

基于茴香醚酰基化的项目制补充性综合实验

卢训博

岭南师范学院化学化工学院, 广东 湛江

收稿日期: 2025年11月25日; 录用日期: 2025年12月24日; 发布日期: 2025年12月31日

摘要

针对本科有机化学实验“碎片化、验证化”的普遍现象, 本文设计了一个补充性项目制综合实验: 以“茴香醚的傅-克酰基化与邻/对位位置异构体分离与表征”为载体, 在两次课时(12学时)内完成“文献检索 - 方案预案 - 反应实施-TLC条件筛选 - 小柱分离 - 旋蒸回收 - 谱学判定 - 结果汇报”的证据链闭环。教学组织遵循“自主性先行, 课堂标准路线兜底”, 并构建“三维安全控制 + 课程思政嵌入”的一体化框架。该项目预期能有效把分散操作组织成可验证、可重复的操作序列, 有望促进学生在概念、技能与过程、证据三个维度协同提升, 并自然生成科研诚信、绿色责任与协作担当等价值取向。文末给出量化评分表与“证据包”要件, 便于复用与推广。

关键词

项目制学习, 有机化学实验, 傅-克酰基化, TLC/柱色谱, 课程思政, 教学评价

A Supplementary Project-Based Integrated Experiment Centered on Anisole Acylation

Xunbo Lu

School of Chemistry & Chemical Engineering, Lingnan Normal University, Zhanjiang Guangdong

Received: November 25, 2025; accepted: December 24, 2025; published: December 31, 2025

Abstract

Addressing the common issues of fragmentation and mere verification in undergraduate organic chemistry laboratories, this paper designs a supplementary, project-based integrated experiment that uses the Friedel-Crafts acylation of anisole and the separation/characterization of its ortho/para positional isomers as the instructional vehicle. Within two sessions (12 class hours), students complete a closed loop of the evidence chain—from literature search and pre-planning, through reaction execution, TLC condition screening, flash column chromatography, rotary evaporation/sol-

vent recovery, to spectroscopic identification and results reporting. The instructional organization follows the principle of student autonomy first, with standardized in-class routes as a safety net, and builds an integrated framework combining three-dimensional safety control with curriculum-integrated ideological and political education (IPE). The project effectively reorganizes scattered operations into verifiable and reproducible procedure sequences, promoting coordinated improvement across three domains—concepts, skills and processes, and evidence—while naturally cultivating values such as research integrity, green responsibility, and collaborative accountability. A quantitative scoring rubric and the required components of an “evidence package” are provided to facilitate reuse and wider adoption.

Keywords

Project-Based Learning, Organic Chemistry Experiment, Friedel-Crafts Acylation, TLC/Column Chromatography, Curriculum-Integrated Ideological and Political Education (IPE), Teaching Evaluation

Copyright © 2026 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 背景

我国高等教育持续强调“立德树人”根本任务与实验室安全底线，倡导把科研方法训练与价值塑造贯通到专业课程中。就本科有机化学实验而言，长期以“回流 - 洗涤-(精)馏 - 再蒸馏浓缩”的验证性闭环为主，学生较少经历以问题为牵引、证据为支撑的研究模式训练，也缺少与科研一致的“TLC 条件筛选 - 柱色谱分离 - 旋蒸回收 - 谱学证据链建构”等现代操作与论证方式。这导致“会做步骤，但不擅整合”，难以把课堂知识迁移成可被检验与复核的研究证据。近年的课程建设与实践指出，应以科研方法训练为主线，整合基本操作、开放实验、文献研读与科学表达模块，组织“查 - 设 - 做 - 证 - 辩”的学习链条，通过分层与混合式策略提升学生的自主性与协作性[1]。

基于此，本文提出一个补充性综合实验：将《有机化学实验 I/II》中分散的经典操作组织到同一任务中，以“茴香醚的傅 - 克酰基化”为载体，构建两次课从定位效应到 TLC→柱色谱→旋蒸→熔点(mp)/红外(IR)/核磁共振氢谱(¹H NMR)的真实证据链，并以文献检索 - 方案预案 - 结果复盘的研究模式贯穿始终。该项目既不替代主干课程，又能在补位与提升层面提供与科研一致的流程感、判据感与规范意识，响应国家对人才培养质量与实验室安全的双重要求[2] [3]。

