《综合实验》课程教学大纲

**一、课程基本信息**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **英文名称** | Comprehensive Chemistry Experiments | **课程代码** | CHEM3025 |
| **课程性质** | 专业必修课程 | **授课对象** | 化学,化学拔尖班, 应用化学 |
| **学 分** | 2.0 | **学 时** | 72 |
| **主讲教师** | 狄俊伟/徐凡/李宝龙/杨晓明/徐冬梅/朱健/程振平 | **修订日期** | 2023.04 |
| **指定教材** | 《综合化学实验》（第二版），孙尔康，张剑荣，路建美，黄志斌 主编，南京大学出版社 | | |

**二、课程目标**

（一）**总体目标：**

综合化学实验是在学生完成基础化学实验，掌握化学实验基本原理和基本操作的基础上，在化学一级学科层面上安排的，是对即将进入毕业论文的高年级学生所开设的一门衔接性实验课程。综合化学实验课与学科前沿紧密结合，带有一定的科研性质，能够体现科研与教学相互联系，是培养创新精神、创新意识、创新能力的有效途径之一。综合化学实验将比较多的实验基本理论和基本技能融会贯通在一个实验中，是综合性的、全面性的、连续性的，能提高学生综合运用所学知识和技能解决复杂问题的能力。实验内容贴近生活、贴近社会，与健康环境密切相关，激发学生学习兴趣，内容安排上符合学生认知规律，由简单到综合，延展性实验让学有余力的同学充分发挥其潜力和兴趣。教学方法以启发式、互动式为主，实现以学生为主体，教师为主导的转变，加强学生个性化培养。

（二）课程目标：

综合化学实验的课程目标是：通过综合实验的训练将各化学学科的理论知识和实验技能融会贯通、综合运用，使学生学会根据实际问题而选择和运用现代实验方法和仪器，从而提高对主要分析方法和仪器的应用、培养学生分析、解决实际问题的能力、绿色环保意识以及科研能力、创新能力。综合化学实验还注重挫折性教学，强化学生科学态度、科学精神。即在实验内容中设置一些小障碍，增加实验失败的机率；同时教学中允许学生失败，但要求通过重复实验探索失败原因，让学生知道失败同样是科研成果。

**课程目标1：**能够综合运用各化学学科的知识和实验技术手段。

1.1 根据实验目的，参阅文献，设计方案，搭建实验装置，安全开展实验。

1.2 选用合理的仪器和方法采集有效数据，态度严谨。

**课程目标2：**具备综合分析问题的能力。

2.1对实验结果进行分析和解释，得出合理的结论。

2.2能够有条理、有逻辑地撰写实验报告。

（三）课程目标与毕业要求、课程内容的对应关系

**表1：课程目标与课程内容、毕业要求的对应关系表**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **课程目标** | **课程子目标** | **对应课程内容** | **对应毕业要求** |
| 课程目标1 | 1.1 | 实验1-12 | 毕业要求3，4，9 |
| 1.2 | 实验1-12 | 毕业要求4，9 |
| 课程目标2 | 2.1 | 实验1-12 | 毕业要求4 |
| 2.2 | 实验1-12 | 毕业要求4，7 |

**三、教学内容**

**实验项目1：配合物的分光化学序测定**

1.教学目标

（1）了解不同配体对配合物中心金属离子d轨道分裂的影响。

（2）测定铬配合物某些配体的分光化学序。

2.教学重难点

铬配合物的合成和配合物电子光谱的测定。

3.教学内容

合成5个铬配合物，并且测定配合物的电子光谱。

**实验项目2：奶粉的理化指标检测**

1.教学目标

（1）了解食品检验的一般方法。

（2）学会使用化学方法对食品的监测与检验。

（3）掌握样品的前处理方法。

（4）学会使用原子吸收光谱等大型仪器。

2.教学重难点

实际样品的前处理工作，综合应用多种理化检验手段对食品进行理化指标的检验。

3.教学内容

奶粉样品的预处理，蛋白质和重金属的分析。

**实验项目3：安息香的氧化及二苯基乙醇酸重排**

1.教学目标

（1）以安全的生物辅酶替代剧毒的氰化物实现安息香缩合。

（2）掌握即时跟踪有机反应的方法及监测手段。

2.教学重难点

薄板层析监测反应进度。

3.教学内容

以维生素B1催化苯甲醛发生安息香缩合反应；以浓硝酸氧化安息香成二苯基乙二酮；二苯基乙二酮在碱条件下重排生成二苯基乙醇酸。

**实验项目4：酪氨酸酶的提取、催化活性及生物电化学传感器的构建与应用**

1.教学目标

（1）　认识生物体中酶的存在和催化作用，使学生了解生物体系中酶存在下的合成或分解与普通的有机合成的不同和相同之处，认识一些生物化学过程的特殊性。

（2）掌握生物活性物质的提取和保存方法，学会使用仪器分析手段研究催化反应特别是生物体系中催化过程的基本思想和方法。

（3）了解酶的固定化及生物电化学传感器的制备，并用于环境、生化等的分析测定。

2.教学重难点

综合应用化学、生物、材料、环境等学科的知识解决问题，培养学生综合应用多学科的知识解决实际问题的能力。

3.教学内容

利用土豆来提取酪氨酸酶，用分光光度法测定酶的活性，应用碳纳米管修饰电极固定酪氨酸酶，利用制备的生物电化学传感器测定酚。

**实验项目5：二茂铁衍生物的合成及物性研究**

1.教学目标

（1）学会制备二茂铁甲醛，了解并掌握Vilsmeier甲酰化反应的机理与实验操作。

（2）学会制备乙酰基二茂铁的方法，了解并掌握Friedel-Crafts反应的机理和实验方法。

（3）了解并掌握羟醛缩合反应的机理和实验方法。

（4）学习并掌握柱层析分离有机物的操作以及使用薄层色谱监测反应进程的方法。

（5）学习并掌握重结晶、超声波反应的实验操作。

2.教学重难点

结构相对不稳定的物质的合成及提纯的注意事项；低沸有机溶剂中的重结晶；超声波反应；三氯氧磷以及金属钠的操作注意事项。

3.教学内容

由酰基取代的二茂铁化合物出发，制得二茂铁取代的α,β-不饱和羰基化合物，继而设计并合成一系列二茂铁衍生物。

**实验项目6：5-溴-1-甲基芦竹碱衍生物的制备和表征**

1.教学目标

(1) 通过芦竹碱衍生物制备和表征，掌握几种重要的胺类化合物反应类型及其在官能团转化中的应用。

(2) 熟练运用薄层层析色谱法跟踪反应的进程，运用萃取、真空脱溶、柱层析等方法对化合物进行分离纯化。

(3) 练习解析核磁共振波谱谱图。

2.教学重难点

针对具有强挥发性及刺激性气味的二甲胺水溶液、盐酸、甲醛水溶液及具有低沸点的二氯甲烷、碘甲烷和乙醚等试剂的使用要点和防护措施。

3.教学内容

具有生物活性的5-溴-1-甲基芦竹碱衍生物的制备和表征。

