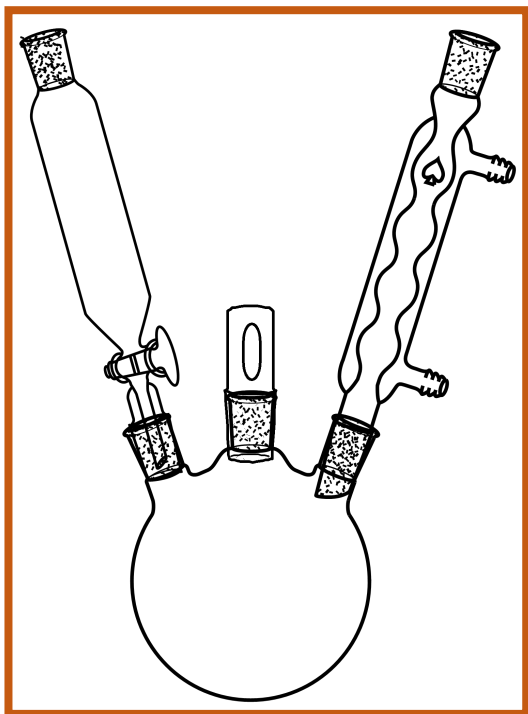




# 请将以下装置放入烘箱干燥

Xiamen University



- 100 mL三颈瓶
- 滴液漏斗(去掉活塞)
- 球形冷凝管
- 空心塞
- 2个干燥管
- 25mL量筒
- 10mL 锥形瓶



廈門大學化學化工學院

College of Chemistry & Chemical Engineering

2025-2026学年第一学期

# 中心科学实验 III

(合成化学模块)



1. 掌握格氏试剂的制备方法及其在有机合成中的应用。
2. 熟悉无水（无氧）操作的实验技术。
3. 巩固萃取、洗涤、干燥、蒸馏等操作。
4. 通过分析2-甲基-2-己醇的气相数据，进一步熟悉有机化合物的纯度测定方法。



## 1. 金属有机化学初探-格氏反应

- 1) 实验背景
- 2) 实验原理
- 3) 实验步骤
- 4) 安全评估

## 2. GC纯度测定（化学楼394）

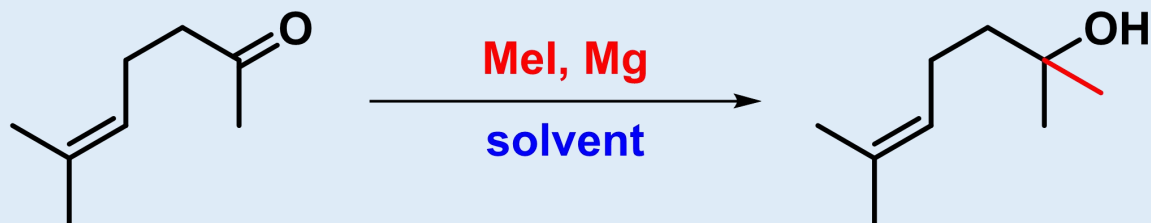


# 实验背景：格氏试剂的发现

Xiamen University



Victor Grignard



- ✓ 预先制备 ( $\text{Mg} + \text{RX}$ )
- ✓ 提出结构式 ( $\text{RMgX}$ )
- ✓ 选择醚类溶剂  $\text{Et}_2\text{O}$
- ✓ 推广科研成果

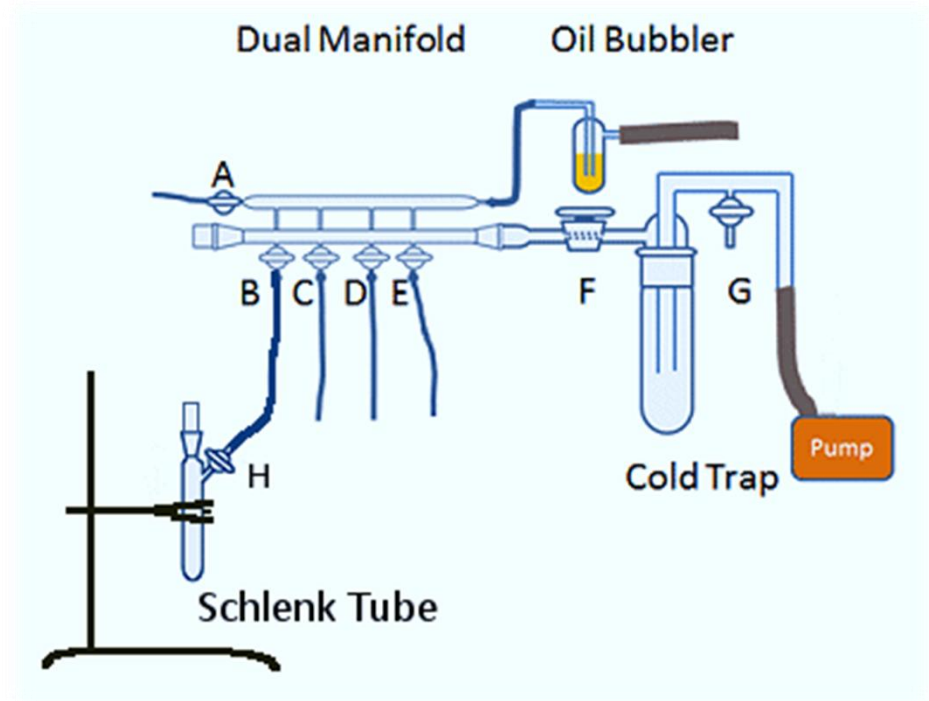
发表相关论文700余篇，1912年获诺贝尔化学奖。

“Grignard起初对化学并无好感，认为该科只是经验式传授和单凭记忆的学问。进入Barbier实验室后，对化学有了新的了解，自感以前无知幼稚。”



# 实验背景：无水无氧操作

Xiamen University



**Schlenk技术**

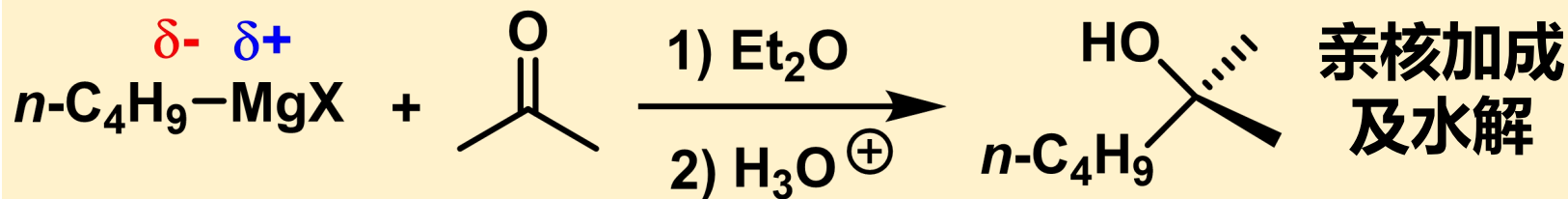
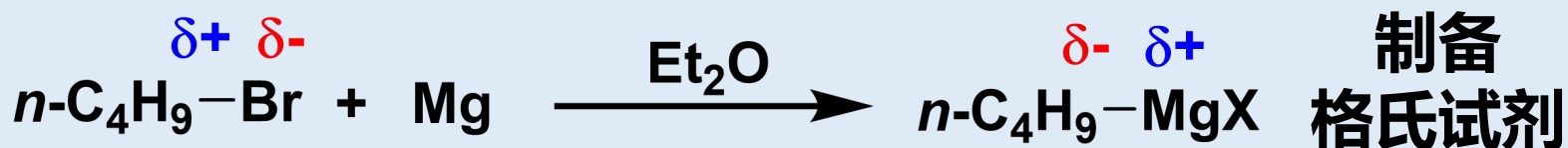


**手套箱**

化学化工学院

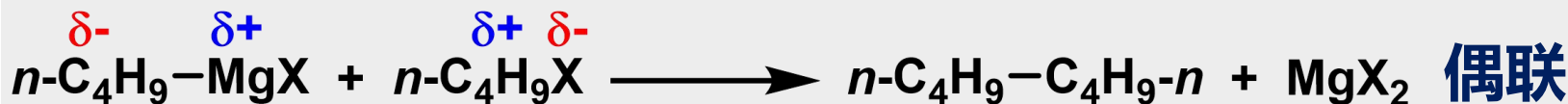


## 主反应:





## 副反应:



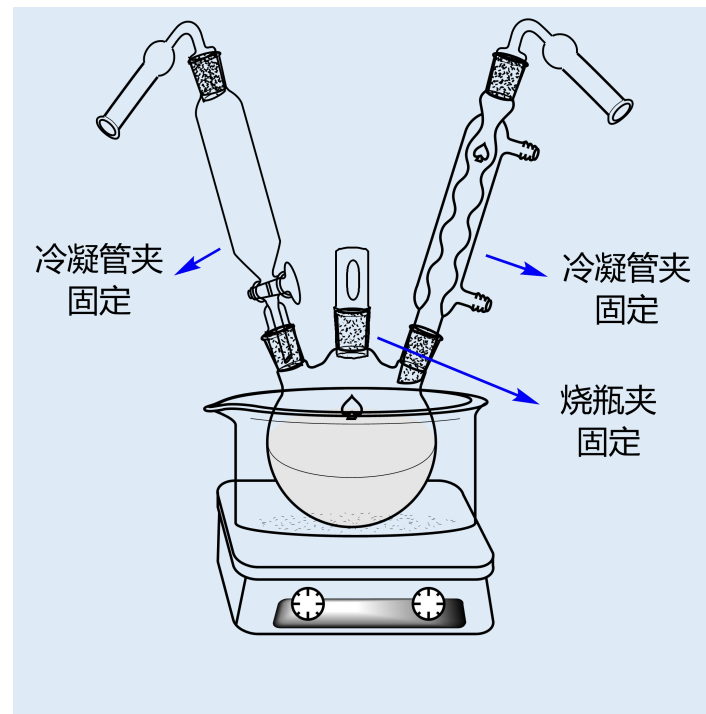




# 实验步骤及注意事项

Xiamen University

**1. 投料：**在100 mL三颈瓶上分别装上球形冷凝管和滴液漏斗，并在冷凝管和滴液漏斗上口装上氯化钙干燥管，瓶内放入1.5 g**镁屑**、10 mL**无水乙醚**、（芝麻大小的碘）和**大磁子**。



**【所用的仪器应全部干燥，试剂要经过严格的无水处理】**

**【仪器安装、试剂量取操作要快速】**

化学化工学院



**2. 引发：**在滴液漏斗中加入6.5 mL正溴丁烷和10 mL无水乙醚，并混匀。先往三颈瓶中放入1-2mL混合液，引发反应。

**如何判断反应成功引发？**

**反应液由澄清变混浊，有白色沉淀物产生。**

**促使反应引发的措施有哪些？**

- (1) 加热，但温度不能太高，保持有微小气泡缓慢产生。
- (2) 加碘，芝麻粒大小即可。
- (3) 加入少许格氏试剂。
- (4) 超声波引发。



# 实验操作及注意事项

Xiamen University

**3. 制备格氏试剂：**加入15 mL无水乙醚，待反应由激烈趋缓和后，慢慢滴入剩余的正溴丁烷乙醚混合液，控制滴加**速度**（1d/s）。加完后用温水浴加热回流15 min以保证反应完全。

**【必须等反应引发后才能滴加混合液！】**

**4. 亲核加成：**冷水浴冷却，在**搅拌**下滴加4.5-4.8 mL丙酮和5 mL无水乙醚的混合液，加完后在室温继续搅拌15 min。

**【该加成反应为放热反应，故应严格控制滴加速度！】**



# 实验操作及注意事项

Xiamen University

**5. 水解：**在水浴冷却**搅拌**下，自滴液漏斗慢慢加入40 mL 3 mol/L盐酸溶液，搅拌至沉淀及镁屑消失为止。

**【开始加酸一定要慢，否则易发生脱水反应】**

**6. 萃取/洗涤/干燥：**将反应液移入分液漏斗，分出醚层，水层用2×15 mL**乙醚**萃取，合并醚层（100 mL的三颈瓶），用15 mL 5%碳酸钠溶液洗涤。醚层用无水碳酸钾干燥（100 mL锥形瓶）。



- 7. 蒸馏：**过滤到100 mL干燥的圆底烧瓶，蒸馏除去乙醚。  
残液转入10 mL蒸馏瓶中，蒸馏并收集137-141°C的馏分。  
(乙醚倒入回收瓶)
- 8. 产率：**产品称重。
- 9. GC纯度测试：**自行到394室在相关老师指导下测试。



# 实验背景：人工智能与化学

Xiamen University

## 将合成步骤代码化，将实验操作自动化



**Organic synthesis in a modular robotic system driven by a chemical programming language**

Lee Cronin

*Science* **2018**, 363, eaav2211.



