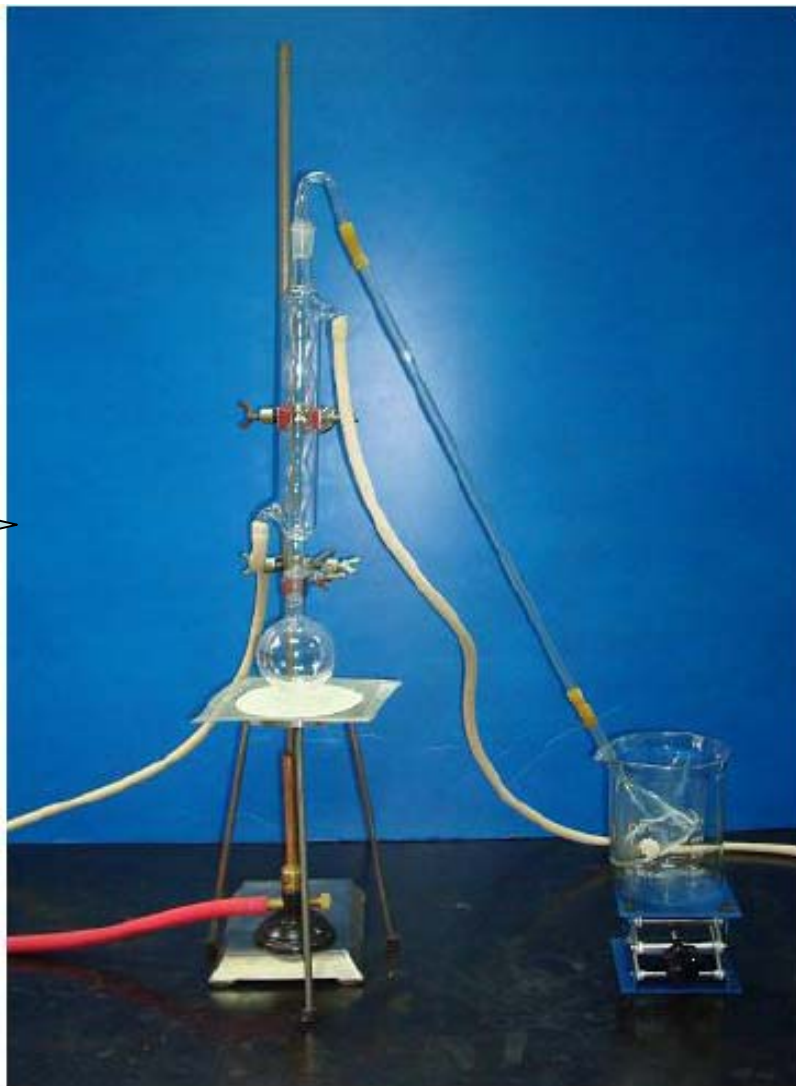


副反应:



实验装置图:

回流装置



气体吸收装置



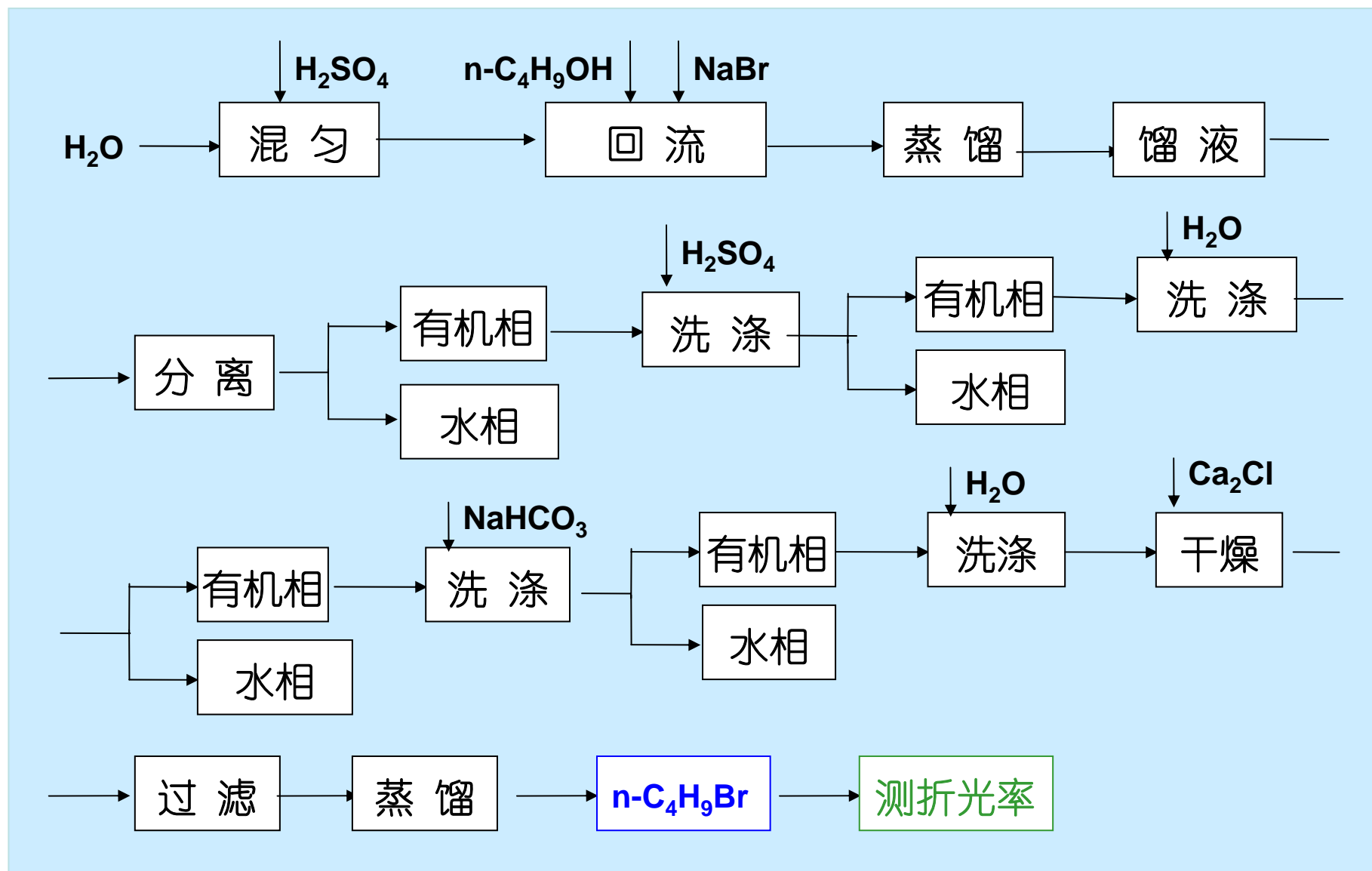


蒸馏装置



分液装置

实验流程:



实验重点：

- ✓ 在加热回流时，要保持反应液呈微沸，有利减少副产物的生成。
- ✓ 气体吸收装置中漏斗的 $\frac{3}{4}$ 部分全浸在水中， $\frac{1}{4}$ 部分露出水面，既能防止气体逸出，又可防止水倒吸至反应瓶中。
- ✓ 蒸馏1-溴丁烷粗产物时，判断产物是否蒸完，可依据以下几点：
(a) 反应瓶内上层油层消失；(b) 用内盛对水的小试管收集馏液，观察有无油珠物质的存在。
- ✓ 在使用分液漏斗时，要特别注意取合的对象。所有经过分离操作的液层，最好暂时留到整个实验结束。以便一旦发现取错所需有机层，尚可及时补救，避免从头返工。

思考题：

- (1) 加料时，如果不按实验操作中的加料顺序，而先使溴化钠与浓硫酸混合 然后再加正丁醇和水，将会出现何现象？
- (2) 从反应混合物中分离出粗产品正溴丁烷时，为什么用蒸馏的方法，而不直接用分液漏斗分离？
- (3) 反应后的粗产物中有哪些杂质？后处理时，各步洗涤的目的何在？

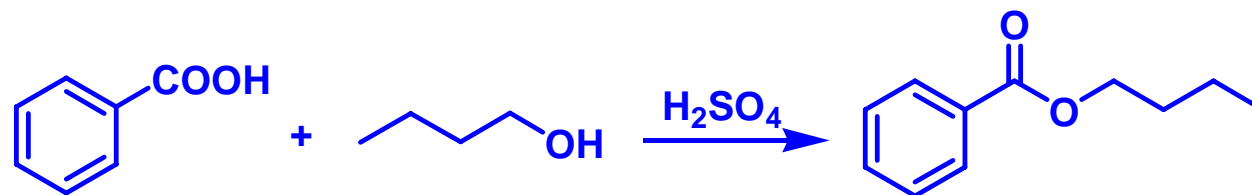
实验 苯甲酸丁酯的合成

实验目的：

- 了解酯化反应的原理
- 掌握油水分离器的使用
- 掌握减压蒸馏的原理及操作
- 学习高沸点液体有机物的提纯

实验原理:

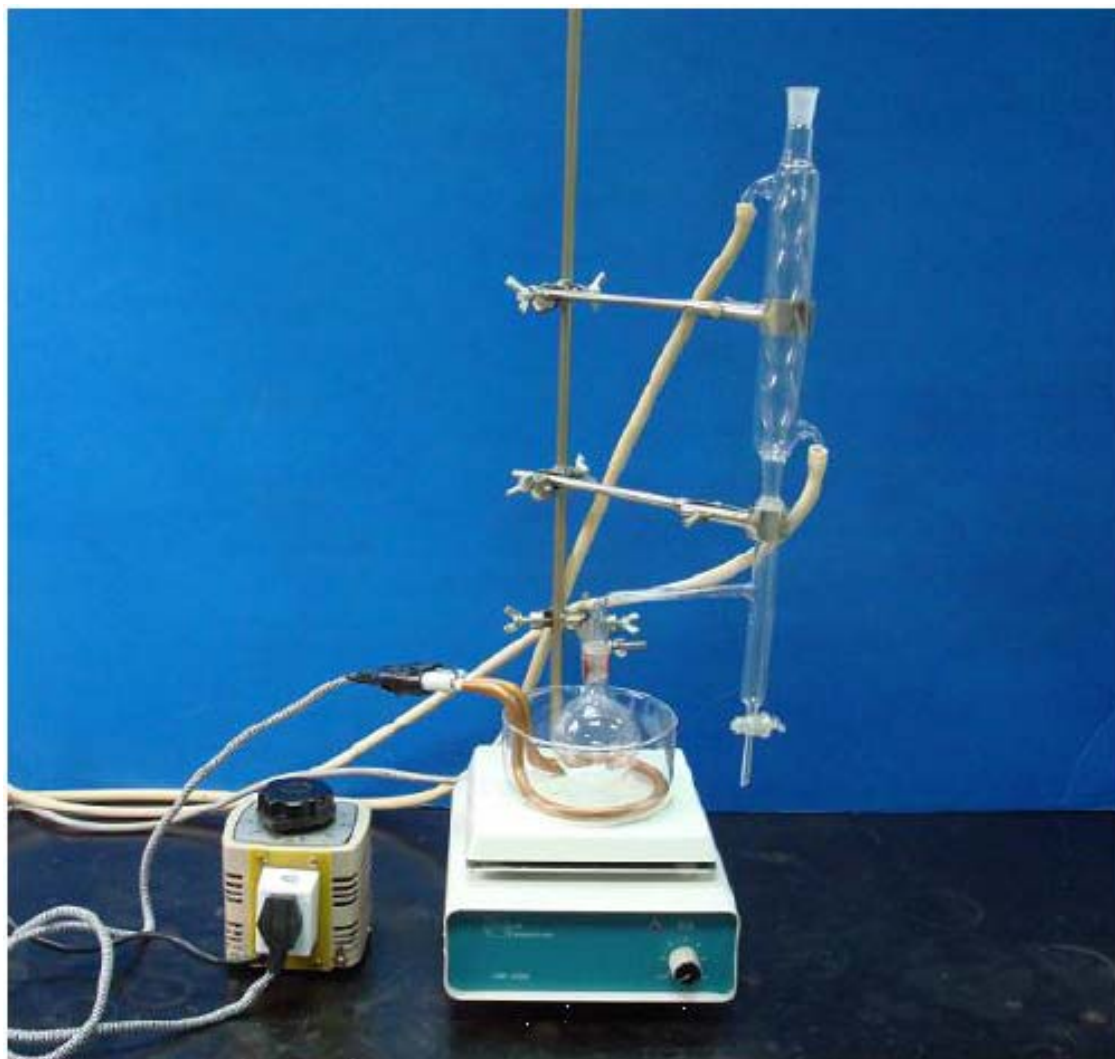
主反应:



副反应:



实验装置图：



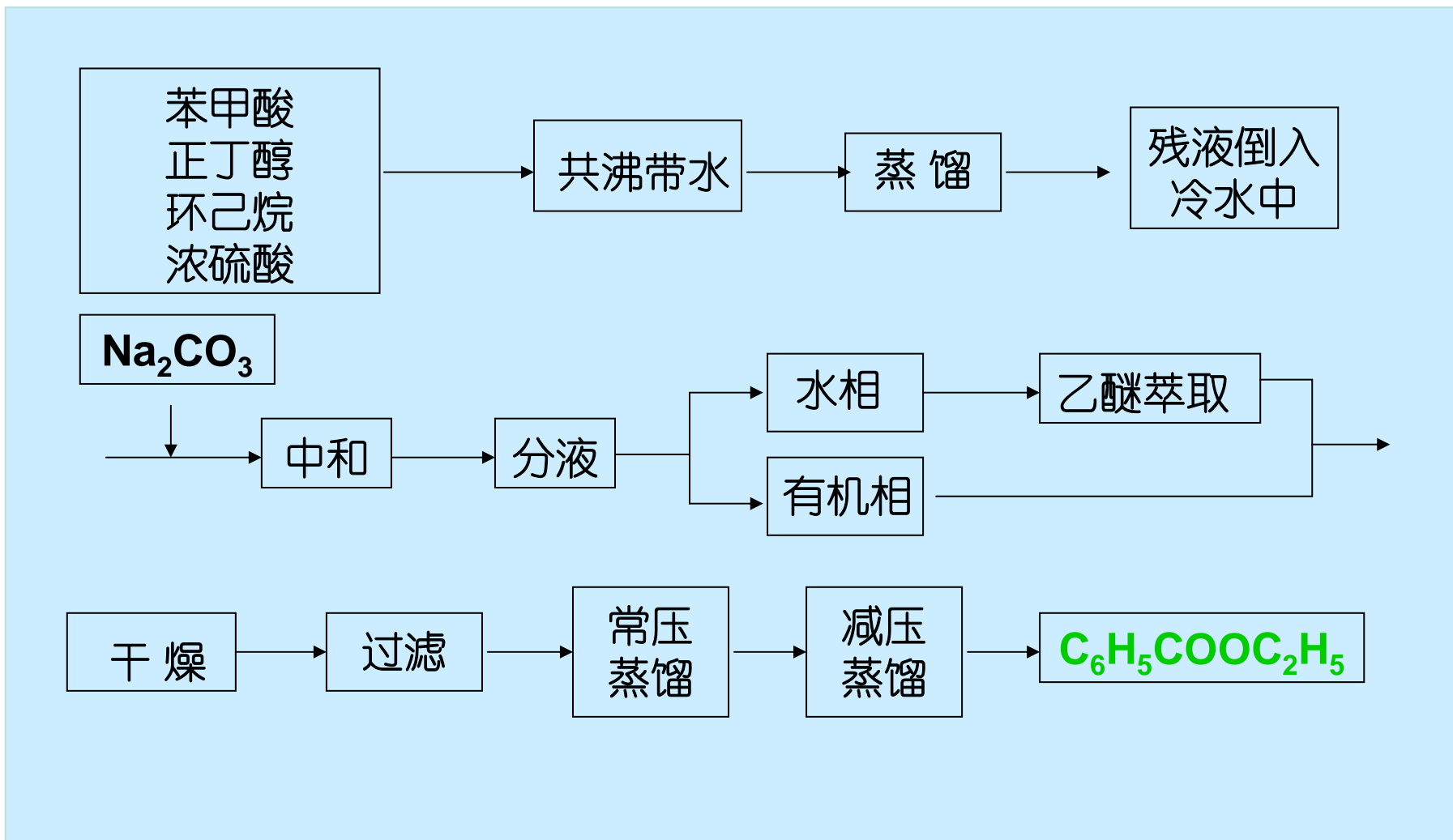
油水分离器





减压蒸馏装置

实验流程:



实验重点：

- ✓ 反应过程中要控制反应外温在**110℃**，减少副产物生成。
- ✓ 反应中控制回流液体呈滴状，避免液泛。
- ✓ 减压蒸馏时，玻璃仪器磨口处都需涂抹凡士林，即有利提高真空度，又方便蒸馏完毕后装置的拆除。
- ✓ 减压蒸馏前注意是先开减压装置，再加热蒸馏液；蒸馏完毕后，先停止加热，再通大气，关闭减压泵。

实验 双甘氨酸合铜 (II) 一水 合物顺、反异构体的合成

实验目的:

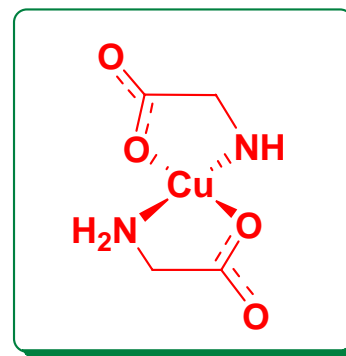
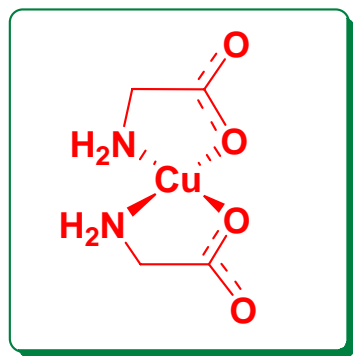
- 掌握配位化合物不同异构体的制备方法
- 学习利用异构体不同物理性质来提纯的方法
- 了解不同几何异构体的表征手段

实验原理:

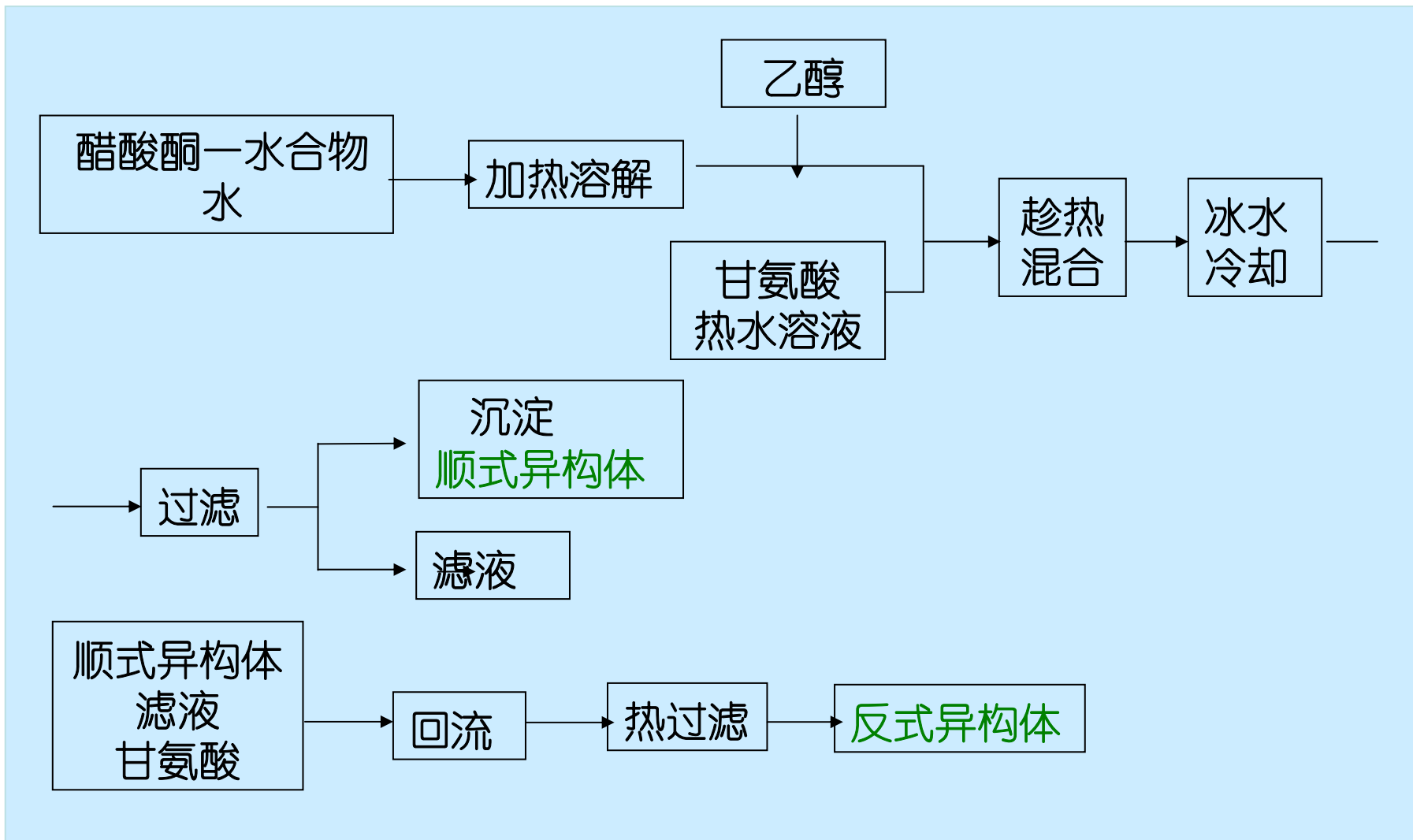
顺式双甘氨酸合铜(II)一水合物的制备



反式双甘氨酸合铜(II)一水合物的制备



实验流程:

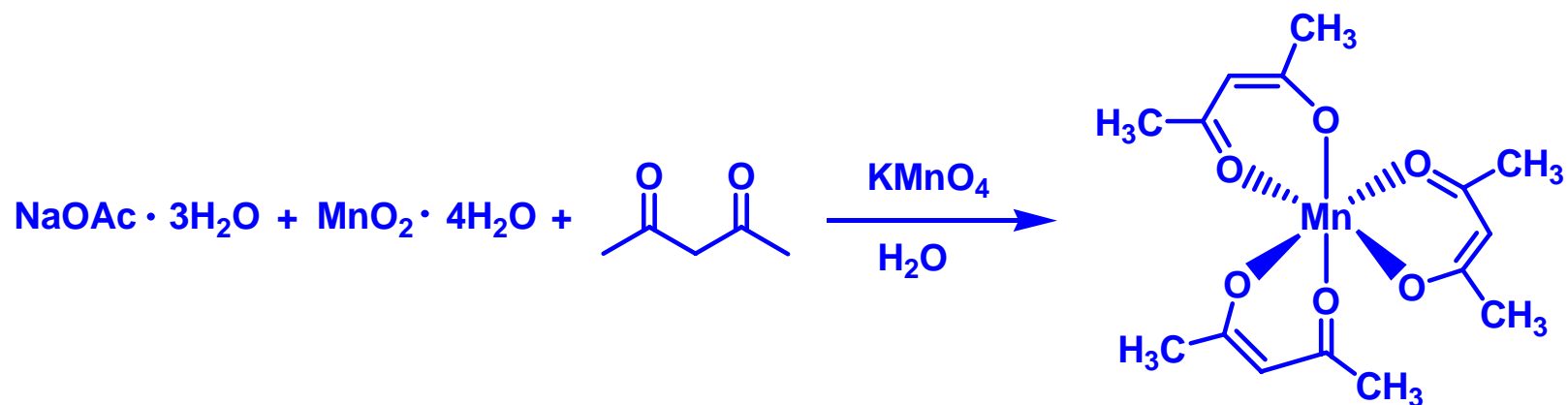


实验 乙酰丙酮锰的合成 及其性质分析

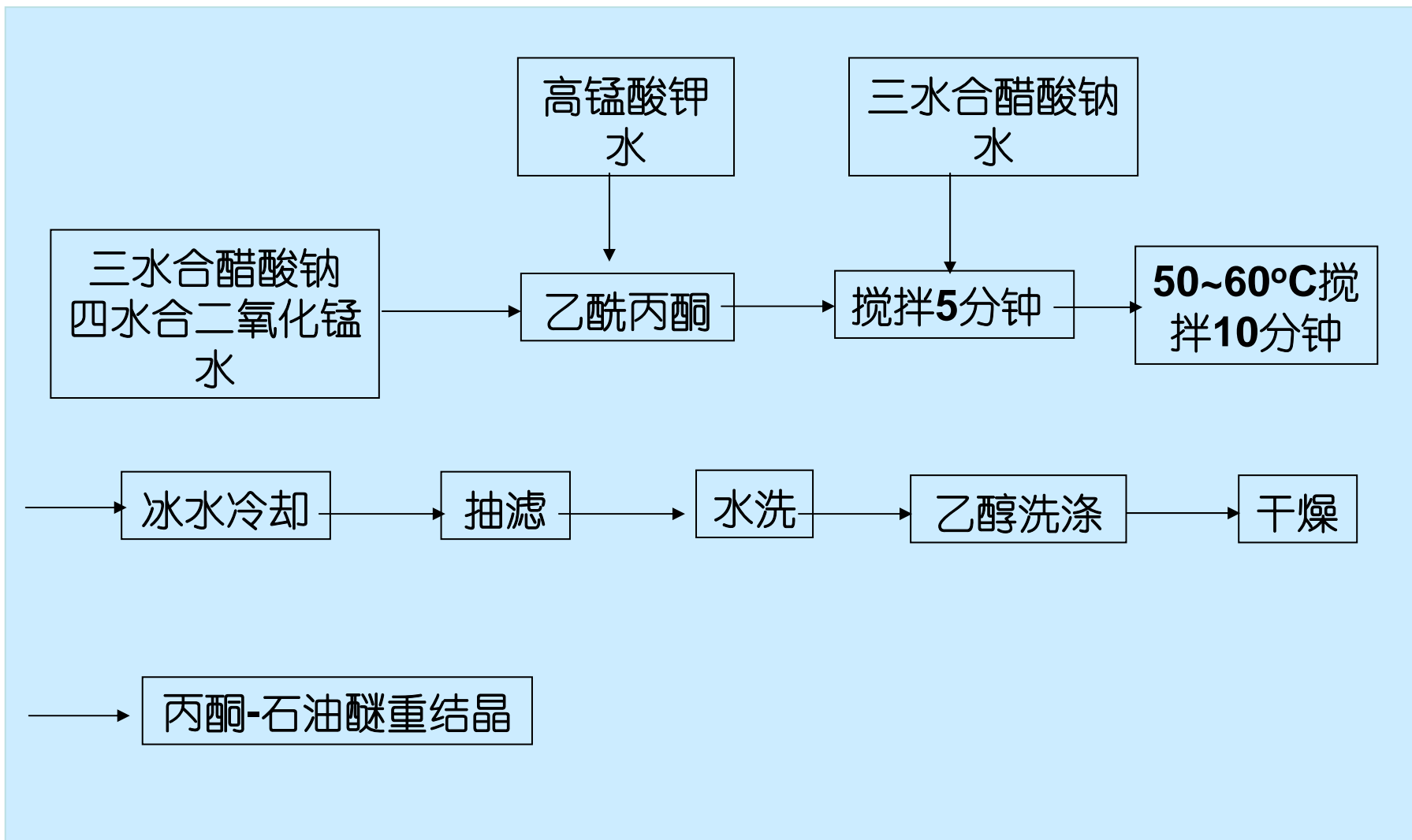
实验目的：

- 掌握无机配合物的制备
- 掌握磁力搅拌控温反应装置的安装及操作
- 学习热过滤操作
- 掌握混合溶剂重结晶操作

实验原理:



实验流程:



实验 从茶叶中提取咖啡因

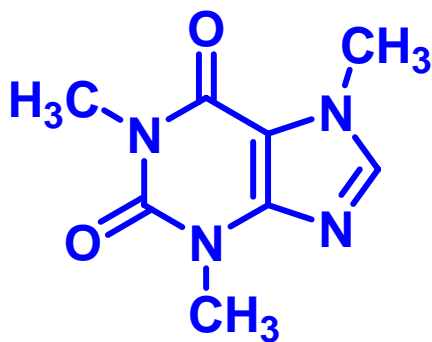
实验目的:

- 了解天然物质的提取及纯化
- 掌握索氏提取器的使用
- 掌握用常压升华法提纯有机物的方法

实验原理:

茶叶中含有咖啡因，约占**1~5%**，另外还含有**11~12%**的丹宁酸（鞣酸），**0.6%**的色素、纤维素、蛋白质等。为了提取茶叶中的咖啡因，可用适当的溶剂（如乙醇等）在脂肪提取器中连续萃取，然后蒸去溶剂，即得粗咖啡因。

粗咖啡因中还含有其它一些生物碱和杂质（如单宁酸）等，可利用升华法进一步提纯。



易溶于氯仿、水及乙醇等；
含结晶水的咖啡因为无色针状晶体，
100℃时即失去结晶水，并开始升华
120℃升华显著，**178℃**升华很快。

咖啡因（**1,3,7-三甲基-2,6-二氧嘌呤**）

实验装置图：

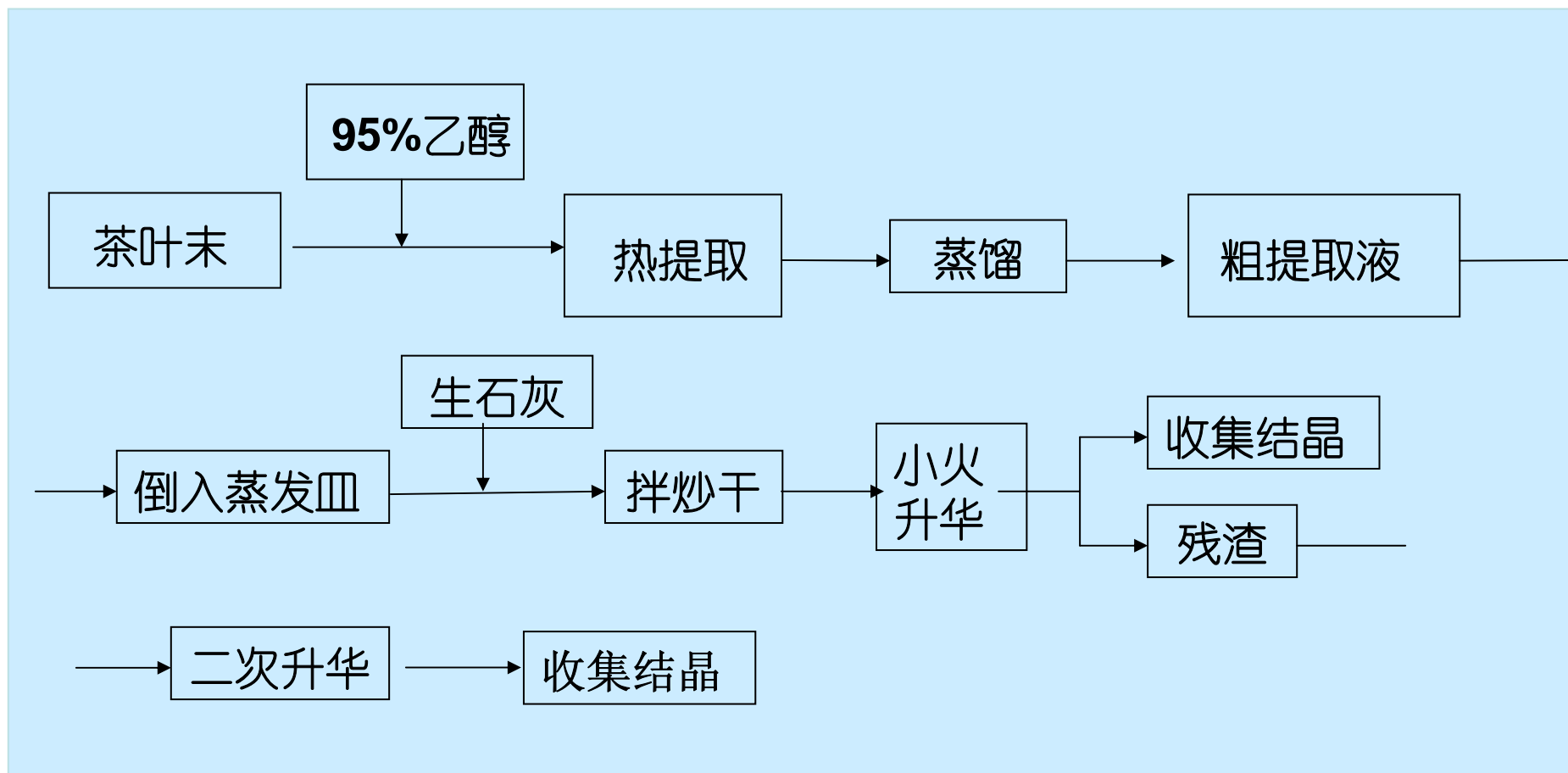


索式提取装置



升华装置

实验流程:



实验重点:

- ✓ 蒸馏回收乙醇时不可蒸干，否则残液太黏不易倒出，造成损失。
- ✓ 粗提液需尽可能炒干，否则影响产物的质量。
- ✓ 升华操作时控制火的大小是关键。

思考题:

- (1) 升华提纯咖啡因前用生石灰，起什么作用？
- (2) 为什么采用升华可以得到较纯的咖啡因？

Cannizzaro Reaction

实验 苯甲酸和苯甲醇的合成

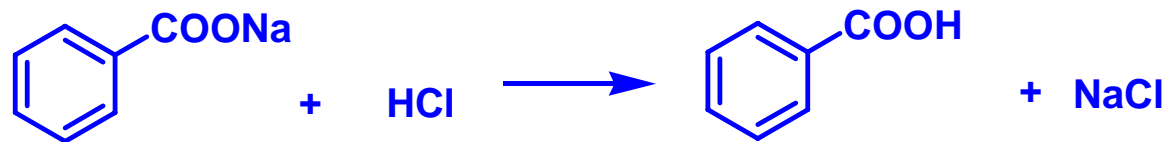
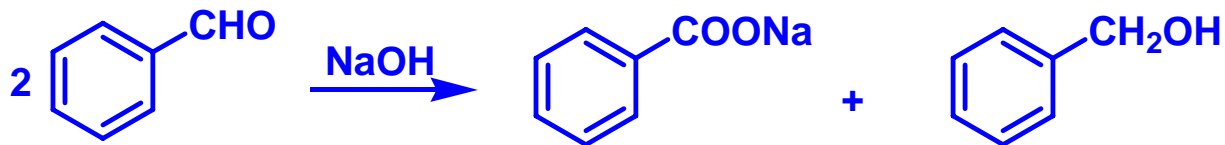
实验目的:

- 了解歧化反应的原理和方法
- 掌握根据化合物物理性质不同进行分离的实验方法

实验原理：

无 α -H 的醛在浓碱的作用下发生歧化反应，一分子醛失去氢被氧化为酸，而另一分子醛得到氢而被还原为醇。

反应式：



实验装置图:

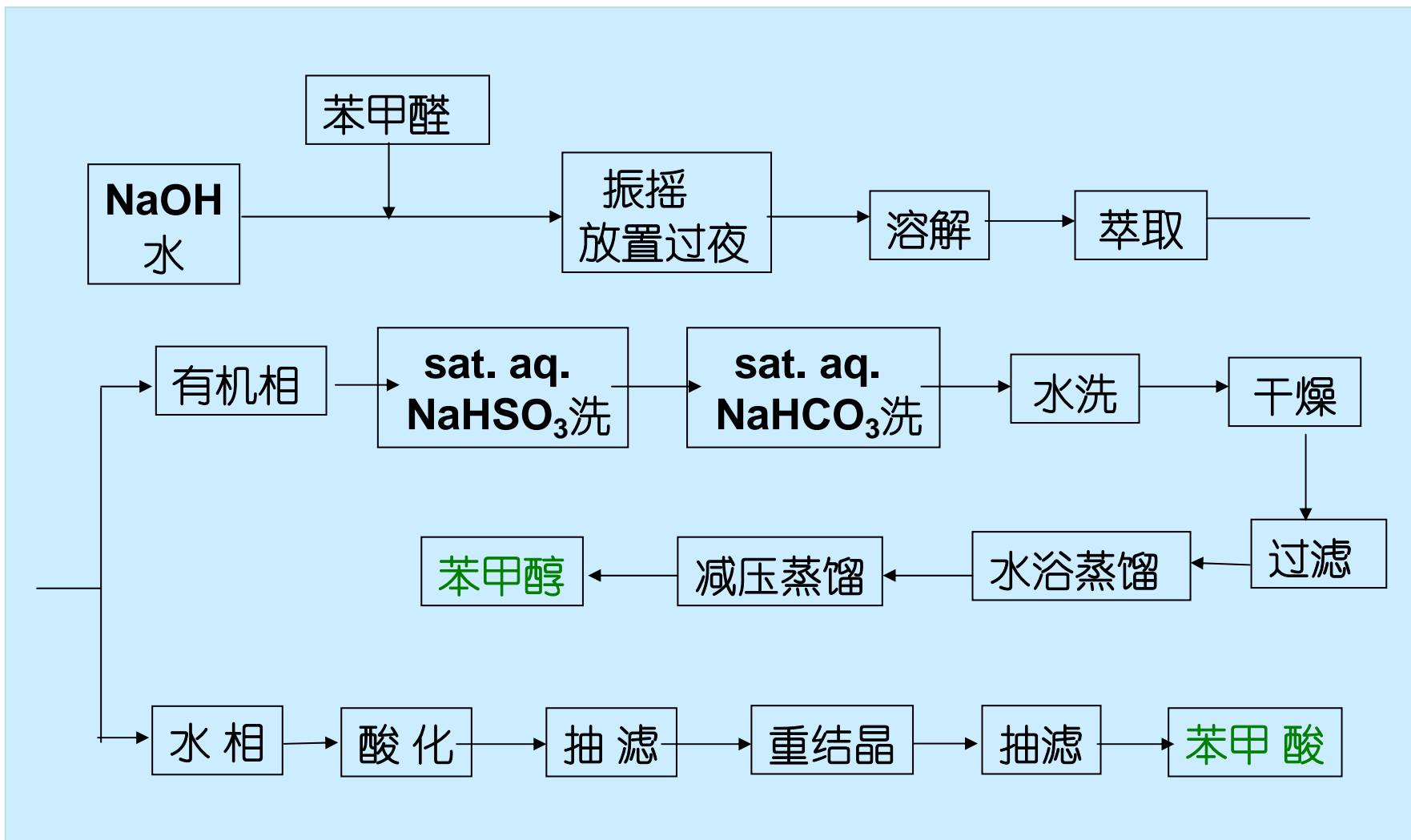


萃取分离装置



蒸馏装置

实验流程:



Aldol Condensation

实验 1-(4-甲基)-3-苯基-丙-2-烯-1-酮的合成

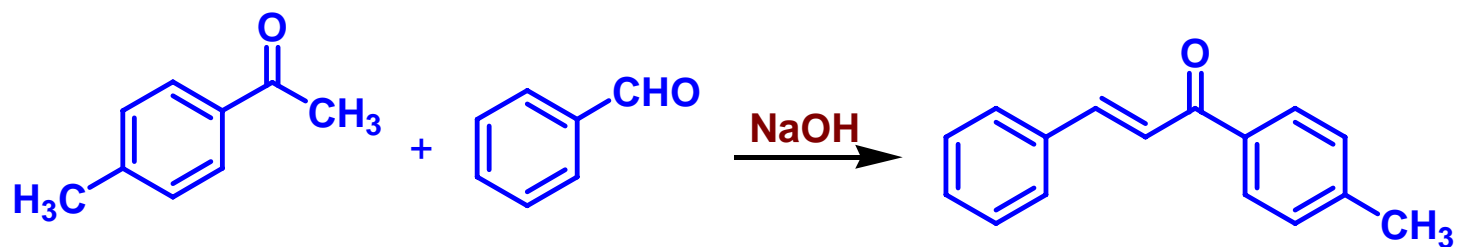
实验目的:

- 学习**Aldol**缩合反应的原理
- 掌握磁力搅拌器、控制反应温度的操作
- 掌握利用薄层层析检测反应进程的方法

实验原理:

在稀碱作用下，含 α -H 的两分子醛或酮进行亲核加成生成 β -羟基醛或酮的反应称为 **Aldol** 缩合反应。 β -羟基醛或酮可以进一步脱水生成 α, β -不饱和醛或酮。

反应式:

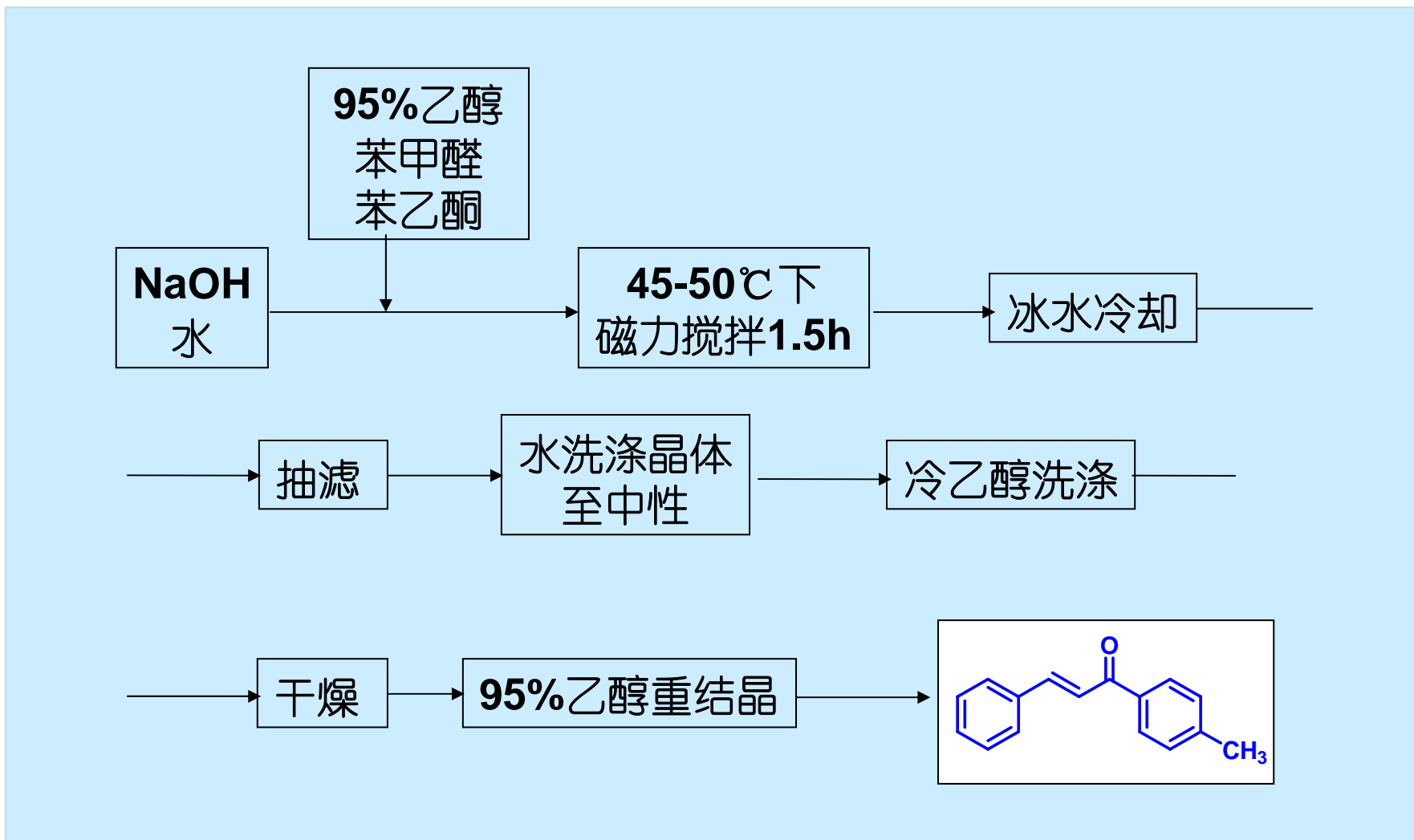


实验装置图：



磁力搅拌装置

实验流程:



Friedel—Crafts Reaction

实验 对甲苯乙酮的合成

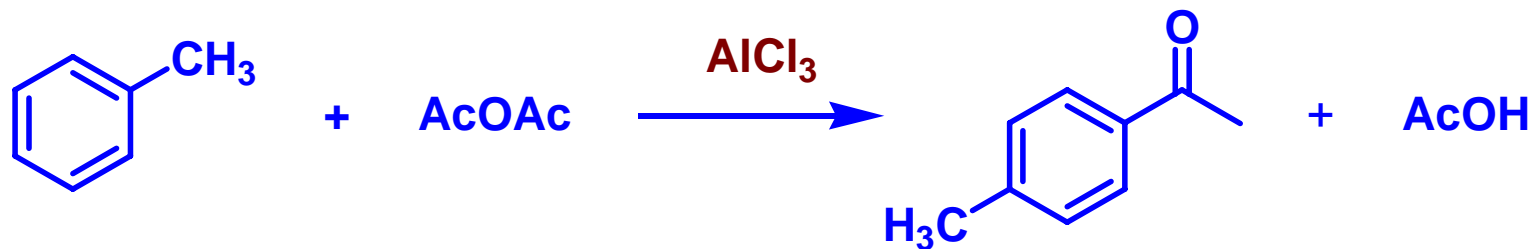
实验目的:

- 了解**F-C**反应制备芳香酮的原理
- 掌握机械搅拌、气体吸收装置
- 学习无水操作技术

实验原理：

Friedel—Crafts酰基化反应是在无水三氯化铝存在下，芳香化合物与酰氯、酸酐等发生亲电取代反应生成酰基苯的反应。

反应式：

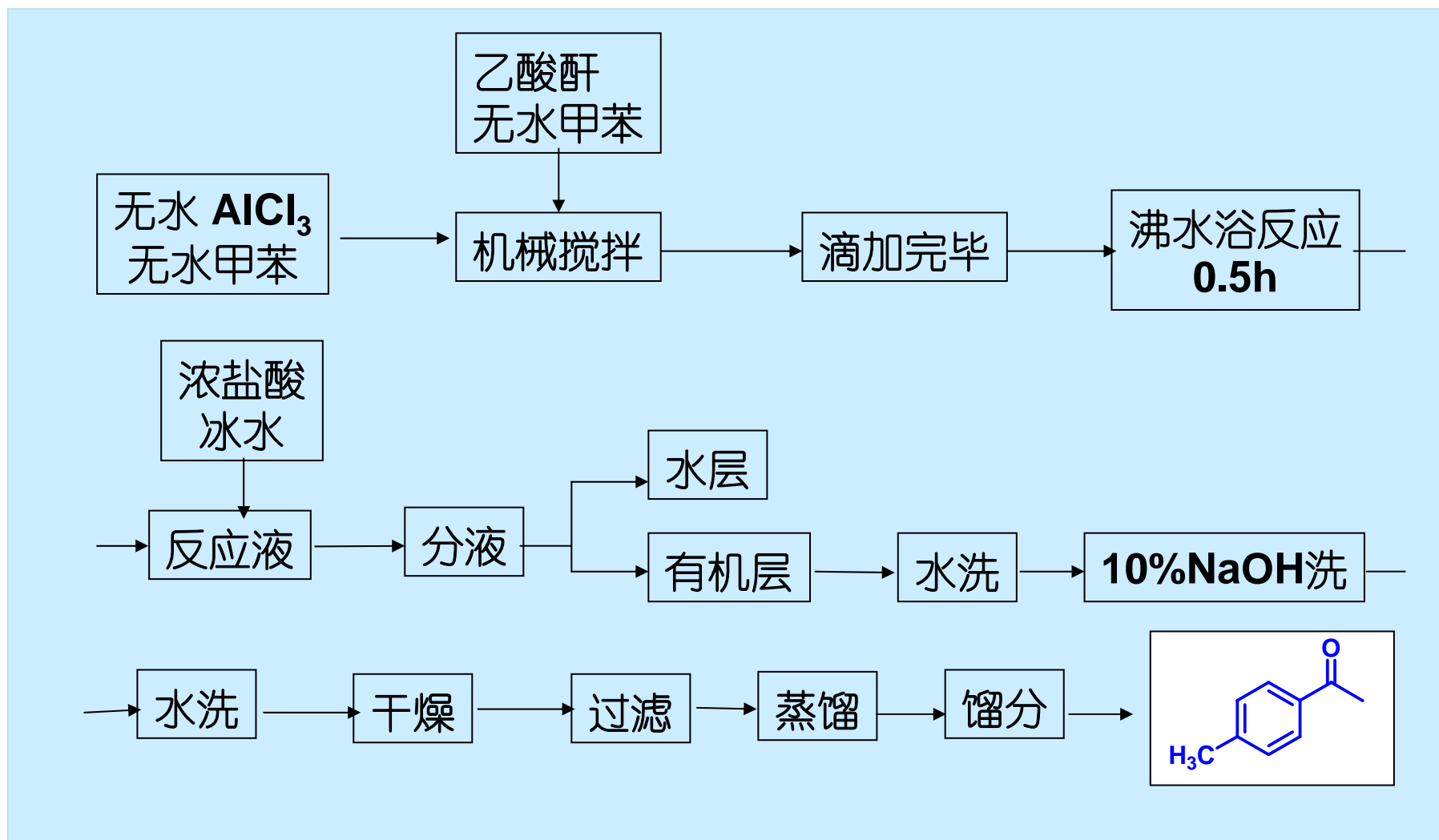


实验装置图:



机械搅拌装置

实验流程:



Grignard Reaction

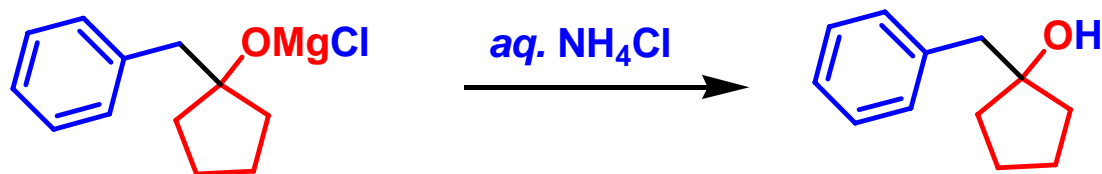
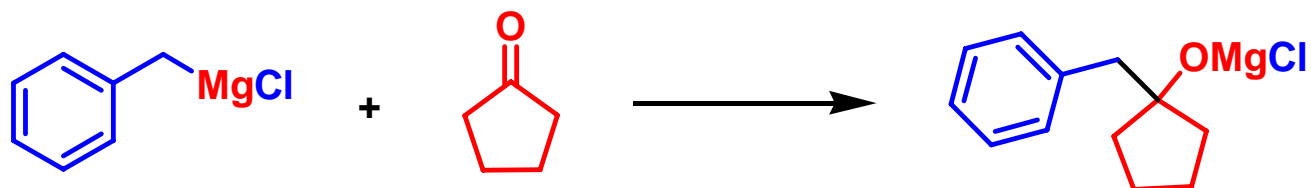
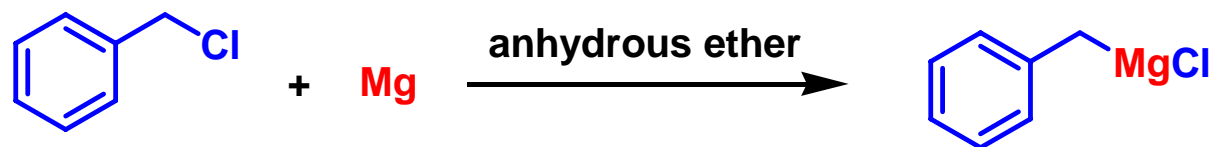
实验 1-苄基环戊醇的合成

实验目的:

- 掌握格氏试剂的制备方法及其应用
- 学习掌握无水无氧操作技术

实验原理:

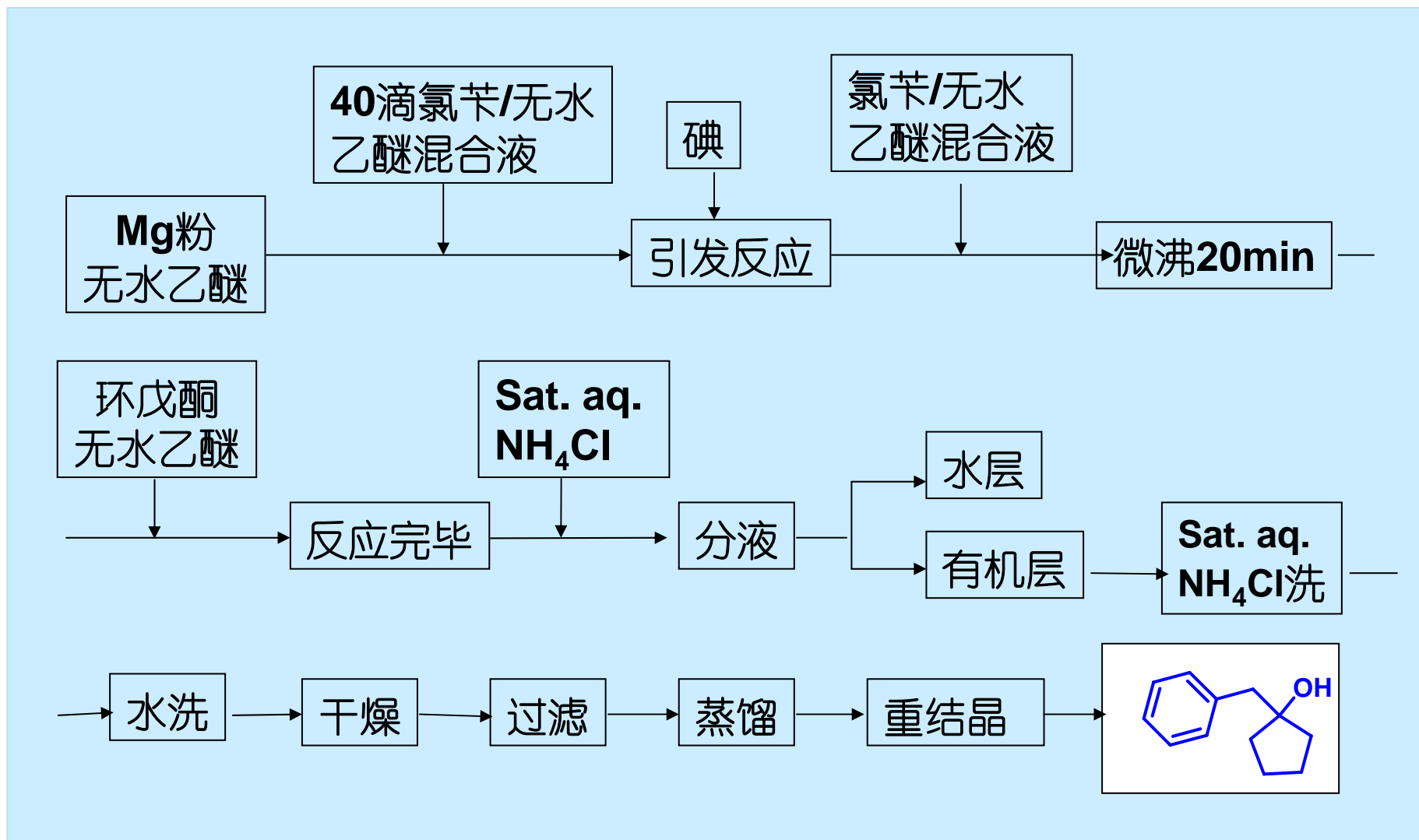
反应式:



实验装置图:



实验流程:



实验重点:

- ✓ 所有反应仪器及试剂必须保证无水，否则不能得到目标产物。
- ✓ 分解加成产物是放热反应，必须缓慢滴加。
- ✓ 滴加饱和氯化铵溶液时，停止搅拌，否则反应体系中会产生大量泡沫物，后处理困难。

Sandmeyer Reaction

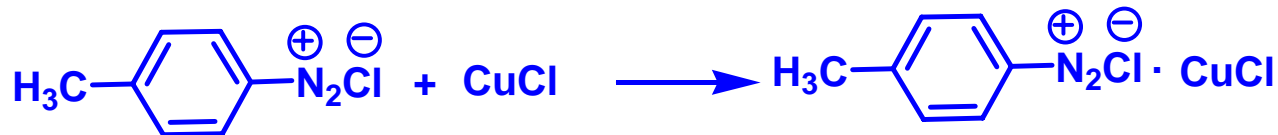
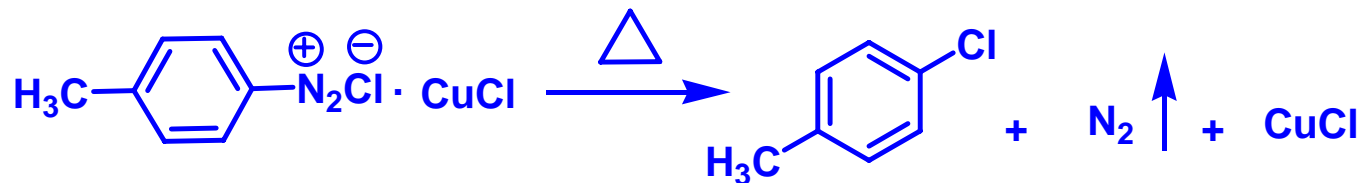
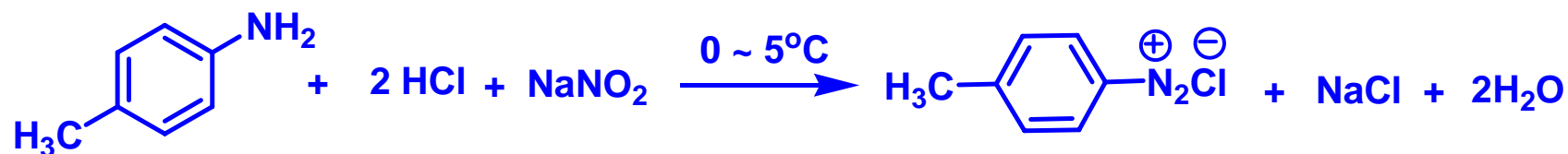
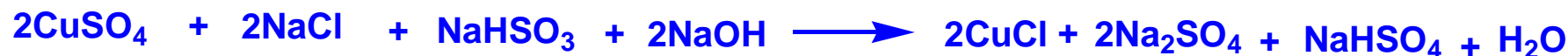
实验 对氯甲苯的合成

实验目的:

- 掌握重氮盐的合成
- 学习低温反应操作
- 掌握水蒸汽蒸馏的操作技术
- 了解多步骤连续反应操作

实验原理:

反应式:

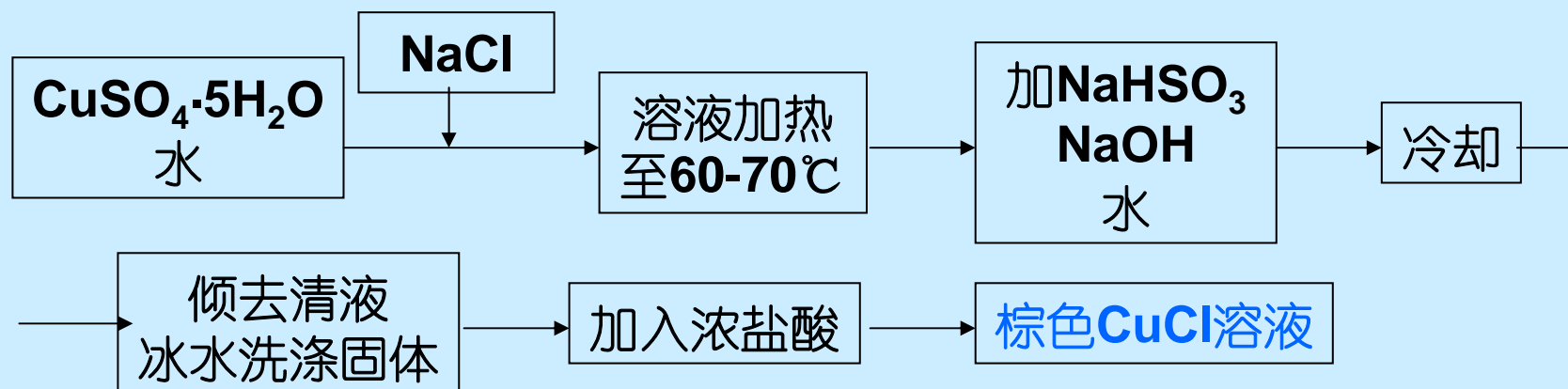


实验装置图：

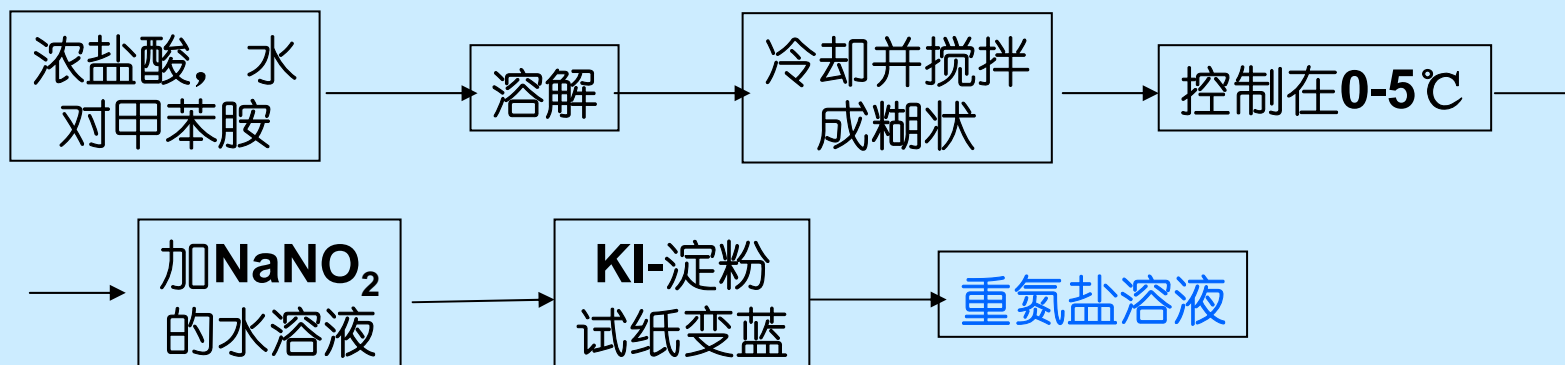


实验流程:

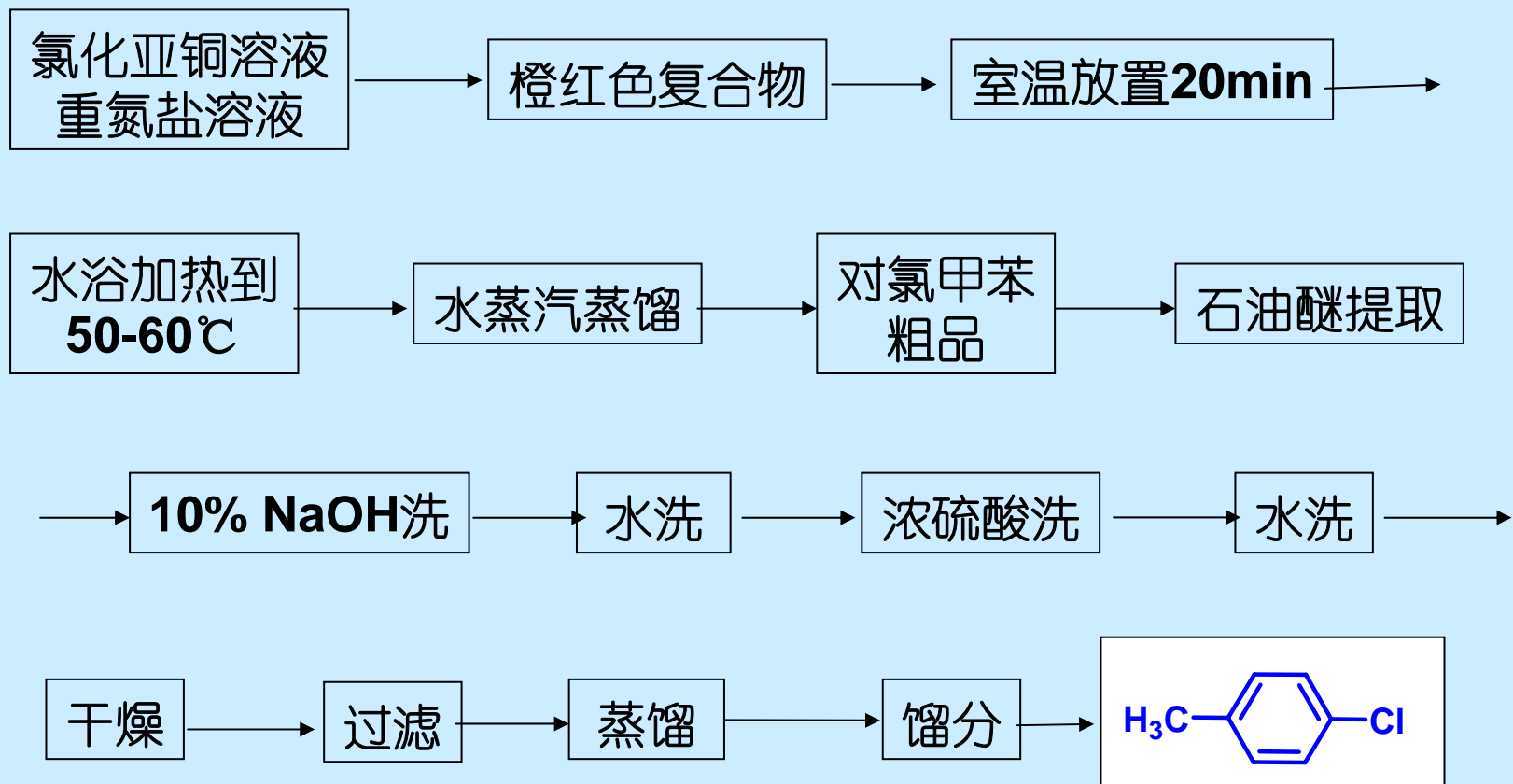
(1) 氯化亚铜的制备



(2) 重氮盐溶液的制备



(3) 对氯甲苯的制备



Claisen Condensation

实验 乙酰乙酸乙酯的合成

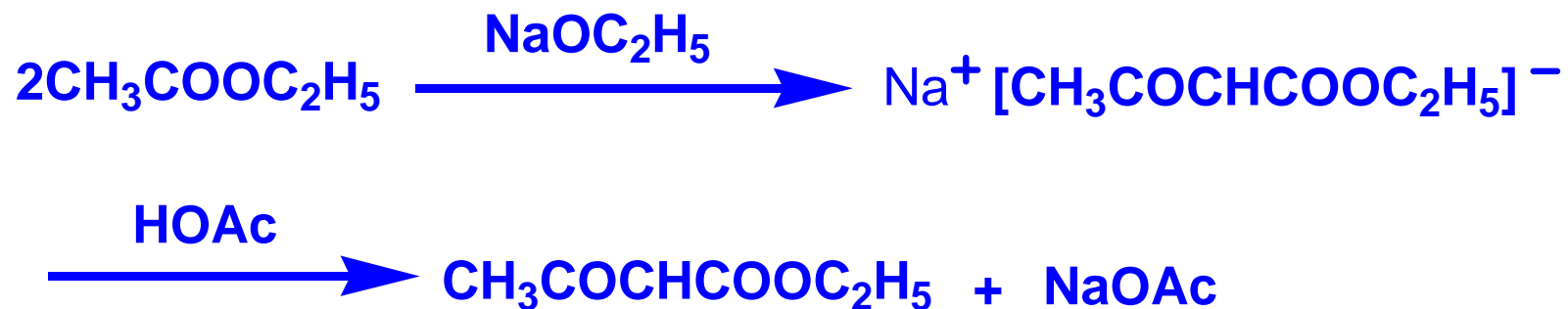
实验目的:

- 了解**Claisen**酯缩合反应的基本原理
- 学习无水无氧反应装置的安装与操作
- 掌握减压蒸馏的原理及操作。

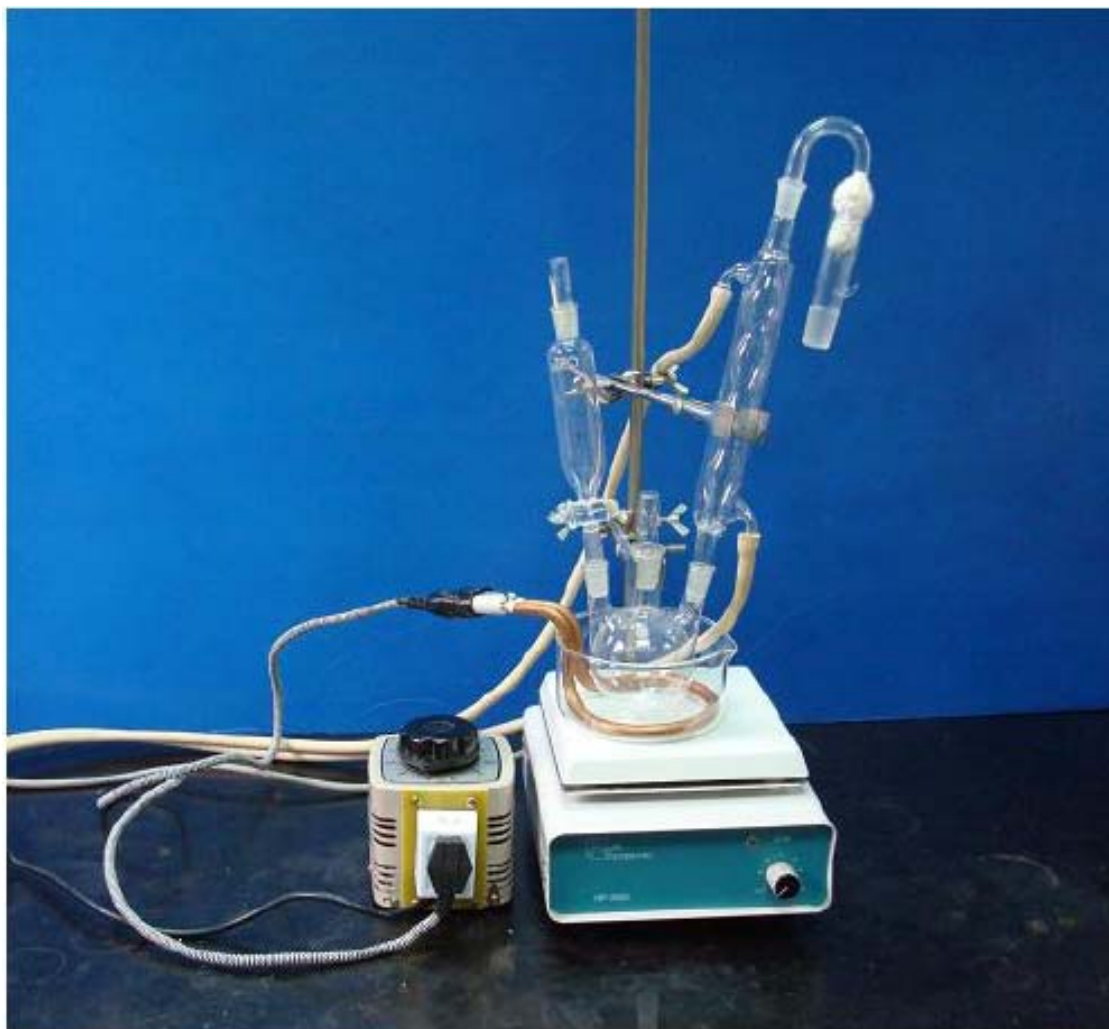
实验原理:

含 α -活泼氢的酯在强碱性试剂（如 NaOEt , NaNH_2 , NaH 等）存在下，能与另一分子酯发生 **Claisen** 酯缩合反应，生成 β -酮酸酯。

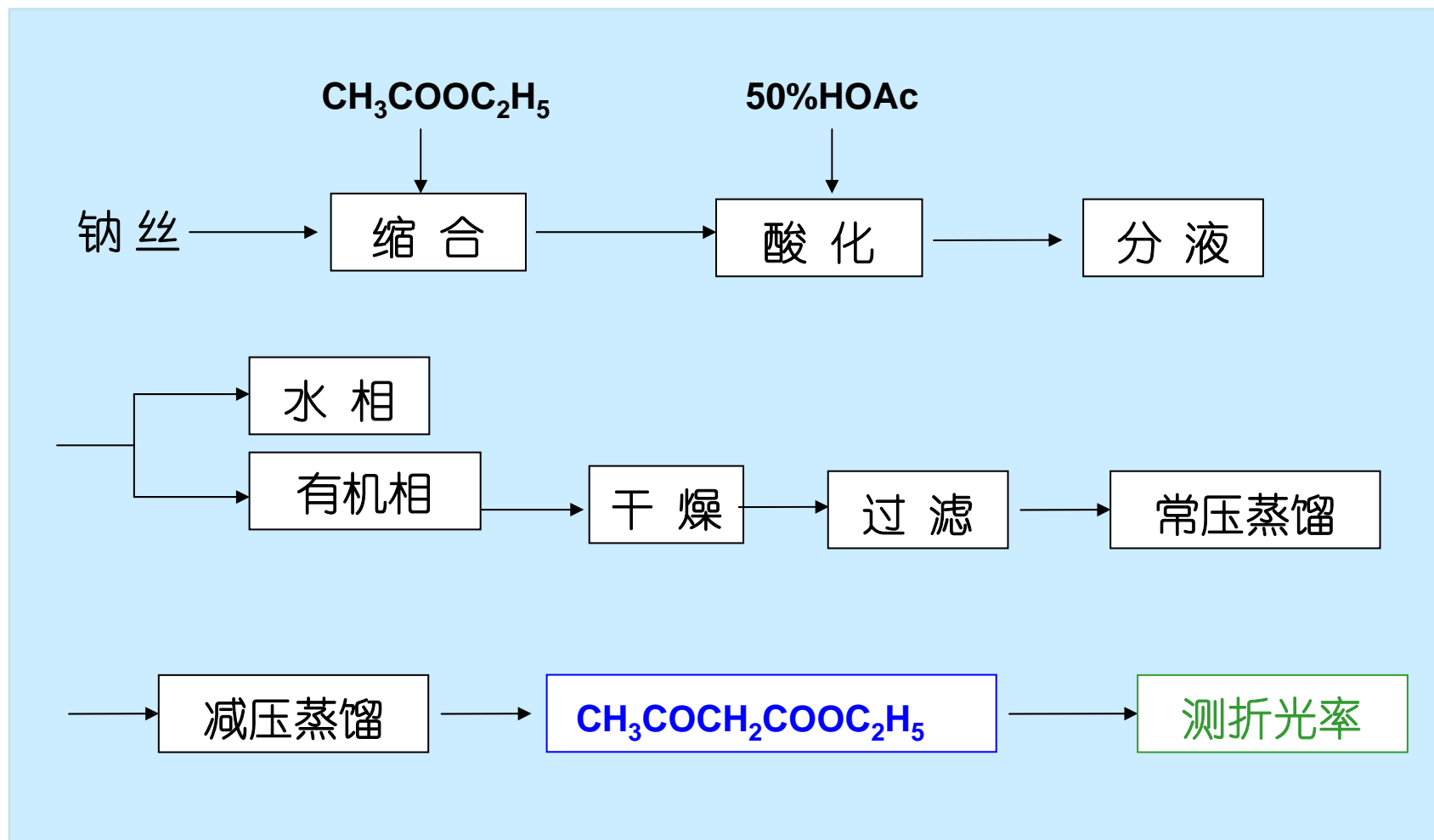
反应式:



实验装置图:



实验流程:



实验重点：

- ✓ 反应所用仪器必须干燥与洁净。
- ✓ 金属钠遇水会燃烧爆炸，使用时严防与水或皮肤接触，压入钠丝动作要迅速，防止空气氧化或水汽侵蚀。
- ✓ 乙酰乙酸乙酯常压蒸馏时很易分解，故宜采用减压蒸馏，但是其沸点不是太高，在真空减压时，控制压力在**1.3~2.6kPa**之间，防止产物以蒸汽进入真空泵，既损失产物又损坏真空泵。
- ✓ 反应应连续进行，间隔时间久会生成副产物去水乙酸而降低产量。

思考题：

1. **Claisen** 酯缩合反应中的催化剂是什么？本实验为什么可以用金属钠代替？
2. 本实验中加入**50%** 醋酸和饱和氯化钠溶液有何作用？
3. 乙酰乙酸乙酯若采用常压蒸馏提纯，会分解产生“去水乙酸”，写出反应结构式？

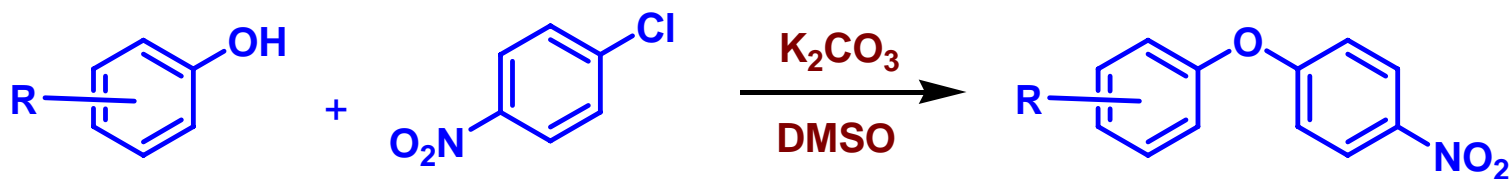
实验 二芳基醚的合成— 芳环上的亲核取代反应

实验目的:

- 研究性实验的设计及实现
- 微波促进的有机合成操作
- **TLC**跟踪及检测反应操作

实验原理:

反应式:

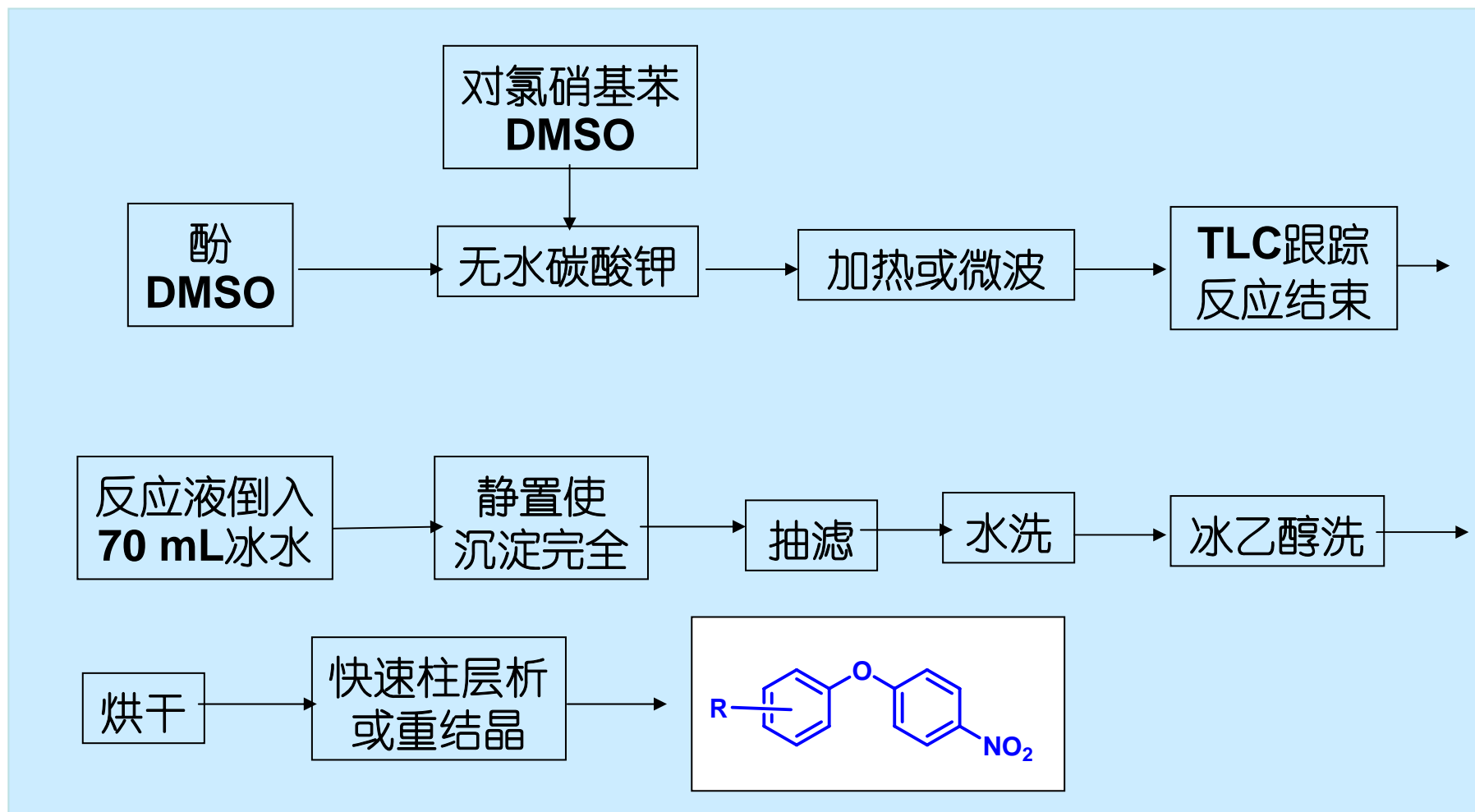


R = H, *o*-OMe,
p-OMe, NO₂

实验装置图:



实验流程:



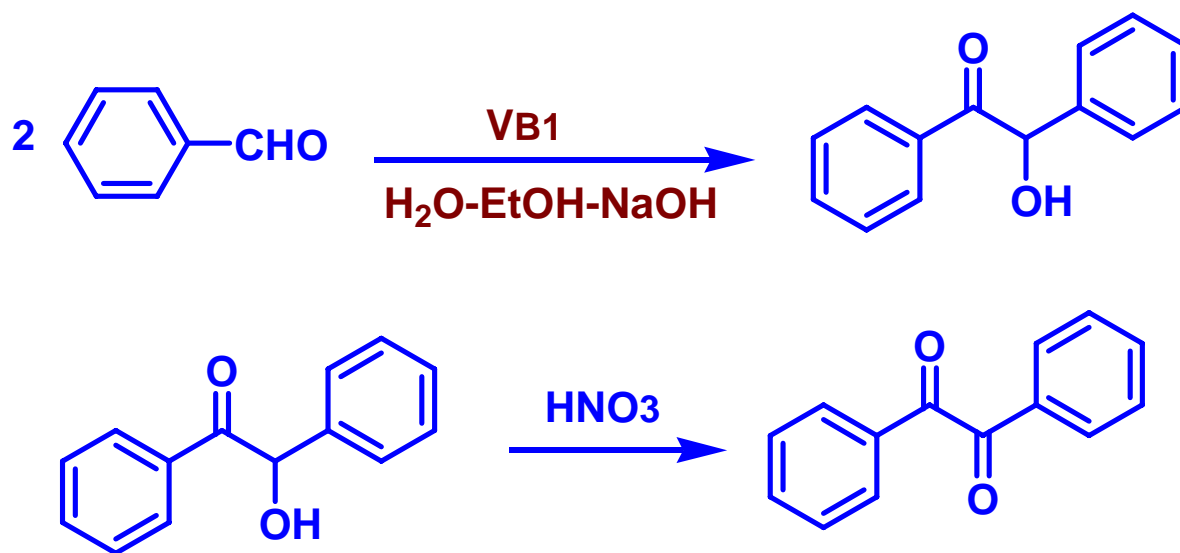
实验 辅酶催化合成安息香 及其系列反应

实验目的:

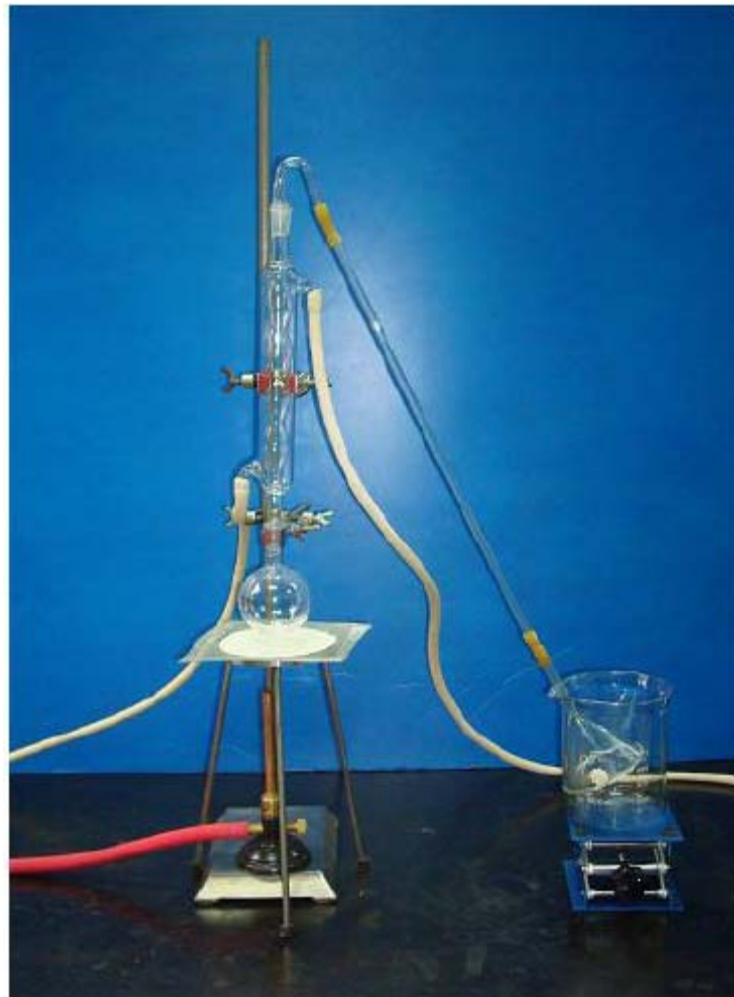
- 了解有机催化反应及偶极反转概念
- 掌握多步骤有机合成反应
- 学习氧化反应

实验原理:

反应式:

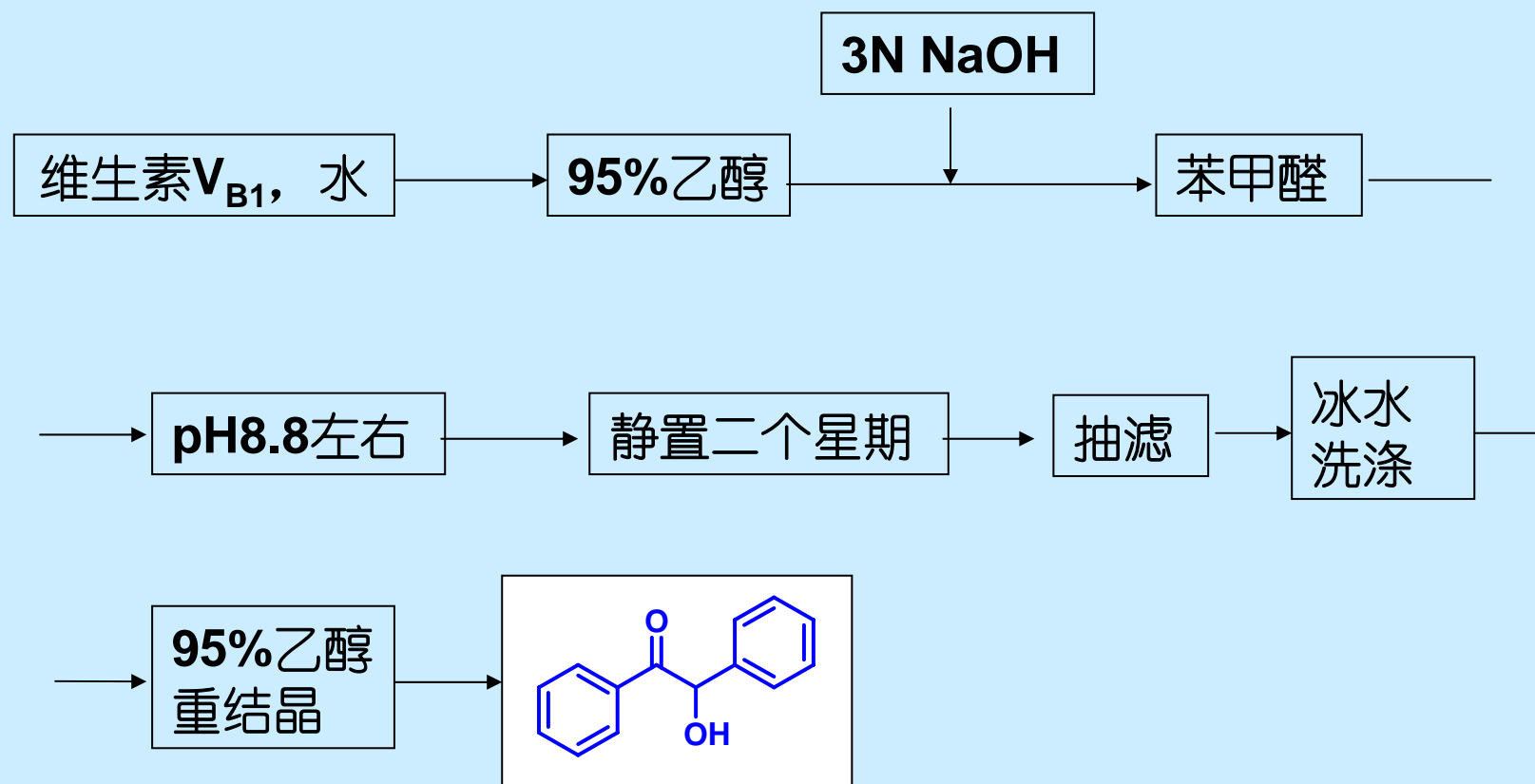


实验装置图:



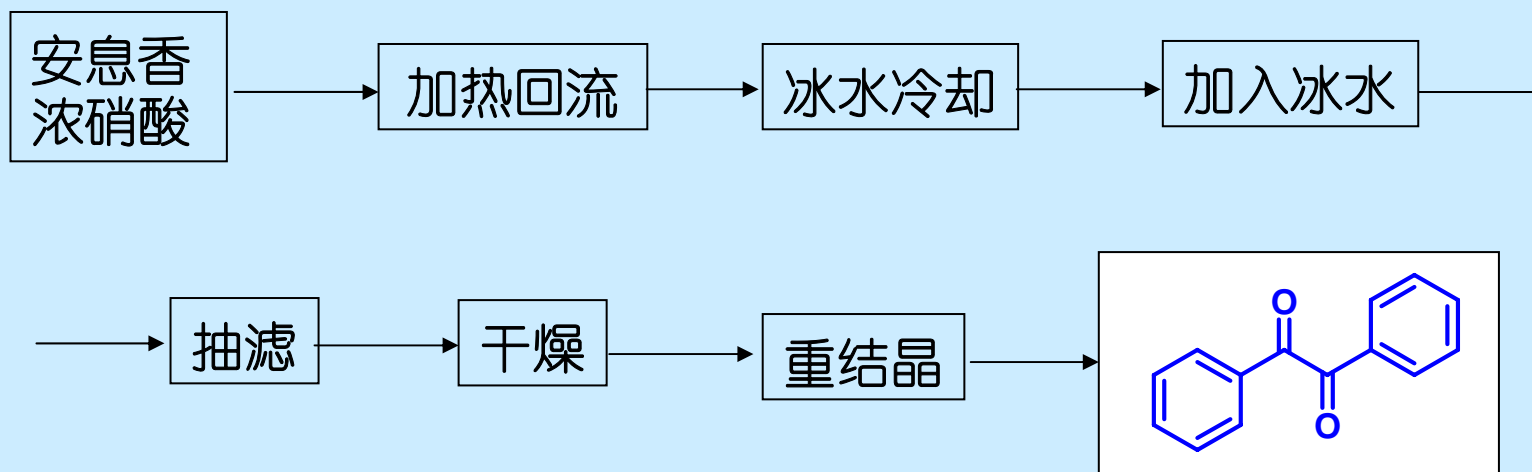
实验流程:

安息香合成:



实验流程:

二苯基乙二酮的合成:



设计型实验

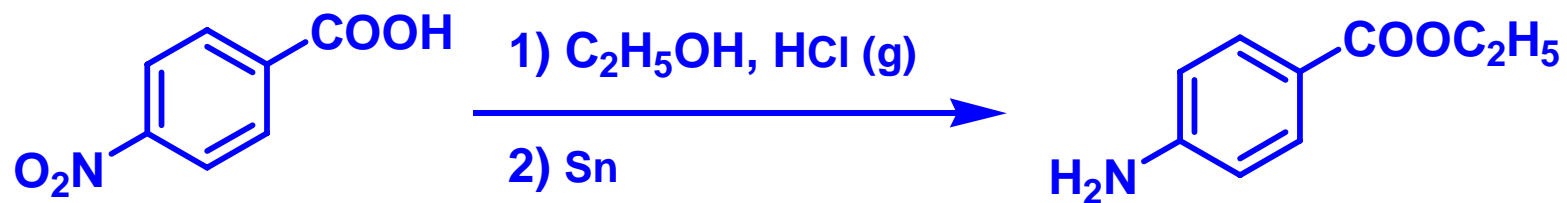
实验 麻醉药物苯佐卡因的合成

实验目的:

- 了解有机化学合成研究的科学方法
- 掌握干燥氯化氢气体的制备技术
- 学习科研论文的规范写作

实验原理:

反应式:



实验装置图：



实验流程:

