

《综合化学实验》教学大纲

课程性质：必修

先修课程：基础化学实验

总学时：225

学分：6.5

实验个数：45

开课学院：化学与材料科学学院

适用专业：化学各专业

大纲执笔人：肖艳玲、张洪涛、

大纲编写时间：2006.12

傅中、张武

教研室主任审核：张武

教学院长审定：朱昌青

一、实验课程的性质与任务

综合化学实验是在修完基础化学实验之后,为了进一步提高实验技能,加强化学学科自身各分支学科之间以及化学与生命科学、环境科学、材料科学、物理学等其他学科之间知识的交叉、渗透和融合而设置。综合化学实验打破了化学实验完全依附于理论教学的传统模式,构建了有一定联系又相对独立的实验教学模式;打破了化学实验完全遵循知识结构的传统模式,以基本技能、综合能力、创新能力培养为主线。突出师范性,规范基本操作和基本方法;突出综合性,体现“宽口径”;强调综合能力,注重实际应用;突出先进性,展示新方法、新技术,培养创新能力和素质。综合化学实验是化学各专业本科生的必修课之一。为今后的专业实验和毕业论文设计奠定基础。

综合化学实验的任务不仅是培养学生正确地掌握实验方法原理、操作技能,而且要培养学生实事求是的科学态度、严谨治学的科学素养、细致严格的科学学习习惯以及勤于思考、勇于开拓的科学精神。

二、实验课程目的与要求

综合实验内容涉及化学各学科五大专业基础课。分为成分分析及表征、常数测量、合成化学和化工基础四种类型实验，各类实验之间相互联系相互综合。

（一）成分分析及表征实验

让学生了解实际应用于物质成分分析和结构分析的常用的仪器分析的方法和手段，了解其应用的基本原理。成分分析与表征实验的教学应达到下述目的：

（1）加深对仪器分析的基础理论的理解，加深“实践出真知”的认识，克服重理论轻实践的倾向；

（2）正确地掌握仪器分析实验的基本操作，提高观察、分析和解决问题的实际动手能力；

（3）严格树立准确“量”的概念，养成良好的实验习惯，严谨的科学态度和实事求是的工作作风。

（4）了解各种现代分析测试方法和手段在各行业中的地位与作用及与自己所学专业的联系。

通过本课程的学习，要求学生掌握仪器分析理论及仪器分析方法的原理，强化仪器和方法的基本操作技能，培养学生分析问题和解决问题的能力。本部分包括四方面知识结构：

光学分析方法：掌握原子光谱、分子光谱、发光光谱、吸收光谱等基本理论，能利用这些知识对物质成分进行分析及表征；

了解电化学分析原理及各种操作方法，掌握电极制作技巧，并能够利用现代电化学分析技术对电极反应机理进行研究；

通过四大谱学技术，掌握对有机物进行表征和解析的手段。

掌握气相、液相色谱及毛细管电泳技术定性、定量分析方法，掌握微量进样技术，了解怎样利用色谱完成难度较高的分离工作，并掌握这些技术对医药或环保等试样进行分离和测定的方法。

（二）合成化学实验

通过本课程的学习，要求学生熟练掌握：

(1) 各种要求的回流、蒸馏装置、低沸点易燃易爆有机化合物的接收装置、分水装置等；

(2) 液体有机化合物的洗涤、萃取、分液技能、固体化合物的分离提纯操作技能；

(3) 微型实验的精巧操作技能；

(4) 有机光化学反应的操作技术；

(5) 有机化合物合成、分析方法；

(6) 无机配合物合成、分析方法；

(7) 设计有机合成路线并对产物进行表征。

学生经合成化学实验的培养和严格训练后，在掌握了基本理论的基础上，还大大地强化了综合操作技能和实验技巧，并能够提高学生的综合分析能力和创新能力。

（三）常数测量实验

测量物质的物理化学常数，并深入研究这些物理化学常数与其化学反应之间的关系。其主要内容包括化学热力学、电化学、化学动力学、表面与胶体、物质结构等方面具有代表性的常数测量实验；随着

电子技术、传感器技术和计算机技术的高速发展，现代测量技术在常数测量实验中逐步得到应用，所以还介绍了部分现代测量仪器，拓宽学生的知识面。在深入研究这些物理化学常数实验中，要求学生一方面要拟定实验方案，选择一定精度的仪器和适当的方法，另一方面要对数据进行整理归纳、综合分析，找出被研究变量的规律。

（四）化工基础实验

化工基础实验主要包括：流体流动过程中动量的传递与能量的守恒，热量的传递与守恒、质量的传递，反应器的正确选型、合理设计、有效放大、优化控制与数学模型的建立，气-固催化反应工艺条件的优化选择等。

通过本课程的学习，培养学生对实验现象敏锐的观察能力，正确摄取实验数据的能力，分析和归纳实验数据的能力；由实验数据和实验现象实事求是地得到结论并能够提出自己见解的能力；以及对研究的问题具有旺盛的探索和创造力；并要求学生熟悉现代化工设备、仪器、仪表的结构、性能及操作方法，了解一些新的测试技术。

通过综合化学实验的学习，学生需掌握如何拟订实验方案，选择一定精度的仪器和适当的方法进行分析，并能将所测得的数据加以整理归纳，科学地分析、综合并寻求被研究变量的规律。

综合化学实验以超过 50%的比例开设了综合性、设计性实验，使学生能够主动地将所学知识运用到实验当中，培养学生独立工作和独立思考的能力、归纳、综合、正确处理数据的能力、分析实验和用语言表达实验结果的能力以及一定的组织实验、研究实验的能力。

为实现上述教学目的，要求做到：

(1) 实验前认真预习、领会实验的目的和基本原理，了解实验步骤和注意事项，做到心中有数，有条不紊地做好实验；

(2) 预习时，根据实验内容，先写好实验报告的部分内容，划好表格，查好有关数据，以便实验时及时、准确地记录实验现象和有关数据，并进行数据处理；

(3) 实验要严格按照规范进行操作，仔细观察现象，及时记录，并运用所学理论知识解释实验现象，研究实验中的问题；

(4) 认真地写好实验报告，对于实验中出现的现象和问题进行认真的讨论；

(5) 遵守实验室规则和实验室安全、卫生要求，听从指导教师安排，保持实验台面和整个实验室的整洁。

三、实验项目及内容提要

综合化学实验 ()									
序号	实验名称	学时	必开	选开	实验类型				内容提要
					验证	基本操作	综合	设计	
1.	电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES) 测定水中微量元素	4							1. 了解 ICP-AES 分析法的原理 2. 熟悉仪器结构及操作 3. 了解仪器的应用
2.	原子吸收光谱法测定水中镁	4							1. 了解原子吸收光度计构造、操作。 2. 掌握用回收率来评价方案。
3.	荧光分光光度法测定维生素 C	4							1. 掌握荧光法测食品中维生素的方法。 2. 了解分子荧光分析法的基本原

										理。
4.	化学发光法测定水中铬	4								1. 掌握化学发光法定量分析原理。 2. 掌握化学发光法测定仪的使用。
5.	环境样品中氟含量的测定	4								1. 学会使用氟离子选择性电极 2. 了解 TISAB 的作用 3. 掌握环境样品的预处理方法
6.	阴极吸附溶出伏安法测定碘盐中的碘	4								1. 掌握阴极吸附溶出伏安法的原理和实验方法。 2. 学会应用电化学方法初步探讨电极反应机理。
7.	示差脉冲溶出伏安法测定口服液中锌的含量	4								1. 掌握示差脉冲溶出伏安法的原理。 2. 学习样品中锌的测定方法。 3. 掌握高智能电化学系统的使用。
8.	反相高效液相色谱法分离低含量苯、甲苯、联苯	4								1. 了解高效液相色谱仪的结构和使用。 2. 掌握用保留值定性及外标法色谱定量方法。
9.	毛细管电泳实验	4								1. 了解毛细管电泳的基本原理 2. 熟悉毛细管电泳仪器的构成 3. 了解影响毛细管电泳分离的主要操作参数。
10.	阿司匹林的合成及利用红外吸收光谱进行表征	8								1. 掌握阿司匹林的制备原理。 2. 巩固回流、抽滤、重结晶、熔点测定等操作技能。 3. 掌握用红外吸收光谱研究有机化合物并对物质进行表征的方法。 4. 了解表征过程中重要的影响因素。 5. 掌握红外光谱仪的使用。
11.	肉桂酸的合成及紫外吸收光谱法表征	12								1. 掌握水蒸气蒸馏的原理和操作技能。 2. 掌握用紫外吸收光谱研究有机化合物并对物质进行表征的方法。 3. 了解表征过程中重要的影响因素。 4. 掌握紫外-可见分光光度计的使用。
12.	乙酰二茂铁的制备及电化学性质研究	8								1. 学习乙酰二茂铁的合成方法 2. 掌握用循环伏安法判断电极过程

										的可逆性。 3. 学会解释循环伏安图。
13.	环己烯的合成及利用气相色谱法分析其杂质	9								1. 熟悉环己醇脱水制备环己烯的反应装置。 2. 掌握分馏操作技能。 3. 了解气相色谱分析的基本原理和测试方法。 4. 掌握外标法定量分析公式及其应用。
14.	正溴丁烷的合成及沸点的测定	6								1. 掌握连有气体吸收装置的回流操作技能。 2. 掌握常压蒸馏、液体干燥、洗涤与分液等操作技能。
15.	正丁醚的合成及沸点的测定	6								1. 掌握醇分子间脱水制醚的原理及方法。 2. 掌握较高沸点液态有机物的蒸馏技能。
16.	乙酰乙酸乙酯的合成及 ¹ H NMR表征	12								1 了解克莱森酯缩合反应的原理方法。 2. 掌握无水条件下的合成技术。 3. 初步掌握减压蒸馏操作技能。 4. 初步掌握用核磁共振氢谱对有机化合物进行表征的方法。
17.	甲基橙的合成	6								通过甲基橙的合成，学习应用重氮化反应和偶合反应制备偶氮染料的实验原理和操作技能。
18.	多步骤合成三苯甲醇及产物表征	12								1. 初步体会多步骤合成的重要性和艰巨性。 2. 综合应用所学知识解决实际合成问题。
19.	微型实验——二亚苄基丙酮的合成及熔点测定	4								1. 学习利用反应物投料比控制反应产物的实验操作。 2. 熟悉微型实验物质的称量、量取、洗涤、抽滤、重结晶等操作技能。
20.	有机光化学反应——苯片呐醇的合成及熔点测定	4								1. 通过苯片呐醇的合成，了解酮在光催化下发生双分子还原偶联反应的原理。 2. 掌握有机光化学反应的实验技能。
21.	三草酸合铁()酸钾的制备及磁化率的测定	8								1. 了解无机配合物的制备方法；理解制备过程中化学平衡原理的应用。

										2.掌握溶解、沉淀、沉淀洗涤、常压过滤、减压过滤、浓缩、蒸发结晶等操作方法。 3.掌握古埃磁天平法测量磁化率的原理和方法，学会用霍尔法测量磁场强度。 4.通过对配合物的磁化率测量，求出未成对电子数，判断分子的几何构型和配键类型。
22.	一种钴()配合物的合成及组成判断	4								1.掌握利用水溶液中的取代反应和氧化还原反应制备金属配合物。 2.学会对配合物组成进行初步判断。
23.	微波辐射--9,10-二氢蒽-9,10- , -富马酸二甲酯的合成	4								1.了解狄尔斯-阿尔得反应的原理及其两种不同加热方式的制备方法； 2.掌握微波加热技术的原理、操作方法
24.	薄层色谱分离水杨酸及紫外分光光度法测定	4								综合实验—利用分离方法分离水杨酸，再利用紫外分光光度法对其进行表征。

综合化学实验()

序号	实验名称	学时	必开	选开	实验类型				内容提要
					验证	基本操作	综合	设计	
25.	液体饱和蒸气压的测量	4							1.用静态法测量水在不同温度下的蒸气压，计算水的摩尔汽化热。 2.掌握真空泵及气压计的使用。
26.	凝固点降低法测量摩尔质量	4							1.掌握溶液凝固点的测量技术并加深对稀溶液依数性的理解。 2.掌握贝克曼温度计的正确使用方法。
27.	燃烧热的测量	4							1.用氧弹式热量计测量萘的燃烧热，了解恒压燃烧热与恒容燃烧热的差别。 2.学会用图解法校正温度改变值。
28.	二组分金属相图	4							1.了解固—液相图的基本特点 2.掌握热分析法的测量技术与热电偶测量温度的方法
29.	原电池电动势的测量	4							1.掌握对消法测量电动势的原理和电势差计、检流计及标准电池的操作技能

									2.学会一些电极、盐桥的制备方法
30.	旋光法测量蔗糖水解反应速率常数	4							1.测量蔗糖水解反应的速率常数与半衰期 2.了解旋光仪的构造及原理，掌握旋光仪的使用方法及操作技能
31.	乙酸乙酯皂化反应的活化能的测量	4							1.了解测量化学反应速率常数的一种物理方法—电导法 1.了解二级反应的特点，学会用图解法求二级反应的速率常数及反应活化能的测量方法
32.	溶液表面张力的测量	4							1.掌握最大气泡压力法测量溶液表面张力的原理和技能 2.通过对不同浓度乙醇溶液表面张力的测量，计算表面吸附量和乙醇分子的横截面积
33.	电泳法测量溶胶的电动电势	4							1.掌握凝聚法制备 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶和纯化溶胶的方法。 2.了解胶体电动现象。
34.	固体在溶液中的吸附	4							1.掌握测量固体在溶液中吸附作用的方法和技能。 2.推算活性炭的吸附量及比表面积。
35.	粘度法测量高聚物摩尔质量	4							1.掌握用乌氏粘度计测量高聚物溶液粘度的原理和方法。 2.测量聚丙烯酰胺的粘均摩尔质量。
36.	偶极矩的测量	4							1.了解分子偶极矩与分子电性质关系。 2.掌握小电容测量仪使用方法及它与介电常数的关系。
37.	差热分析	4							1.学会差热分析仪的使用方法，并对硫酸铜进行差热分析。 2.掌握定性解释图谱的基本方法。
38.	丙酮碘化反应速率常数的测量	4							1.利用分光光度法测量酸催化作用下的丙酮碘化反应速率常数及活化能。 2.掌握测量快反应的操作技能。
39.	双液系气液平衡相图	4							1.掌握回流冷凝法测量双组分液体的沸点、气相、液相组成的方法和操作技能。 2.绘制环己烷-异丙醇体系的沸点-

										组成图，了解双液系相图特点及应用。
40.	流体机械能量的转换	4								1 理解流体机械能量相互转换规律。 2 测定流体损失压头与流速之间关系。
41.	流体流型及临界雷诺数的测定	4								1. 观察流体流动过程的不同流型及其转变过程。 2. 测定流型转变时的临界雷诺数。
42.	管路流体阻力实验	4								1. 测定流体在不同直管中流动时的直管摩擦阻力。 2. 测定流体流过管件的局部阻力，并求出局部阻力系数。
43.	固体流态化过程特性曲线测定	4								1 观察固定床向流化床转变的过程。 2 理解流体流经固体颗粒层的流动规律和固体流态化原理。
44.	多釜串联反应器液体逗留时间分布测定	4								1 掌握一种测定逗留时间分布的技术。 2 理解流动模型的原理和方法。
45.	萃取实验	4								1 了解装置结构。 2 学习萃取操作方法。
46.	离心泵特性曲线的测定	4								1 了解离心泵的结构和特点； 2 学习性能特性曲线的测定方法。
47.	乙苯脱氢制苯乙烯	4								1、了解以乙苯为原料，氧化铁系为催化剂，在固定床单管反应器中制备苯乙烯的过程。 2、学会稳定工艺操作条件的方法。
48.	套管换热器总传热系数测定	4								1 测定套管换热器的传热系数 K。 2 了解换热器的基本结构及操作。
49.	气液二相图在精馏塔中的应用	4								通过相图了解组分与沸点的关系，再通过色谱法测精馏塔中的理论塔板数。
50.	填料塔气体吸收气相色谱测定	4								利用化工实验中填料塔气体吸收技术取样、制样，再利用气相色谱技术对其进行测定。