**8 days, 688 experiments,  
21.5 hours per day  
10-variable experimental space**

**A mobile robotic chemist**

Andrew I. Cooper

*Nature* **2020**, 583, 237.

化学化工学院



# 格氏反应自动化-分子打印机

Xiamen University

<https://www.bilibili.com/video/BV12b4y1j7iQ/?spm>  
或在Bilibili网站搜索“如何用Python做化学实验？”



厦门大学物理科学  
与技术学院副教授；  
厦门芯曙光科技有  
限公司CEO



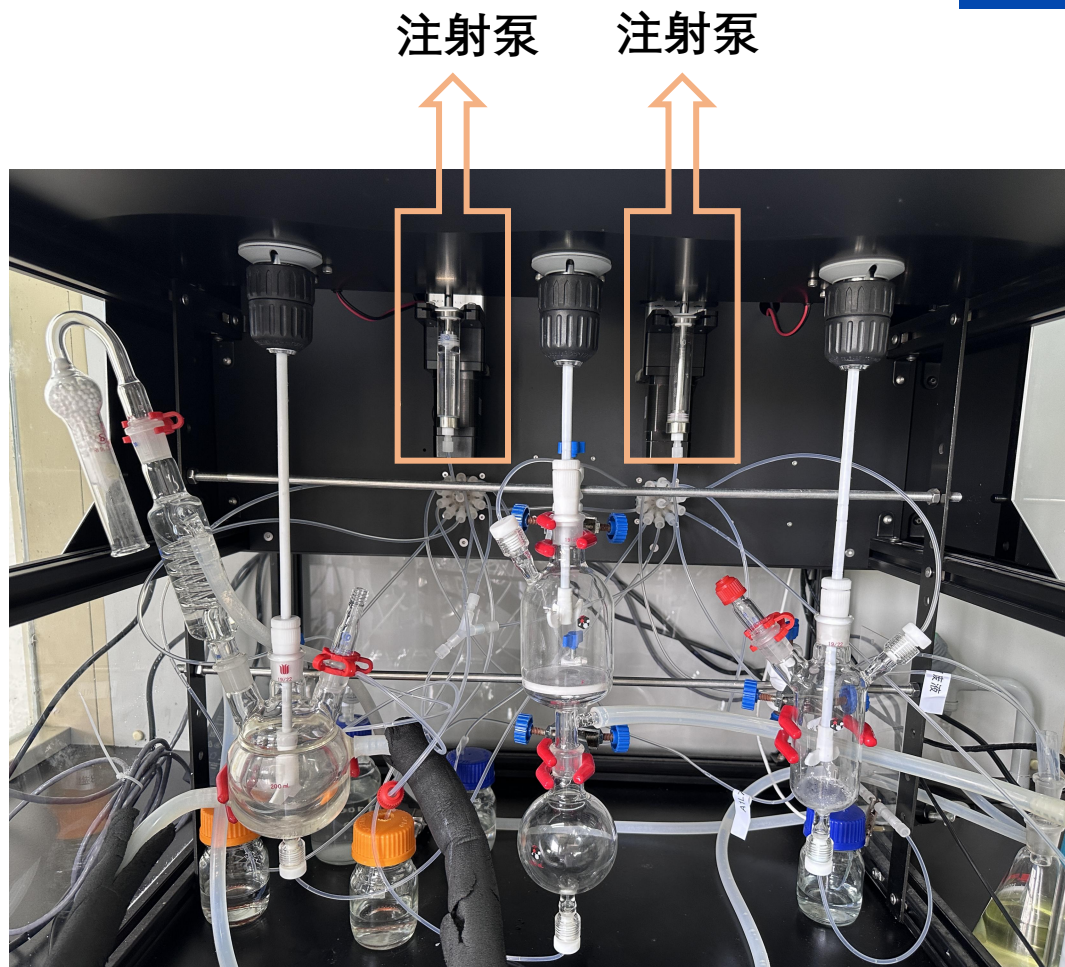
化学化工学院





# 分子打印机

Xiamen University



化学化工学院

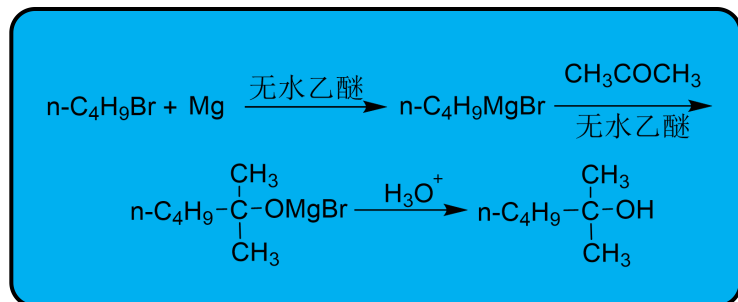






# 分子打印机-模块化指令

Xiamen University



MolePrinter Remote Client

config 主配置文件 | operation 主方案文件 | moduleSetting 模块配置文件 | moduleOperati... 模块方案文件

```
1 #培训方案测试
2 MODULE_LIST = {
3   "MPT_initialize": { # MPT初始化——运行前设备检查和反应准备
4     "actions": {
5       "instrument_unitalize": [ # 设备初始化操作指令——设备运行前检查；
6         {"operation": "INSTRUMENT_PDU", "name": "pdu_1", "address": 1, "p
7         # 关闭PDU 1号电源；
8         {"operation": "INSTRUMENT_CYCLE_PUMP", "name": "cycle_test", "te
9         # 打开循环泵液路循环；
10        {"operation": "INSTRUMENT_PDU", "name": "pdu_1", "address": 1, "p
11        # 打开PDU 1号电源；
12        {"operation": "WAIT_TIME", 'mark_time': 'initialize_PDU_1', 'time': 10}