**实验7：酸性红G的合成与分析**

1.教学目标

（1）了解染料的概念、分类等概况。

（2）学习偶氮型强酸性染料的制备方法。

（3）掌握用薄层色谱分析染料组成的技术。

（4）学习用紫外-可见分光光度计测定染料的紫外-可见吸收光谱。

（5）培养学生积极认真、求真务实的科研态度和充分准备、仔细观察、及时记录、善于思考分析的良好科研习惯。

2.教学重难点

各阶段用水量对实验结果的影响；染料合成反应终点的判断；薄层色谱展开剂的配制；规范图表的绘制；正确科研态度和良好科研习惯的养成。

3.教学内容

酸性红G的合成反应、过滤、洗涤、烘干、计量；用薄层色谱法进行染料成分分析；染料溶液的配制及其紫外-可见吸收光谱的测定；数据处理和分析。

**实验8：染料的染色及废水处理**

1.教学目标

（1）了解强酸性染料对羊毛的染色机理。

（2）学习强酸性染料染羊毛毛线的方法。

（3）了解染料工业废水处理的方法。

（4）学习用不同方法处理酸性红G染羊毛毛线的废水。

（5）培养学生查阅总结文献、继承创新、设计实验方案的能力和节能减排、保护环境的社会责任感。

2.教学重难点

染色机理；毛线光滑度和匀染性的控制；染色终点的判断；工业废水处理的重要性。

3.教学内容

羊毛毛线的染色机理和染色方法；染色废水处理的方法选择及实验方案设计；染料工作曲线的测定；大功率紫外灯的使用；染色废水的处理；数据处理和分析。

**实验9：功能性聚醋酸乙烯酯的精密合成**

1.教学目标

（1）了解活性自由基聚合基本原理以及利用活性自由基聚合进行聚合物结构设计的基本方法和途径。

（2）熟悉醋酸乙烯酯聚合规律，并通过资料收集，明确可以实现醋酸乙酯活性自由基聚合的方法。

（3）掌握一种通过活性自由基聚合方法开展醋酸乙酯聚合物结构设计的方法。

（4）掌握可以用于醋酸乙酯聚合物结构设计的调控剂结构特点，并开展结构设计，确定目标化合物结构，进行合成制备。

（5）掌握聚合物常用结构表征手段。

2.教学重难点：

调控剂合成中如何通过合理的实验规划和投料比的调整，实现调控剂的高效率制备；聚合物端基结构的分析表征和计算端基功能度，并围绕端基功能度开展相关讨论。

3.教学内容：

实现活性自由基聚合的理论分析；常见活性自由基聚合方法及其应用中的优势及局限性；可逆加成断裂链转移自由基聚合的聚合原理与调控剂和单体配伍性；乙基黄原酸酯的合成；醋酸乙烯酯的精制及其光引发可逆加成断裂链转移自由基聚合；核磁共振波谱仪的操作及其谱图分析；凝胶渗透色谱仪的原理、操作及其结果分析；活性自由基聚合所得聚合物结构的分析表征，以及不同参数对所得聚合物结构影响规律的探索和讨论。

**实验项目10：****铁盐催化的甲基丙烯酸甲酯的AGET ATRP**

1.教学目标

（1）在掌握原子转移自由基聚合原理的基础上，掌握新发展的电子转移生成催化剂的原子转移自由基聚合(AGET ATRP)的原理和方法。

（2）掌握聚合反应动力学的实验测定和表征方法。

（3）掌握聚合物分子量及其分布的实验测定方法。

2.教学重难点

引发剂1,4-(2-溴-2-异丁酰氧)苯（BMPB2）的制备；甲基丙烯酸甲酯的AGET ATRP聚合动力学及扩链；α-溴异丁酰溴的使用操作注意事项。

3.教学内容

由双官能团引发剂的合成出发，研究铁盐催化的甲基丙烯酸甲酯的AGET ATRP的聚合反应动力学及扩链，小分子化合物及聚合物的核磁表征方法，聚合物分子量及分布的GPC表征方法。

