

实验报告

95

20 年 月 日

学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 2,3-二苯基氮杂吡啶 指导教师 _____

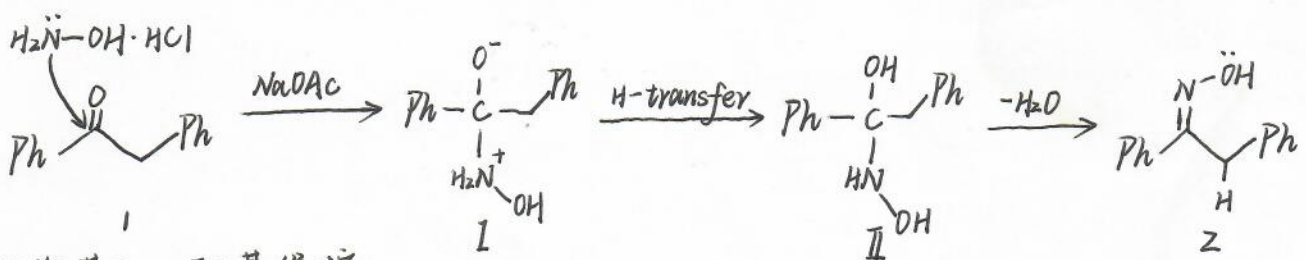
同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

一、实验目的

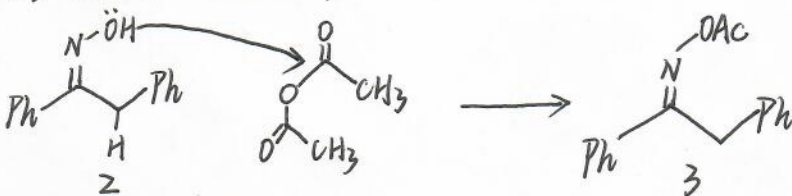
1. 熟悉醛酮与羟胺的亲核加成-消除反应、肟羟基的乙酰基保护机理及碱作用下的分子内环化反应的机理。
2. 掌握紫外-可见分光光度计、红外光谱仪及核磁共振谱仪等仪器的构造、原理、使用方法及日常维护，提升数据分析及解析能力。
3. 通过分析影响2,3-二苯基氮杂吡啶环化效率的因素，培养创新思维和科研素养，提高实验设计和创新能力。

二、实验原理

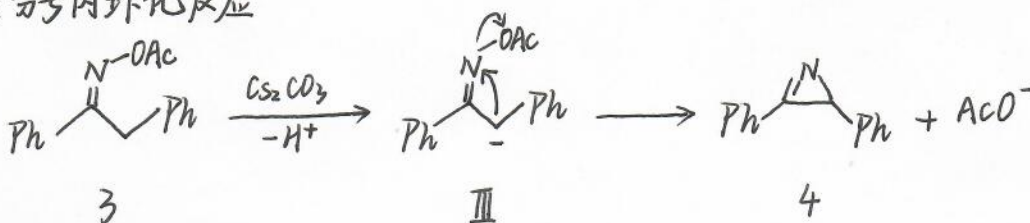
1. 醛酮与羟胺的亲核加成-消除反应



2. 肟羟基的乙酰基保护



3. 分子内环化反应



实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

首先在盐酸羟胺-甲醇反应体系中,无水醋酸钠作为缓冲剂中和盐酸释放游离羟胺分子,随后羟胺中的氮端进攻二苯乙酮羰基碳,发生亲核加成反应得到中间体I,中间体I经过质子转移得到II,脱水得到二苯乙酮肟2。2与乙酸酐发生肟羟基的乙酰化反应得到乙酰基肟3。在 Cs_2CO_3 的碱性条件下,乙酰基肟3发生分子内的亲核取代-环化反应得到目标化合物2,3-二苯基氮杂吡啶4。

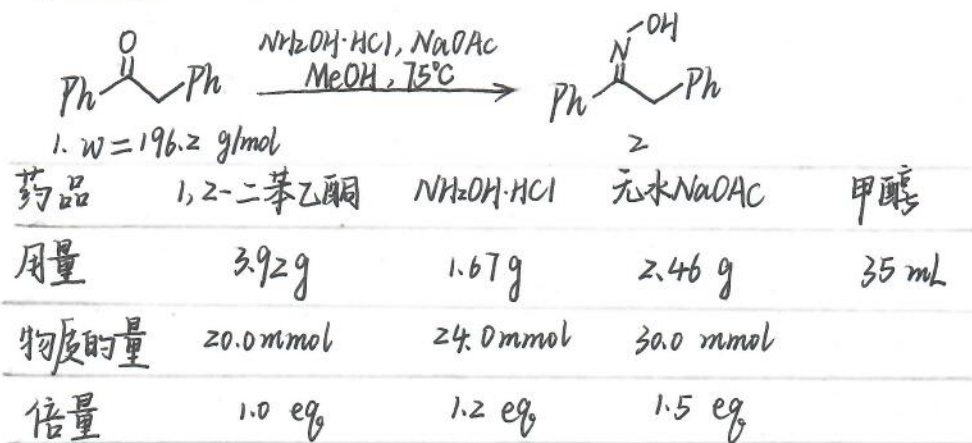
三、试剂和仪器

1. 试剂: 1,2-二苯乙酮、甲醇、 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 、无水 NaOAc 、 $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ 、无水 Na_2SO_4 、 CH_2Cl_2 、 Ac_2O 、 N,N -二甲基甲酰胺、 Cs_2CO_3 、 NaCl 、正己烷

2. 仪器: 水泵、旋转蒸发器、磁力搅拌器、电子天平、暗箱式紫外分析仪、熔点测定仪、紫外可见分光光度计、经红外光谱仪,核磁共振仪

四、实验步骤

1. 1,2-二苯乙酮肟的合成



在放置有椭圆形磁力搅拌子的100 mL单颈圆底烧瓶中,依次加入1,2-二苯乙酮(3.92g, 20.0 mmol, 1.0 eq)和无水甲醇(35 mL),在磁力搅拌器上充分搅拌5分钟至

实验报告

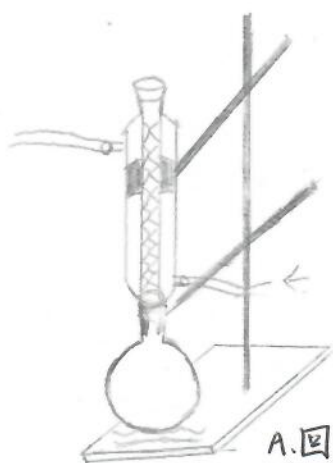
20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

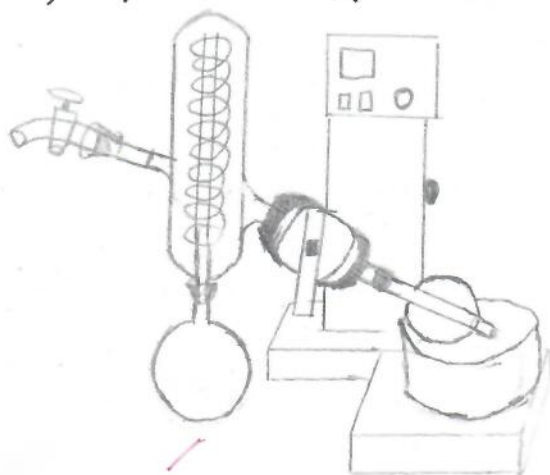
课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

反应物混合均匀, 随后依次称取 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ (1.67 g, 24.0 mmol, 1.2 eq) 和无水乙酸钠 (2.46 g, 360 mmol, 1.5 eq) 加入圆底烧瓶中, 反应体系立即产生白色沉淀。将装有回流冷凝管的圆底烧瓶加热至 75°C 反应 1h, 反应过程中体系一直保持浑浊。薄层色谱跟踪反应进程, 反应原料 1h 后消失, 停止回流。



A. 回流装置



B. 旋转蒸发

反应体系冷却至室温, 旋转蒸发仪上减压浓缩除去有机溶剂 (50°C), 随后向反应体系中加入蒸馏水 (30 mL), 并在 125 mL 分液漏斗中用乙酸乙酯萃取三次 (3x20 mL)。合并有机层, 无水 Na_2SO_4 干燥, 过滤。将滤液在旋转蒸发仪上减压浓缩, 静置片刻后得到浅黄色固体结晶 1,2-二苯基乙酮肟, 直接进入下一步反应。



展开剂: 石油醚: 乙酸乙酯 = 13:1

$R_f(1,2\text{-二苯乙酮}) = 0.55$

$R_f(1,2\text{-二苯乙酮肟}) = 0.23$

C. TLC 检测

实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

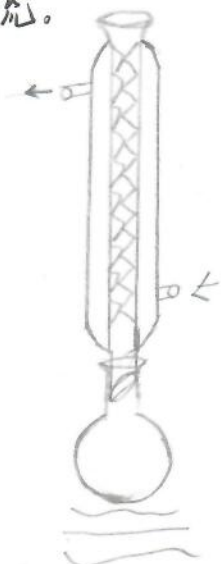
同组者 室温 气压

2. 1,2-二苯乙酮乙酰胺的合成

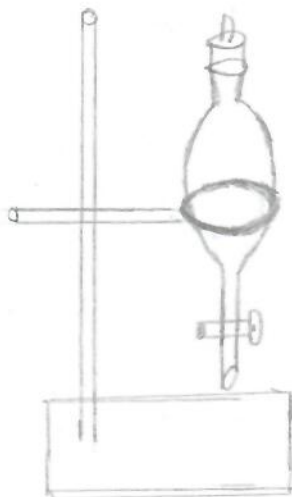


药品	化合物2	乙酸酐	二氯甲烷(DCM)
用量	4.58g	3.9ml	20ml
物质的量	20.1mmol	40.2mmol	
份量	1.0 eq	2.0 eq	

在放置有椭圆形磁力搅拌子的100ml单颈圆底烧瓶中加入第一步粗产物1,2-二苯乙酮2、二氯甲烷(20ml)和乙酸酐(3.9ml, 40.2mmol, 2.0eq), 将所得浅黄色溶液加热至50°C回流1h, 薄层色谱跟踪反应进程, 反应原料1h后消失, 停止回流。



A. 回流装置



B. 萃取



C. TLC检测

展开剂:
石油醚:乙酸乙酯
= 5:1
 $R_f(1,2\text{-二苯乙酮})$
= 0.49
 $R_f(1,2\text{-二苯乙酮乙酰胺})$
= 0.42

实验报告

20 年 月 日

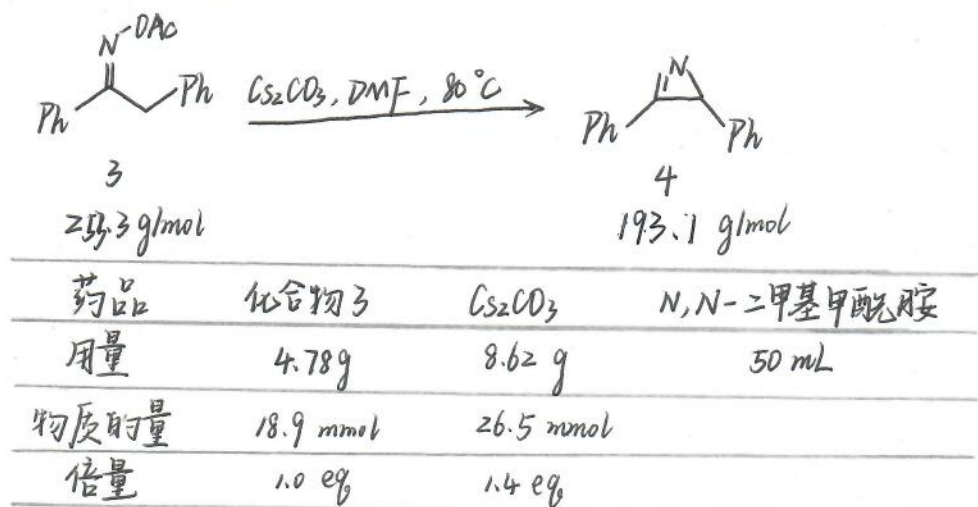
学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

反应完毕后冷却至室温, 随后向反应体系中加入蒸馏水 (20 mL), 并在 250 mL 分液漏斗用二氯甲烷 (3 × 20 mL) 萃取水相。合并有机层, 经无水 Na_2SO_4 干燥, 过滤。将滤液在旋转蒸发仪上减压浓缩, 得到粗产品淡黄色油状液体 1,2-二苯基乙酮乙酰胺 3 (4.78 g, 18.9 mmol, 98%)

3,2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶 4 的合成



在装有椭圆形磁力搅拌子的 100 mL 单颈圆底烧瓶中依次加入 1,2-二苯基乙酮乙酰胺 (4.78 g, 18.9 mmol, 1.0 eq)、N,N-二甲基甲酰胺 (50 mL) 和 Cs_2CO_3 (8.62 g, 26.5 mmol, 1.4 eq)。将混合物在 N_2 保护下加热至 80°C 反应 1h, 反应过程中体系颜色由无色变为黄色。薄层色谱检测反应进程, 反应原料 1h 后消失, 停止回流。

反应完毕后冷却至室温, 加入 120 mL 蒸馏水稀释, 并在 250 mL 分液漏斗中用 10% 乙酸乙酯的己烷溶液萃取三次 (3 × 60 mL)。然后将合并有机层用蒸馏水 (2 × 60 mL) 和饱和食盐水 (30 mL) 洗涤, 用无水 Na_2SO_4 干燥过滤。在旋转蒸发仪上减压浓缩, 残留的黄色油状物通过柱色谱纯化, 浓缩后得到浅黄色固体 2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶 4 (2.47 g, 12.8 mmol, 三步总收率 64%)

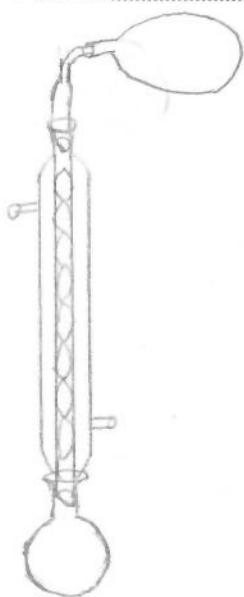
实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

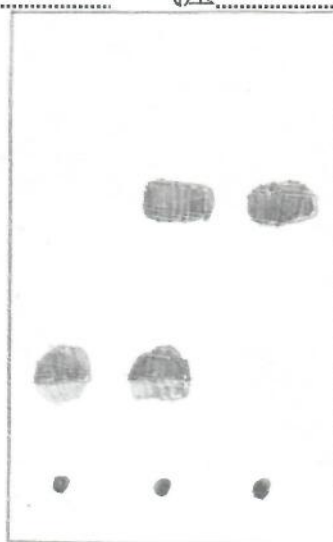
同组者 室温 气压



A. N_2 保护下的反应装置



B. 柱色谱纯化



展开剂:

石油醚:乙酸乙酯=10:1

$R_f(1,2\text{-二苯乙酮乙酰胺}) = 0.61$

$R_f(2,3\text{-二苯基-2H-氮杂吡啶}) = 0.25$

C. TLC检测

4. 样品的准备与检测:

(1) 熔点的测定: 收集柱层析纯化的干燥产物4, 采用数显式熔点仪测定产物的熔点。

(2) 紫外可见吸收光谱的测定: 配置化合物4的甲醇溶液在200-800 nm范围内扫描最大吸收波长。

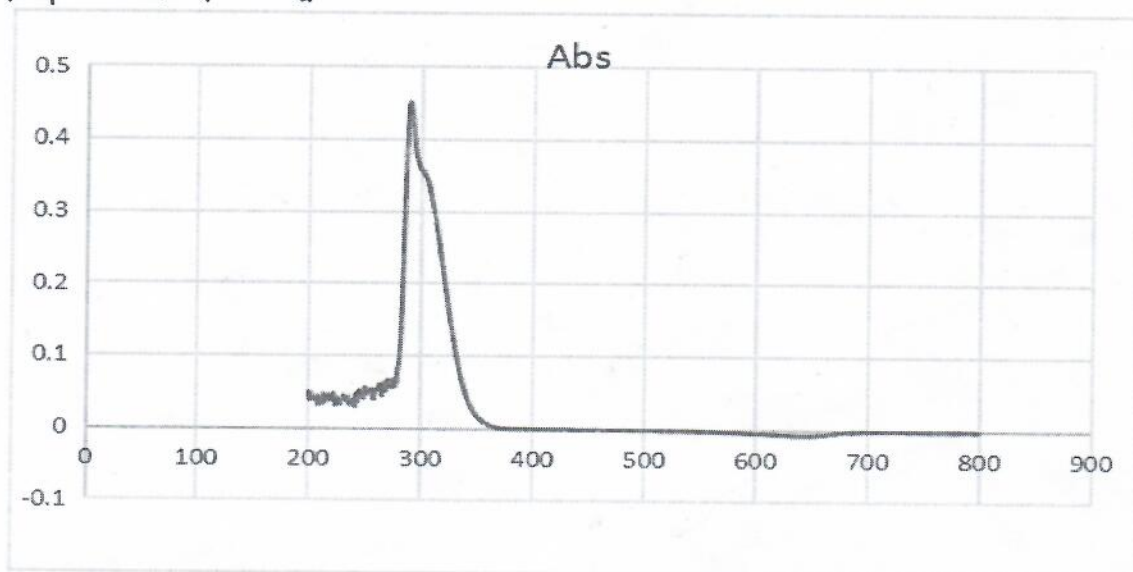
(3) 红外光谱: 利用溴化钾压片法测定该化合物的红外谱图。

(4) 核磁共振氢谱和碳谱: 以氘代氯仿为溶剂测定该化合物的核磁共振波谱数据。

五. 数据处理

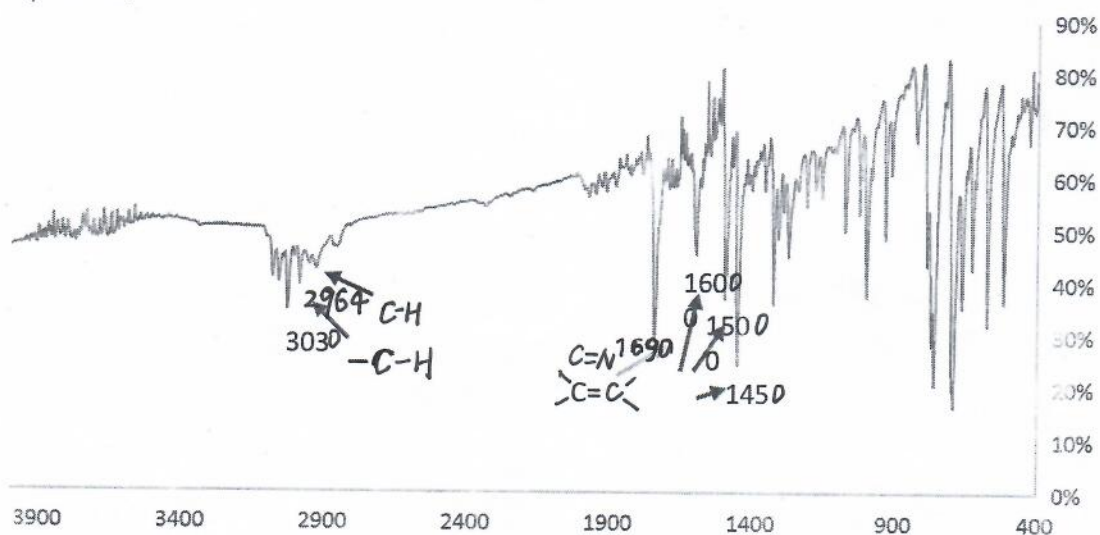
1. 最终得到产物2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶2.47g (12.8 mmol), 收率为 $\frac{12.8}{20} \times 100\% = 64\%$

2. 紫外可见吸收光谱



由图可见,该化合物最大吸收波长为 290 nm , 最大吸光度为 0.43 。
 化合物因为 $\text{C}=\text{N}$ 双键拉电子作用使苯环的电子云密度降低, 发生红移,
 所以比苯的最大吸收波长长。

3. 红外光谱



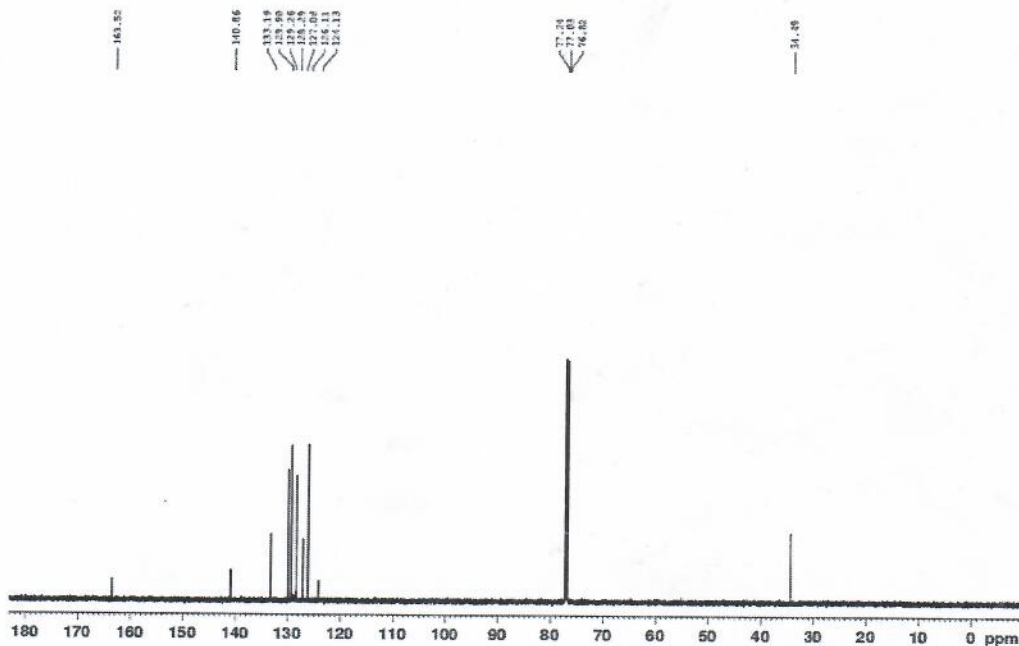
1450 、 1500 、 1600 cm^{-1} 处为苯环中 $\text{C}=\text{C}$ 的吸收峰;

1690 cm^{-1} 为 $\text{C}=\text{N}$ 的吸收峰;

3030 cm^{-1} 为苯环 $\text{C}-\text{H}$ 的吸收峰;

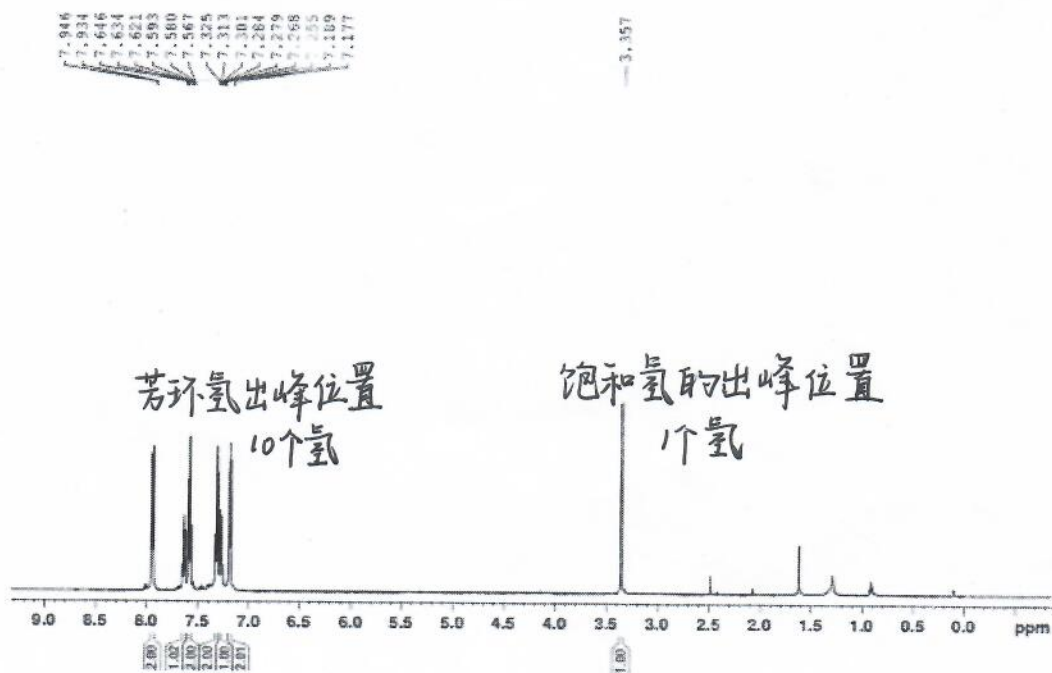
2964 cm^{-1} 为化合物唯一的一个饱和 $\text{C}-\text{H}$ 的吸收峰。

4. 核磁共振碳谱



$\delta = 34.5$ 为唯一的一个饱和碳的出峰位置, 在高场区;
 $\delta = 163.5 \sim 124.1$, 为不饱和碳的出峰位置, 其中亚胺碳受N原子及芳环的影响, 出峰位置在最低场, 化学位移为163.5.

5. 核磁共振¹H谱



实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

六、问题

1. 常用的乙酰化试剂有哪些?

答: 常用的乙酰化试剂有乙酰氯、乙酸和乙酸酐。

2. 洗脱剂洗脱能力的大小?

答: 石油醚 < 环己烷 < 二硫化碳 < 三氯乙烷 < 苯 < 甲苯 < 二氯甲烷 < 氯仿 < 乙醚 < 乙酸乙酯 < 丙酮 < 正丁醇 < 乙醇 < 甲醇 < 吡啶 < 酸。

3. 实验中用饱和食盐水洗涤, 是否可用水代替?

答: 不可以, 由于乙酸乙酯在水中有一定的溶解度, 为了尽可能减少由此而造成的损失, 所以采用饱和食盐水。

七、反思与总结

1. N_2 保护时, 注意回充三遍排尽空气, 使反应装置中充满 N_2 ;
2. 柱色谱时, 注意棉花的大小, 过大会使流速过慢, 增长实验时间, 过小会影响分离效果;
3. 实验中要配戴口罩和手套, 以免溶剂挥发吸入体内造成伤害, 硅胶吸入体内也会对肺造成损伤。

阅 2021.05.22

实验报告

90

20 年 月 日

学院... 专业... 学号... 姓名...

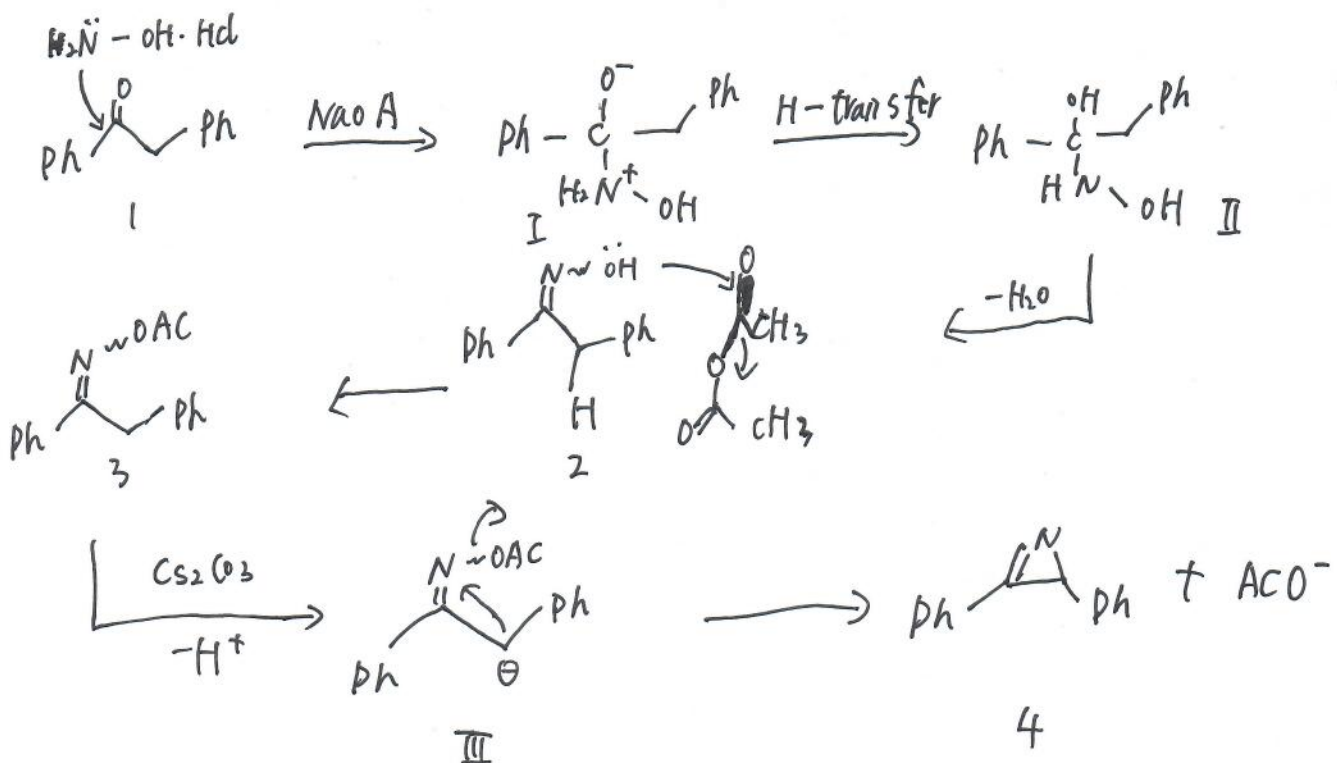
课程名称... 实验名称 2,3-二苯基氨基丙酮的指导教师...