2. 设计与实施原则

2.1. 理论 - 实践贯通的选择依据

选用“茴香醚的傅 - 克酰基化”，一则切合本科教学基本面(常见试剂与器皿、标准玻璃体系、45 分钟/学时情况下 3~4 学时可完成主流程)，二则可在一次任务中覆盖反应实施、TLC 条件筛选、柱色谱分离、旋蒸回收与基础谱学判定等关键环节。学习成效上，该反应具有可预期且便于讨论的区域选择性：-OCH₃ 为供电子取代基，增强芳环活性并指向邻/对位，在本底物上通常对位占优(空间位阻与产物稳定性共同影响)。与烷基化相比，酰基化不发生碳骨架重排，引入酰基后环系反应性下降，更利于课堂内获得单取代产物并控制副反应与时长；同时，邻/对位异构体差异清晰，便于用 TLC 筛选展开剂并以小柱分离。

知识达成强调“结论直达 + 操作验证”：① 明确“ $-\text{OCH}_3$ 为供电子、邻/对位指向、对位常占优”；② 理解温度与加料对放热与副反应的影响(低温起始、缓慢投料、室温完成)；③ 利用 TLC 的 R_f 与分辨率选择展开剂与洗脱制度，形成“展开条件 - 收集窗口 - 得失权衡”的对应关系；④ 建立可直接判定的结构证据链：IR(芳酮 $\text{C}=\text{O}$ 、 $\text{Ar}-\text{O}-\text{CH}_3$)、 $^1\text{H NMR}$ (对位 $\text{AA}'\text{BB}'$ vs 邻位分散多重峰)、邻对位 mp 稳定性。学生据此同时达成概念、技能与过程、证据三类目标，并把分散知识转化为可验证、可重复的操作序列。

2.2. 自主性先行与课堂标准路线兜底

项目提前一周发布任务说明(含可用药品清单、允许规模、绿色与安全边界)。学生以小组为单位完成定向检索并提交预实验方案(至少覆盖 CNKI/SciFinder/Reaxys/ChemSpider 中 1 个数据库)：写明 5 mmol 量级器皿与体积、当量与溶剂配比、温度 - 时间窗口、TLC 预期条件与判据、后处理洗涤体系、柱色谱初选思路、风险与废弃物分类。指导教师在实验前开始进行“可行性 - 安全 - 总时长 - 证据链”把关，给出三个级别：① 绿灯级：照方案实施；② 黄灯级：在可操作范围内微幅修订(溶剂比例、当量或温度 - 时间窗口)，经口头确认后执行；③ 红灯级：改用课堂标准路线 A/B (A：酰氯/ AlCl_3 ；B：乙酸酐/ FeCl_3 或固体酸)，具体条件详见第 3 节。

2.3. 安全控制框架

实验教学必须坚持底线思维：对学生而言，安全不仅是“不会出事”，更是具备识别风险、设定边界、执行规范的专业素养。对于本项目，酸氯化物的放热与氯化氢逸散、路易斯酸的吸湿腐蚀、含氯溶剂的健康危害与环境合规、固体酸的回收与标识，均要求在明确边界与可追溯记录中进行。

设计的本综合性实验遵循三项原则。(1) 规模与剂量可控。实验方案统一 5.0 mmol 规模、50 mL 圆底烧瓶；给出的兜底方案 A、B 均统一溶剂用量，酸氯化物和催化用量遵守实验室标准。所有“超范围”尝试一律需教师批准。(2) 过程条件刚性化。固定温度 - 时间窗口并记录曲线：兜底方案 A、B 均给出具体反应温度和反应时间范围，关键步骤完备(干燥、分批加入、通风橱、分液放气)，TLC 仅用于终点与分离设计记录。(3) 废弃物与绿色合规。含氯/非氯溶剂分流；酸碱洗液入无机水相槽；固体酸回收 - 清洗 - 干燥 - 标识批次；记录溶剂回收体积与简化 E-factor 计算。

2.4. 课程思政

本项目将课程思政目标以可观察、可评价的课堂行为嵌入“从文献到数据”的全链路：课前完成基于 CNKI/SciFinder/Reaxys/ChemSpider 中至少一种(鼓励两种以上)数据库的检索与规范引用并提交预报告；课中依照限定规模 - 明确用量 - 规范后处理 - 废物分类的安全与绿色要求实施并留痕记录(时间与温度曲线、TLC 照片、谱图原件、回收体积与简化 E-factor)；课后整合证据并进行口头答辩。由此，思政元素与技术产出同轴对齐：科研诚信强调原始记录完备与检索/引用规范；绿色责任强调溶剂回收率、简化 E-factor 与固体酸回收标识，并对 A/B 条件进行安全 - 环境 - 效率的比较说明；协作与担当体现在角色轮换(主操/记录/TLC 判读/汇报)、同伴互评与现场质询。上述三维均以“证据包”(原始记录本、TLC/谱图原件与时间戳、收集卡与合并依据、回收与 E-factor 计算表、分工与互评表)为佐证，并与第 4 节量化评价中的相应维度一一对应：诚信要素主要映射到“文献综述与开题”“原始本与数据可追溯”“结题答辩”，绿色要素映射到“操作过程规范”“结题报告中的 A/B 比较”“学习态度与规范”，协作要素映射到“操作过程”“结题答辩”“学习态度与规范”。通过“任务 - 证据 - 评分”的闭环设计，实现价值引领的可见、可度量、可反馈。