**实验项目11：无机添加型阻燃剂低水合硼酸锌的制备**

1.教学目标

（1）了解低水合硼酸锌的的性质和用途。

（2）掌握用氧化锌制备低水合硼酸锌的原理和方法。

2.教学重难点

低水合硼酸锌的制备,锌含量的测定和结晶水的测定。

3.教学内容

低水合硼酸锌的制备,用EDTA标准溶液的滴定来测定锌含量，高温灼烧低水合硼酸锌通过称量质量来确定结晶水的含量。

**实验项目12：TiO2纳米粒子的制备和性能表征**

1.教学目标

（1）熟悉不同原料、不同方法制备TiO2纳米粒子。

（2）了解TiO2纳米粒子的表征内容及方法（X射线衍射表征晶体结构、傅里叶变换红外光谱表征功能基团、扫描电子显微镜表征粒径大小）。

（3）掌握TiO2纳米粒子光催化作用及性能表征：紫外光照下，催化降解甲基橙溶解。

2.教学重难点

TiO2纳米粒子的粒径及晶型的控制。TiO2纳米粒子的晶体结构有板钛矿相、锐钛矿相和金红石相三种晶型。其中，板钛矿相不稳定，没有得到广泛应用；一般来讲锐钛矿相二氧化钛具有比金红石二氧化钛更好的光催化响应速率和光生电子-空穴对寿命。因此控制制备锐钛矿相二氧化钛是教学的重点和难点；此外粒径较小的二氧化钛纳米颗粒的比表面积大，催化性能好，因此二氧化钛纳米粒子的粒径控制也是教学的难点之一。

3.教学内容

（1） 采用TiCl4在酸催化下水解制备得到二氧化钛前驱体。

（2） 二氧化钛前驱体在800度下晶化得到锐钛矿相二氧化钛纳米颗粒。

（3） 二氧化钛纳米颗粒的结构表征：X射线衍射表征晶体结构，傅里叶变换红外光谱表征功能基团，扫描电子显微镜表征粒径大小。

（4）二氧化钛纳米颗粒紫外光催化降解甲基橙水溶解的性能测试。

**四、学时分配**

**表2：各章节的具体内容和学时分配表**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验序号 | 实验项目名称 | 学时分配 | 每组人数 | 必修/选修 |
| 1 | 配合物的分光化学序测定 | 12 | 1 | 选修 |
| 2 | 奶粉的理化指标检测 | 12 | 1 | 选修 |
| 3 | 安息香的氧化及二苯基乙醇酸重排 | 12 | 1 | 选修 |
| 4 | 酪氨酸酶的提取、催化活性及生物电化学传感器的构建与应用 | 24 | 1 | 选修 |
| 5 | 二茂铁衍生物的合成及物性研究 | 48 | 2 | 选修 |
| 6 | 5-溴-1-甲基芦竹碱衍生物的制备和表征 | 24 | 1 | 选修 |
| 7 | 酸性红G的合成与分析 | 24 | 1 | 选修 |
| 8 | 染料的染色及废水处理 | 24 | 1 | 选修 |
| 9 | 功能性聚醋酸乙烯酯的精密合成 | 24 | 1 | 选修 |
| 10 | 铁盐催化的甲基丙烯酸甲酯的AGET ATRP | 48 | 1 | 选修 |
| 11 | 无机添加型阻燃剂低水合硼酸锌的制备 | 12 | 1 | 选修 |
| 12 | TiO2纳米粒子的制备和性能表征 | 24 | 2 | 选修 |