同组者... 室温... 气压...

一. 实验目的

1. 掌握醛酮与羟胺的亲核加成-消除反应, 胺羟基的乙酰基保护机理及碱作用下的分子内环化反应的机理。
2. 掌握紫外-可见分光光度计, 红外光谱仪及核磁共振仪等仪器的构造, 原理, 使用方法及日常维护, 提升数据分析及解析能力。
3. 通过分析影响 2,3-二苯基氨基丙酮化效率的因素, 培养创新思维和科研素养, 提高实验设计和创新能力。

二. 实验原理



实验报告

20 年 月 日

学院.....专业.....学号.....姓名.....

课程名称.....实验名称.....指导教师.....

同组者.....室温.....气压.....

醛酮类化合物与羟胺发生亲核加成-消除反应生成亚胺是有机化学的重要内容。首先在盐酸羟胺-甲醇反应体系中,无水醋酸钠作为缓冲剂中和盐酸并放出游离羟胺分子,随后羟胺中的氮端进攻二苯乙酮羰基碳,发生亲核加成反应得到中间体I,中间体I经过质子转移得到II,脱水得到二苯乙酮肟3。二苯乙酮肟3与乙酸酐发生肟基的乙酰化反应得到乙酰基肟4。在醋酸铯的碱性条件下,乙酰基肟4发生分子内的亲核取代-环化反应得到目标化合物2,3-二苯基氮杂吡啶4。

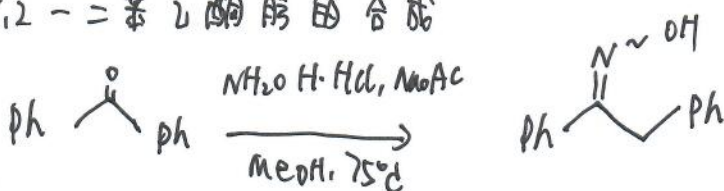
三. 实验试剂和材料

N,N-二甲基酰胺 (DMF), 乙酸酐, 醋酸铯, 乙酸乙酯, 甲醇, 1,2-二苯乙酮, 盐酸羟胺, 无水乙酸酐, 无水Na₂SO₄, 二氯乙烷 (DCM)。

核磁共振谱仪, 紫外可见分光光度计, 红外光谱仪, 熔点测定仪, 电子天平, 暗箱式紫外分析仪, 恒温磁力搅拌器, 旋转蒸发器, 循环水式真空泵

四. 实验步骤

1. 1,2-二苯乙酮肟的合成



实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

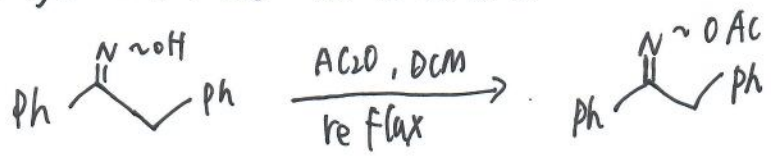
在放置有椭圆形磁力搅拌子的 100 毫升圆底烧瓶中，依次加入 1,2-二苯乙酮 3.92g 和 无水甲醇 35 mL，在磁力搅拌器上充分搅拌 5 分钟至反应物混合均匀，随后依次称取 盐酸羟胺 1.67g 和 无水乙酸钠 2.46g 加入圆底烧瓶中，反应体系立即产生白色浑浊。将带有回流冷凝管的圆底烧瓶加热至 75°C 反应 1h，反应过程中反应体系一直保持浑浊。薄层色谱跟踪反应进程，反应原料 1h 后消失，停止回流。

反应体系冷却至室温，旋转蒸发器上减压浓缩除去有机溶剂，随后向反应体系中加入蒸馏水 30 mL，并在 125 分液漏斗中用乙醚 2 次萃取三次 (3X 20 mL)。合并有机层，无水 $MgSO_4$ 干燥，过滤。将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩，静置片刻后得到浅黄色固体结晶 1,2-二苯基乙酮肟 4.4 g，进入下一步反应。



回流装置

2. 1,2-二苯乙酮肟的合成



在放置有椭圆形磁力搅拌子的 100 mL 圆底烧瓶中加入第一步粗产物 1,2-二苯乙酮肟，二氯甲烷 20 mL 和 乙酸酐 3.6 mL，将所得浅黄色溶液加热至 50°C 左右回流 1h，薄层色谱跟踪反应进程，反应原料 1h 后消失，停止回流。

实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

反应完毕后冷却至室温，随后向反应体系中加入蒸馏水 20 mL，并在 250 mL 分液漏斗用二氯甲烷 (3 × 20 mL) 萃取水相。合并有机层，经无水 Na_2SO_4 干燥，过滤。将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩，得到粗产品淡黄色油状液体 1,2-二苯基乙酮乙酰胺 4.75 g。



萃取装置

3. 在装有带圆型磁力搅拌子的 100 mL 单颈圆底烧瓶中依次加入 1,2-二苯基乙酮乙酰胺、N,N-二甲基甲酰胺 50 mL 和碳酸铯 8.56 g，将混合物加热至 80 °C 反应 1 h，反应过程中体系颜色由无色变为黄色。薄层色谱检测反应进行，反应原料 1 h 后消失，停止回流。

反应完毕后冷却至室温，加入 120 mL 蒸馏水稀释，并在 250 mL 分液漏斗中用 10% 乙酸乙酯的己烷溶液萃取三次 (3 × 60 mL)。然后将合并的有机层用蒸馏水 (2 × 60 mL) 和饱和食盐水 (30 mL) 洗涤，用无水 Na_2SO_4 干燥，过滤。在旋转蒸发器上减压浓缩，残留的黄色油状物通过柱色谱纯化，浓缩后得到淡黄色固体 2,3-二苯基-2H-噻吩基 2.35 g，总收率 61%。

4. 样品的准备与检测

熔点的测定：收集柱层析纯化的干燥产物 4。采用数显式熔点仪测定产物的熔点为 52.3 °C。

紫外-可见光吸收光谱的测定：配置化合物 4 的甲醇溶液在 200-800 nm 范围内

实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

扫描最大吸收波长。

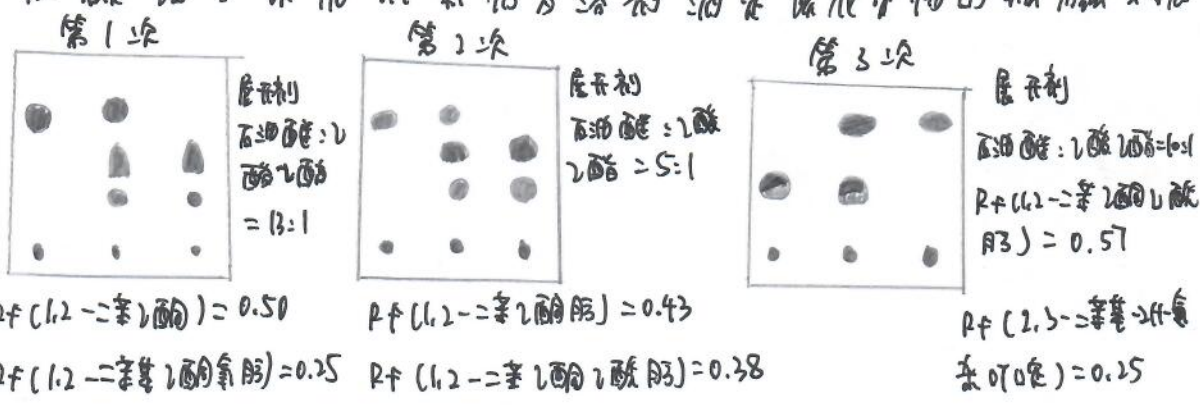
红外光谱：利用溴化钾压片法测定该化合物的红外谱图。

核磁共振氢谱和碳谱：以氘代氯仿为溶剂测定该化合物的核磁共振

波谱数据。

五. 数据分折

见下页



六. 课后习题

1. 回流的目的

答：①可以使反应物尽可能的参与反应提高转化率；②减少反应物混入在溶剂中，提高产物的纯度；③回流管如果是连通空气的，还能避免物质逸散，污染环境。

2. 色谱柱的使用和维护要注意什么？

答：①避免压力和温度的急剧变化及任何机械震动；②选择使用使用适宜的流动相，以避免固定相被破坏；③经常用强溶剂冲洗色谱柱，清除保留在柱内的杂质。

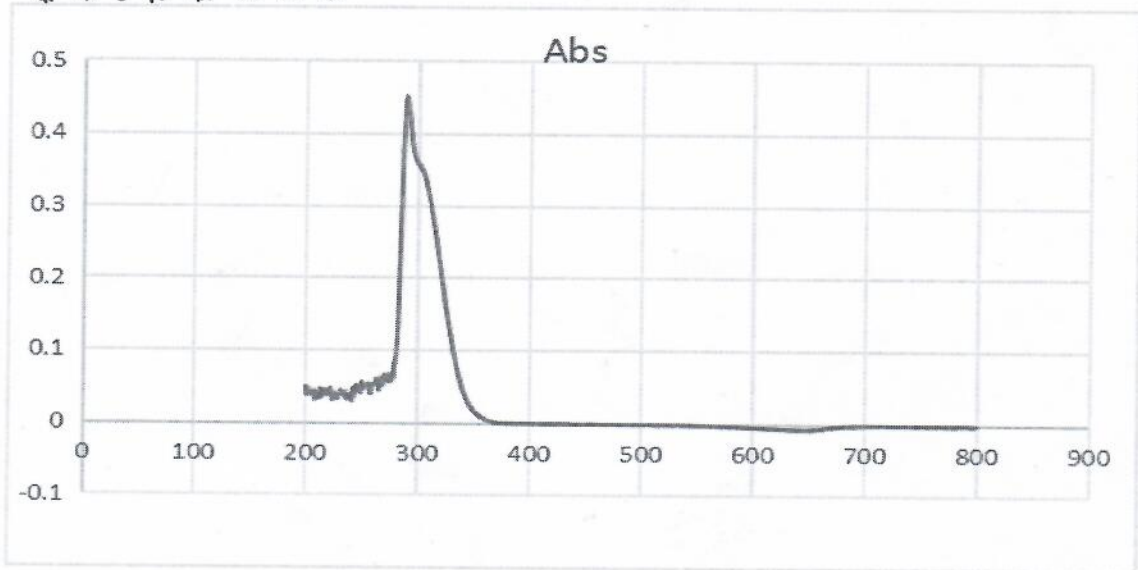
3. 旋转蒸发仪的工作原理。

答：通过电子控制，使烧瓶在最适宜速度下，恒速旋转以增大蒸发面积。通过真空系统使蒸发烧瓶处于高真空状态。蒸发烧瓶在旋转时置于水浴锅中恒温加热，瓶内溶液在负压下在旋转烧瓶内进行加热蒸发。

七. 反思与总结

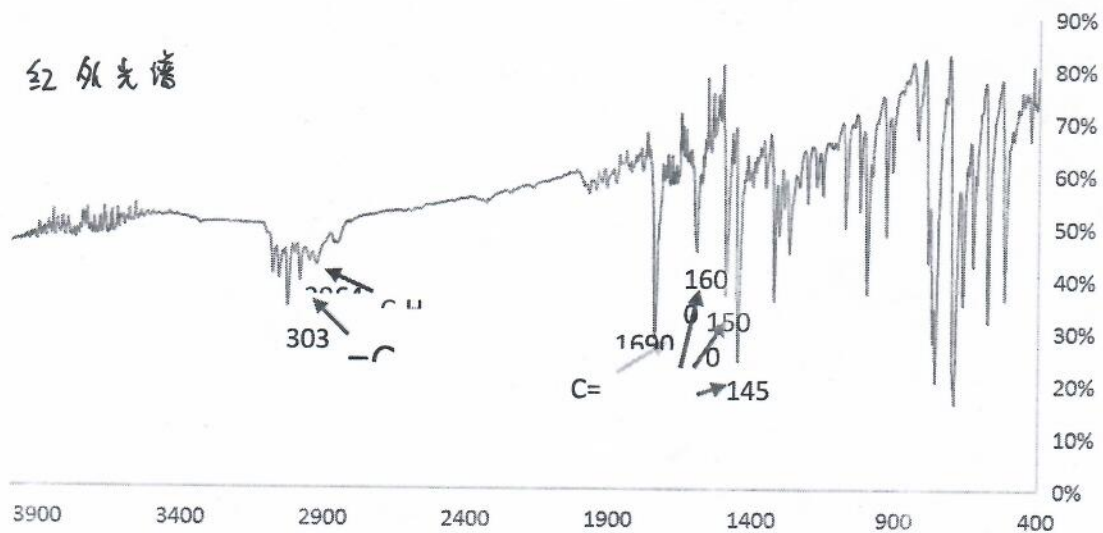
- 萃取时要特别注意区分有机相和水相，无法确定时，加几滴苯萃取剂观察去向。
- 使用旋转蒸发仪时一定要注意步骤，怎样操作。
- 本实验相对学说是比较大，要有耐心，认真做每一步。

紫外可见吸收光谱



由图可见，该化合物最大吸收波长为 290 nm，最大吸光度为 0.43。化合物中 C=N 双键拉电子作用使苯环的电子云密度降低，发生红移，因此比苯的最大吸收波长长。

红外光谱



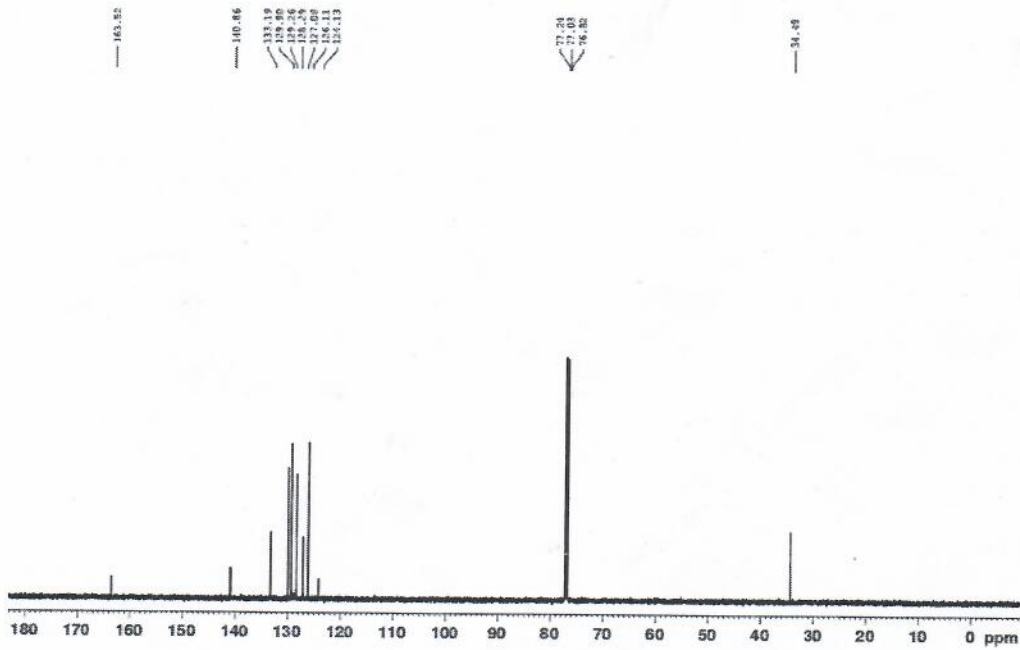
2964 cm^{-1} 是化合物唯一的一个饱和 C-H 的吸收峰

1690 cm^{-1} 为 C=O 的吸收峰

3030 cm^{-1} 为苯环 C-H 的吸收峰

1450, 1500, 1600 cm^{-1} 为苯环中 C=C 的吸收峰

核磁共振谱



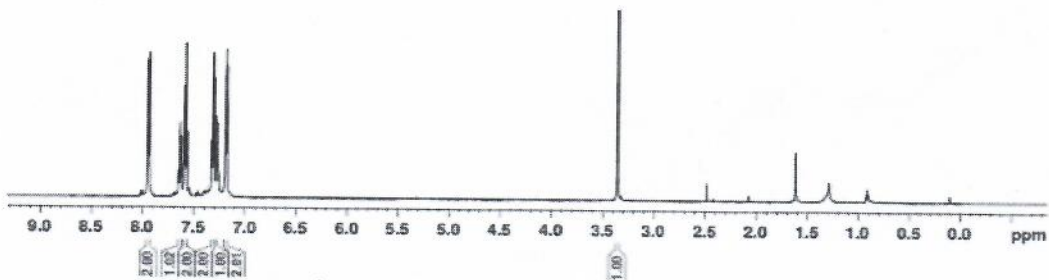
$\delta = 34.5$ 为唯一饱和碳的出峰位置，在高场区。

$\delta = 163.5 \sim 124.1$ ，为不饱和碳的出峰位置，其中正酰胺受N原子及芳环的影响，出峰位置在最低场，化学位移为163.5。



阅 2021.05.22

核磁共振氢谱



芳环氢出峰位置
1个氢

饱和氢的出峰位置
1个氢

△. 课下习题作答。

实验报告

20 年 月 日

91

学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

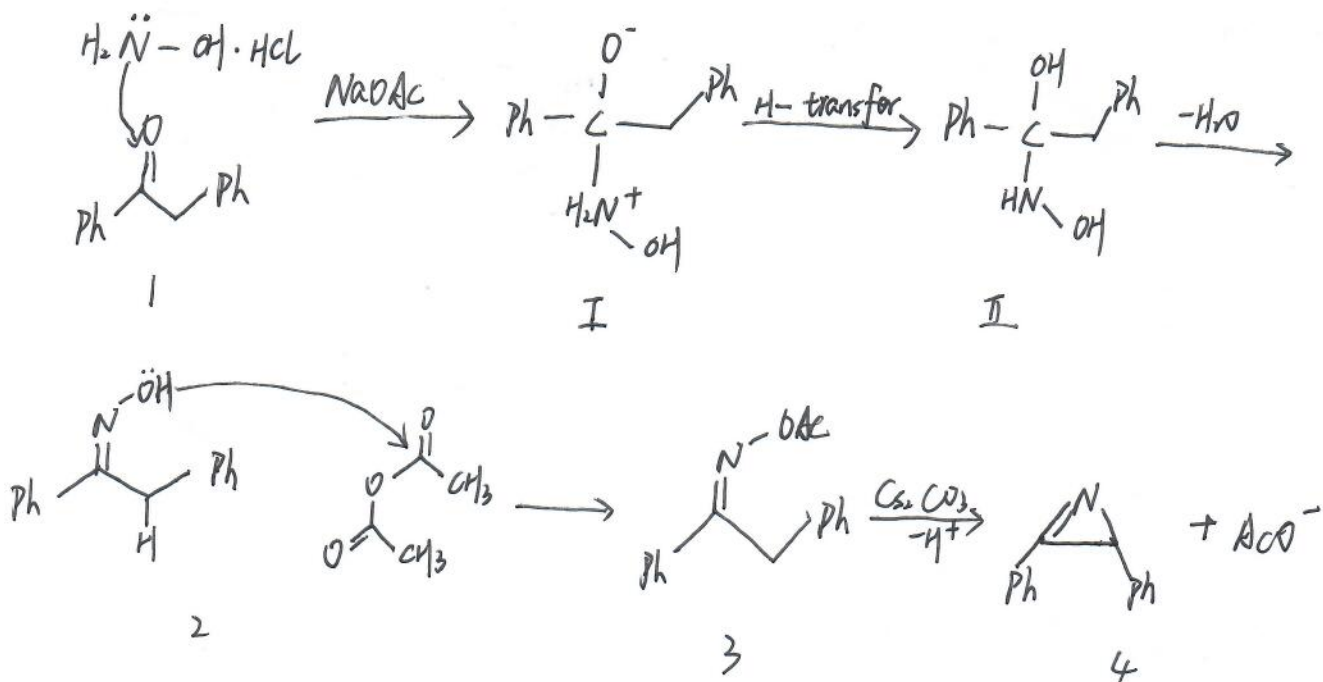
课程名称 _____ 实验名称 2,3-二苯基氮杂吡啶 指导教师 _____

同组者 _____ 室温 的合成及结构表征 气压 _____

一. 实验目的

1. 熟悉醛酮与羟胺的亲核加成-消除反应, 羟胺的乙酰基保护机理及碱作用下的分子内环化反应的机理。
2. 掌握紫外-可见分光光度计、红外光谱仪及核磁共振谱仪器的构造、原理、使用方法及日常维护, 提升数据分析及解析能力。
3. 通过分析影响 2,3-二苯基氮杂吡啶环化效率的因素, 培养创新思维和科研素养, 提高实验设计和创新能力。

二. 实验原理



在盐酸羟胺-甲醇反应体系中, 无水醋酸钠作为缓冲剂中和盐酸释放游离羟胺分子, 随后羟胺中的氮端进攻二苯乙酮羰基碳, 发生亲核加成反应得到中间体 I。

实验报告

20 年 月 日

学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

中间体 I 经过质子转移得到 II, 脱水得到二苯乙酮肟 2。二苯乙酮肟 2 与乙酸酐发生肟基的乙酰化反应得到乙酰肟 3。在碳酸钡的碱性条件下, 乙酰肟 3 发生分子内的亲核取代-消除反应得到目标化合物 2,3-二苯基氮杂环庚烷 4。

三. 实验试剂

1,2-二苯乙酮 (99.96%); 盐酸羟胺 (98.5%); 甲醇 ($\geq 99.5\%$)
 无水乙酸钠 (99.0%); 无水硫酸钠 ($\geq 99.0\%$); 乙酸乙酯 ($\geq 99.5\%$)
 二氯乙烷 (DCM) ($\geq 99.5\%$); 乙酸酐 ($\geq 98.5\%$); N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) ($\geq 99.5\%$)
 碳酸钡 (99%); 氯化钠 ($\geq 99.5\%$); 正己烷 (98.0%)

四. 实验仪器

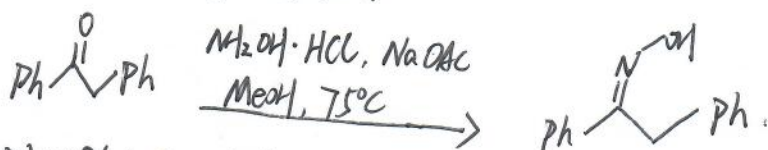
循环水式真空泵; 旋转蒸发器; 电子天平; 磁力搅拌器; 暗箱式紫外分析仪;
 熔点测定仪; 紫外可见分光光度计; 红外光谱仪; 核磁共振仪。

五. 实验试剂

1,2-二苯乙酮、甲醇、 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 、无水 NaOAc 、 $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ 、无水 Na_2SO_4 、 CH_2Cl_2 、 Ac_2O 、N,N-二甲基甲酰胺、 Ca_2CO_3 、 NaCl 、正己烷

六. 实验步骤

I. 1,2-二苯乙酮肟的合成



$M = 196.2 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

1,2-二苯乙酮	3.92g	20.0 mmol	1.0 eq
$\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$	1.67g	24.0 mmol	1.2 eq

实验报告

20 年 月 日

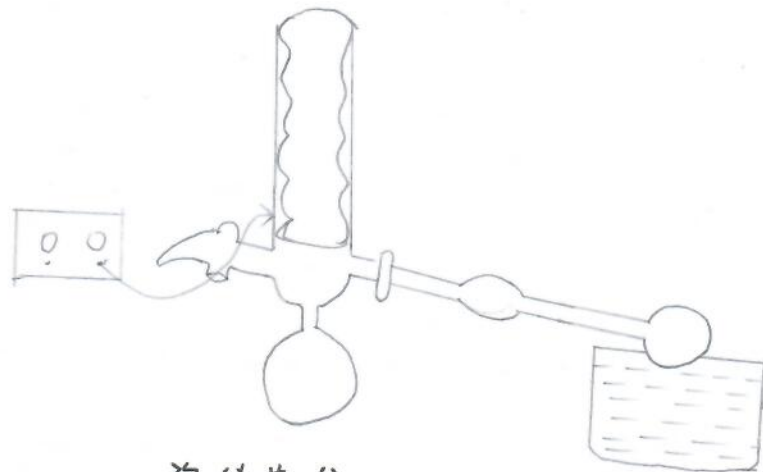
学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

无水 NaOAc 2.46g 30.0 mmol 1.5eq
甲醇 35ml.

在放置有椭圆形磁力搅拌子的100ml单颈圆底烧瓶中,依次加入1,2-二苯乙酮(3.9g, 20.0mmol, 1.0eq)和无水甲醇(35ml),在磁力搅拌器上充分搅拌5mins至反应物混合均匀,随后依次称取 $Mg \cdot OH \cdot HCl$ (1.67g, 24.0 mmol, 1.2 eq)和无水乙酸钠(2.46g, 30.0mmol, 1.5eq)加入圆底烧瓶中,反应过程中体系一直保持浑液。薄层色谱跟踪反应进程,反应原料1h后消失,停止回流。



旋转蒸发器



展开剂: 石油醚:乙酸乙酯

反应体系冷却至室温,旋转蒸发器上减压浓缩除去有机溶剂(50°C),随后 $13:1$ 向反应体系中加入蒸馏水(30ml),并在125ml分液漏斗中用乙酸乙酯萃取三次(3x 20ml)。合并有机层,无水 Na_2SO_4 干燥,过滤,将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩,静置片刻后得到浅黄色固体结晶1,2-二苯基乙酮肟,直接进入下一步反应。

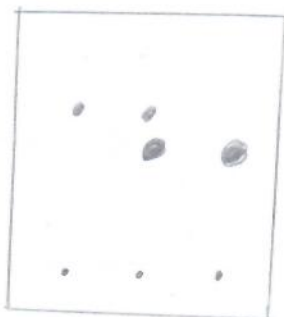
实验报告

20 年 月 日

学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

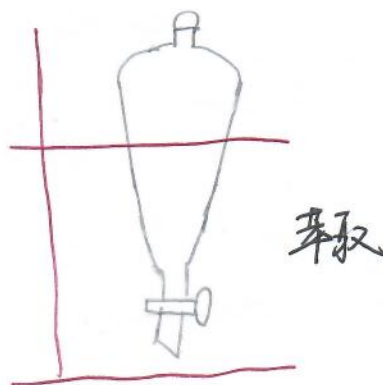
同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____



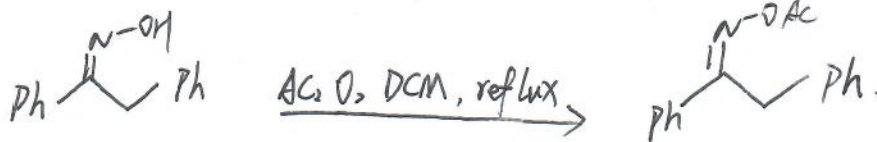
TLC检测

展开剂: 石油醚: 乙酸乙酯 = 5:1

$R_f = 0.51$



五. 1,2-二苯乙酮乙腈肟的合成



$211.3 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$

$253.3 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$

化合物 2	4.58g	20.1 mmol	
乙酸酐			1.00g
二氯甲烷	3.9ml	40.2 mmol	
	20ml		2.00g

在放置有椭圆形磁力搅拌子的100ml单颈圆底烧瓶中加入第一步粗产物1,2-二苯乙酮肟2、二氯甲烷和乙酸酐,将所得浅黄色溶液加热至 50°C 回流1h,薄层色谱跟踪反应进程,反应原料1h后消失,停止回流。

实验报告

20 年 月 日

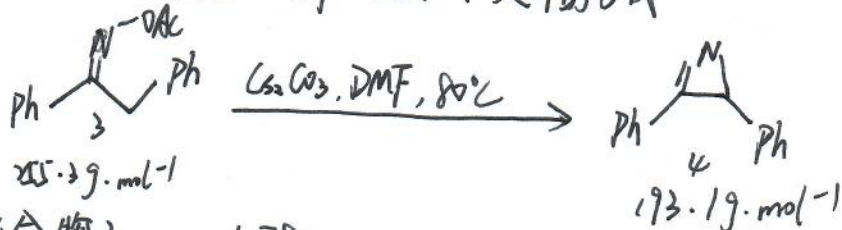
学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

反应完毕后冷却至室温，随后向反应体系中加入蒸馏水，并在 50ml 分液漏斗用二氯甲烷 (3x 20ml) 萃取水相。合并有机层，依次用 Na_2SO_4 干燥，过滤。将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩，得到粗产品淡黄色油状液体 1,2-二苯基乙酮乙腈 3 (4.78g, 18.9 mmol, 98%)

II 2,3-二苯基-2H-咪唑 4 的合成



化合物 3	4.78g	18.9 mmol	1.0 eq
Cs_2CO_3	8.62g	26.5 mmol	1.4 eq
N,N-二甲基甲酰胺	50ml		

在装有标准型磁力搅拌子的 100ml 单颈圆底烧瓶中依次加入 1,2-二苯基乙酮乙腈 3 (4.78g, 18.9 mmol, 1.0 eq)、N,N-二甲基甲酰胺 (50ml) 和 Cs_2CO_3 (8.62g, 26.5 mmol, 1.4 eq)。将混合物在 N_2 保护下加热至 80°C 反应 1h，反应过程中体系颜色由无色变为黄色。薄层色谱检测反应进程，反应原料 1h 后消失，停止回流。