四、实验报告的形式

实验前的书面预习报告和实验结束后的书面实验报告。实验报告必须按照统一印发的格式，每份实验报告要求有针对性、个性化评语

和评分。

五、本实验课程考核方式、方法以及成绩评定方法

综合化学实验考核分为两部分，即平时实验考核和期末实验考试。

1、平时实验考核

平时实验考核侧重于实验态度(含出勤、预习实验报告)、实验操作(动手操作及规范操作)、问题思考(实验主动性及思维能力)、数据记录(含现象记录和数据处理)及实验报告(每次实验均需交实验报告，老师及时批改)。平时实验成绩反映在实验报告的成绩中，一般占实验课总成绩的 50%。

2、期末实验考试

两学期独立考试，分别给出成绩。考试有笔试（20%）和动手实验（30%）两种；笔试侧重于实验原理及方法；动手实验(含提问)侧重于基本操作规范化和实验基本技能等；期末考试成绩记入实验总成绩，占实验总成绩 50%。

六、实验应配套的主要仪器设备名称、型号及台(套)数

序号	主要仪器名称	台(套)数	备注
1.	ICP 原子发射光谱仪	1	学生 12 人分组
2.	原子吸收分光光度计	2	学生 12 人分组
3.	荧光分光光度计	3	学生 12 人分组
4.	化学发光测定仪	4	学生 12 人分组
5.	紫外可见分光光度计	4	学生 12 人分组
6.	电化学分析仪	6	学生 12 人分组
7.	毛细管电泳仪	1	学生 12 人分组
8.	气相色谱仪	2	学生 12 人分组

9.	液相色谱仪	2	学生 12 人分组
10.	红外光谱仪	1	学生 12 人分组
11.	核磁共振仪	1	学生 12 人分组
12.	阿贝折射仪	12	学生 12 人分组
13.	旋光仪	12	学生 12 人分组
14.	旋转蒸发器	14	学生 40 人分组
15.	自动熔点测定仪	7	学生 40 人分组
16.	微波反应器	6	学生 40 人分组
17.	沸点仪成套	6	学生 12 人分组
18.	饱和蒸气压的测量装置	12	学生 12 人分组
19.	直流电位差计	7	学生 12 人分组
20.	检流计	12	学生 12 人分组
21.	凝固点测定仪	7	学生 12 人分组
22.	数显贝壳曼温度计	6	学生 12 人分组
23.	氧弹式量热计	12	学生 12 人分组
24.	精密电导率仪	10	学生 12 人分组
25.	数计式压力计	1	学生 12 人分组
26.	电泳仪	11	学生 12 人分组
27.	乌氏黏度计	6	学生 12 人分组
28.	小电容测量仪	5	学生 12 人分组
29.	磁天平	10	学生 12 人分组
30.	热分析仪	3	学生 12 人分组
31.	双液系气液平衡相图装置	6	学生 12 人分组
32.	吸附振荡器	6	学生 12 人分组
33.	伯努力方程仪	2	学生 12 人分组
34.	雷诺准数测定装置	2	学生 12 人分组
35.	管道流体阻力装置	6	学生 12 人分组
36.	流化床装置	2	学生 12 人分组
37.	传热装置	4	学生 12 人分组
38.	吸收装置	2	学生 12 人分组
39.	塔板精流塔	3	学生 12 人分组
40.	多釜串联实验装置	3	学生 12 人分组
41.	乙苯脱氢制苯乙烯	3	学生 12 人分组
42.	萃取塔	3	学生 12 人分组
43.	离心泵特性曲线测定装置	6	学生 12 人分组

七、使用教材与教学参考书目

【使用教材】

- 1、王伦，方宾．《化学实验》．下册．高等教育出版社．2003．5。
- 2、综合化学实验补充讲义。