**五、教学进度**

**表3：教学进度表**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 章节名称 | 内容提要 | 学时分配 | 目的要求 | 备注 |
| 实验1. 配合物的分光化学序测定 | 铬配合物某些配体的分光化学序测定 | 12 | 了解不同配体对配合物中心金属离子d轨道能级分裂的影响；测定铬配合物某些配体的分光化学序。 |  |
| 实验2. 奶粉的理化指标检测 | 奶粉的理化指标检测 | 12 | 了解食品检验的一般方法，学会使用化学方法对食品进行监测与检验；掌握样品预处理方法、基本操作及食品中三聚氰胺的检测。 |  |
| 实验3. 安息香的氧化及二苯基乙醇酸重排 | 安息香的氧化及二苯基乙醇酸重排 | 12 | 以安全的生物辅酶替代剧毒的氰化物实现安息香缩合；掌握即时跟踪有机反应的方法及监测手段。 |  |
| 实验4. 酪氨酸酶的提取、催化活性及生物电化学传感器的构建与应用 | 酪氨酸酶的提取、催化活性及生物电化学传感器的构建与应用 | 24 | 认识生物体中酶的存在和催化作用，了解生物体系中酶存在下的合成或分解与普通的有机合成的不同和相同之处，认识一些生物化学过程的特殊性；掌握生物活性的提取和保存方法，学会使用仪器分析手段研究催化反应过程的基本思想和方法；了解酶的固定及生物电化学传感器的制备，并用于环境、生化等的分析测定。 |  |
| 实验5. 二茂铁衍生物的合成及物性研究 | 二茂铁衍生物的合成及物性研究 | 48 | 学会制备原料二茂铁甲醛，了解并掌握甲酰化反应的机理与实验操作；学会制备乙酰基二茂铁的方法，了解并掌握Friedel-Crafts反应的机理和实验方法；了解并掌握羟聚醛缩合反应的机理和实验方法；学习并掌握柱层析分离有机物的方法和操作以及使用TCL（Thin Layer Chroma-tography）来监测反应进程的方法；学习并掌握重结晶、超声波反应的实验操作。 |  |
| 实验6. 5-溴-1-甲基芦竹碱衍生物的制备和表征 | 5-溴-1-甲基芦竹碱衍生物的制备和表征 | 24 | 通过芦竹碱衍生物制备和表征，掌握几种重要的胺类化合物反应类型及其在官能团转化中的应用。熟练运用薄层层析色谱法跟踪反应的进程，运用萃取、真空脱溶、柱层析等方法对化合物进行分离纯化。练习解析核磁共振波谱谱图。 |  |
| 实验7. 酸性红G的合成与分析 | 酸性红G的合成与分析 | 24 | 了解染料的概念、分类等概况；学习强酸性染料的制备方法；学会用薄层色谱分析染料组成、用紫外可见分光光度计测定染料的紫外可见吸收光谱。 |  |
| 实验8. 染料的染色及废水处理 | 染料的染色及废水处理 | 24 | 了解染料的应用及污染治理方法；了解强酸性染料在羊毛上的染色机理及强酸性染料染羊毛毛线的方法；了解用活性炭吸附方法处理染料工业废水的方法。 |  |
| 实验9. 功能性聚醋酸乙烯酯的精密合成 | 功能性聚醋酸乙烯酯的精密合成 | 24 | 了解和掌握黄原酸酯调控下的活性自由基聚合特征；了解和掌握醋酸乙烯酯单体的特征以及聚醋酸乙烯酯的应用；熟悉黄原酸酯化合物的制备，运用多种手段，分离和提纯化合物；熟悉可逆断裂-链转移自由基聚合方法的实施步骤；制备相对分子量可控、相对分子量分布指数窄的末端功能化聚醋酸乙烯酯。 |  |
| 实验10. 铁盐催化的甲基丙烯酸甲酯的AGET ATRP | 铁盐催化的甲基丙烯酸甲酯的AGET ATRP | 48 | 在了解原子转移自由基聚合基本原理的基础上，掌握最新发展的电子转移生成催化剂的原子转移自由基聚合（AGET ATRP）的原理和方法；掌握聚合反应动力学的实验测定和表征方法；掌握聚合物相对分子量及分子量分布的实验测定方法。 |  |
| 实验11. 无机添加型阻燃剂低水合硼酸锌的制备 | 低水合硼酸锌的制备 | 12 | 了解低水合硼酸锌的的性质和用途；掌握用氧化锌制备低水合硼酸锌的原理和方法。 |  |
| 实验12. TiO2纳米粒子的制备和性能表征 | 纳米TiO2的制备和性能表征 | 24 | 熟悉不同原料、不同方法制备二氧化钛纳米粒子；掌握二氧化钛纳米粒子光催化作用及性能表征。 |  |

**六、教材及参考书目**

1. 教 材：《综合化学实验》（第二版），孙尔康，张剑荣，路建美，黄志斌 主编，南京大学出版社。
2. 参考书：《综合化学实验》卞国庆，纪顺俊 主编，苏州大学出版社。