反应完毕后冷却至室温，加入 120ml 蒸馏水稀释，并在 50ml 分液漏斗中用 10% 乙酸乙酯的乙烷溶液萃取三次 (3x 6ml)，然后将合并有机层用蒸馏水的黄色油状物通过柱色谱纯化，浓缩后得到浅黄色固体 2,3-二苯基-2H-咪唑 4 (2.49g, 12.9 mmol, 三步总收率 64.5%)。

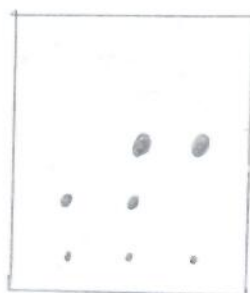
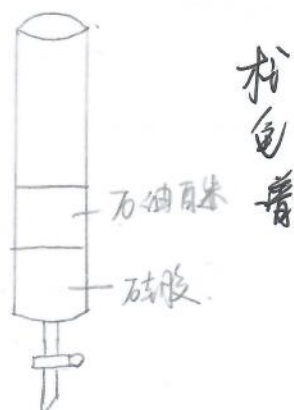
实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压



TLC 检测

展开剂: 石油醚: 乙酸乙酯 = 10:1

$R_f = 0.49$

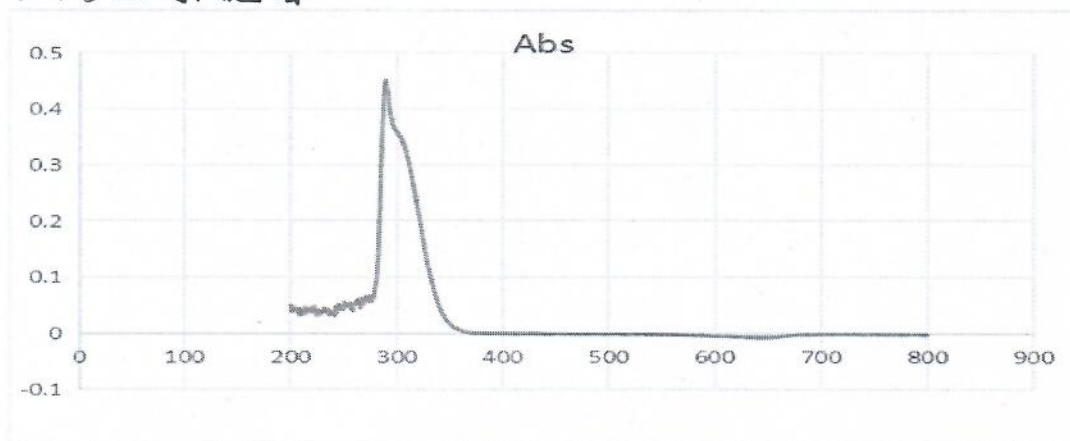
IV. 样品的准备与检测:

- 1> 熔点的测定: 收集柱总析纯化的干燥产物 4, 采用数显式熔点仪测定产物的熔点。
- 2> 紫外可见吸收光谱的测定: 配置化合物 4 的甲醇溶液在 200-800 nm 范围内扫描最大吸收波长。
- 3> 红外光谱: 利用溴化钾压片法测定该化合物的红外谱图。
- 4> 核磁共振氢谱和碳谱: 以氘代氯仿为溶剂测定该化合物的核磁共振波谱数据。

六. 数据处理

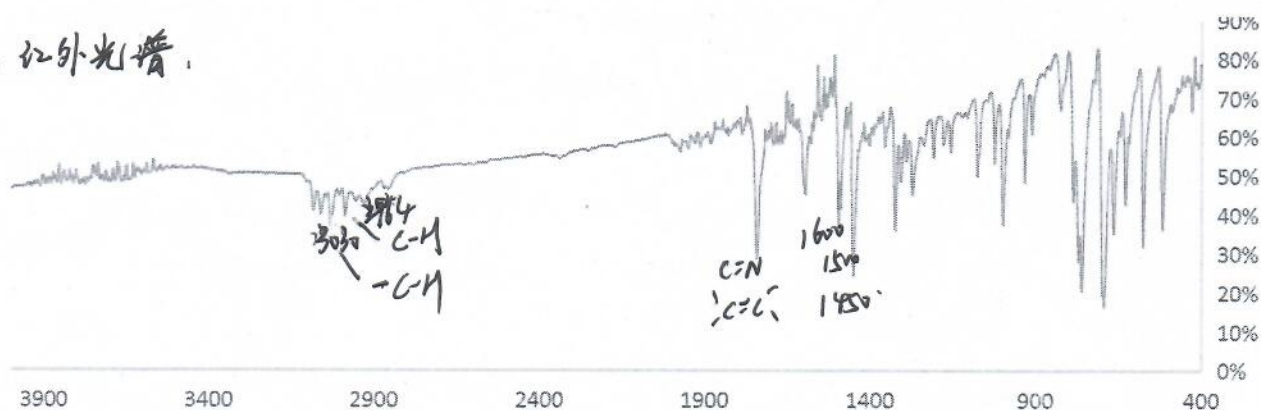
1. 最终得到产物 2, 3-二苯基-2H-氮杂吡啶 (2.49g, 12.9mmol), 收率为 $\frac{12.9}{20} \times 100\% = 64.5\%$

2. 紫外可见吸收光谱



由图可见, 该化合物最大吸收波长为 290nm, 最大吸光度为 0.43。化合物因为 C=N 双键吸电子作用使苯环的电子云密度降低, 发生红移, 所以, 比苯的最大吸收波长长。

3. 红外光谱



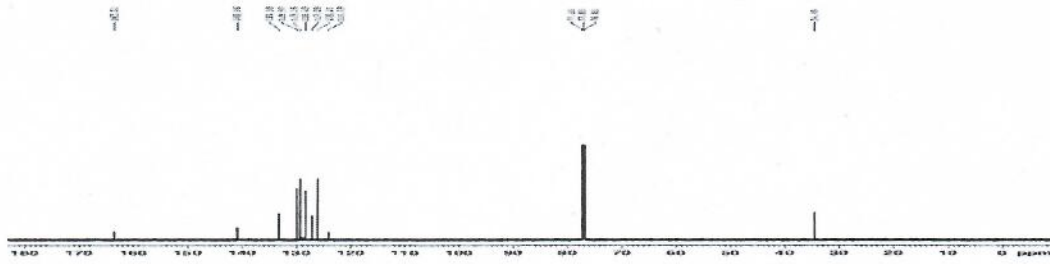
1450、1500、1600 cm^{-1} 为苯环中 C=C 的吸收峰。

1690 cm^{-1} 为 C=N 的吸收峰。

3030 cm^{-1} 为苯环 C-H 的吸收峰。

2964 cm^{-1} 为化合物唯一一个饱和 C-H 的吸收峰。

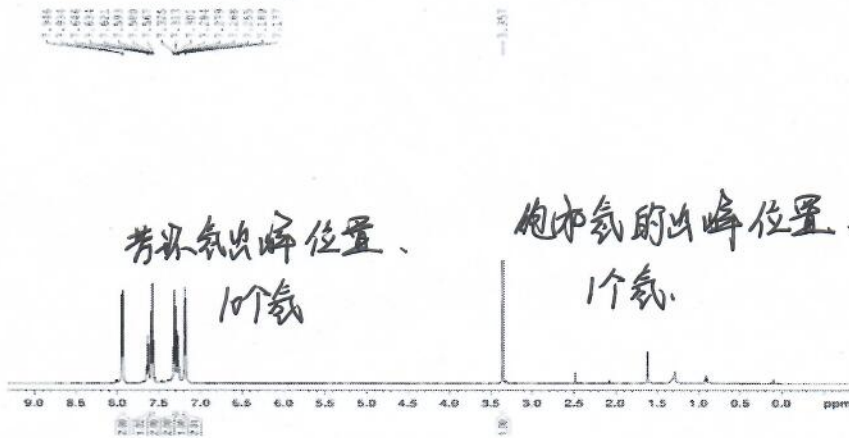
4. 核磁共振氢谱



$\delta = 34.5$ 为唯一的一个饱和碳的出峰位置, 在高场区;

$\delta = 163.5 \sim 124.1$, 为不饱和碳的出峰位置, 其中亚胺碳受N原子及芳环的影响, 出峰位置在最低场, 化学位移为163.5。

5. 核磁共振氢谱



实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

七. 问题.

1. 影响薄层色谱分析的因素有哪些?

答: 样品处理方法、薄层板制备技巧、点样方法、展开剂的遴选、湿度的掌控等。
溶剂极性影响?

2. 是否可以用水代替饱和食盐水洗涤?

答: 不可以, 由于乙酸乙酯在水中有一定溶解度, 为了可能减少由此而造成
的损失, 所以用饱和食盐水。
食盐太多, 破坏了乳化作用

3. 影响萃取效率的因素有哪些?

答: ① 萃取剂的选择和用量 ② 萃取次数的多少 ③ 振荡是否充分
④ 分离是否彻底。

八. 反思与总结.

1. 萃取分层时, 一定要弄清楚有机相和水相的位置。
2. 柱色谱棉花大小应合适, 过大使流速过慢, 过小影响效果。
3. 合理设置旋转蒸发器转速。

阎 2021.05.22

实验报告

90

2021年7月3日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称 2,3-二苯基氮杂吡啶环合成 指导教师.....

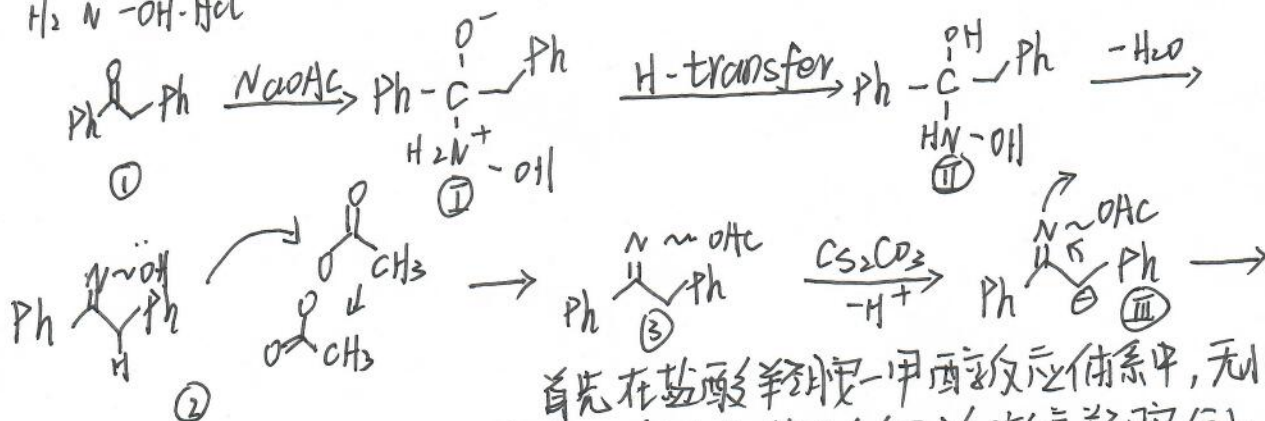
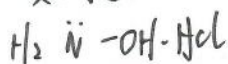
同组者..... 室温..... 气压.....

一. 实验目的:

1. 熟悉醯酮与羟胺的亲核加成-消除反应, 羟胺的乙酰基保护机理, 及碱作用下的分子内环化反应的机理.
2. 掌握紫外-可见分光光度计、红外光谱仪及核磁共振波谱仪器的构造、原理、使用方法及日常维护, 提升数据分析及解析能力.
3. 通过分析影响2,3-二苯基氮杂吡啶环化效率的因素, 培养创新思维和科研素养, 提高实验设计和创新能力.

二. 实验原理:

醯酮类化合物与羟胺发生亲核加成-消除反应合成亚胺是有机化学的重要内容.



首先在盐酸羟胺-甲醇反应体系中, 无冰醋酸钠作为缓冲剂中和盐酸释放游离羟胺分子, 随后羟胺分子, 随后羟胺中的氮端进攻二苯乙酮羰基碳, 发生亲核加成反应得到中间体 I, 中间体 I 经过质子转移得到 II, 脱水得到二苯乙酮肟. 二苯乙酮肟羰基碳, 发生亲核加成反应得到中间体 II, 脱水得到

2,3-二苯基氮杂吡啶. 二苯乙酮肟羰基碳, 发生亲核加成反应得到中间体 II, 脱水得到

实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

二前乙醇同月3, 二前乙醇同月3与乙醇乙醇干发法月3羟基的乙醇先化反应得乙醇先基月3. 在碳酸铯的碱性条件下, 乙醇先基月3发生了分子内的亲核取代-环化反应得到目标化合物. 2-3. 二前基氮杂吡啶4.

三. 实验试剂:

试剂均购于阿拉丁, 迈瑞尔, 伊诺凯试剂公司. 柱色谱硅胶购于安徽良匠硅源材料有限公司 (200-300目); 薄层层析硅胶亦反购于烟台合群技术开发有限公司 (型号: HSGF254) 于安徽康泰医疗器械有限公司购一次性注射器:

材料	制造商	纯度	分子量	CAS号
氯化钠	天津市光复科技发展有限公司	≥99.5%	58.44	7641-14-5
正己烷	天津市凡能化学试剂科技有限公司	98.0%	86.18	110-54-3
1,2-二前乙醇	上海皓海生物医药科技有限公司	99.96%	196.24	451-40-1
甲醇	天津市光复科技发展有限公司	≥99.5%	32.04	67-56-1
盐酸羟胺	上海麦亮林生化有限公司	98.5%	69.49	5470-11-1
三乙醇胺	天津市光复科技发展有限公司	99.0%	82.03	127-09-3
乙酸乙酯	洛阳市科密欧化学试剂有限公司	≥99.5%	88.11	141-78-6
无水Na ₂ SO ₄	天津市科密欧化学试剂有限公司	≥99.0%	142.04	7757-82-6
二氯乙烷	洛阳市化学试剂厂	≥99.5%	84.93	107-06-2
乙醇干	国药集团化学试剂有限公司	≥98.5%	102.09	108-24-7
N,N-二前吡啶	天津市汇航化工科技有限公司	≥99.5%	73.09	68-12-2
碳酸铯	北京伊诺凯试剂科技有限公司	99%	325.82	534-17-8

实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

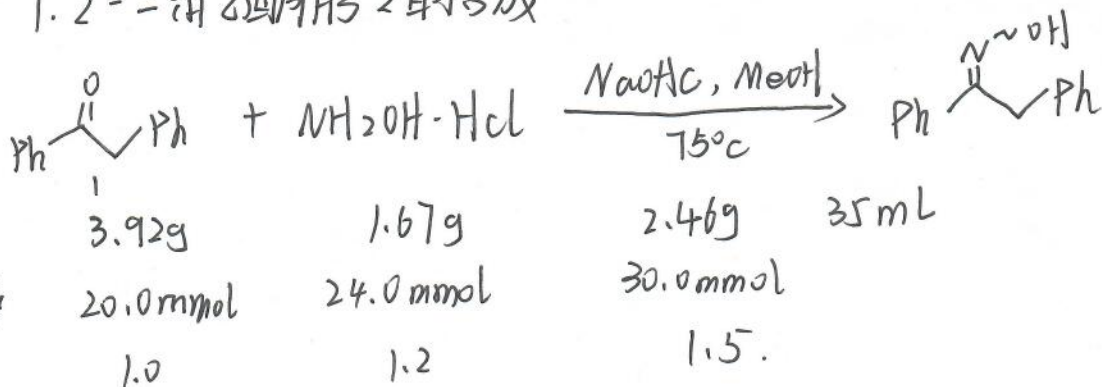
同组者 室温 气压

四. 实验仪器.

仪器	型号及生产厂家
循环水式真空泵	SHB-III, 巩义市予华仪器有限责任公司
核磁共振谱仪	布鲁克 600MHz 核磁共振波谱仪
红外光谱仪	布鲁克 IENSO12 傅里叶变换红外
紫外可见分光光度计	TU-1950 北京普析通用仪器
熔点测定仪	X-4 精密, 上海光学仪器厂
暗箱式紫外分析仪	ZF-20D, 上海光学仪器厂
电子天平	JH 1102 上海精密仪器有限公司
恒温磁力搅拌器	B311-1型, 上海司乐仪器有限公司
旋转蒸发器	RE-2000A, 上海亚荣生化仪器厂

五. 实验步骤:

A: 1,2-二苯乙酮肟的合成



在单颈圆底烧瓶中(100 mL)依次加入 1,2-二苯乙酮 1 (3.92g, 20.0 mmol, 1.0) 当量

实验报告

20 年 月 日

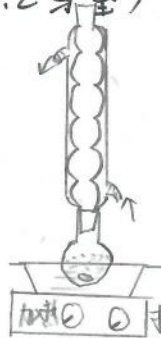
学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

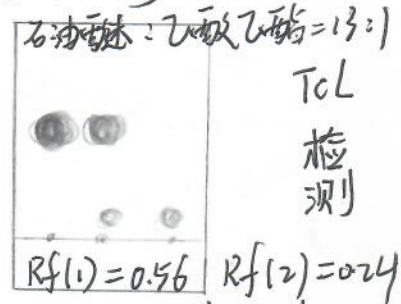
同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

和无水甲醇 (50ml) 在磁力搅拌子作用下充分搅拌 5min. 混合均匀后, 依次称取盐酸羟胺 (1.67g, 24.0mmol, 1.2 当量) 和无水乙醇钠 (2.46g, 30.0mmol, 1.5 当量), 反应体系即产生浑浊.

装上冷凝管的回流 1h (75°C) 反应过程中体系一直保持浑浊. 薄层色谱跟踪反应进程.



反应装置



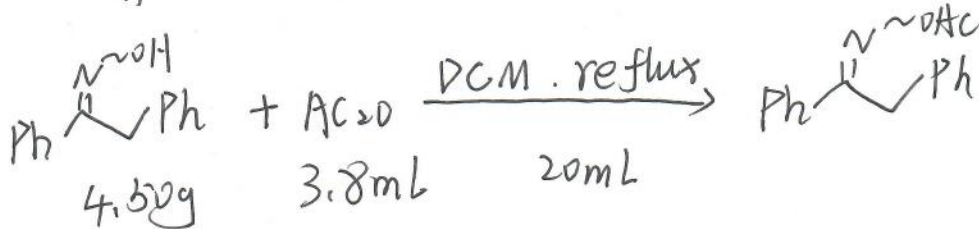
反应原料 1h 后消失, 停止回流.

反应体系冷却至室温, 旋转到蒸发器上减压浓缩除去有机溶剂!

(50°C, 0.07MPa) 随后加入 30ml 蒸馏水 (在 25ml 分液漏斗中用乙酸乙酯萃取三次 (3x 20ml) 合并有机层, 无水 Na₂SO₄ 干燥, 过滤, 再次减压浓缩.

(45°C, 0.07MPa) 静置得浅黄色 1,2-二苄基乙醇酮 (4.50g) 黄色固体结晶. 进行下一步反应.

B. 1,2-二苄基乙醇酮与乙酸酐反应.



用量	4.50g	3.8ml	20ml
物质的量	20.0 mmol	40.0 mmol	
当量	1.0	2.0	

上次实验回收粗产物, 加入粗产物 1,2-二苄基乙醇酮 (4.50g), 二氯甲烷 (20ml) 和乙酸酐 (3.8ml, 40.0 mmol, 2.0 当量), 所得黄色溶液加热至 50°C 回流 1h 薄层色谱跟踪反应进程. 停止回流, 反应完毕冷却至室温, 同上述

实验报告

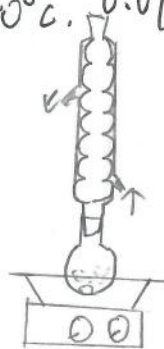
20 年 月 日

学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

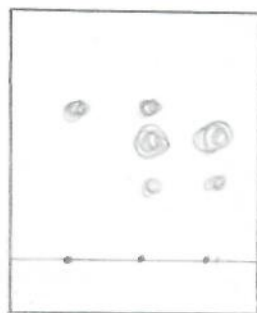
加入蒸馏水 (20ml). 在 250ml 分液漏斗用二氯甲烷 (3x20ml) 萃取水相. 合并有机层, 经无水 MgSO_4 干燥. 过滤. 减压浓缩 (40°C, 0.07MPa). 粗产品 1.2-二苄基乙烷二胺. 淡黄色状液体.



反应装置



分液萃取



TLC
溶剂 = 5:1
石油醚:乙酸乙酯
 $R_f(2) = 0.52$
 $R_f(3) = 0.47$

C. 2.3.-二苄基-2H-氮杂吡啶的合成



用量 4.83g 8.70g 50ml.

物质的量 19.1mmol 26.7mmol

当量 1.0 1.4

盛上述产品的单颈圆底烧瓶中依次加入 *N,N*-二甲基甲酰胺 (50ml) 和碳酸铯 (8.70g, 26.7mmol, 1.4当量), 混合物在氮气保护加热至 80°C 加热 1h. 体系由无色变为黄色. 薄层色谱检测反应进程. 1h 停止. 反应结束冷却至室温. 120ml 蒸馏水稀释. 在 250ml 分液漏斗用 10% 乙酸乙酯的二氯甲烷溶液萃取三次 (3x60ml) 合并有机层. 蒸馏水 (2x60ml) 和饱和食盐水 (30ml) 洗涤. 无水 Na_2SO_4 干燥. 过滤. 减压浓缩 (40°C)

实验报告

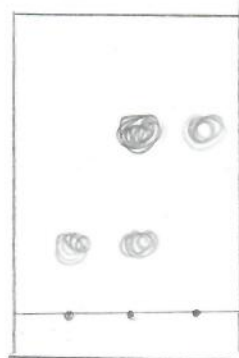
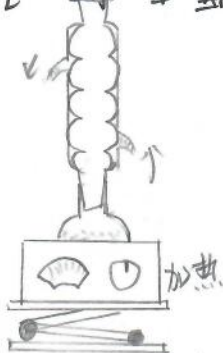
20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

残留的黄色油状物通过柱色谱纯化，浓缩后得到浅黄色固体
1,3-二苯基-2H-噻吩-4-酮 (2.40 g, 12.4 mmol, 总收率 62%)



TCL
检测
石油醚: 乙酸乙酯 = 10:1
 $R_f(3) = 0.65$
 $R_f(4) = 0.31$

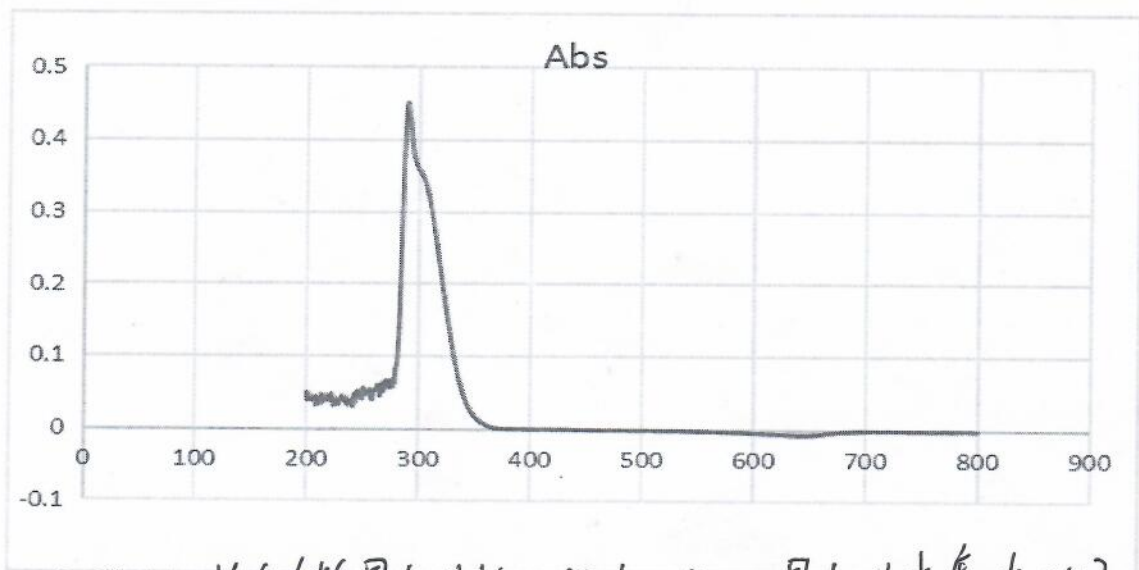
四. 数据的准备与检测.

- a: 熔点的测定: 收集柱层析纯化干燥产物 4. 采用数显仪测熔点.
- b: 紫外-可见光吸收光谱的测定:
 - 配置化合物 4 的甲醇溶液 200-800nm 范围内扫描吸收最大波长.
- c: 红外光谱: 利用 ~~溴化钾~~ 溴化钾压片法测该化合物红外谱图.
- d: 核磁共振氢谱和碳谱: 以氘代氯仿作为溶剂测化合物该数据

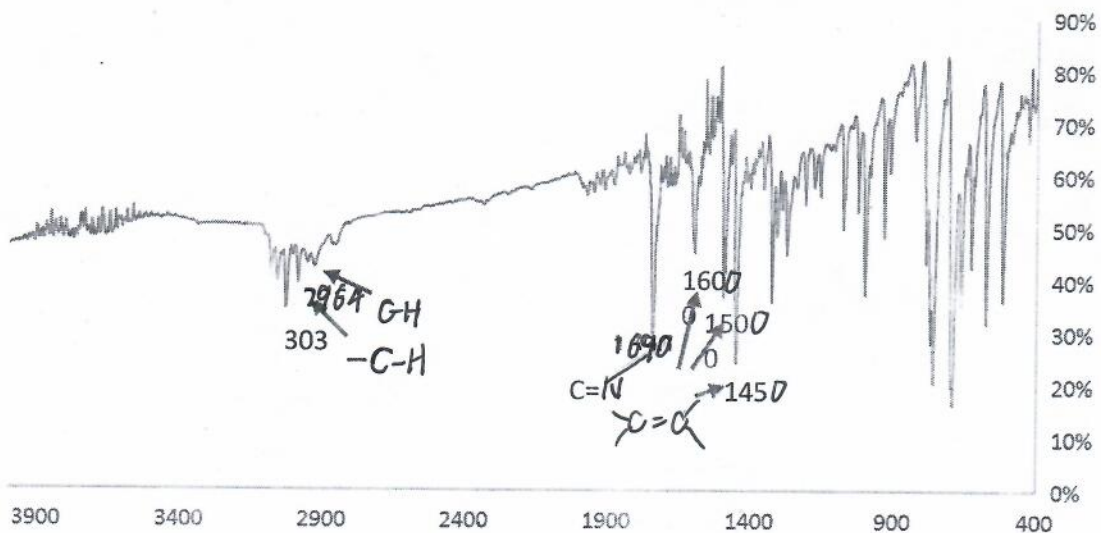
五 数据处理

1. 最终产物 1,3-二苯基-2H-噻吩-4-酮 2.48g (12.9 mmol) 收率为 $\frac{12.9}{20} = 64\%$

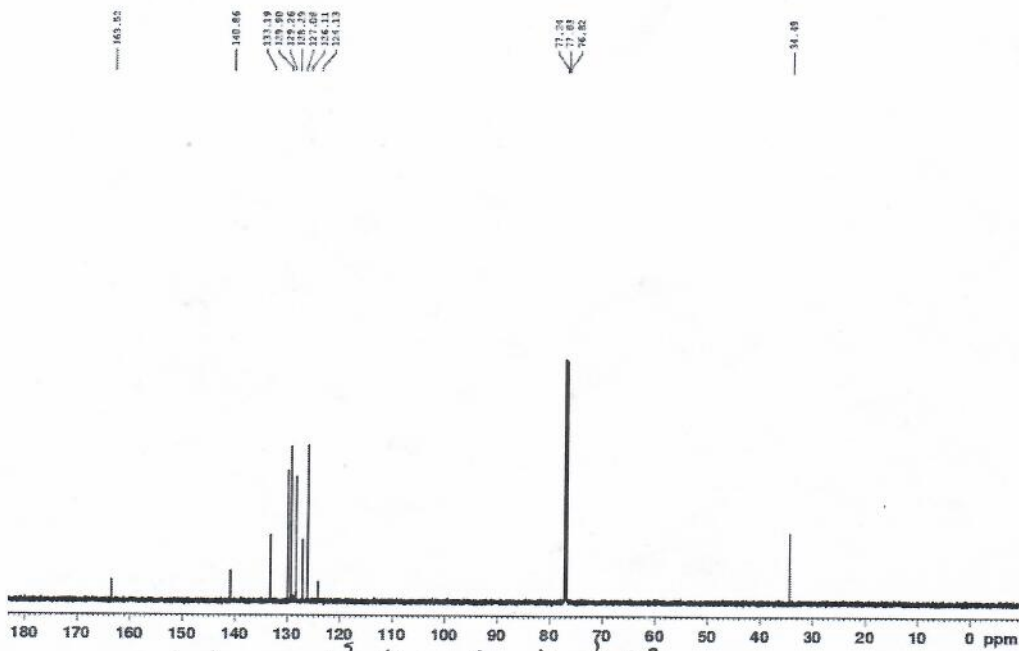
2. 紫外可见光谱



由图可见, 该化合物最大吸收波长为 291 nm, 最大吸光度为 0.43。
 化合物因为 C=N 双键吸电子作用使苯环电子云密度下降, 发生红移
 所以比苯最大吸收波长大。