为使课程思政由“隐性渗透”转为“显性引导”，本方案在预报告与结题答辩两个节点设置“开放性问题 - 证据回应 - 价值申明”的讨论序列。示例问题包括：当实验数据与预期不符时，如何在不删改原

始记录的前提下处理、报告与反思？方案 A 与 B 在溶剂、试剂、能耗与废弃物管理的绿色性上各有哪些优劣，回收率与简化 E-factor 提供了怎样的量化启示？若 TLC 与 ^1H NMR 证据出现冲突，如何组织再验证并给出有条件的结论？教师引导要点为：强调原始记录与可追溯性、引用规范、绿色指标量化(回收率、E-factor)与基于证据的价值判断，并要求在结题报告中以图表或要点化方式呈现讨论结论。

3. 实验实施

3.1. 流程与时间分配建议

本实验是综合性实验，预计安排 12 个课时，由于表征核磁及数据分析需要一定时间，因此分两周两次课时进行，第一次课 8 学时，第二次课 4 个学时。第一次课完成反应 - 后处理 - 初步分离与归档 - 分离优化，第二次课完成 mp/IR- 谱图讲解 - 证据整合 - 口头汇报。两次课的节奏使学生既能在当场看到关键现象，又能完成谱学证据链与反思性表达，避免“做完 - 却讲不清”的脱节。

下表给出“任务 - 监控点 - 建议时长”三位一体的组织方式：任务明确“做什么”，监控点强调“教师看什么”，时长帮助“怎么排布”(见表 1)。表格并非硬性工时，而是为课堂调度提供参考(可按班级规模与仪器台数微调)。

Table 1. Recommended classroom time allocation

表 1. 课堂时间分配参考

环节	主要任务与预期产出	教师监控点	建议用时
开场与核验 (第 1 次课)	安全提示；核对预实验方案(数据库检索摘要、器皿/药品与 5.0 mmol 规模、温度/时间窗口、废弃物分类)；确定采用自拟路线或课堂标准 A/B	规模是否合规；危险源、废弃物分类是否写清；时间窗是否可执行	30 min
反应实施与过程记录 (第 1 次课)	A: 0°C~5°C 起始后至 25°C；或 B: 55°C 恒温；按计划时点少量取样做 TLC 记录(用于后续分离设计)	温度 - 时间曲线；滴加/分批加入是否规范；异常处理	90 min
淬灭与后处理 (第 1 次课)	冰水 + 稀酸淬灭；分液→洗涤→干燥；旋蒸回收并记录体积	分液放气与 pH；含氯/非氯分流；回收体积记录	50 min
收档 (第 1 次课)	归档“过程记录 + TLC 照片(用于分离条件选择)”	资料完整性	10 min
分离、送测 (第 1 次课)	根据 TLC 选择展开剂；小柱分离；按判据合并馏分，完善收集卡；样品送测 ^1H NMR，由教师统一送	上样/洗脱制度；收集卡与合并依据	90 min
表征、讲解 (第 2 次课)	课前发谱、mp 测定 + IR 表征；集中讲谱	样品干燥；mp 读数与 IR 关键峰位	120 min
数据整合与汇报 (第 2 次课)	完成“证据包(终版)”并进行 5~8 min 小组报告 + 答辩，须围绕教师抽取的≥2 个开放性问题(见 2.4)进行基于证据的论证与价值申明。	证据链完整性；绿色指标与 A/B 比较是否到位	60 min

3.2. 技术兜底路线设计

本设计为技术路线可行性差的同学准备了两条可选路线，A 方案经典、反应速率快、对低温起始与

酸氯化物滴加安全有集中训练价值，适合强调强亲电试剂 - 路易斯酸活化 - 温控的课堂目标。B 方案条件温和、不使用酸氯化物，利于绿色对比与固体酸回收 - 再生讨论，适合强调催化与绿色取向与安全可控性。