《综合化学实验》王尊本 主编，科学出版社。

《综合化学实验》浙江大学，南京大学，北京大学，兰州大学 主编，高等教育出版社。

**七、教学方法**

本课程为实验课，教学采用教师讲解、提问、演示和学生回答问题、讨论、动手操作相结合的模式进行。要求学生在实验课前参阅文献资料，设计方案，完成相应的实验预习报告，明确实验目的、原理、步骤。

1. 讲授法：教师讲解实验原理、实验步骤及其注意事项、规范操作要领，对具有一定安全隐患的实验操作特别讲解。

2. 演示法：教师演示主要的、重要的实验操作步骤、主要实验仪器的规范操作。

3. 讨论法：教师在讲解和演示过程中，结合教学内容，组织学生进行讨论：对实验原理等的理解，实验操作步骤和实验仪器操作是否规范等；也可以在实验结束后，对实验获得的各种正常和异常结果开展充分的分析讨论，教师给出一定的方向，指导学生开展文献调研学习。

4. 个别指导：学生按照实验原理进行实验，教师对学生一对一进行指导，及时纠正不规范的操作。

**八、考核方式及评定方法**

**（一）课程考核与课程目标的对应关系**

**表4：课程考核与课程目标的对应关系表**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **课程目标** | **考核要点** | **考核方式** |
| 课程目标1 | 课前预习，参阅文献，设计方案，安全实验，数据采集 | 预习报告、实验操作 |
| 课程目标2 | 数据分析、处理和总结，撰写报告 | 实验报告 |

**（二）评定方法**

**1．评定方法**

（1）撰写预习报告。能独立撰写预习报告。预习报告的内容包括实验目的、实验原理、实验步骤、实验主要装置图，对实验结果的预测等。

（2）独立撰写实验报告。实验报告的内容应包括实验目的、实验原理、实验步骤（流程图）、实验主要装置图、数据记录与处理、结果与讨论、有关实验习题、分析意外情况，总结对实验的体会和改进等内容。用化学反应等化学语言解释实验现象，数据处理完整准确；回答问题言简意赅。

（3）指导教师对每份实验报告进行批改、评分。

（4）成绩评定

① 实验课的考核方式采取预习报告、实验操作和实验报告相结合。

② 实验成绩为平时成绩，占比重100%。平时成绩按每次实验的预习10%、实验操作40%、实验报告50%进行综合评定。

**2．课程目标的考核占比与达成度分析**

**表5：课程目标的考核占比与达成度分析表**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **考核占比**  **课程目标** | **平时（100%）** | **总评达成度** |
| 课程目标1 | 50% | 平时目标1成绩/50。 |
| 课程目标2 | 50% | 平时目标2成绩/50。 |

**九、评分标准**

| **课程**  **目标** | **评分标准** | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **90-100** | **80-89** | **70-79** | **60-69** | **＜60** |
| **优** | **良** | **中** | **合格** | **不合格** |
| **A** | **B** | **C** | **D** | **F** |
| 课程  目标1 | 熟练选用或设计正确的实验方案，熟练选用或搭建正确的实验装置，安全开展实验并正确采集数据 | 比较熟练选用或设计正确的实验方案，比较熟练选用或搭建正确的实验装置，安全开展实验并正确采集数据 | 能选用或设计实验方案，能选用或搭建实验装置，安全开展实验并正确采集数据 | 经过指导，能选用或设计实验方案，经过指导，能选用或搭建实验装置，安全开展实验并正确采集数据 | 不会选用或设计实验方案，不会选用或搭建实验装置，安全开展实验并正确采集数据 |
| 课程  目标2 | 熟练分析和正确解释实验结果，并通过信息综合得到合理有效的结论。 | 比较熟练地分析和正确解释实验结果，并通过信息综合得到合理有效的结论。 | 能对实验结果进行分析和解释，并通过信息综合得到合理有效的结论。 | 经过指导，能对实验结果进行分析和解释，并通过信息综合得到合理有效的结论。 | 不会对实验结果进行分析和解释，也不会综合各种信息得到合理有效的结论。 |