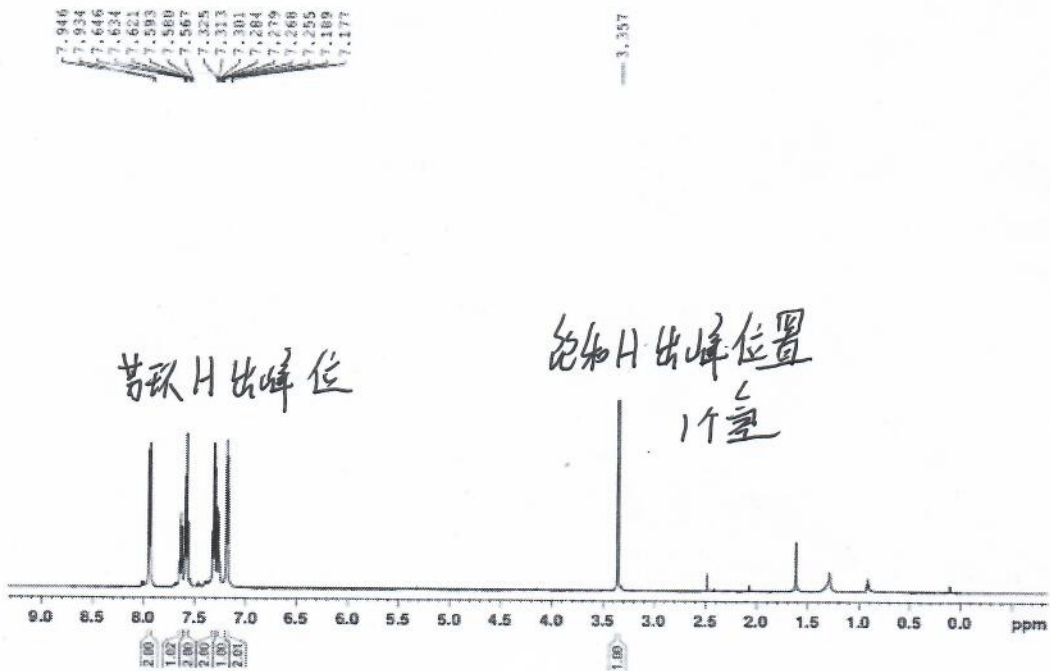


1450, 1500 1600 cm^{-1} 处为苯环 C=C 吸收峰
 1690 cm^{-1} 为 C=N 吸收峰
 3030 cm^{-1} 为苯环 C-H 吸收峰
 2964 cm^{-1} 为化合物唯一的一个饱和 C-H 吸收峰



$\delta = 34.5$ 为饱和C出峰位(唯一)高场
 $\delta = 163.5 \sim 124.1$ 为不饱和C的出峰位置其中亚胺碳受N原子及芳环的影响,出峰位置在低场,化学位移为163.5

5 核磁出峰



实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

六 问题

1. 常用的乙酰化试剂有哪些?
答 乙酰氯 乙酸、乙酸酐
2. 可以用水代替饱和食盐水洗涤吗?
不可以, 由于在水中乙酸乙酯有一定溶解度 为了减少损失所以用食盐水

七 反思与总结

1. 萃取时注意上层下层哪一层为有机层哪一层为水层, 防止将再次萃取的水层倒掉使产量下降。
食盐水的作用
2. 加热时对温度控制不好, 所以应提前调节使温度保持。
3. 萃取时加入萃取液应适量 不宜过多

阅 2021.05.22

实验报告

20 年 月 日

95

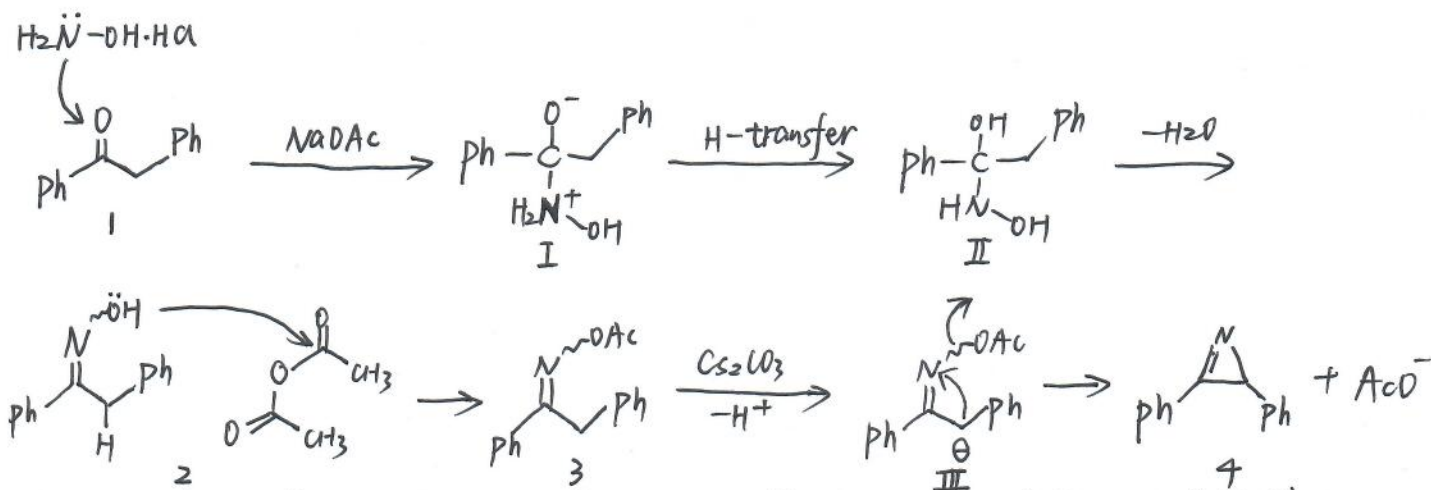
学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____
 课程名称 _____ 实验名称 2,3-二苯基氮杂吡啶环的合成及结构表征 指导教师 _____
 同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

一、实验目的

1. 熟悉醛酮与羟胺的亲核加成-消除反应、羟胺基的乙酰基保护机理及碱作用下的分子内环化反应的机理。
2. 掌握紫外-可见分光光度计、红外光谱仪及核磁共振仪器的构造、原理、使用方法及日常维护，提升数据分析及解析能力。
3. 通过分析影响2,3-二苯基氮杂吡啶环化效率的因素，培养创新思维和科研素养，提高设计实验和创新能力。

二、实验原理

醛酮同类化合物与羟胺发生亲核加成-消除反应合成亚胺是有机化学的重要内容。



在盐酸羟胺-甲醇反应体系中，无水醋酸钠作为缓冲剂中和盐酸缓释游离羟胺分子，随后羟胺中的氮端进攻二苯酮羰基碳，发生亲核加成反应得到了中间体系I，其经过质子转移得到II，脱水得到二苯酮吡啶2。二苯酮吡啶2与乙酸酐反应发生羟胺基的乙酰化反应，得到乙酰基吡啶3。在碳酸铯的碱性条件下，乙酰基吡啶3发生分子内亲核取代-环化反应得到目标化合物2,3-二苯基氮杂吡啶4。

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

三. 实验试剂

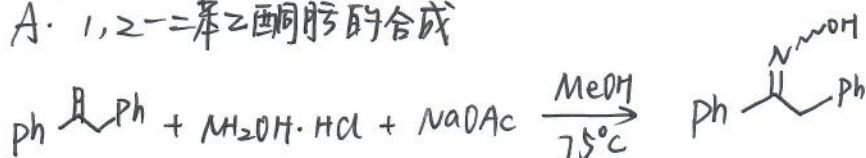
1,2-二苯乙酮 (99.96%) ; 无水乙酸钠 (99.0%) ; 甲醇 ($\geq 99.5\%$) ; 盐酸羟胺 (98.5%) ; 乙醛乙缩醛 ($\geq 99.5\%$) ; 二氯乙烷 (DCM) ($\geq 99.5\%$) ; 无水 Na_2SO_4 ($\geq 99.0\%$) ; 乙醛乙缩醛 ($\geq 99.5\%$) ; 乙醛酮 ($\geq 98.5\%$) ; N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) ($\geq 99.5\%$) ; 正己烷 (98.0%) ; 氰化钠 ($\geq 99.5\%$) ; 碳酸铯 (99%)

四. 实验仪器

旋转蒸发器 ; 恒温磁力搅拌器 ; 电子天平 ; 循环水式真空泵 ; 红外光谱仪 ; 核磁共振谱仪 ; 紫外可见分光光度计 ; 暗箱式紫外分析仪 ; 熔点测定仪 ; 球形冷凝管 ; 圆底烧瓶。

五. 实验步骤

A. 1,2-二苯乙酮肟的合成



药品	用量	物质的量	当量
1,2-二苯乙酮	3.91g	19.9 mmol	1.0
盐酸羟胺	1.67g	24.0 mmol	1.2
无水乙酸钠	2.46g	30.0 mmol	1.5
甲醇	35 mL		

在放有椭圆形磁力搅拌子的100 mL单颈圆底烧瓶中,依次加入1,2-二苯乙酮(3.91g, 19.9 mmol, 1.0当量)和无水甲醇(35 mL),在磁力搅拌器上充分搅拌至反应物混合均匀,随后依次称取盐酸羟胺(1.67g, 24.0 mmol, 1.2当量)和无水乙酸钠(2.46g, 30.0 mmol, 1.5当量)加入圆底烧瓶中,反应体系立即产生白色浑浊.将装有回流冷凝管的圆底烧瓶加

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

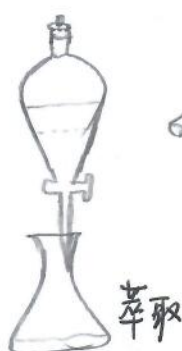
课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

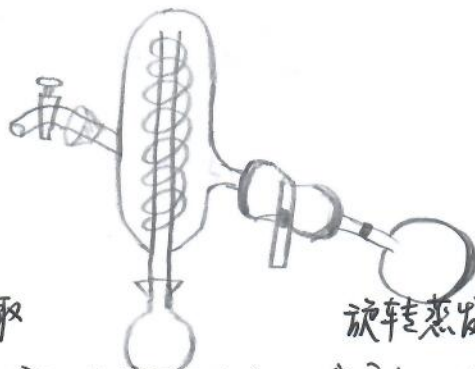
至75°C反应1h, 反应过程中体系一直保持浑浊。薄层色谱跟踪反应过程, 反应原料1h后消失, 停止回流。



回流装置



萃取



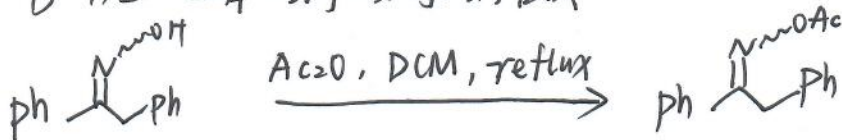
旋转蒸发



展开剂: 石油醚: 二氯甲烷 = 1:3
 $R_f(1,2-二苯基乙酮) = 0.55$
 $R_f(1,2-二苯基乙酮肟) = 0.23$

反应体系冷却至室温, 旋转蒸发器减压浓缩除去有机溶剂(50°C), 然后向反应体系中加入蒸馏水(30mL), 并在125mL分液漏斗中用二氯二酮萃取三次(3X 20mL) 合并有机层, 无水 Na_2SO_4 干燥、过滤。将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩(45°C), 静置后出现浅黄色固体结晶 1,2-二苯基乙酮肟(4.56g), 进入下一步反应。

B. 1,2-二苯基乙酮肟的合成



2

3

$W = 211.39 \text{ mol}^{-1}$

$W = 253.39 \text{ mol}^{-1}$

药品	用量	物质的量	佳量
化合物 2	4.56g	21.6 mmol	1.0
二氯二酮	3.8mL	40.0mmol	2.0
二氯甲烷(DCM)	20mL		

在放置有椭圆形磁力搅拌子的100mL 单颈圆底烧瓶中加入第一步粗产物 1,2-二苯基乙酮

实验报告

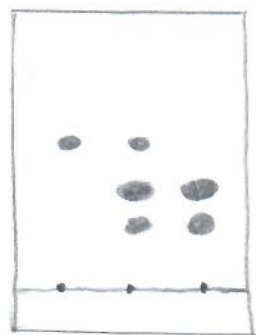
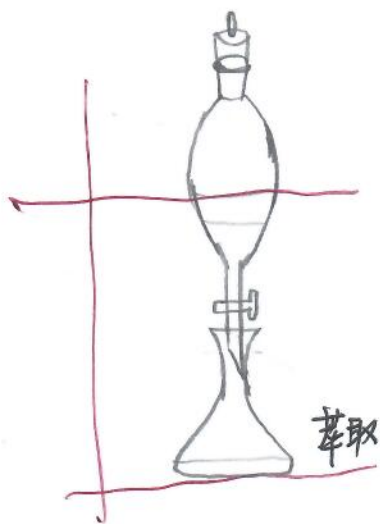
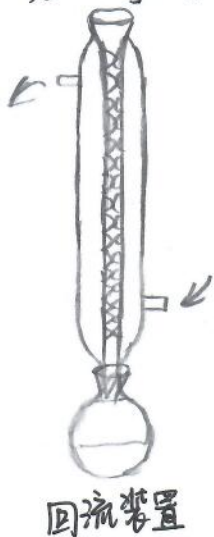
20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

酮肟、二氯甲烷 (20ml) 和乙酸酐 (3.8ml, 40.0mmol, 2.0当量), 将所得浅黄色溶液加热至50℃回流1h, 薄层色谱跟踪反应进程, 反应原料1h后消失, 停止回流。反应完毕后冷却至室温, 然后向反应体系中加入蒸馏水 (20ml), 并250ml分液漏斗用二氯甲烷 (3×20ml) 萃取水相。合并有机层, 经无水 Na₂SO₄ 干燥、过滤。将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩 (40℃, 0.07MPa), 得到粗产品淡黄色油状液体 1,2-二苯基酮肟乙酰胺 (4.73g, 18.7mmol)。

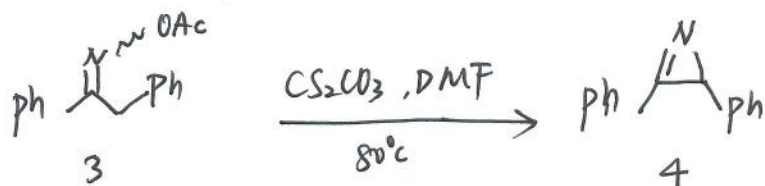


展开剂: 石油醚:乙酸酐=5:1

Rf(1,2-二苯基酮肟) = 0.49

Rf(1,2-二苯基酮肟乙酰胺) = 0.42

C. 2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶的合成



M = 253.3 g·mol⁻¹

M = 193.1 g·mol⁻¹

实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

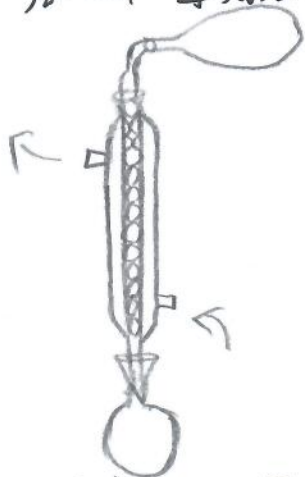
课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

药品	用量	物质的量	倍量
1,2-二苯乙醇酮肟衍生物	4.73g	18.7 mmol	1.0
碳酸铯	8.70g	26.7 mmol	1.4
N,N-二甲基甲酰胺	50 mL		

在装有杵圆形磁力搅拌子的100mL单颈圆底烧瓶中依次加入1,2-二苯乙醇酮肟衍生物(4.73g)、N,N-二甲基甲酰胺(50mL)和碳酸铯(8.70g),将混合物在氮气保护下加热至80°C反应1h,反应过程中体系颜色由无色变为黄色,薄层色谱检测反应进程,反应原料1h后消失,停止回流。

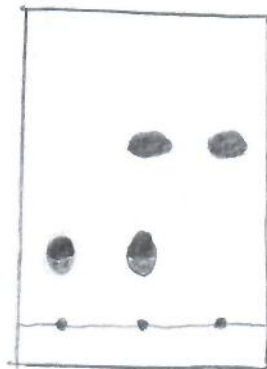
反应结束后冷却至室温,加入120mL蒸馏水稀释,并在250mL分液漏斗中用10%乙酸乙酯的己烷溶液萃取三次(3x 60mL),然后将合并的有机层用蒸馏水(2x 60mL)和饱和食盐水(30mL)洗涤,用无水Na₂SO₄干燥,过滤。在旋转蒸发器减压浓缩(40°C),残留的黄色油状物通过柱色谱纯化,浓缩后得到浅黄色固体2,3-二苯基-2H-叠氮基(2.43g, 12.6 mmol, 三步总收率为63%)。



N₂保护下的反应装置



柱色谱纯化



展开剂:

石油醚:乙酸乙酯=0:1

Rf(1,2-二苯乙醇酮肟衍生物)=0.61

Rf(2,3-二苯基-2H-叠氮基)

=0.25

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

D. 样品的制备与检测

熔点的测定: 收集柱色谱(柱层析)纯化的干燥产物, 采用数显式熔点仪测定产物的熔点为 $50.0 - 50.8^{\circ}\text{C}$ 。

紫外-可见光吸收光谱的测定: 配制化合物的甲醇溶液在 $200 - 800 \text{ nm}$ 范围内扫描最大吸收波长。

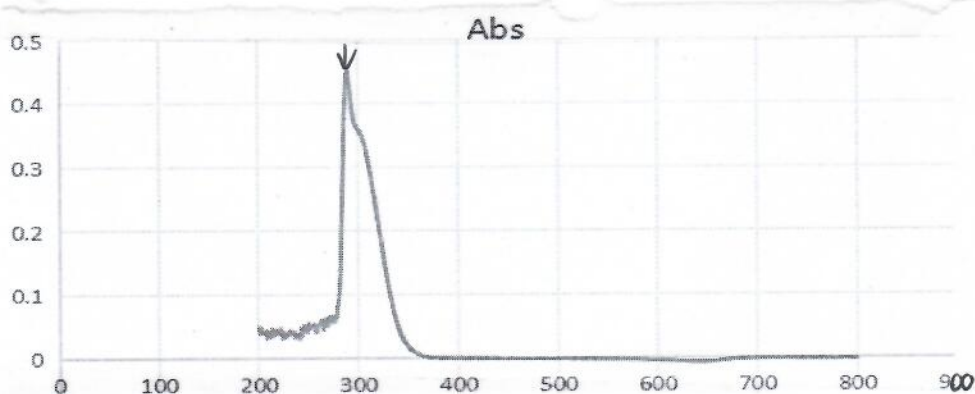
红外光谱: 利用溴化钾压片法测定该化合物的红外谱图。

核磁共振氢谱和碳谱: 以氘代氯仿为溶剂测定该化合物的核磁共振波谱数据。

六. 数据处理.

1. 最终产物 2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶 2.93 g , 12.6 mmol , 收率为 63% 。

2. 紫外可见光吸收光谱.



在 $200 \text{ nm} - 800 \text{ nm}$ 可见光波长范围内进行扫描, 得到该化合物的最大吸收波长为 280 nm , 最大吸光度为 0.46 。

该化合物的最大吸收波长相较于苯环的最大吸收波长要长, 发生红移。说明氮杂吡啶环的 $\text{C}=\text{N}$ 双键的拉电子作用使苯环的电子云密度降低, 助色基效应较明显。

实验报告

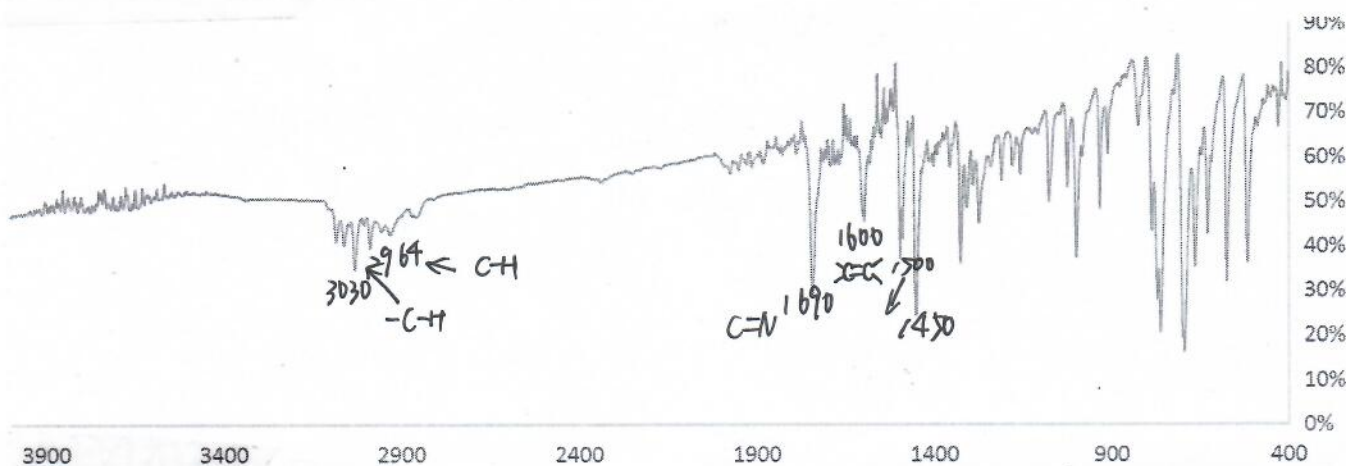
20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

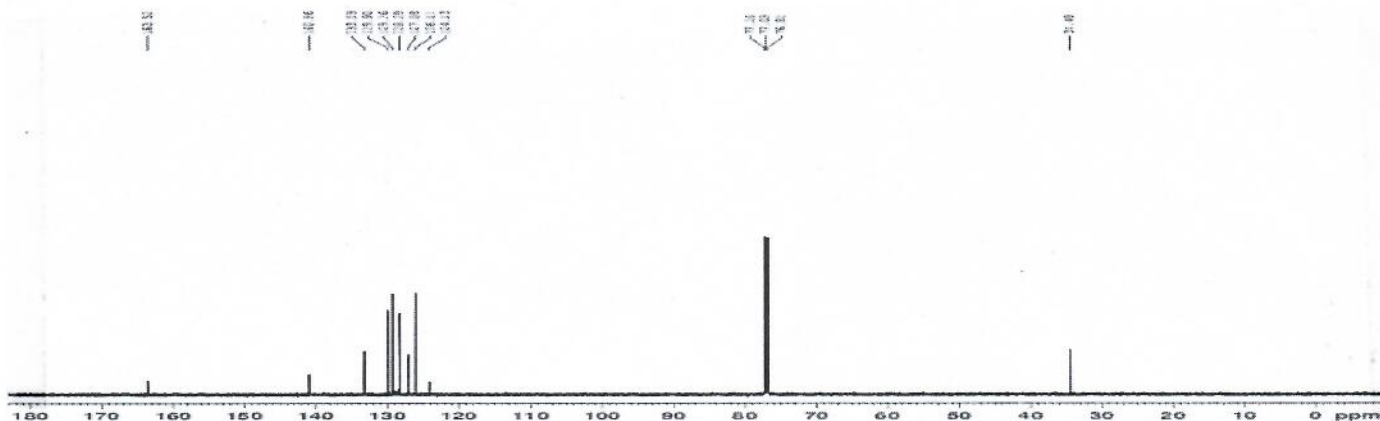
同组者..... 室温..... 气压.....

3. 红外光谱图



由红外光谱图可见 1450、1500、1600 cm^{-1} 处为苯环中 $\text{C}=\text{C}$ 的吸收峰；1690 cm^{-1} 为 $\text{C}=\text{O}$ 的吸收峰；3030 cm^{-1} 为苯环 $\text{C}-\text{H}$ 的吸收峰；2960 cm^{-1} 为该化合物唯一的一个饱和的 $\text{C}-\text{H}$ 的吸收峰。

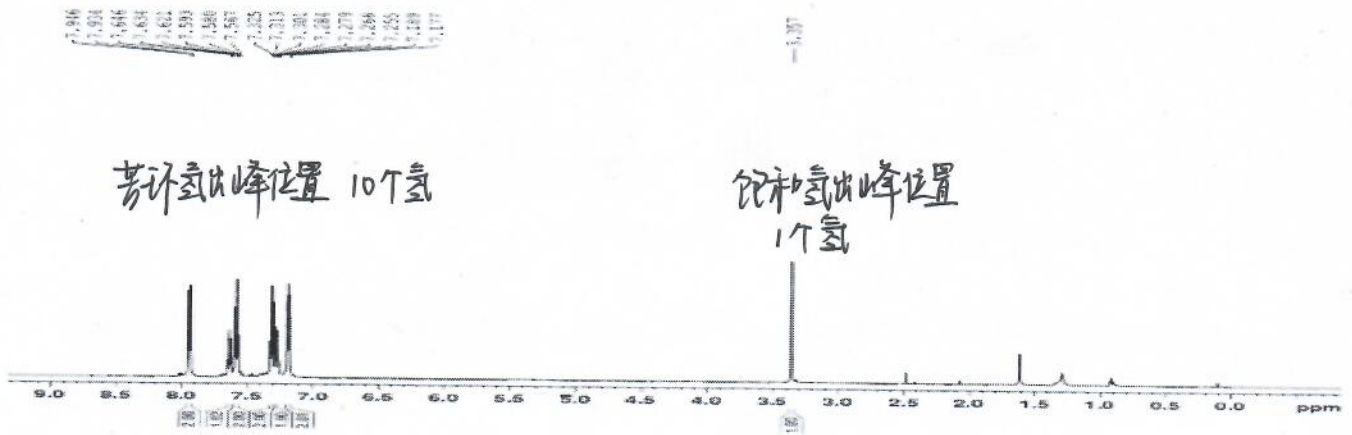
4. 核磁共振谱图——核磁共振碳谱



$\delta = 34.5$ 为唯一的一个饱和碳的出峰位置，在高场区；

$\delta = 163.5$ 及 124.1 为不饱和碳的出峰位置，其中亚胺碳受 N 原子及芳环的影响，出峰位

3. 核磁谱图 - 核磁共振氢谱



置在最低场, 化学位移 $\delta = 163.5$ 。

七. 思考题

1. 影响Rf值大小的因素是什么?

答: 物质的Rf值随要分离化合物的结构, 载体的种类, 展开剂, 温度等变化。

2. 影响萃取法的萃取效率的因素有哪些? 怎样选择好溶剂?

答: ① 萃取剂的选择、用量、萃取次数、静置时间、乳化程度等。

② 溶解度大、密度差别、不相溶、不反应、低沸点、环保、成本等。

3. 吸附剂的活性与含水量关系是怎样的?