13        # 等待 10s；
14        {"operation": "INSTRUMENT_PDU", "name": "pdu_1", "address": 1, "p
15        # 关闭PDU 1号电源，抽滤泵初始化完成；
16        {"operation": "INSTRUMENT_OVER_HEAD_STIR", "name": "stir_1", "st
17        # 打开 1号搅拌并在后台运行；
18        {"operation": "WAIT_TIME", 'mark_time': 'initialize_stir', 'time': 5},
19        # 间隔 5s；
20        {"operation": "INSTRUMENT_OVER_HEAD_STIR", "name": "stir_2", "st
21        # 打开 2号搅拌并在后台运行；
22        {"operation": "WAIT TIME" 'mark time': 'initialize stir' 'time': 10}
```

1.5g 镁屑、碘粒

② 2mL 正溴丁烷 / 乙醚混合液, 35°C  
③ 15mL 乙醚  
④ 14.5mL 正溴丁烷 / 乙醚混合液缓慢滴加

引发

制备格氏试剂

⑤ 55°C, 回流 15 min  
⑥ 冷却至 10°C

反应液-1

⑦ 丙酮/乙醚混合液, 10°C

亲核加成

⑧ 25°C, 回流 15 min

反应液-2

水解

⑨ 3M 盐酸, 10°C

反应液-3

萃取  
洗涤

2-甲基-2-己醇  
粗品乙醚溶液

化学化工学院



- (1) 遵循实验室的安全规则。
- (2) 切勿用烧杯装取有机溶剂（乙醚）。
- (3) 在实验室使用或蒸馏乙醚时，实验台附近严禁明火。
- (4) 其它事项同蒸馏实验。

**卤代烃的毒性：**“卤代烃经皮肤吸收后，侵犯神经中枢或作用于内脏器官，引起中毒。一般，碘代烃毒性最大，溴代烃、氯代烃、氟代烃毒性依次降低。低级卤代烃比高级卤代烃毒性强；饱和卤代烃比不饱和卤代烃毒性强；多卤代烃比含卤素少的卤代烃毒性强。使用卤代烃的工作场所应保持良好的通风。”



1. 分析实验过程中对2-甲基-2-己醇产率和纯度的具体影响机制，并说明哪些环节属于关键控制步骤。
2. 结合实验现象和实验结果，总结本次实验在操作规范性、条件控制合理性方面的成功经验，同时指出存在的不足，并提出具体的改进建议。