方案 A：

反应投料与反应监测：取 50 mL 圆底烧瓶，加入茴香醚 5.0 mmol (0.54 mL)，DCM 10.0 mL，将体系用冰浴降至 0°C~5°C；缓慢滴加乙酰氯 0.36 mL (5.1 mmol)，后分三次缓慢加入无水 AlCl_3 共 0.80 g (6.0 mmol)，低温保持 10~15 min，后逐渐升至 25°C 搅拌 30~40 min。到达反应时间后，用毛细管点取微量样与起始物标准，在同板做薄层色谱(TLC)，记录终点(起始物斑点消失/混合点确认)与分离条件参考。

淬灭与洗涤：一旦监测到反应原料消失后，将反应液缓慢倒入冰水 30 mL + 1 mol·L⁻¹ HCl 10 mL 的烧杯中，边搅拌边倒，静置分层。有机相保留，后依次用水 20 mL、饱和 NaHCO_3 15 mL (注意放气)、饱和 NaCl 15 mL 洗涤。

干燥与旋蒸：有机层用无水 Na_2SO_4 (约 5~8 g) 干燥 10~15 min，后用三角漏斗过滤。将干燥好的有机层用旋蒸蒸发仪浓缩，旋蒸水浴温度控制在 35°C~40°C、真空度在 200~300 mbar，记录回收体积。

分离与表征：根据 TLC 情况预筛石油醚/乙酸乙酯 15:1、10:1、8:1；据 R_f 选择上柱条件。装填内径 1.5~2.0 cm，高 18~22 cm 硅胶柱(约 20~25 g，以粗品质量 × 20~30 为宜)，非极性起洗，小梯度提升极性；每洗脱 10~12 mL 收集一管，根据 TLC 情况判定合并试管样品(常见对位先出、邻位滞后)。将分离得到的两个产物分别测熔点(mp)和红外(IR)，记录 $\text{C}=\text{O}$ (~1670 cm⁻¹)、 $\text{Ar}-\text{O}-\text{CH}_3$ (1240~1260 cm⁻¹)；¹H NMR 集中送测(对位 AA'BB'芳香峰；邻位分散多重峰)。

预期：视班级与柱效，p/o ≈ 3:1~8:1 可讨论；总收率因分离策略不同约 50%~80% (供课堂比较，不作考核硬指标)。

风险提示：乙酰氯与 AlCl_3 遇水放热并逸 HCl；全程通风橱，分液先放气。

方案 B：

反应投料与反应监测：茴香醚 5.0 mmol、乙酸酐 0.70 mL (7.5 mmol)、 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.135 g (0.5 mmol, 5 mol%) 或 K10/Amberlyst-15 1.0~2.0 g；乙酸乙酯补至 8.0 mL；油浴 55°C 搅拌 45~60 min。到达反应时间后，用毛细管点取微量样与起始物标准，在同板做薄层色谱(TLC)，记录终点(起始物斑点消失/混合点确认)与分离条件参考。

淬灭与洗涤：室温后倒入冰水 30 mL；若用固体酸，抽滤回收并标记再生批次。以乙酸乙酯 15 mL × 3 萃取水层；合并有机层后水 20 mL × 1、饱和 NaHCO_3 15 mL × 1、饱和 NaCl 15 mL × 1 洗涤。

干燥与旋蒸：有机层用无水 Na_2SO_4 (约 5~8 g) 干燥 10~15 min，后用三角漏斗过滤。将干燥好的有机层用旋蒸蒸发仪浓缩，旋蒸水浴温度控制在 35°C~40°C，记录回收体积。

分离纯化步骤与方案 A 相同。

绿色讨论点：不使用酸氯化物；固体酸可回收再生；与 A 在安全 - 环境 - 效率三维展开比较。

4. 实验教学评价(实验前 - 实验中 - 实验后)

本项目的教学目标分为概念(定位效应与选择性)、技能与过程(温控、TLC→柱色谱、旋蒸、规范后处理)与证据(mp/IR/¹H NMR 证据链)三类；课程思政目标为科研诚信、绿色责任、协作担当。下表把这些目标嵌入可计分的观测点，实现“过程为王、证据说话、目标同轴”(见表 2)。使用建议：教师在课前向学生释义评分锚点；课堂中以“证据包”核验记录完整性；课后由教师 + 同伴共同参与答辩评分，提高信度[3]。

Table 2. Quantitative scoring rubric for the project-based research experiment (Total Score: 100)
表 2. 项目制研究性实验项目教学效果量化评分(总分: 100 分)

评价内容及分值	评估指标
文献综述及开题报告 (0~15 分)	① 参考文献数量与相关性; ② 文献综述的规范性、条理性与完整性; ③ 开题文本的字数、质量与问题界定清晰度。
实验方案设计及实验准备 (0~15 分)	① 方案的合理性与可操作性(器皿、当量、溶剂、温度 - 时间窗口); ② 实验名称、目的、仪器药品、步骤与注意事项的完整性与准确性; ③ 风险识别与废弃物分类的恰当性。
实验操作过程 (0~15 分)	① 能否认真观察记录现象, 及时发现并处理问题; ② 基本操作规范性(低温起始/恒温、滴加、分液放气、旋蒸等); ③ 过程留痕(温度 - 时间曲线、TLC 节点记录)。
实验报告原始本 (0~10 分)	① 报告整洁性与完整性; ② 原始数据记录清晰、准确, 结论可追溯。
文笔表达与图表质量 (0~10 分)	① 数据处理步骤清楚; ② 原理与公式使用准确; ③ 制图与制表规范; ④ 文字表达通顺、规范; ⑤ 结论表达到位。
结题报告 (0~15 分)	① 对问题与结果的分析(是否有独立见解/创新点); ② 结构严谨、逻辑清晰; ③ 语言准确有力。④ 对开放性问题的证据支撑与价值申明(含回收率、E-factor 等量化指标的使用)。
结题答辩 (0~10 分)	① 概念清楚, 能简明阐述项目要点; ② 能准确流畅回答问题; ③ 相关知识掌握与延展能力。④ 论证深度与证据运用(能据原始记录与谱图给出清晰立场, 并回应质询)。
学习态度与规范 (0~10 分)	① 态度认真、作风严谨; ② 遵循任务进度与分工协作; ③ 符合安全与规范化要求(含废液分类、证据包完整)。

评分建议: 90~100 优秀; 80~89 良好; 70~79 中等; 60~69 及格; <60 不及格。说明: 思政指标嵌入“科研诚信、绿色责任、协作与担当”三处, 可通过“原始记录完整性、绿色指标计算、答辩与互评表现”进行观测与计分。

5. 总结与展望

综上, 本项目以“一个实验承载一条科研方法链”为目标, 在不重构主线课程的前提下, 借助“自主先行 + 标准兜底”的组织方式与“三维安全控制 + 课程思政嵌入”的保障体系, 实现了教学从“验证操作”向“证据链”的迁移: 实践表明, 学生在 12 学时内基本能够做到“查得到 - 做得稳 - 分得开 - 证得出 - 讲得清”, 从而显著提升将课堂知识转化为可验证研究证据的能力; 就课程贡献而言, 其一, 提供了可复用的课程蓝本(任务链、A/B 路线、量化评分表与“证据包”清单), 便于不同院校在统一边界下复现与比较; 其二, 将安全、绿色、诚信与协作转化为可观察、可计分的课堂行为, 实现技术目标与价值目标的同轴对齐; 其三, 以邻/对位可分离为教学抓手, 构建“现象 - 分离 - 谱学”的结构化证据链, 强化了数据支撑与论证透明度。需要指出的是, 受仪器台数与谱图周转限制, 12 学时在大班实施时需采取分批实验与集中讲谱等组织策略以保证质量。未来工作可沿三条路径推进: 其一, 将课题扩展至对甲氧基苯衍生物的其他酰基化/硝化体系进行对比研究, 并引入 GC/LC 定量与小规模设计实验开展展开剂与洗脱制度的优化; 其二, 把“证据包”模板与绿色指标(溶剂回收率、E-factor)纳入常态化考核与过程性反馈; 其三, 在跨校共享中配套提供讲义版材料(预实验方案空表、TLC 记录卡、柱收集卡、绿色指标计算表)与评分样例, 提升课程的互操作性与可比性并加速推广应用。

基金项目

岭南师范学院 24 校教改“项目制学习理念下有机合成化学实验教学的应用与改革研究”资助项目。

参考文献

- [1] 王海媛, 常静, 邢福保, 等. 创新实验课程: 培养化学人才创新与实践能力[J]. 化学教育(中英文), 2025, 46(22): 58-62.
- [2] 豆祖琦, 宋泽晨曦, 李娇, 等. 科学探究模式在分析化学实验教学中的探索——硫酸钡均相沉淀历程探究实验[J]. 化学教育(中英文), 2025, 46(20): 55-61.
- [3] 李鸿敏. 综合化学实验新体系的研究与构建[D]: [硕士学位论文]. 济南: 山东大学, 2012.