答: 吸附剂的活性与其含水量有关, 含水量越低, 活性越高; 例如 pH 的活性分为五级, 其中水的质量分数为 0.3%、6%、10%、15%。

八. 反思与总结

1. 柱层析时, 要注意棉花的用量, 棉花过多使流速过慢; 棉花过少会影响分离效果。

2. 萃取操作时要注意手法和角度, 排气时分液漏斗下方管口要朝向通风橱。

3. 排尽空气用 N_2 保护, 需要充三次以便排尽。

周 2021.05.22

实验报告

96

20 年 月 日

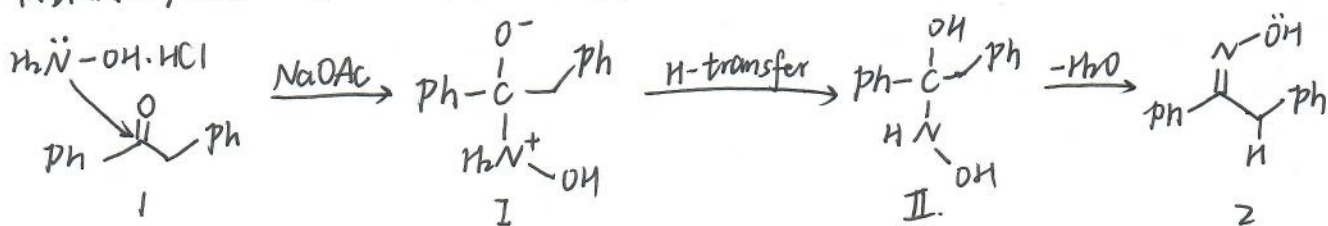
学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____
 课程名称 _____ 实验名称 2,3-二苯基氮杂叶啉 指导教师 _____
 同组者 _____ 室温 环的合成及结构表征 气压 _____

一、实验目的

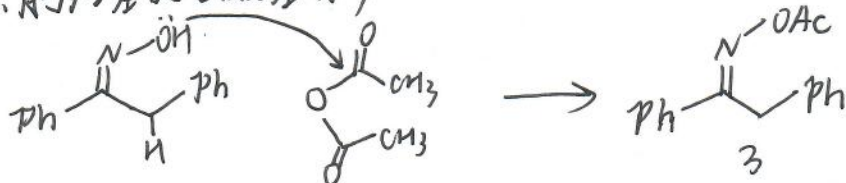
1. 熟悉醛酮与羟胺的亲核加成-消除反应，羟胺基的乙酰基保护机理及碱作用下的分子内环化反应的机理。
2. 掌握紫外-可见分光光度计、红外光谱仪及核磁共振波谱仪等仪器的构造原理、使用方法及日常维护，提升数据分析及解析能力。
3. 通过分析影响2,3-二苯基氮杂叶啉环化效率的影响因素，培养创新思维和科研素养，提高实验设计和创新能力。

二、实验原理

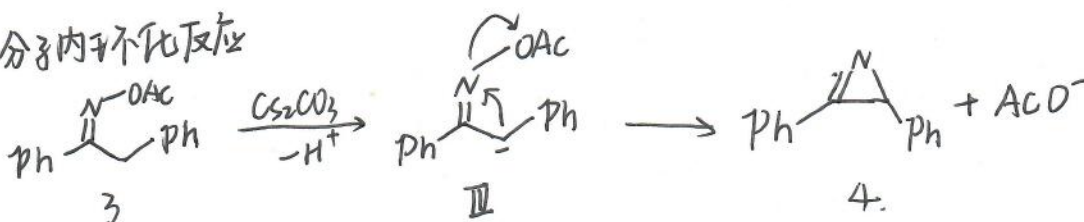
1. 醛酮与羟胺的亲核加成-消除反应



2. 羟胺基的乙酰基保护



3. 分子内环化反应



首先在盐酸羟胺-甲醇反应体系中，无水醋酸酸钠作为缓冲剂中和盐酸

实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

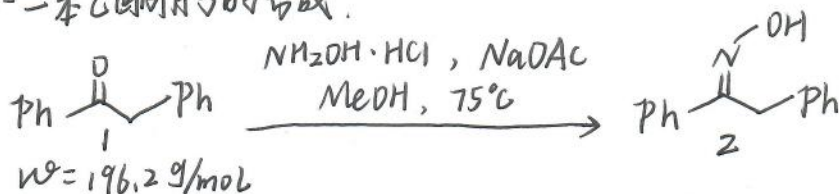
释放游离羟胺分子, 随后羟胺中的氮端进攻二苯乙酮同羰基碳, 发生亲核加成反应得到中间体 I, 中间体 I 经过质子转移得到 II, 脱水得到二苯乙酮肟 2。2 与乙酸酐发生肟羟基的乙酰化反应得到乙酰基肟 3。在 Cs_2CO_3 的碱性条件下, 乙酰基肟 3 发生分子内的亲核取代-环化反应得到目标化合物 2,3-二苯基氮杂吡啶 4。

三、[试剂和仪器]

- 试剂: 1,2-二苯乙酮、 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 、无水 NaOAc 、无水硫酸钠、碳酸钠、氯化钠; 甲醇, 乙酸乙酯, 二氯甲烷, 乙酸酐, N,N -二甲基甲酰胺, 正己烷
- 仪器: 旋转蒸发器、水泵、磁力搅拌器、电子天平、暗箱式紫外分析仪、熔点测定仪、紫外可见分光光度计、红外光谱仪、核磁共振谱仪

四、[实验步骤]

1. 1,2-二苯乙酮肟的合成



药品	1,2-二苯乙酮	盐酸羟胺	无水乙酸钠	甲醇
用量	3.92g	1.67g	2.46g	35ml
物质的量	20.0 mmol	24.0 mmol	30.0 mmol	
份量	1.0	1.2	1.5	

实验报告

20 年 月 日

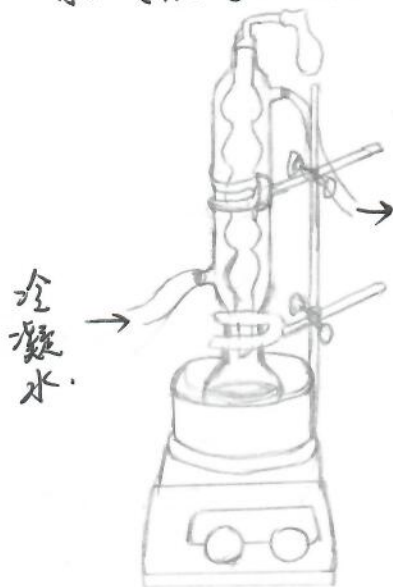
学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

在放置有椭圆形磁力搅拌子的100ml单颈圆底烧瓶中,依次加入1,2-二苯乙醇酮(3.92 g, 20.0 mmol, 1.0当量)和无水甲醇(35 mL),在磁力搅拌器上充分搅拌5分钟至反应物混合均匀,随后依次称取盐酸羟胺(1.67 g, 24.0 mmol, 1.2当量)和无水乙酸铵(2.46 g, 30.0 mmol, 1.5当量)加入圆底烧瓶中,反应过程中体系一直保持浑浊。薄层色谱跟踪反应进程,反应原料1h后消失,停止回流。

反应体系冷却至室温,旋转蒸发仪上减压浓缩除去有机溶剂(50℃, 0.07 MPa),随后向反应体系中加入蒸馏水(30 mL),并在125 mL分液漏斗中用乙酸乙酯萃取三次(3x20 mL)。合并有机层,无水Na₂SO₄干燥,过滤。将滤液在旋转蒸发仪上减压浓缩(45℃, 0.07 MPa),静置片刻后得到浅黄色固体结晶1,2-二苯基乙醇酮肟(4.60 g 粗定量产率),直接进入下一步反应。



回流装置



萃取装置



$R_f = 0.56$

(展开剂: 石油醚: 乙酸乙酯 = 3:1)

TLC 检测

实验报告

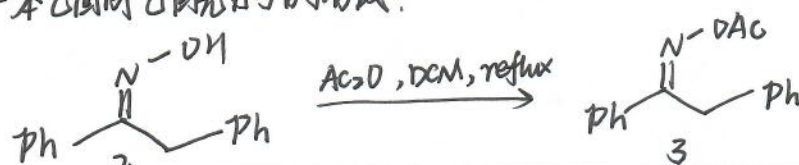
20 年 月 日

学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

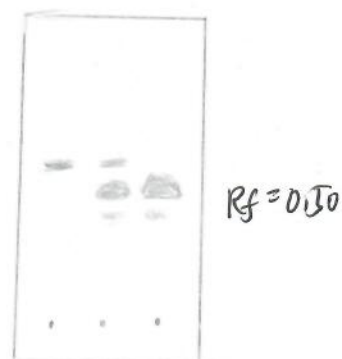
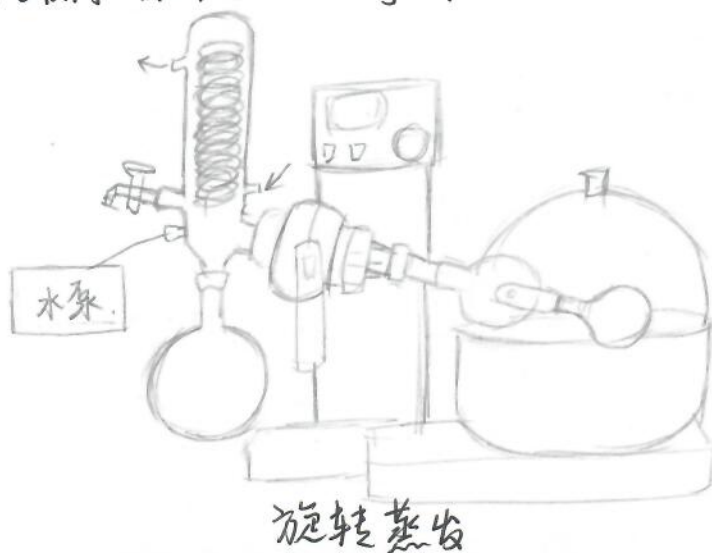
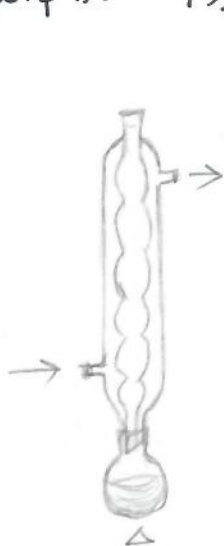
2. 1,2-二苯乙酮同乙酰胺的合成.



药品	化合物 2	乙酐/吡啶	二氯甲烷 (DCM)
用量	4.60g	3.9 ml	20 ml
物质的量	20.4 mmol	40.8 mmol	
当量	1.0	2.0	

在放置有椭圆形磁力搅拌子的 100ml 单颈圆底烧瓶中加入第一步粗产物 1,2-二苯乙酮 2、二氯甲烷 (20 ml) 和乙酐/吡啶 (3.9 ml, 40.8 mmol, 2.0 当量), 将所得浅黄色溶液加热至 50°C 回流 1h, 薄层色谱跟踪反应进程, 反应原料 1h 消失, 停止回流.

反应完毕后冷却至室温, 随后向反应体系中加入蒸馏水 (20 ml), 并在 250ml 分液漏斗用二氯甲烷 (3x20 ml) 萃取水相. 合并有机层, 经无水 Na_2SO_4 干燥, 过滤. 将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩 (40°C , 0.07 MPa), 得到粗产品淡黄色油状液体 1,2-二苯基乙酮同乙酰胺 3 (4.85g, 19.1 mmol, 95%)



(展开剂: 石油醚: 乙酸乙酯 = 5:1)

TLC 检测

实验报告

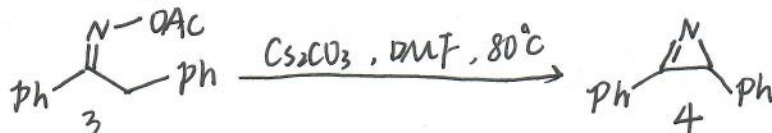
20 年 月 日

学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

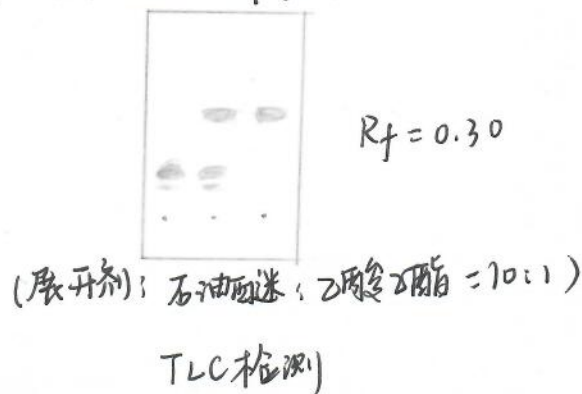
3. 2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶的合成



药品	1,2-二苯乙酮	碳酸铯	N,N-二甲基甲酰胺
用量	4.85 g	8.75 g	50 ml
物质的量	19.1 mmol	76.8 mmol	
当量	1.0	1.4	

在装有椭圆形磁力搅拌子的100ml单颈圆底烧瓶中依次加入1,2-二苯乙酮4.85 g (19.1 mmol, 1.0当量), N,N-二甲基甲酰胺(50 ml)和碳酸铯(8.75 g, 76.8 mmol, 1.4当量), 将混合物在氮气保护下加热至80°C反应1h, 反应过程中体系颜色由无色变为黄色。薄层色谱检测反应进程, 反应原料1h后消失, 停止回流。

反应完毕后冷却至室温, 加入120ml蒸馏水稀释, 并在250ml分液漏斗中用10%乙酸乙酯的己烷溶液萃取三次(3x60 ml)。然后将合并的有机层用蒸馏水(2x60 ml)和饱和食盐水(30 ml)洗涤, 用无水Na₂SO₄干燥, 过滤。在旋转蒸发器上减压浓缩(40°C, 0.07 MPa), 残留的黄色油状物通过柱色谱纯化, 浓缩后得到浅黄色固体2,3-二苯基-2H-叠氮基4(2.60 g, 13.4 mmol, 67.3%)



实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

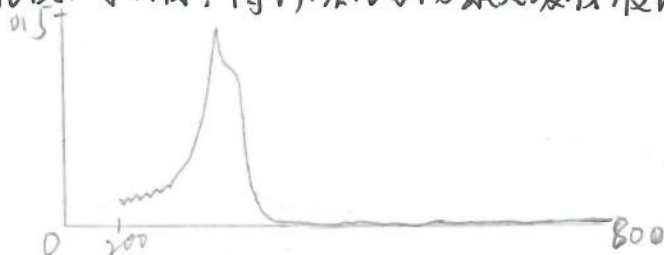
同组者 室温 气压

五、[数据分析处理]

1. 熔点测定：收集柱层析纯化干燥产物，测定产物熔点： $51.5 \sim 52.5^\circ\text{C}$ 。

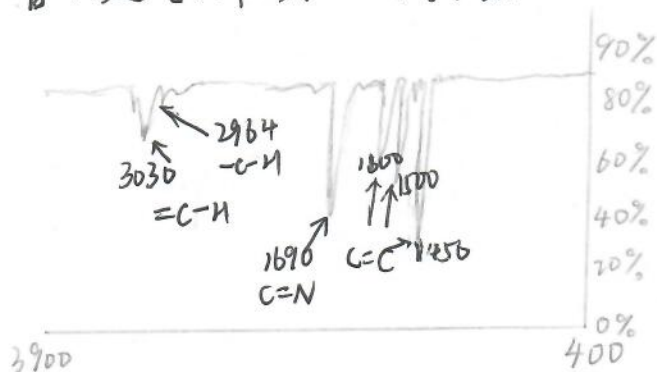
2. 紫外-可见吸收光谱测定

以甲醇为溶剂配制浓度 0.16mg/ml 的 2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶溶液，在 $200 \sim 800\text{nm}$ 可见光波长范围内扫描，得到该化合物最大吸收波长为 290nm ，最大吸光度 0.46 。



由图知，该化合物最大吸收波长为 290nm 相比于苯环最大吸收波长要长，说明氮杂吡啶环 $\text{C}=\text{N}$ 双键拉电子作用使苯环电子云密度降低，助色基效应明显，发生红移。

3. 红外光谱测定 (利用溴化钾压片法)



波数为 1450 、 1500 、 1600 cm^{-1} 处为苯环上 " $\text{C}=\text{C}$ " 的吸收峰， 3030 cm^{-1} 处为苯环上 " $=\text{C}-\text{H}$ " 的吸收峰。波数为 2964 cm^{-1} 处为产物中唯一 " $-\text{C}-\text{H}$ " 的吸收峰，吸收强度较弱。 690 cm^{-1} 处为 " $\text{C}=\text{N}$ " 的吸收峰。

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

4. 核磁共振氢谱, 碳谱

(1) 核磁共振氢谱 ($CDCl_3$ 为溶剂, $600MHz$)

化学位移在 7.0-8.0 之间为苯环氢的出峰位置, 积分面积为 10; 氮杂吡啶环上的氢由于受到 N 及苯环影响, 低场出峰, $\delta = 3.36$ 积分面积为 1.

(2) 核磁共振碳谱 ($CDCl_3$ 为溶剂, $150MHz$)

唯一的一个饱和碳在高场位置出峰, $\delta = 34.5$; 其余不饱和碳的出峰均在 120-170 ppm 之间, 其中亚胺上的碳由于受到 N 及芳基影响, 最低场出峰, $\delta = 163.5$.

六. [思考题]

1. 装柱时如果柱中留有气泡, 断层或填充不均匀, 对分离效果有何影响?

答: 气泡或者裂缝会造成谱带之间的界限倾斜、模糊. 尤其是裂缝引起的填料断层会造成沟流, 使得组分之间混合, 严重影响分离效果. 装柱不均匀会降低柱子的分离效率; 填料太松散, 流动相速度太快, 组分没有在两相之间充分达到吸附溶解平衡.

2. 测定熔点时, 造成的误差与哪些因素有关? 主要因素是哪些?

答: 熔点测定的结果是否准确与样品的纯度、样品的多少、样品的细度与装填的是否紧密、加热速度等因素有关. 加热速度是主要因素.

3. 影响萃取效率的因素有哪些?

答: ① 萃取剂的选择和用量; ② 萃取次数的多少; ③ 振荡是否充分
④ 分离是否彻底

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

七. [反思总结]

1. 萃取时应分清楚水相和有机相的位置；
2. 薄层层析在用毛细管点样时浓度不宜过大，以免出现多点难以区分等现象；
3. 在柱层析过程中，要不断加入洗脱剂，并保持一定液面高度，否则易产生气泡和裂缝，影响分离。

阅 2021.05.22

实验报告

93

20 年 月 日

学院... 专业... 学号... 姓名...

课程名称... 实验名称 2,3-二苯基氮杂吡啶环的合成及结构表征 指导教师...

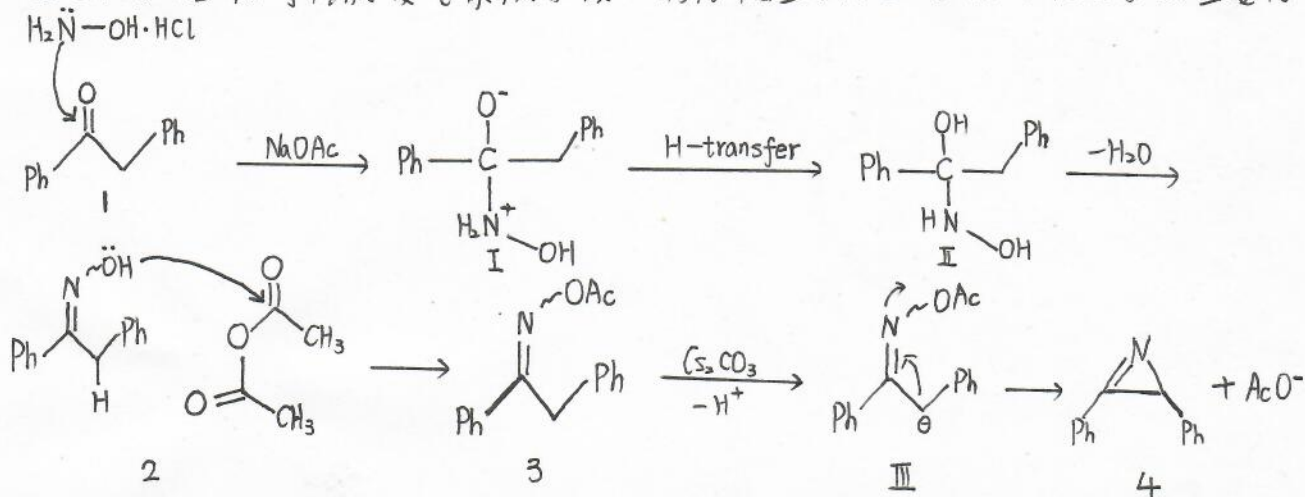
同组者... 室温... 气压...

一、实验目的

1. 熟悉醛酮与羟胺的亲核加成-消除反应、羟羟基的乙酰基保护机理及碱作用下的分子内环化反应的机理
2. 掌握紫外-可见分光光度计、红外光谱仪及核磁共振谱仪器的构造、原理、使用方法及日常维护提升数据分析及解析能力
3. 通过分析影响 2,3-二苯基氮杂吡啶环化效率的因素，培养创新思维和科研素养，提高实验设计和创新能力

二、实验原理

醛酮类化合物与羟胺发生亲核加成-消除反应合成亚胺是有机化学的重要内容。



在盐酸羟胺-甲醇反应体系中，无水醋酸钠作为缓冲剂中加盐酸释放游离羟胺分子，随后羟胺中的氮端进攻二苯乙酮羰基碳，发生亲核加成反应得到中间体 I，中间体 I 经过质子转移得到 II，脱水得到二苯乙酮肟 2。二苯乙酮肟 2 与乙酸酐发生羟羟基的乙酰化反应得到乙酰基肟 3。在碳酸铯的碱性条件下，乙酰基肟 3 发生分子内的亲核取代-环化反应得到目标化合物 2,3-二苯基氮杂吡啶 4。

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

三、实验试剂

1,2-二苯乙酮 (99.96%) ; 盐酸羟胺 (98.5%) ; 甲醇 ($\geq 99.5\%$) ;

无水乙酸钠 (99.0%) ; 无水 Na_2SO_4 ($\geq 99.0\%$) ; 乙酸乙酯 ($\geq 99.5\%$) ;

二氯乙烷 (DCM) ($\geq 99.5\%$) ; 乙酸酐 ($\geq 98.5\%$) ; N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) ($\geq 99.5\%$) ;

碳酸钡 (99%) ; 氯化钠 ($\geq 99.5\%$) ; 正己烷 (98.0%)

四、实验仪器

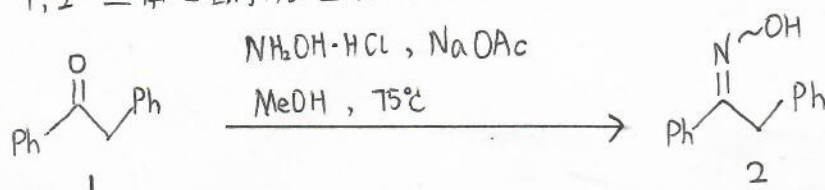
循环水式真空泵 ; 旋转蒸发器 ; 电子天平 ; 恒温磁力搅拌器 ;

暗箱式紫外分析仪 ; 红外光谱仪 ; 核磁共振仪 ; 紫外可见分光光度计 ;

熔点测定仪

五、实验步骤

A. 1,2-二苯乙酮肟 2 的合成



药品	1,2-二苯乙酮	盐酸羟胺	无水乙酸钠	甲醇
用量	3.92 g	1.67 g	2.46 g	35 ml
物质的量	20.0 mmol	24.0 mmol	30.0 mmol	
倍量	1.0	1.2	1.5	

在放置有椭圆形磁力搅拌子的 100 ml 单颈圆底烧瓶中, 依次加入 1,2-二苯乙酮 1 (3.92 g, 20.0 mmol) 和无水甲醇 (35 ml), 在磁力搅拌器上充分搅拌 5 分钟至反应物混合均匀, 随后依次称取盐酸羟胺 (1.67 g, 24.0 mmol) 和无水乙酸钠 (2.46 g, 30.0 mmol) 加入圆底烧瓶中, 反应体系立即产生白色浑浊。将装有回流冷凝管的圆底烧瓶加热至 75°C 反应 1 h, 反应过程中体系一直保持浑浊。薄层色谱跟踪反应进程, 反应原料 1 h 后消失, 停止回流。

实验报告

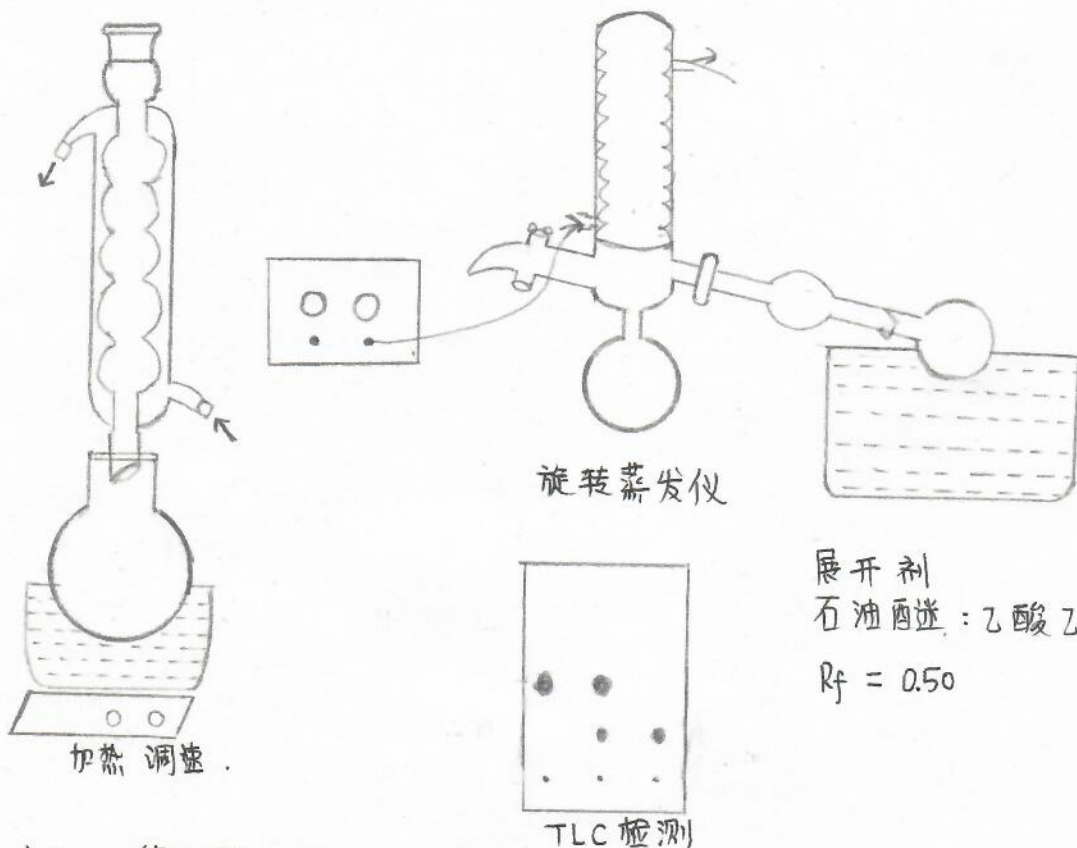
20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

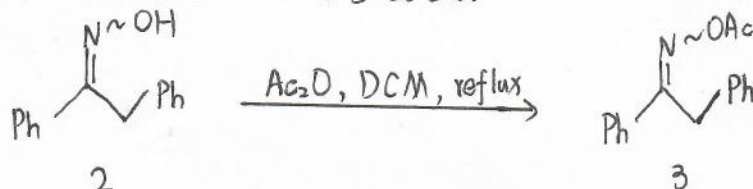
课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

反应体系冷却至室温，旋转蒸发器上减压浓缩除去有机溶剂，随后向反应体系中加入蒸馏水(30ml)，并在125ml分液漏斗中用乙酸乙酯萃取三次(3x20ml)。合并有机层，无水Na₂SO₄干燥，过滤。将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩，静置片刻后得到浅黄色固体结晶1,2-二苯基乙酮肟2(4.4g)直接进入下一步反应。



B. 1,2-二苯乙酮乙肟3的合成



实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

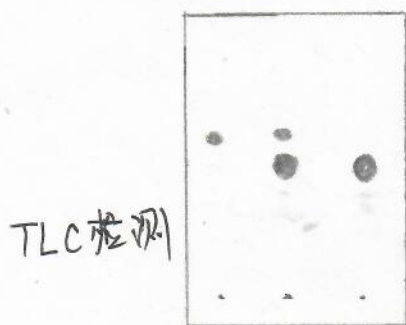
课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

药品	化合物 2	乙酸酐	二氯甲烷 (DCM)
用量	4.50 g	3.6 ml	20 ml
物质的量	20.0 mmol	37.9 mmol	
倍量	1.0	2.0	

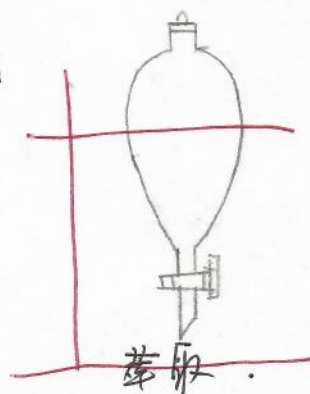
在放置有椭圆形磁力搅拌子的 100 ml 单颈圆底烧瓶中加入第一步粗产物 1,2-二苯乙酮肟 2、二氯甲烷 (20 ml) 和乙酸酐 (3.6 ml), 将所得浅黄色溶液加热至 50℃ 回流 1 h, 薄层色谱跟踪反应进程, 反应原料 1 h 后消失, 停止回流。

反应完毕后冷却至室温, 随后向反应体系中加入蒸馏水 (20 ml), 并在 250 ml 分液漏斗用二氯甲烷 (3x 20 ml) 萃取水相。合并有机层, 经无水 Na_2SO_4 干燥, 过滤。将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩, 得到粗产品淡黄色油状液体 1,2-二苯基乙酮乙酰胺 3 (4.71 g)

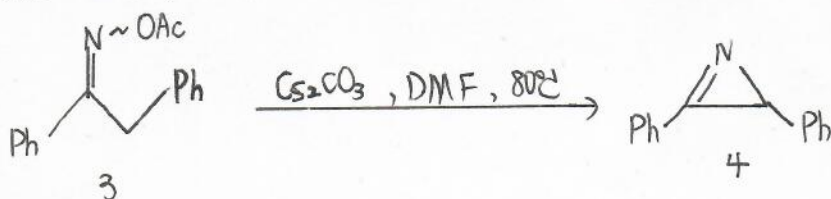


展开剂: 石油醚: 乙酸乙酯 = 5:1

$R_f = 0.51$



C. 2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶 4 的合成



实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

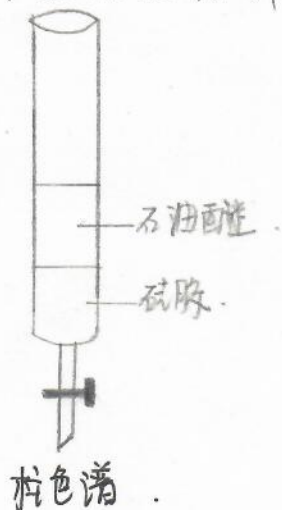
课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

药品	1,2-二苯乙酮乙酰胺	碳酸铯	N,N-二甲基甲酰胺
用量	4.83 g	8.68 g	50 ml
物质的量	19.1 mmol	26.6 mmol	
倍量	1.0	1.4	

在装有杓型磁力搅拌子的100 ml单颈圆底烧瓶中依次加入1,2-二苯乙酮乙酰胺3、N,N-二甲基甲酰胺(50 ml)和碳酸铯(8.68g)。将混合物在氮气保护下加热至80℃反应1h,反应过程中体系颜色由无色变为黄色。薄层色谱检测反应进程,反应原料1h后消失,停止回流。

反应完毕后冷却至室温,加入120 ml蒸馏水稀释,并在250 ml分液漏斗中用10%乙酸乙酯的己烷溶液萃取三次(3x 60 ml)。然后将合并的有机层用蒸馏水(2x 60 ml)和饱和食盐水(30 ml)洗涤,用无水Na₂SO₄干燥,过滤。在旋转蒸发器上减压蒸馏,残留的黄色油状物通过柱色谱纯化,浓缩后得到浅黄色固体2,3-二苯基-2H-1,4-二氢吡啶(2.47g,收率64%)



TLC检测

展开剂.

石油醚:乙酸乙酯=10:1

R_f = 0.49

实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

D. 样品的准备与检测

熔点的测定: 收集柱层析纯化的干燥产物 4, 采用数显式熔点仪测熔点

紫外-可见光吸收光谱的测定: 配置化合物 4 的甲醇溶液在 200-800nm 范围内扫描最大吸收波长.

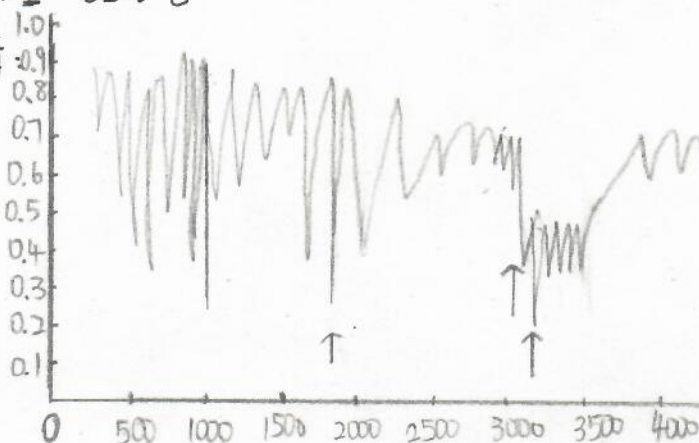
红外光谱: 利用溴化钾压片法测定该化合物的红外谱图

核磁共振氢谱和碳谱: 以氘代氯仿为溶剂测定该化合物

六. 数据及数据分析.

1. 熔点 51.2 - 52.0 °C

2. 红外光谱

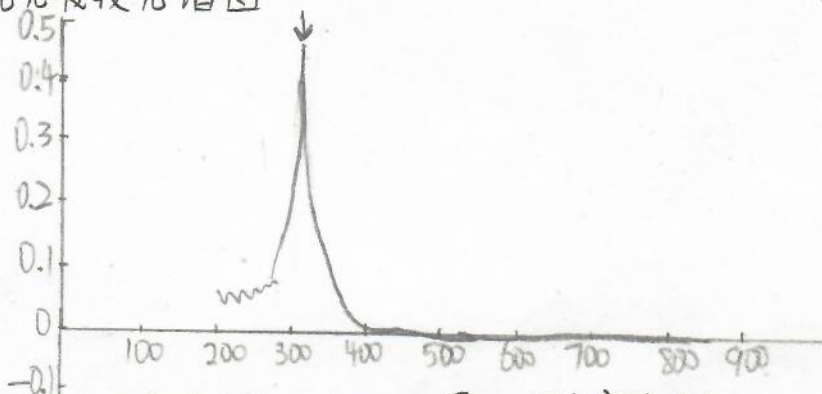


原始谱图

在 2964 cm^{-1} 位置的峰不能忽略, 因为产物中仅有一个饱和碳氢键.

1690 cm^{-1} 位置为 $\text{C}=\text{N}$ 亚胺键的出峰

3. 紫外-可见光吸收光谱图



最大吸收波长为 286 nm, 最大吸光度为 0.45

4. 核磁共振氢谱:

芳环区出峰位置在 7.95-

7.17 共 10 个 H

核磁共振碳谱:

唯一饱和 C 出峰区

在脂肪区

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

七、思考题

1. 旋转蒸发器使用过程中有哪些注意事项？

答：①安装过程中要确保真空度，烧瓶放进去以后不出现漏气的现象；

②各接口，密封面，密封圈及接头安装前都需要涂一层真空脂；

③加热槽加热前必须通电，避免干烧；槽内液面不要过高，旋转过程中以免发生水溢出的问题；

④转速设置要合理，不要过快防止出现漏气甩出或者出现倒吸的情况。

2. 影响薄层色谱分析的因素有哪些？

答：样品的处理方法、薄层板制备技巧、点样方法、展开剂的筛选、温湿度的掌控等。

3. 萃取剂的选择原则是？

答：①和原溶液中的溶剂互不相溶 ②对溶质的溶解度要远大于原溶剂

③不易于挥发 ④萃取剂不能与原溶液的溶剂反应。

八、反思与总结

1. 萃取时要分清上下层的试剂，不要弄混

2. 注意旋转蒸发器的使用注意事项，合理设置转速等。

3. 注意各试剂的量及添加顺序。

12] 2021.05.22

实验报告

94

20 年 月 日

学院... 专业... 学号... 姓名...
 课程名称... 实验名称 2,3-二苯基杂吡啉 指导教师...
 同组者... 室温 吡啉的合成及结构表征 气压...

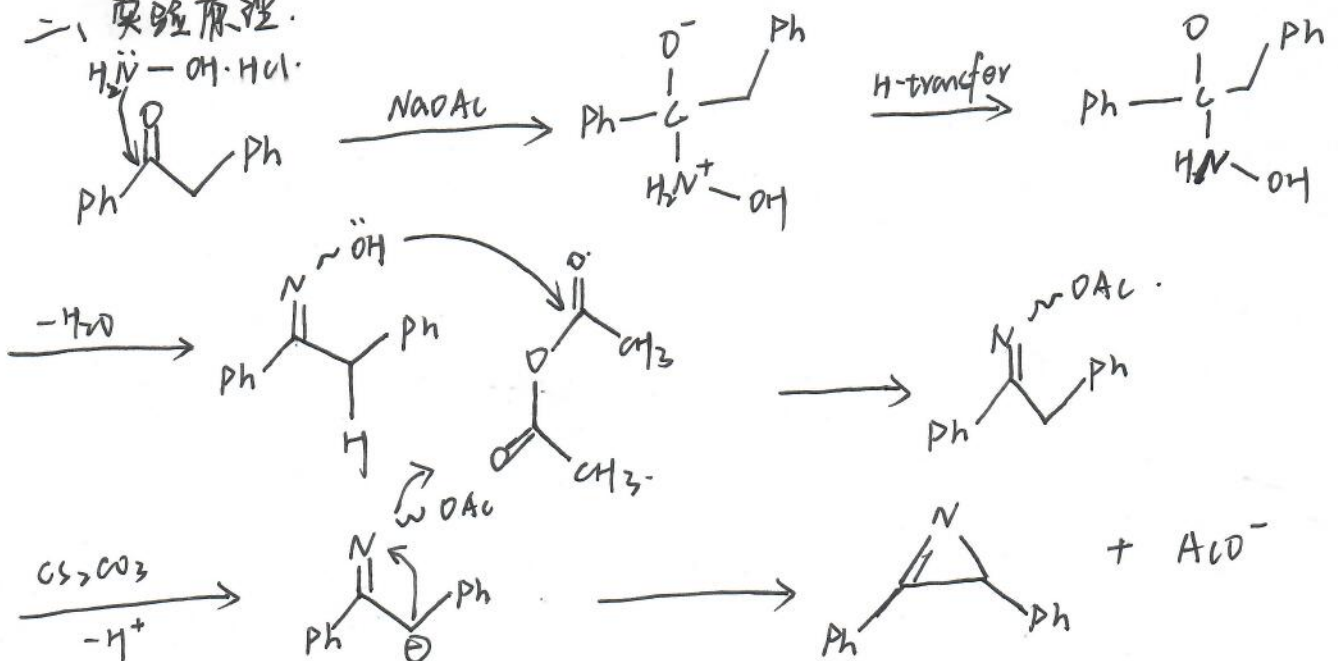
一、实验目的.

1. 熟悉紫外-可见分光光度计、红外光谱仪及核磁共振谱仪等仪器的构造、原理、使用方法及日常维护, 提升数据分析及解析能力.

2. 熟悉羧酮与羟胺的亲核加成-消除反应, 对羟基的乙酰基保护机理及碱作用下的分子内环化反应的机理.

3. 通过分析影响 2,3-二苯基杂吡啉吡啉化效率的因素, 培养创新思维和科研素养, 提高实验设计和创新能力.

二、实验原理.



实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

酮类化合物与羟胺发生亲核-加成-消除反应合成亚胺是有机化学的重要内容。首先在盐酸羟胺-甲醇及体系中，无水醋酸酐作为缓冲剂中和盐酸释放游离羟胺分子，随后羟胺中的氮端进攻二苯乙酮羰基碳，发生亲核加成反应得到中间体 I，中间体 I 经过质子转移得到 II，脱水得到二苯乙酮肟 2。二苯乙酮肟 2 与乙酸酐发生肟基的乙酰化反应得到乙酰肟 3。在碳酸铯的碱性条件下，乙酰肟 3 发生分子内的亲核取代-环化反应得到目标化合物 2,3-二苯基咪唑啉 4。

二、实验仪器

核磁共振仪，紫外分光光度计，红外光谱仪，熔点测定仪，电子天平，暗箱式紫外分析仪，恒温磁力搅拌器，旋转蒸发器，循环水式真空泵，蛇形冷凝管，圆底烧瓶，分液漏斗。

四、实验试剂和材料

试剂为：正己烷、1,2-二苯乙酮、甲醇、盐酸羟胺、无水乙酸酐、乙酸乙酯、无水 Na_2SO_4 、二氯乙烷、乙酸酐、N,N-二甲基酰胺、碳酸铯。

实验报告

20 年 月 日

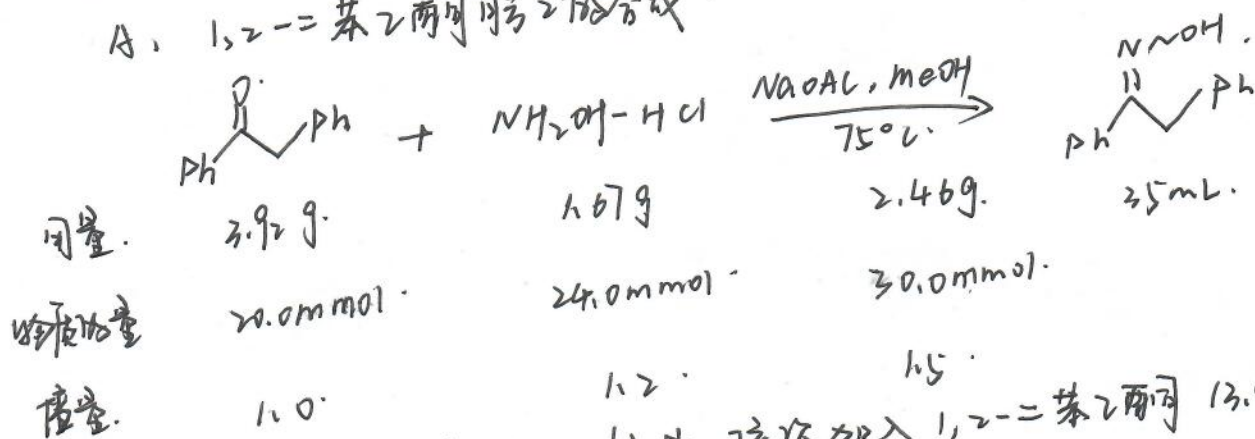
学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

五、实验步骤

A. 1,2-二苯乙酮肟的合成



在单颈圆底烧瓶(100mL)中,依次加入 1,2-二苯乙酮 (3.92g) 和无水乙醇 (35mL) 在磁力搅拌作用下充分搅拌 5min, 混合均匀后, 依次称取盐酸羟胺 (1.07g) 和无水乙酸酐 (2.46g) 加入圆底烧瓶中, 反应体系立即产生浑浊, 装上冷凝管, 回流 1h, 反应过程中体系一直保持浑浊, 薄层色谱跟踪反应进程。反应原料 1h 后消失, 停止回流, 反应体系冷却至室温, 在旋转蒸发器上减压浓缩 (在有机溶剂) (50°C, 0.07mPa) 随后加入 30mL 蒸馏水, 在 125mL 分液漏斗中用乙酸乙酯萃取三次 (3x20mL), 合并有机层, 无水 Na₂SO₄ 干燥, 过滤, 再次减压浓缩 (45°C, 0.107mPa) 静置待浅黄色 1,2-二苯乙酮肟 (4.5g) 黄色固体结晶, 进行了下一步反应。

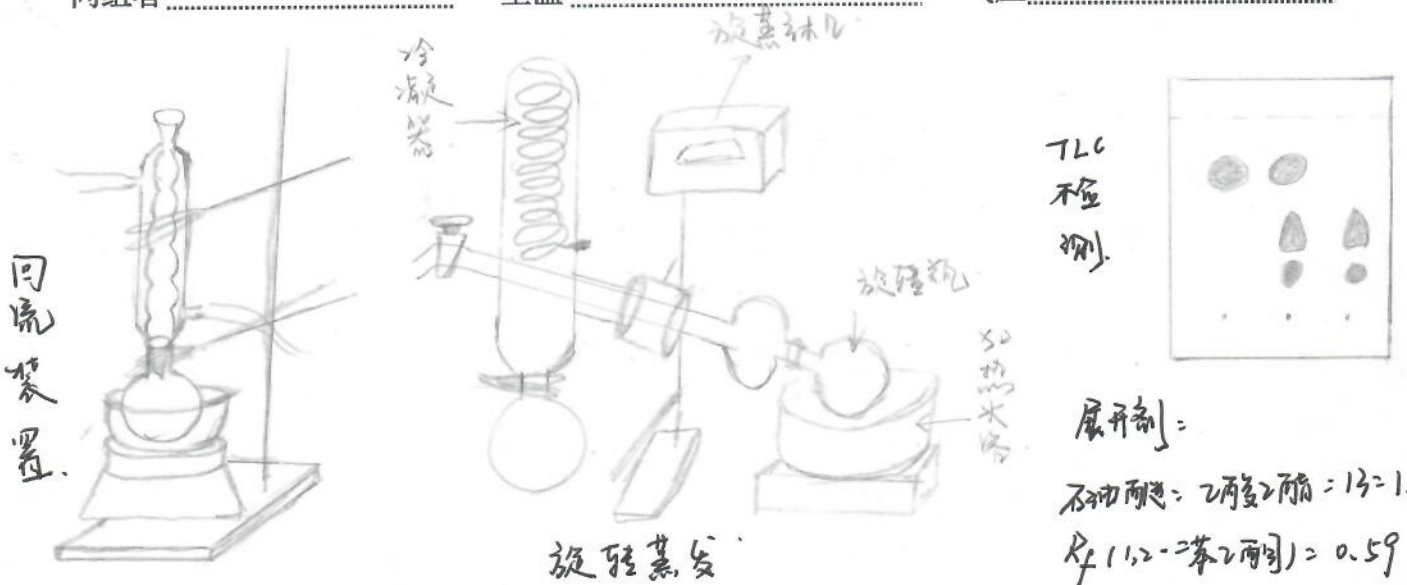
实验报告

20 年 月 日

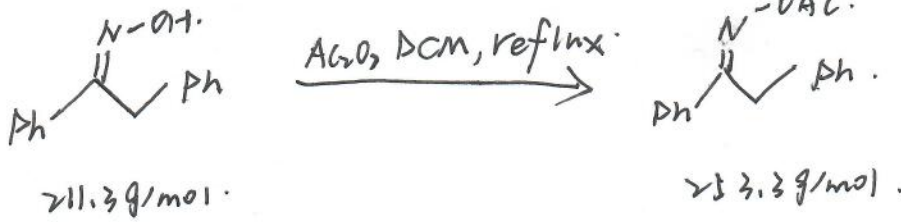
学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____



总. 1,2-二苯乙酮乙酰胺的合成



TLC 检测



展开剂:

石油醚: 乙酸乙酯 = 13:1

$R_f(1,2\text{-二苯乙酮}) = 0.59$

$R_f(1,2\text{-二苯乙酮乙酰胺}) = 0.24$

在放置有杆有圆形石墨力搅拌子的 100 mL 单颈圆底烧瓶中放入第一剂粗
 产物 1,2-二苯乙酮 2 (4.5 g)、二氯甲烷 (20 mL) 和 乙酸乙酯 (3.9 mL, 40.2 mmol)。
 将所得浅黄色溶液加热回流至 50℃ 回流 1h, 薄层色谱跟踪反应进程, 反应
 原料 1h 后消失, 停止回流。



TLC 检测

展开剂:

石油醚: 乙酸乙酯 = 5:1

$R_f(1,2\text{-二苯乙酮}) = 0.49$

$R_f(1,2\text{-二苯乙酮乙酰胺}) = 0.40$

实验报告

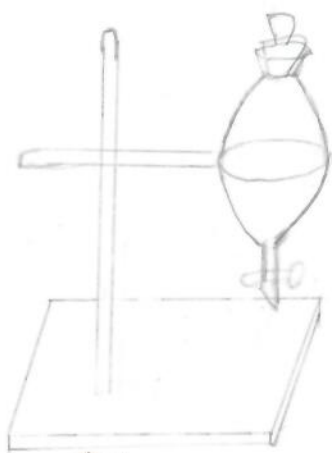
20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

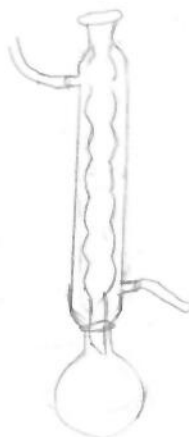
课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

反应完毕后冷却至室温，随后向反应体系中加入蒸馏水 (20 mL)，并在 25 mL 分液漏斗用二氯甲烷 (3 × 20 mL) 萃取水相。合并有机层，经无水 Na_2SO_4 干燥，过滤。将滤液在旋转蒸发器上减压蒸馏，得到粗产品淡黄色油状液体 1,2-二苯基乙酮乙酰胺 (4.6 g)。

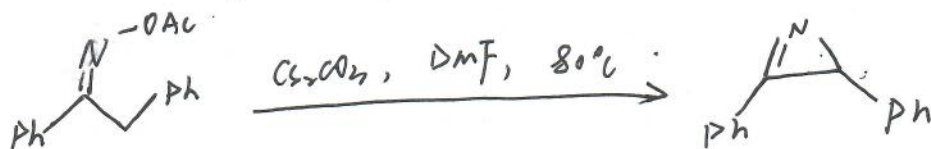


萃取.



回收.

C. 2,3-二苯基-1-氧杂吡啶4的合成.



253.3 g/mol.

192.1 g/mol.

在装有椭圆形磁石的搅拌子的 100 mL 单颈圆底烧瓶中依次加入 1,2-二苯基乙酮乙酰胺 (4.6 g)，N,N-二甲基甲酰胺 (50 mL) 和 Cs_2CO_3

实验报告

20 年 月 日

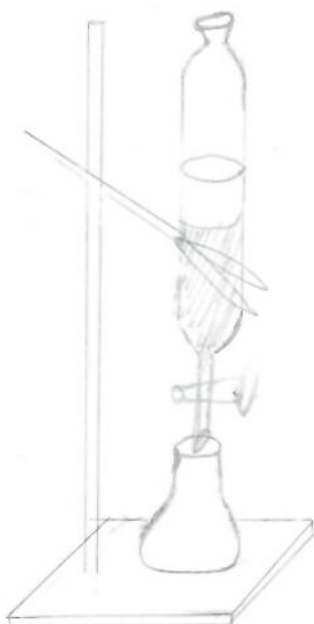
学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

18.60g)。将混合物在 N_2 保护下加热至 $80^\circ C$ 反应 1h，反应过程中体系颜色由无色变为黄色。薄层色谱检测反应进程，反应原料 1m 后消失，停止回流。

反应完毕后冷却至室温，加入 120 mL 蒸馏水稀释，并在 250 mL 分液漏斗中用 10% 乙酸乙酯正烷溶液萃取三次 (3x 60 mL)。然后将合并的有机层用蒸馏水 (2x 60 mL) 和饱和食盐水 (30 mL) 洗涤，用无水 Na_2SO_4 干燥过滤。在旋转蒸发器上减压浓缩，残留的黄色细状物通过柱色谱纯化，浓缩后得到浅黄色固体 2,3-二苯基-2H-吡啶 4。 (2.37g, 12.0 mmol, 60% (三步总收率))。



柱色谱纯化



TLC 检测

展开剂:

石油醚:乙酸乙酯 = 10:1

$R_f(1,2) =$ 苯乙醇乙酯 (原料)
 $= 0.62$

$R_f(2,3) =$ 2,3-二苯基-2H-吡啶

(产物) = 0.24

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

1. 样品的制备与检测:

1) 熔点的测定: 收集柱层析纯化的干燥产物 4, 采用数显式熔点仪测定产物的熔点.

2) 紫外可见吸收光谱的测定: 配置化合物 4 的甲醇溶液在 200-800nm 范围内扫描最大吸收波长.

3) 红外光谱: 利用溴化钾压片法测定该化合物的红外谱图.

4) 核磁共振氢谱和碳谱: 以氘代氯仿为溶剂测定该化合物的核磁共振波谱数据.

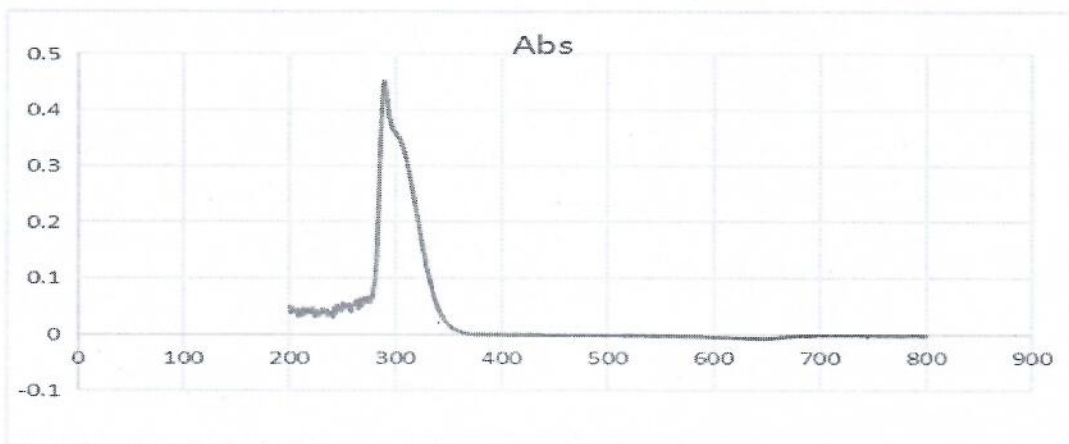
六、数据处理.

1. 最终得到产物 2,3-二苯基-2'-氧杂吡啶 2.3g (12.0mmol)

收率为 $\frac{12.0}{20} \times 100\% = 60.0\%$.

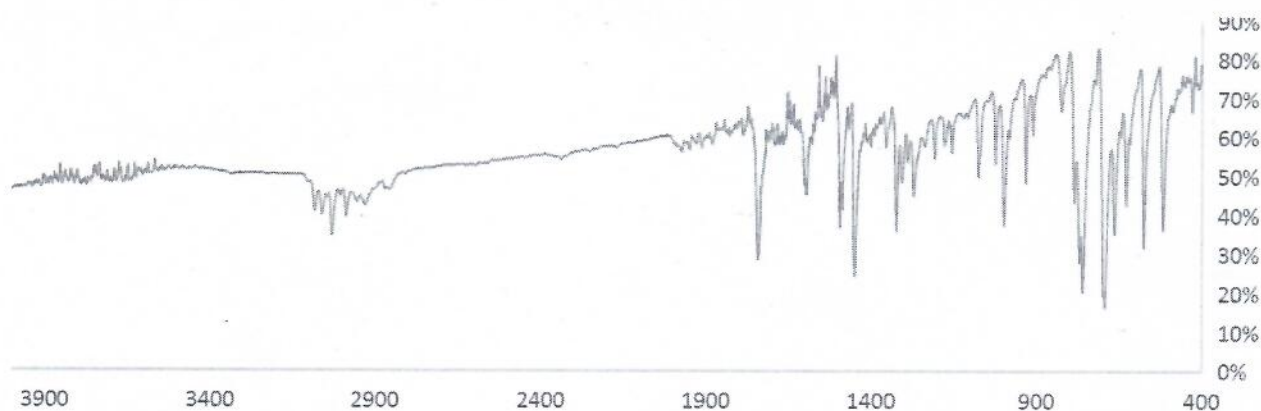
2. 紫外可见光谱.

由图可见, 该化合物最大吸收波长为 $>90\text{nm}$, 最大吸光度 0.43. 化合物因为 C=N 双键拉电子作用使苯环的电子云密度降低, 发生红移, 所以比苯的吸收波长大.



对这些紫外吸收谱图进行分析。

3. 红外光谱。



1450, 1500, 1600 cm^{-1} 处为苯环中 $\text{C}=\text{C}$ 的吸收峰；

1690 cm^{-1} 为 $\text{C}=\text{N}$ 的吸收峰。

3030 cm^{-1} 为苯环 $\text{C}-\text{H}$ 的吸收峰。

2964 cm^{-1} 为化合物中唯一的一个饱和 $\text{C}-\text{H}$ 的吸收峰。

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

七. 问题.

1. 可以用水代替饱和食盐水洗液吗?

不可以, 因为在水中乙酸乙酯有一定溶解度, 为了减少损失, 所以

用食盐水.

2. 常用的乙酸乙酯试剂有哪些?

常用的有: 乙酸酐、乙酸酐和乙酸.

3. 影响萃取效率的因素有哪些?

- ① 萃取剂的选择和用量
- ② 萃取次数的多少
- ③ 振荡是否充分
- ④ 分离是否彻底.

八. 反思与总结.

1. 柱色谱棉花大小应合适, 过大使流速慢, 过小影响效果.

2. N_2 保护时, 注意尾气之次排尽空气, 使装置中充满 N_2 .

3. 使用旋转蒸发器要注意转速, 不可以使蒸发器的高度过低.

阅 2021.05.22

实验报告

91

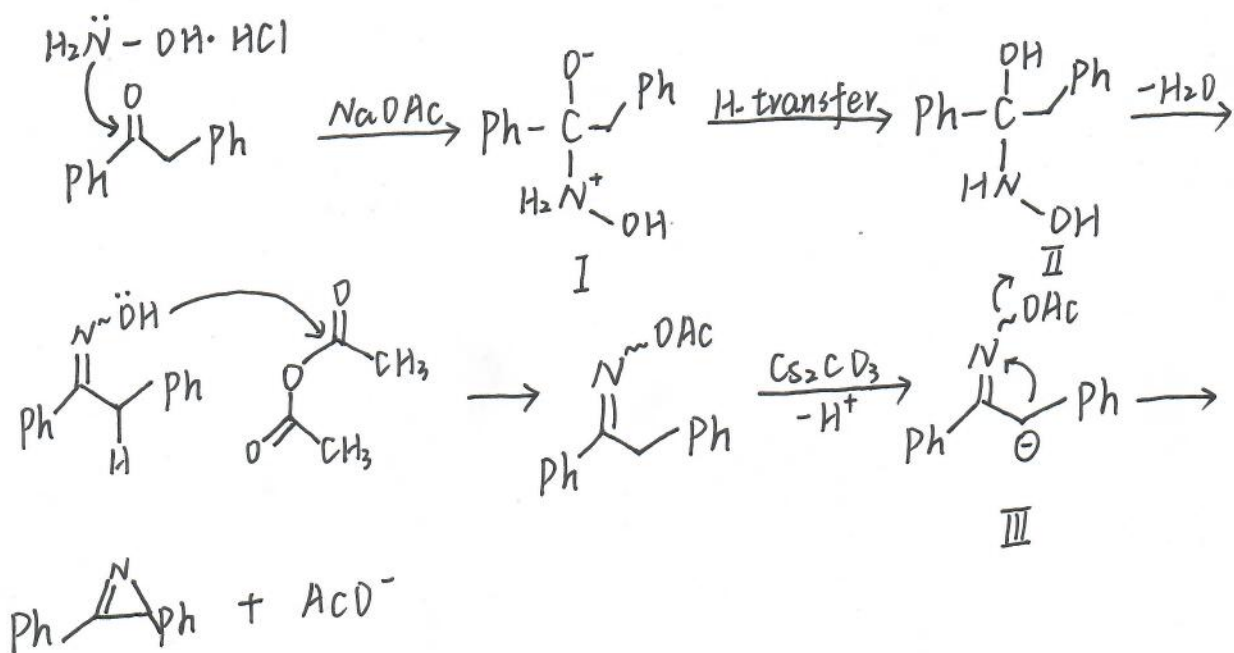
20 年 月 日

学院... 专业... 学号... 姓名...
 课程名称... 实验名称 2,3-二苯基氮杂吡啶的合成及结构表征 指导教师...
 同组者... 室温... 气压...

一、实验目的

1. 理解醛酮与羟胺的亲核加成-消除反应、羟羟基的乙酰基保护机理及碱作用下的分子内环化反应的机理。
2. 理解紫外-可见光光度计、红外光谱仪及核磁共振仪等仪器的构造、原理、使用方法及日常维护，提升数据分析及解析能力。
3. 通过分析影响 2,3-二苯基氮杂吡啶环化效率的因素，培养创新思维和科研素养，提高实验设计和创新能力。

二、实验原理



实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

醛酮类化合物与羟胺发生亲核加成-消除反应合成亚胺是有机化学的重要内容。首先在盐酸羟胺-甲醇反应体系中,无水醋酸钠作为缓冲剂中和盐酸释放游离羟胺分子,随后羟胺中的氮端进攻二苯乙酮羰基碳,发生亲核加成反应得到中间体I,中间体I经过质子转移得到II,脱水得到二苯乙酮肟2。二苯乙酮肟2与乙酸酐发生肟基的乙酰化反应得到乙酰基肟3。在碳酸钾的碱性条件下,乙酰基肟3发生分子内的亲核取代-环化反应得到目标化合物2,3-二苯基氮杂吡啉4。

三. 实验用品

1,2-二苯乙酮 (99.96%)

盐酸羟胺 (98.5%)

乙酸乙酯 ($\geq 99.5\%$)

DCM ($\geq 99.5\%$)

碳酸钾 (99%)

甲醇 ($\geq 99.5\%$)

无水醋酸钠 (99.0%)

无水 Na_2SO_4 ($\geq 99.0\%$)

DMF ($\geq 99.5\%$)

四. 实验仪器

恒温磁力搅拌器

电子天平

暗箱式紫外分析仪

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

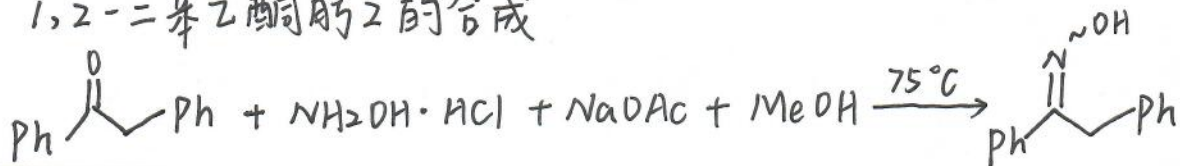
课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

紫外可见分光光度计 红外光谱仪 核磁共振谱仪
循环式真空水泵 旋转蒸发器

五. 实验步骤

1. 1,2-二苯乙酮肟的合成



药品	1,2-二苯乙酮	盐酸羟胺	无水乙酸钠	甲醇
用量	3.92g	1.67g	2.46g	35ml
物质的量	20.0 mmol	24.0 mmol	30.0 mmol	
倍数	1.0	1.2	1.5	

在放置有磁子的100mL的单颈圆底烧瓶中,依次加入1,2-二苯乙酮(3.92g, 20.0 mmol)和无水甲醇,在磁力搅拌5分钟至反应物混合均匀,随后依次称取盐酸羟胺和无水乙酸钠加入圆底烧瓶中,反应至产生白色浑浊。将装有回流冷凝管的圆底烧瓶加热至75°C反应1h,反应过程中体系一直保持浑浊。薄层色谱跟踪反应进程,反应原料1h后消失,停止回流。

反应体系冷却至室温,旋转蒸发器上减压浓缩

实验报告

20 年 月 日

学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

除去有机溶剂 (50°C, 0.07 MPa)

随后向反应体系中加入

蒸馏水 (30 mL), 并在

125 mL 分液漏斗中用

乙酸乙酯萃取三次

(3 × 20 mL)。合并有

机层, 无水 Na₂SO₄

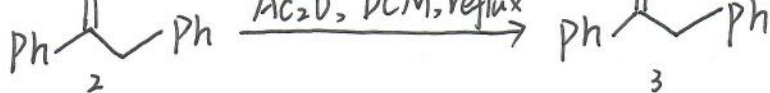
干燥, 过滤。将滤

液在旋转蒸发器

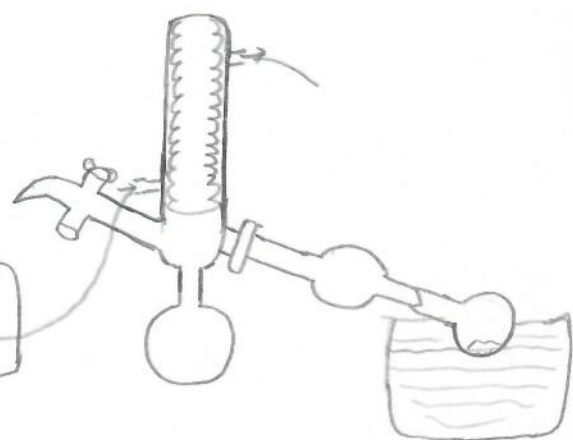
上减压浓缩 (45°C, 0.07 MPa), 静置片刻后得到浅黄色固体

结晶 1,2-二苯基乙酮氧肟 2。

2. 1,2-二苯基乙酮乙酯肟 3 的合成



药品	化合物 2	乙酸酐	二氯甲烷 (DCM)
用量	4.50 g	3.8 mL	20 mL
物质的量	20.0 mmol	40.0 mmol	
用量	1.0	2.0	



TLC 检测



展开剂:

石油醚: 乙酸乙酯 = 13:1

R_f = 0.51

实验报告

20 年 月 日

学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

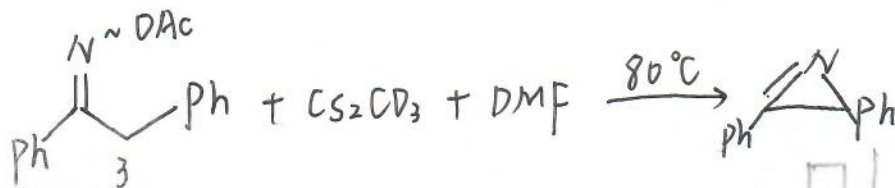
同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

在放置有椭圆磁子的100ml单颈圆底烧瓶中加入第一步粗产物1,2-二苯乙酮肟2. 二氯甲烷(20ml)和乙酸酐,将所得浅黄色溶液加热至50°C回流1h,薄层色谱跟踪反应进程,反应原料1h后消失,停止回流.

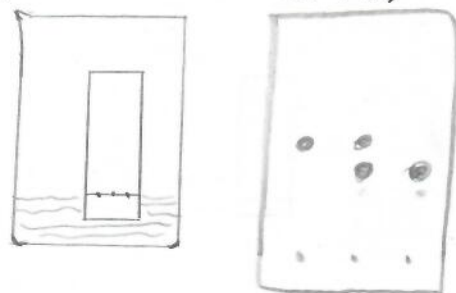
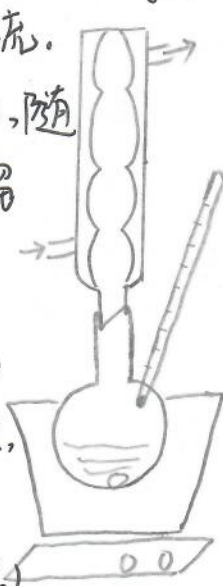
反应完毕后冷却至室温,随后向反应体系中加入20ml蒸馏水,并在250ml分液漏斗用二氯甲烷(3×20ml)萃取水相.合并有层,经无水Na₂SO₄干燥,过滤.将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩(40°C, 0.07MPa),

得到粗产品淡黄色油状液体1,2-二苯基乙酮乙酰胺肟。

3. 2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶4的合成



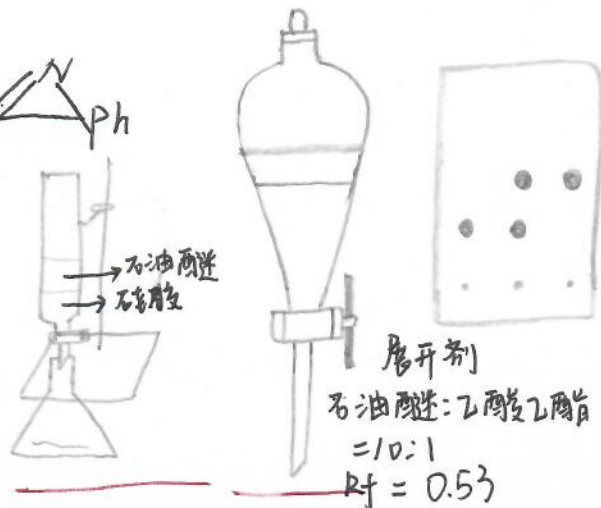
药品	1,2-二苯乙酮乙酰胺肟	CS ₂ CO ₃	DMF
用量	4.83g	8.70g	50ml
物质的量	19.1mmol	26.7mmol	
倍数	1.0	1.4	



展开剂:

石油醚:乙酸酐 = 5:1

R_f = 0.48



展开剂

石油醚:乙酸酐

= 10:1

R_f = 0.53

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

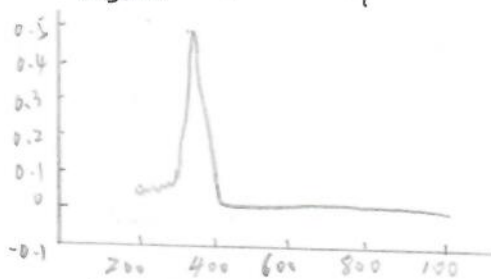
同组者..... 室温..... 气压.....

在装有磁子的100mL单颈圆底烧瓶中依次加入1,2-二苯乙醇乙醚肟3、DMF和 Cs_2CO_3 ，将混合物在 N_2 保护下加热至 $80^\circ C$ 反应1h，反应过程中体系颜色由无色变为黄色。薄层色谱检测反应进程，反应原料1h后消失，停止回流。

反应完毕后冷却至室温，加入120mL蒸馏水稀释，并在250mL分液漏斗中用10%乙酸乙酯的己烷溶液萃取三次(3×60mL)。然后用蒸馏水(2×60mL)和饱和食盐水(30mL)洗涤有机层，用无水 Na_2SO_4 干燥，过滤。在旋转蒸发仪上减压浓缩($40^\circ C$, 0.07MPa)，残留的黄色油状物通过柱色谱纯化，浓缩后得到浅黄色固体2,3-二苯基-2H-叠氮基4。

数据分析

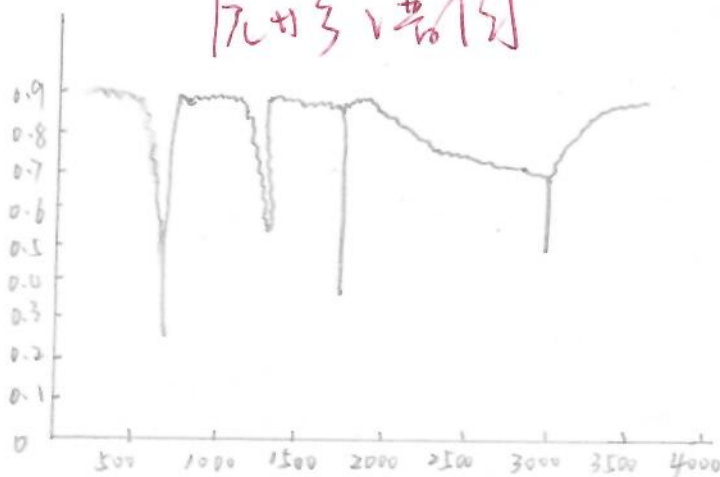
熔点: $49.6 \sim 59.6^\circ C$



紫外可见光吸收光谱

最大吸收波长为290nm,
最大吸光度为0.46

红外光谱图



红外光谱

$1690cm^{-1}$ 位置为 $C=N$ 亚胺键的出峰
在 $2964cm^{-1}$ 位置的峰不能忽略,因为产物中仅有一个饱和碳氮键,在该位置的出峰较弱

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

六. 思考题

1. 影响萃取效率的因素有哪些? 怎样选择好溶剂?

答: 影响因素有: 水相酸度、金属离子、盐析剂、水相中阴离子、萃取剂、稀释剂和温度等。选溶剂要看被萃取物, 选能使被萃取物大量溶解且与原溶剂互不相溶的溶剂。

2. 使用分液漏斗时要注意哪些事项?

答: ① 萃取时要充分振摇, 注意正确的操作姿势和方法。

② 振摇时, 往往会有气体产生, 要及时放气。

③ 分液时, 下层液体从旋塞放出, 上层液体从上口倒出。

④ 分液时, 先把顶上的盖子打开, 或旋转盖子, 使盖子上的凹缝或小孔对准漏斗上口颈的小孔, 以便与大气相通。

⑤ 分液漏斗用毕, 要洗净, 将盖子和旋塞分别用纸条衬好。

七. 反思与总结

1. 通过本次实验熟悉了旋转蒸发仪的使用方法及其步骤。

2. 萃取时要注意摇匀, 分清水层与有机层。

3. 蒸馏过程需回流3次, 回流时要控制好问题, 防止产生太多副产物。

阅 2021.05.22

实验报告

94

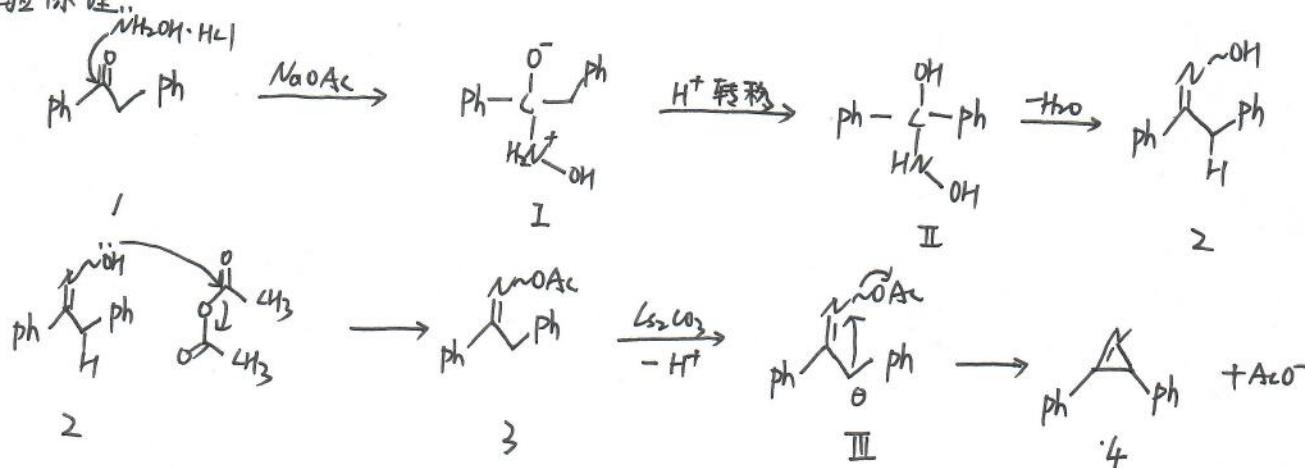
20 年 月 日

学院... 专业... 学号... 姓名...
 课程名称... 实验名称 2,3-二苯基氮杂吡啶 指导教师...
 同组者... 室温... 吡啶的合成及结构表征 气压...

一. 实验目的

1. 熟悉醛酮与羟胺的亲核加成-消除反应, 羟羟基的乙酰基保护及碱作用下的分子内环化反应的机理。
2. 掌握紫外-可见分光光度计、红外光谱仪及核磁共振仪等仪器的构造、原理、使用方法及日常维护, 提升数据分析及解析能力。
3. 通过分析影响 2,3-二苯基氮杂吡啶环化效率的因素, 培养创新思维和科研素养, 提高实验设计和创新能力。

二. 实验原理



首先在盐酸羟胺-酮反应体系中, NaOAc 作为缓冲剂中和盐酸释放游离羟胺分子。盐酸羟胺与 1,2-二苯乙酮发生亲核加成反应生成中间体 I, 发生 H^+ 转移, 生成中间体 II, 再发生消除反应脱水生成 1,2-二苯乙酮肟 (2)。通过羟羟基的乙酰基保护生成 1,2-二苯乙酮乙酰肟 (3)。在 Cs_2CO_3 的碱性条件下, 乙酰肟 (3) 发生分子内的亲核取代-环化反应得到目标产物 2,3-二苯基氮杂吡啶 (4)。

实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

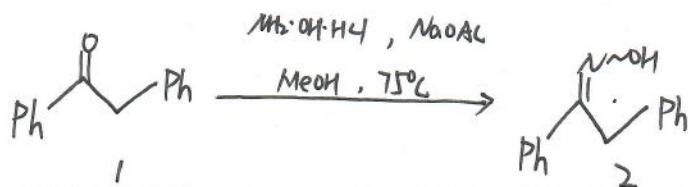
三、试剂和仪器

1. 试剂: 1,2-二苯乙酮, 甲醇, 盐酸羟胺, 无水乙酸钠, 乙酸乙酯, 无水 Na_2SO_4 , 二氯甲烷, 乙酸酐, *N,N*-二甲基甲酰胺, 碳酸钾, 氯化钠, 正己烷

2. 仪器: 循环水式真空泵, 旋转蒸发器, 恒温磁力搅拌器, 电子天平, 熔点测定仪, 暗箱式紫外分析仪, 紫外可见分光光度计, 红外光谱仪, 核磁共振仪

四、实验现象

1. 1,2-二苯乙酮肟 (2) 的合成



药品	1,2-二苯乙酮	盐酸羟胺	无水乙酸钠	甲醇
用量	3.92g	1.67g	2.46g	35mL
物质的量	20.0 mmol	240 mmol	30.0 mmol	
当量	1.0	1.2	1.5	

在放置有椭圆形磁子的100mL单颈圆底烧瓶中, 依次加入 1,2-二苯乙酮 (3.92g, 20.0mmol, 1.0当量) 和无水甲醇 (35mL), 在磁力搅拌器上充分搅拌5分钟至反应物混合均匀, 随后依次称取 盐酸羟胺 (1.67g, 240 mmol, 1.2当量) 和无水乙酸钠 (2.46g, 30.0 mmol, 1.5当量) 加入圆底烧瓶中, 反应体系立即产生白色浑浊。将装有回流冷凝管的圆底烧瓶加热至75°C 反应1小时, 反应过程中体系一直保持浑浊。薄层色谱跟踪反应进程, 反应原料1小时后消失, 停止回流。

实验报告

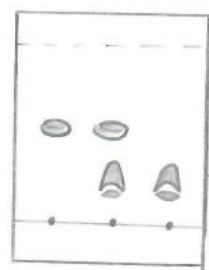
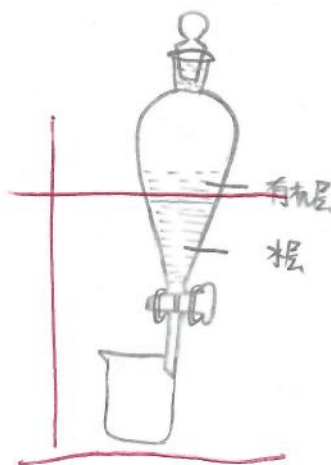
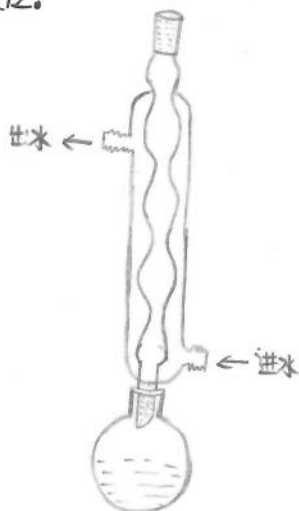
20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

反应体系冷却至室温，旋转蒸发仪上减压浓缩除去有机溶剂 (50℃, 0.07 MPa)，随后向反应体系中加入蒸馏水 (30 mL)，并在 125 mL 分液漏斗中用乙酸乙酯萃取三次 (3x20 mL)。合并有机层，无水 Na_2SO_4 干燥，过滤。将滤液在旋转蒸发仪上减压浓缩 (45℃, 0.07 MPa)，静置片刻后得到浅黄色固体结晶 1,2-二苯基乙酮氧酯 (2) (4.50 g, 粗质量产率)，直接进入下一步反应。



TLC

反应物 $R_f = 0.53$

产物 $R_f = 0.28$

石油醚:乙酸乙酯 = 13:1

2. 1,2-二苯乙酮乙酯 (3) 的合成



药品	化合物 2	乙酸酐	二氯甲烷 (DCM)
用量	4.50 g	3.8 mL	20 mL
物质的量	20.0 mmol	40.0 mmol	
倍量	1.0	2.0	

实验报告

20 年 月 日

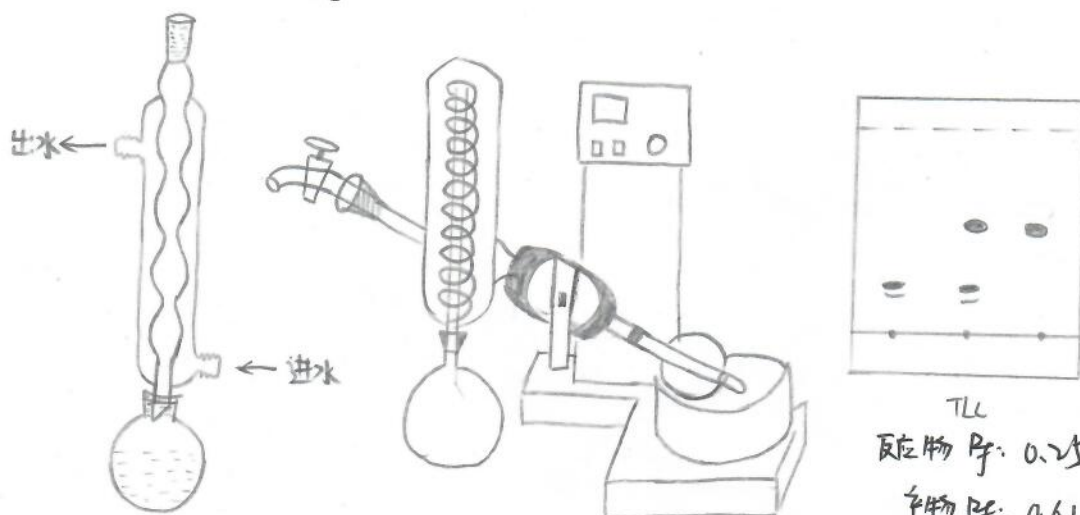
学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

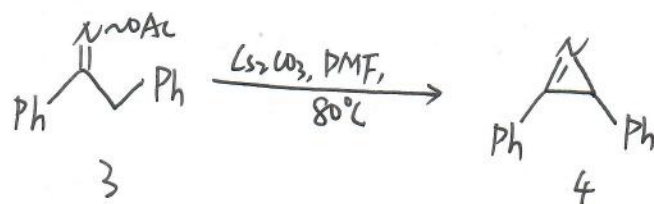
同组者 室温 气压

在放置有椭圆型磁力搅拌子的100mL 单颈圆底烧瓶中加入第一步粗产物 1,2-二苯乙酮肟 (2)、二氯甲烷 (20 mL)、乙酸酐 (3.8 mL, 40.0 mmol, 2.0 当量), 将所得浅黄色溶液加热至 50°C 回流 1 小时。薄层色谱跟踪反应进程, 反应原料 1 小时后消失, 停止回流。

反应结束后冷却至室温, 随后向反应体系中加入蒸馏水 (20 mL), 并在 250 mL 分液漏斗用二氯甲烷 (3x20mL) 萃取水相。合并有机层, 经无水 Na_2SO_4 干燥, 过滤。将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩 (40°C, 0.07 MPa), 得到粗产物淡黄色油状液体 1,2-二苯乙酮乙酰胺 (4.75g, 18.8 mmol, 94%)



3. 2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶 (4) 的合成



实验报告

20 年 月 日

学院 _____ 专业 _____ 学号 _____ 姓名 _____

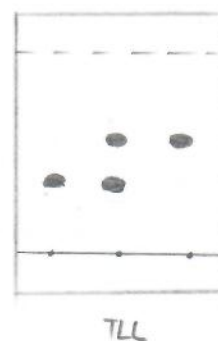
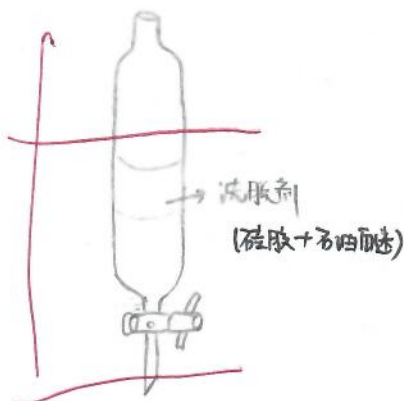
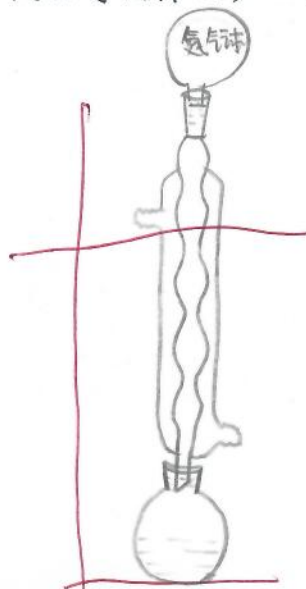
课程名称 _____ 实验名称 _____ 指导教师 _____

同组者 _____ 室温 _____ 气压 _____

药品	化合物3	$CaCO_3$	N,N-二甲基甲酰胺
用量	4.75g	8.57g	50mL
物质的量	18.8mmol	26.3mmol	
当量	1.0	1.4	

在装有椭圆形磁力搅拌子的100mL单颈圆底烧瓶中依次加入1,2-二苯乙酮乙酰胺(3) (4.75g, 18.8 mmol, 1.0当量), N,N-二甲基甲酰胺(50mL)和碳酸钙(8.57g, 26.3 mmol, 1.4当量)。将混合物在氮气保护下加热至80℃反应, 反应过程中体系颜色由无色变为黄色。薄层色谱跟踪反应进程, 反应原料1小时后消失, 停止回流。

反应完毕后, 冷却至室温, 加入120mL蒸馏水稀释, 并在250mL分液漏斗中用10%乙酸乙酯的己烷溶液萃取3次(3×60 mL)。然后将合并的有机层用蒸馏水(2×60 mL)和饱和食盐水(30mL)洗涤, 用无水 Na_2SO_4 干燥, 过滤。在旋转蒸发器上减压浓缩(40℃, 0.07 MPa), 残留的黄色油状物通过柱色谱纯化, 浓缩后得到浅黄色固体2,3-二苯基-2H-叠氮基(4) (2.43g, 12.6 mmol, 三步总收率63%)



反应物Rf: 0.24

产物Rf: 0.48

石油醚: 乙酸乙酯 = 10:1

实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

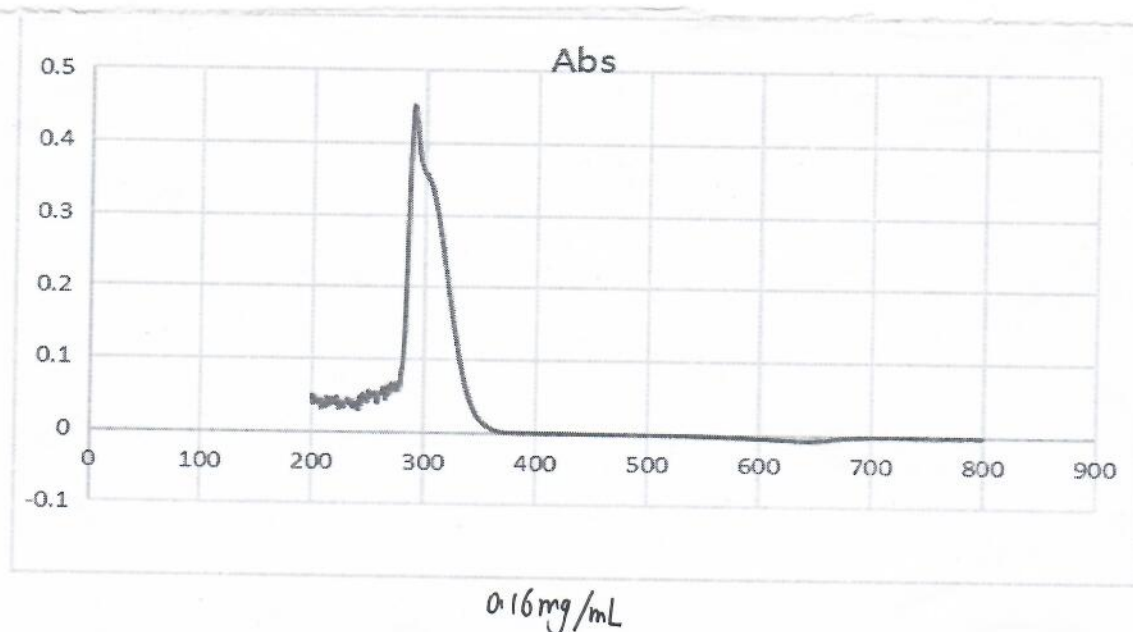
同组者 室温 气压

五. 数据分析与处理

1. 熔点的测定

收集柱层析纯化的干燥产物, 采用数显式熔点仪测定产物的熔点为 $50.5-51.5^{\circ}\text{C}$

2. 紫外-可见吸收光谱的测定



配置产物的甲醇溶液在 $200-800\text{ nm}$ 内扫描, 最大吸收波长为 290 nm , 最大吸光度为 0.46 。

与苯环的最大吸收波长 230 nm 比较, 较长。因为 $\text{C}=\text{N}$ 的吸电作用, 助电基效应明显, 发生红移。

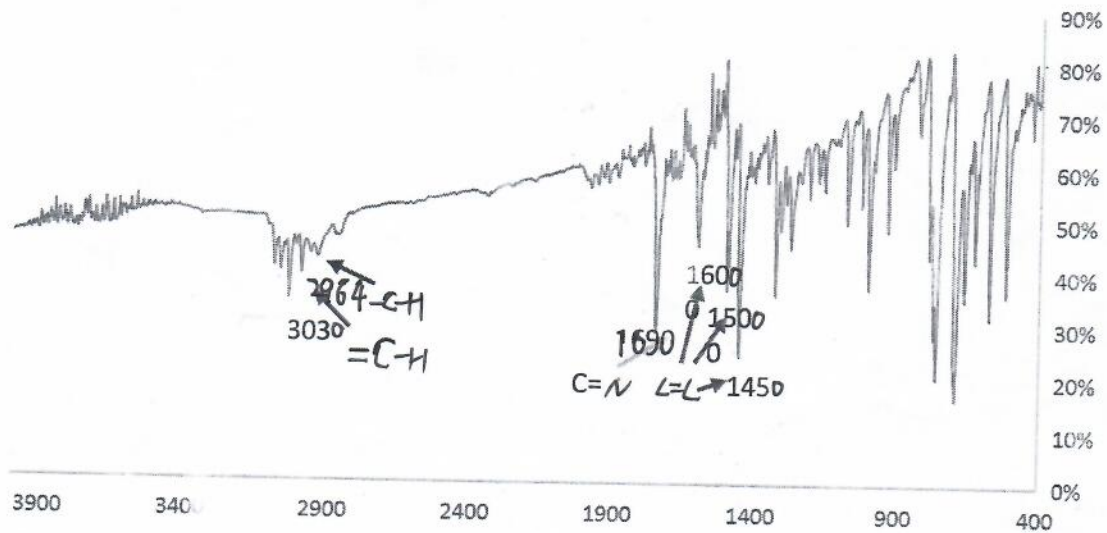
3. 红外光谱 (溴化钾压片法)

波数为 $1450, 1500, 1600\text{ cm}^{-1}$ 处为苯环上 $\text{C}=\text{C}$ 的吸收峰, 3030 处苯环上 $\text{C}-\text{H}$ 的吸收峰。

波数为 2964 cm^{-1} 处为产物中唯一 $\text{C}-\text{H}$ 的吸收峰, 吸收强度较弱。 1690 cm^{-1} 处为 $\text{C}=\text{N}$ 的吸收峰。

实验报告

20 年 月 日



3. 核磁共振氢谱, 碳谱

1) 核磁共振氢谱 (CDCl₃ 为溶剂, 600MHz)

化学位移在 7.0-8.0 之间为苯环氢的出峰位置, 积分面积为 10; 氨基吡啶环上的氢由于受到 N 及苯环的影响, 在低场位置出峰, $\delta = 3.36$, 积分面积为 1

2) 核磁共振碳谱 (CDCl₃ 为溶剂, 150MHz)

唯一一个饱和碳在高场位置出峰, $\delta = 345$; 其余不饱和碳的出峰均在 120-170 ppm 之间, 其中亚胺上的碳由于受到 N 及芳基的影响, 在最低场出峰, $\delta = 163.5$

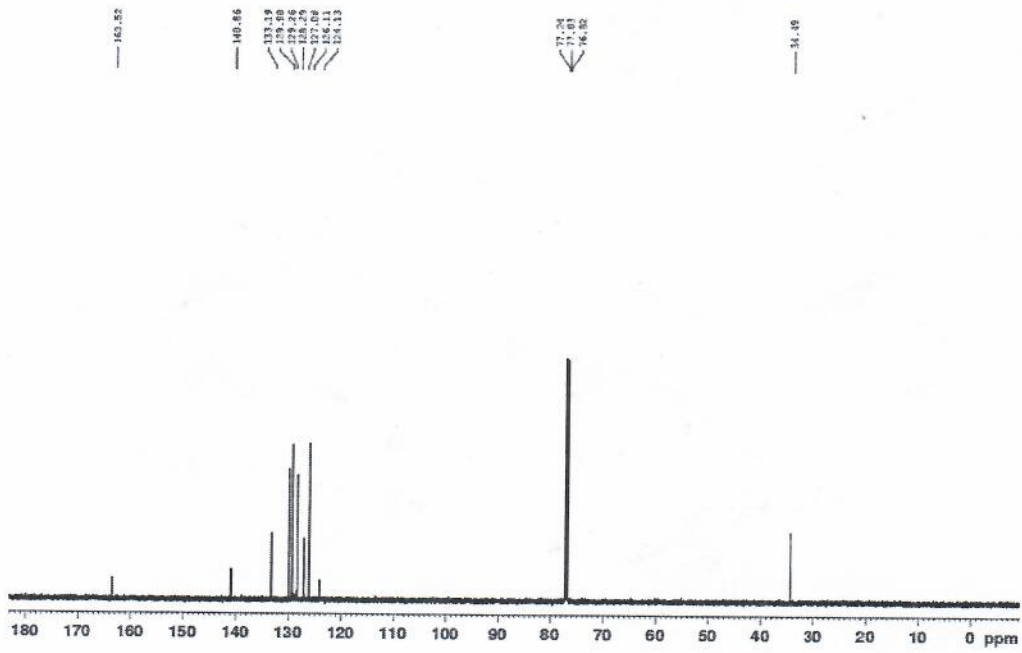
六. 课后习题

1. 影响萃取法的萃取效率的因素有哪些? 怎样才能选择好溶剂?

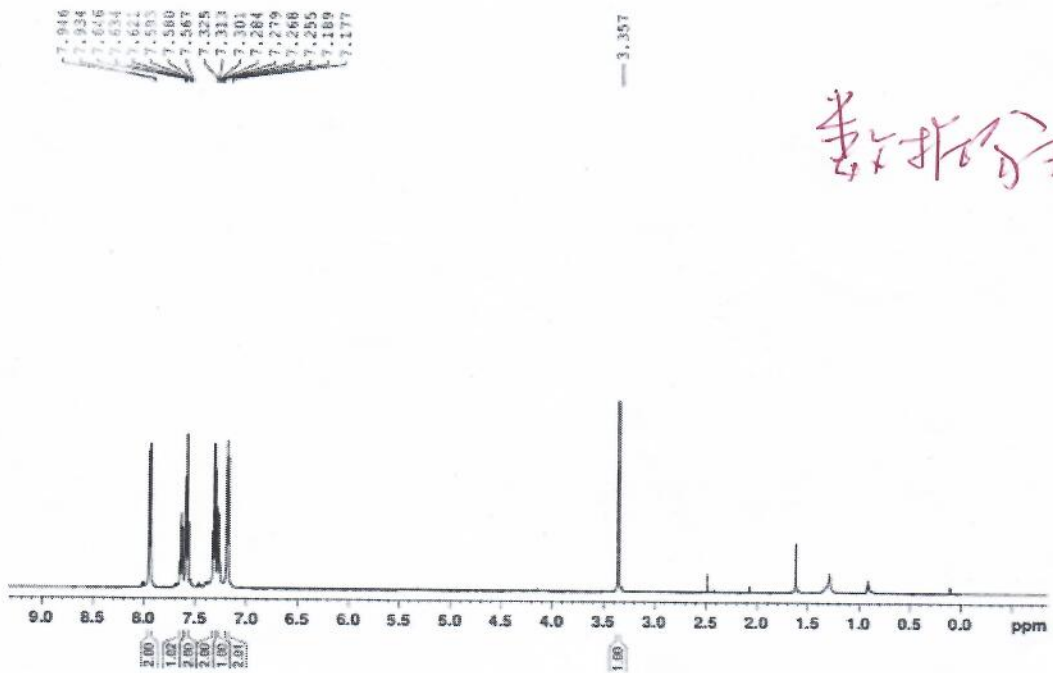
答: 影响萃取效率的因素: 萃取剂的选择, 用量, 萃取次数, 静置时间, 乳化等。

萃取剂选择: 溶解度高, 密度差别较大, 不相溶, 不反应, 低沸点, 环保, 成本较低。

核磁共振碳谱



核磁共振氢谱



谱峰分析

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

2. 吸附剂的活性与含水量之间的关系是怎样的?

答: 吸附剂的活性与其含水量有关, 含水量越低, 活性越高。比如氧化铝的活性分五级, 其中水的质量分数分别是 0.30%, 6%, 10%, 15%。

3. 手拿层析板时, 应注意什么? 为什么? 色谱缸为什么要密封?

答: 只能拿层析板的侧面, 或最上端。因为人手上的汗液中含有氨基酸, 会污染底面, 影响测定结果。

色谱缸密封, 能在展开剂的上方形成展开剂的饱和蒸汽, 保证薄层层析板上吸附展开剂, 形成稳定的固定相, 有利于组分的分离。

七. 反思与总结

1. 点样时点要细, 直径不要太大, 浓度不要太大, 以免出现拖尾, 混浊现象。

2. 萃取时分清有机层和水层, 第二步时有机层在下, 水层在上。

3. 在柱层析过程中, 要持续不断地加入洗脱剂, 并保持一定的液面高度, 否则易产生气泡和裂缝, 影响分离。

12) 2021.05.22

实验报告

94

20 年 月 日

学院... 专业... 学号... 姓名...
课程名称... 实验名称 2,3-二苄基氮杂吡啶 指导教师...
同组者... 室温 吡啶的合成及结构表征 气压...

一. 实验目的

1. 熟悉醌酮与羟胺的亲核加成-消除反应, 羟基的乙酰基保护机理及碱作用下的分子内环化反应的机理。
2. 掌握紫外-可见分光光度计, 红外光谱仪及核磁共振仪等仪器的构造原理, 使用方法及日常维护, 提升数据分析及解析能力。
3. 通过分析影响2,3-二苄基氮杂吡啶环化效率的因素, 培养创新思维和科学素养, 提高实验设计和创新能力。

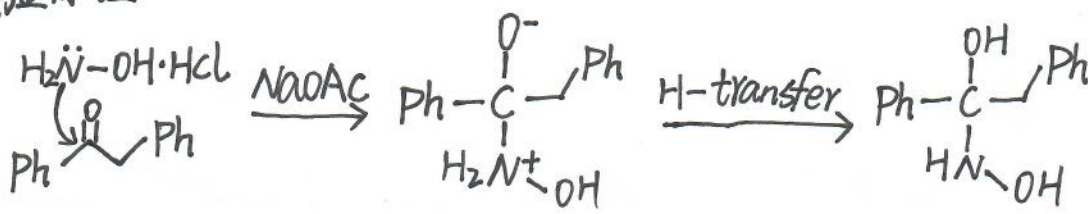
二. 实验仪器和表征方法

电子天平, 恒温磁力搅拌器, 旋转蒸发器, 暗箱式紫外分析仪, 循环水式真空泵, 熔点测定仪, 紫外可见分光光度计, 红外光谱仪, 核磁共振仪
表征方法: 紫外-可见光吸收光谱, 红外光谱, 核磁共振波谱。

三. 试剂或材料

1,2-二苄乙酮, 无水甲醇, 盐酸羟胺, 无水乙酸钠, 乙酸乙酯, 无水 Na_2SO_4 , 二氯甲烷(DCM), 乙酸酐, N,N -二甲基甲酰胺(DMF), 碳酸铯, 氯化钠, 正己烷

四. 实验原理



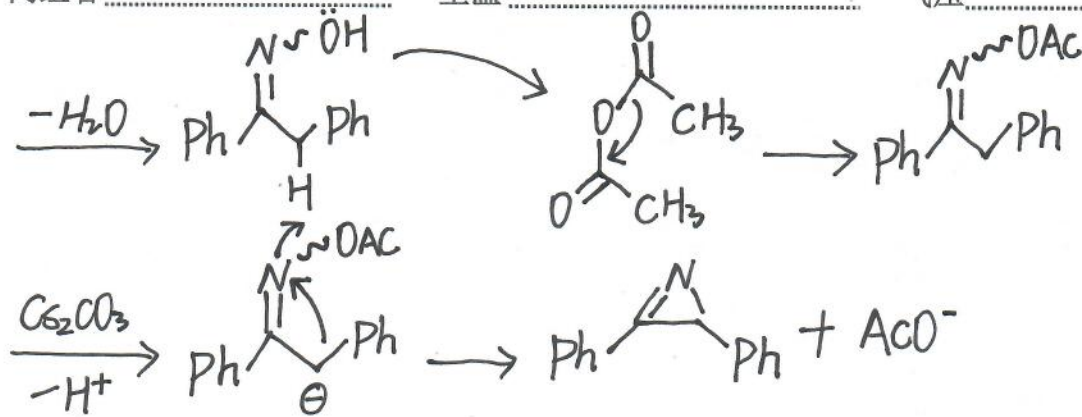
实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

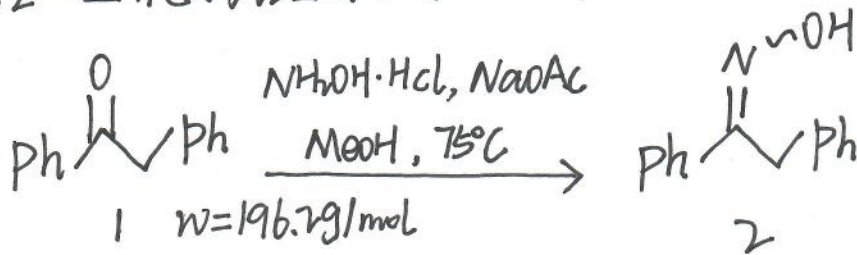
课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....



五. 实验步骤

A. 1,2-二苯乙酮肟2的合成



药品	1,2-二苯乙酮	盐酸羟胺	无水乙酸钠	甲醇
用量	3.92g	1.67g	2.46g	35mL
物质的量	20.0mmol	24.0mmol	30.0mmol	
倍量	1.0	1.2	1.5	

在装有磁力搅拌子的100mL单颈圆底烧瓶中,依次加入1,2-二苯乙酮1(3.92g, 20.0mmol, 1.0当量)和无水甲醇(35mL),在磁力搅拌器上充分搅拌至反应物混合均匀,随后依次称取盐酸羟胺(1.67g, 24.0mmol, 1.2当量)和无水乙酸钠(2.46g,

实验报告

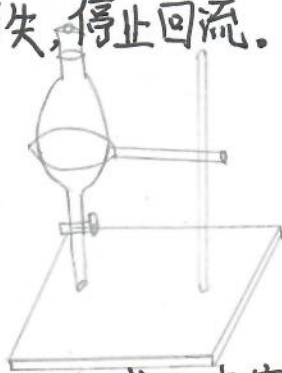
20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

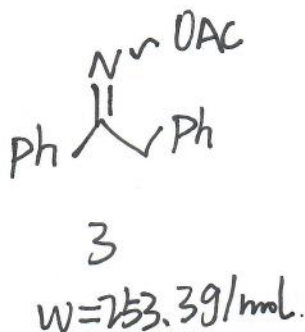
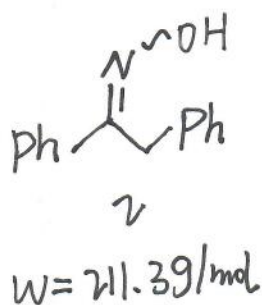
30.0mmol, 1.5当量)加入圆底烧瓶中, 反应体系立即产生白色浑浊。将装有回流冷凝管的圆底烧瓶加热至75℃反应1h, 反应过程中体系一直保持浑浊。薄层色谱跟踪反应过程, 反应原料1h后消失, 停止回流。



石油醚: 乙酸乙酯
13: 1
 $R_f(1,2\text{-二苯乙酮}) = 0.55$
 $R_f(1,2\text{-二苯乙酮肟}) = 0.25$

反应体系冷却至室温, 旋转蒸发仪上减压浓缩除去有机溶剂(50℃), 随后向反应体系中加入蒸馏水(30mL), 并在125mL分液漏斗中用乙酸乙酯萃取三次(3×20mL), 合并有机层, 无水 Na_2SO_4 干燥, 过滤。将滤液在旋转蒸发仪上减压浓缩(45℃), 静置片刻后得到浅黄色固体结晶1,2-二苯基乙酮肟2(4.56g), 直接进入下一步反应。

B. 1,2-二苯基乙酮肟3的合成



实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

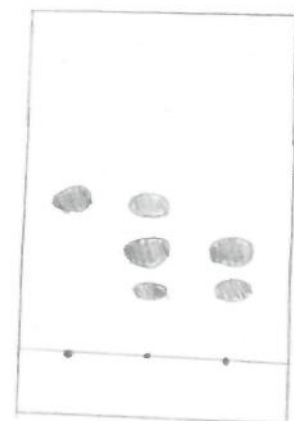
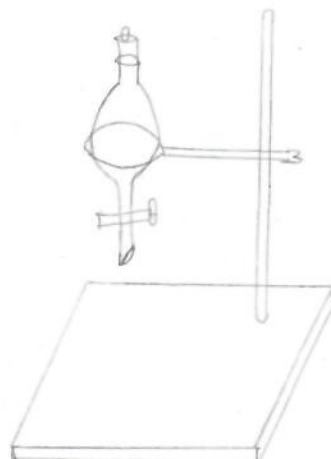
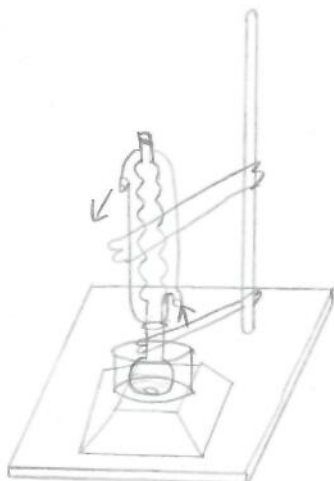
课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

药品	化合物 2	乙酸酐	二氯甲烷 (DCM)
用量	4.56g	3.8ml	20ml
物质的量	21.6mmol	40.0mmol	
倍量	1.0	2.0	

在放置有椭圆型磁力搅拌子的100ml单颈圆底烧瓶中加入第一步粗产物1,2-二苄基乙酮脒 2、二氯甲烷(20ml)和乙酸酐(3.8ml, 40.0mmol, 2.0当量),将所得浅黄色溶液加热至50℃回流1h,薄层色谱跟踪反应进程,反应原料1h后消失,停止回流。

反应完毕后冷却至室温,随后向反应体系中加入蒸馏水(20ml),并在250ml分液漏斗用二氯甲烷(3×20ml)萃取水相。合并有机层,经无水 Na_2SO_4 干燥,过滤。将滤液在旋转蒸发器上减压浓缩(40℃, 0.07MPa),得到粗产品淡黄色油状液体1,2-二苄基乙酮脒乙酰胺 3 (4.73g, 18.7mmol)。



展开剂:

石油醚:乙酸乙酯

= 5:1

$R_f(1,2\text{-二苄基乙酮脒}) = 0.49$

$R_f(1,2\text{-二苄基乙酮脒乙酰胺}) = 0.43$

实验报告

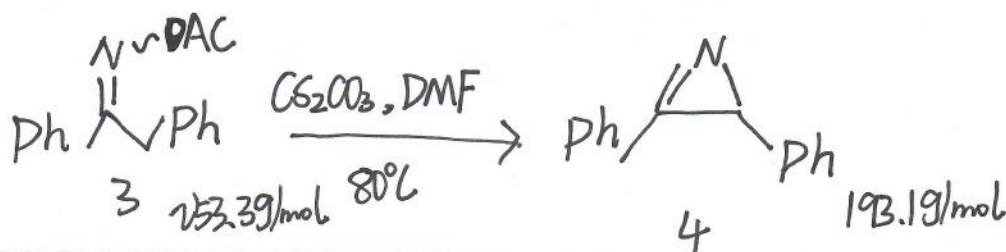
20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

C. 2,3-二苯基-2H-杂吡啶4的合成.



药品	1,2-二苯乙酮乙酰胺	碳酸铯	N,N-二甲基甲酰胺
用量	4.73g	8.70g	50ml
物质的量	18.7mmol	26.7mmol	
倍量	1.0	1.4	

在装有磁力搅拌子的100mL单颈圆底烧瓶中依次加入1,2-二苯乙酮乙酰胺3 (4.73g) N,N-二甲基甲酰胺 (50mL) 和碳酸铯 (8.70g), 将混合物在氮气保护下加热至80°C反应1h, 反应过程中体系颜色由无色变为黄色。薄层色谱检测反应进程, 反应原料1h后消失, 停止回流。

反应完毕后冷却至室温, 加入120mL蒸馏水稀释, 并在250mL分液漏斗中用10%乙酸乙酯的己烷溶液萃取三次 (3×60mL), 然后将合并的有机层用蒸馏水 (2×60mL) 和饱和食盐水 (30mL) 洗涤, 用无水Na₂SO₄干燥, 过滤。在旋转蒸发器上减压浓缩 (40°C), 残留的黄色油状物通过柱色谱纯化, 浓缩后得到浅黄色固体2,3-二苯基-2H-杂氨基4 (2.43g, 12.6mmol, 三步总收率63%)。

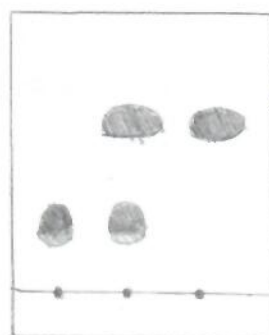
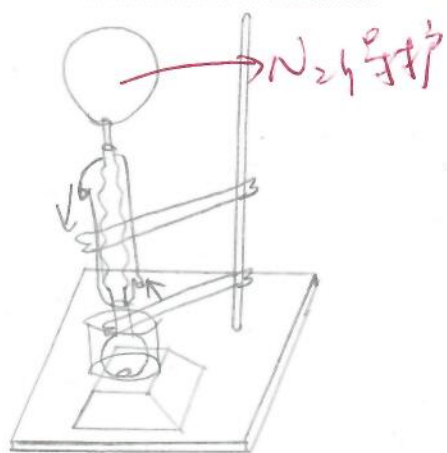
实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压



展开剂:
石油醚:乙酸乙酯
=10:1

$R_f(1,2\text{-二苯乙酮乙酸乙酯}) = 0.58$

$R_f(2,3\text{-二苯基-2H-氮杂吡啶}) = 0.26$

D. 样品的准备与检测

熔点的测定: 收集柱层析纯化的干燥产物4, 采用数显式熔点仪测定产物的熔点为50.0-50.9°C.

紫外-可见光吸收光谱的测定: 配置化合物4的甲醇溶液在200-800nm范围内扫描最大吸收波长。

红外光谱: 利用溴化钾压片法测定该化合物的红外谱图。

核磁共振氢谱和碳谱: 以氘代氯仿为溶剂测定该化合物的核磁共振波谱数据。

六. 数据处理

1. 最终产物2,3-二苯基-2H-氮杂吡啶 2.43g, 12.6mmol, 收率为63%

实验报告

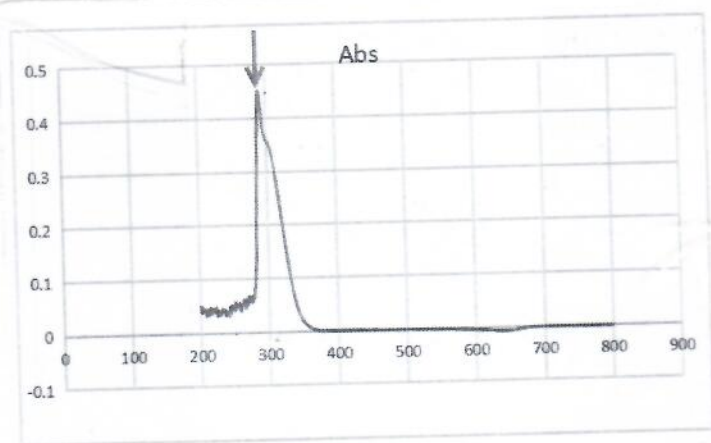
20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

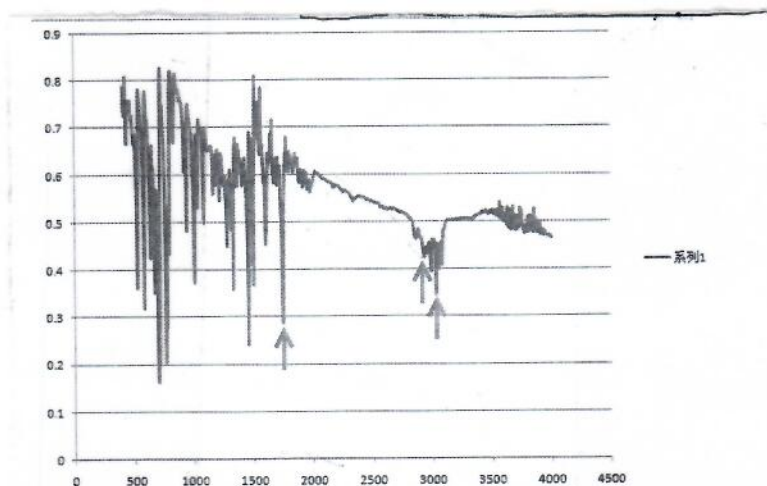
2. 紫外-可见吸收光谱图.



在200-800nm可见光波长范围内进行扫描,得到了该化合物的最大吸收波长为290nm,最大吸光度为0.46。

该化合物的最大吸收波长相较于苯环的最大吸收波长要长,发生红移。说明氨基吡啶环C=N双键的拉电子作用使苯环的电子云密度降低,助色基效应较明显。

3. 红外光谱图.



实验报告

20 年 月 日

学院 专业 学号 姓名

课程名称 实验名称 指导教师

同组者 室温 气压

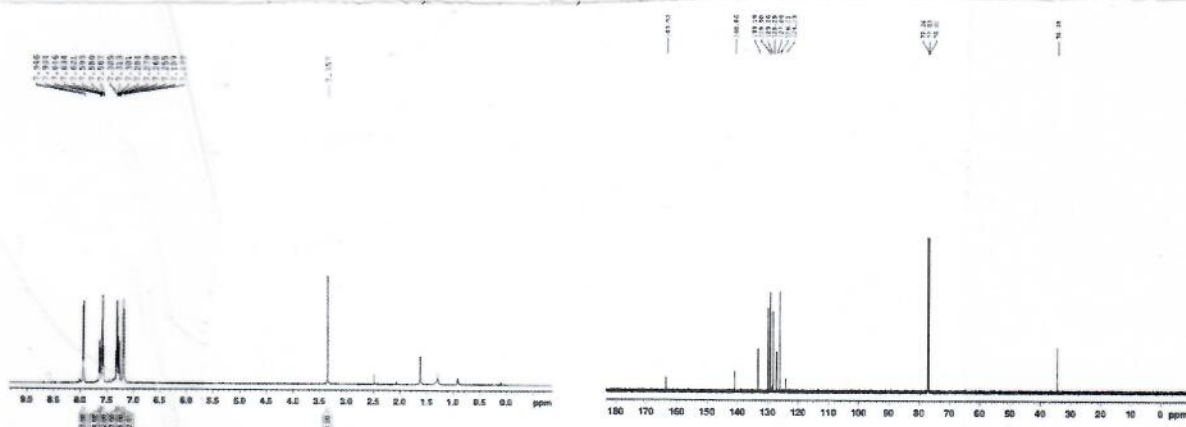
由红外光谱图可见 1450 、 1500 、 1600cm^{-1} 处为苯环中 $\text{C}=\text{C}$ 的吸收峰；

1690cm^{-1} 为 $\text{C}=\text{N}$ 的吸收峰；

3080cm^{-1} 为苯环 $\text{C}-\text{H}$ 的吸收峰；

2964cm^{-1} 为化合物唯一饱和 $\text{C}-\text{H}$ 的吸收峰。

4. 核磁共振谱图.



$\delta=34.5$ 为唯一饱和碳的出峰位置,在高场区；

$\delta=163.5\sim 124.1$,为不饱和碳的出峰位置,其中亚胺碳受 N 原子及芳环的影响,出峰位置在最低场,化学位移为 163.5 。

实验报告

20 年 月 日

学院..... 专业..... 学号..... 姓名.....

课程名称..... 实验名称..... 指导教师.....

同组者..... 室温..... 气压.....

七. 问题思考

1. 影响比移值(Rf)大小的因素是什么?

答: 各种物质的Rf值随要分离化合物的结构, 载体的种类, 展开剂, 温度等不同而异。

2. 影响萃取法的萃取效率的因素有哪些? 怎样才能选择好溶剂?

答: ① 萃取剂的选择, 用量, 萃取次数, 静置时间, 乳化等。

② 溶解度高, 密度差别, 不相溶, 不反应, 低沸点, 环保, 成本。

3. 常用的乙酰化试剂有哪些?

答: 常用的乙酰化试剂有乙酰氯, 乙酸和乙酸酐。

八. 反思与总结.

1. 在实验萃取过程中要充分振荡, 保证正确的操作手法, 使其充分被萃取出来, 同时分清有机层与水层, 避免低级错误的发生。

2. 在使用旋转蒸发器时要按规定操作进行, 以免破坏仪器, 使旋转蒸发时长要足够, 以免影响产率。

阅 2021.05.22