

《综合化学实验》课程教学大纲

一、课程说明

（一）课程名称、所属专业、课程性质、学分

课程名称：综合化学实验

所属专业：化学

课程性质：专业课

学 分：3 学分（108 学时）

（二）课程简介、目标与任务、先修课与后续相关课程

课程简介：综合化学实验的宗旨是全面培养学生的综合实验技能，进一步锻炼学生灵活应用所学知识和独立从事科研的能力，为加强就业优势拓展交叉学科知识及其实验技能。

综合实验一般是若干个单项实验有机地组合，涵盖两个以上二级学科。此外，包括一些基础实验课难以覆盖的基础课和重要选修课相关的实验内容。

目标与任务：

先修课程与后续相关课程：

先修课程：无机化学、分析化学、有机化学、物理化学、化工原理、基本有机化工工艺学等。

后续相关课程：毕业论文。

（三）教材与主要参考书

1. 杨正银，王春明，李志孝主编，综合化学实验，兰州大学出版社，2005。
2. 杨正银等编，综合化学实验讲义，2010。

二、课程内容与安排

（一）实验名称及学时分配(108 学时)

实验一 槐花米中芦丁的分离及其甙元——槲皮素和糖的鉴定（10 学时）

实验二 桃儿七中鬼臼等木脂素类化合物及黄酮化合物的分离鉴定（10 学时）*

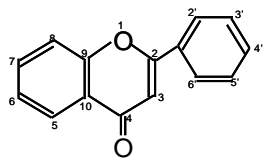
- 实验三 纳米材料的化学合成及表征 (10 学时)
- 实验四 色谱法测定纳米固体催化剂的比表面 (10 学时)
- 实验四 磺胺噻唑的合成及其氨基和硫的测定 (8 学时)*
- 实验五 三乙二胺合钴配离子的光学异构体的制备、离析、旋光测定和热分析 (21 学时)
- 实验六 苯乙烯悬浮聚合及阳离子交换树脂的制备 (8 学时)
- 实验七 乙酸乙烯酯溶液聚合及乳液聚合 (8 学时)
- 实验八 溶菌酶的分离纯化 (8 学时)
- 实验九 动物肝脏 DNA 的提取与检测 (8 学时)
- 实验十 茶叶中咖啡因及无机微量元素的测定 (21 学时)
- 实验十一 配合物的合成光谱序及 NMR 法测磁化率 (14 学时)
- 实验十二 化学信息学 (14 学时)

(二) 实验内容 (简介) 及实验目的

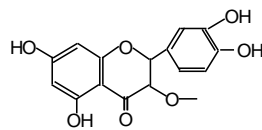
实验项目	主要内容及实验目的	难点及注意事项
1. 实验讲座	<p>主要内容: 介绍实验课程概况; 讲授实验室基本常识和安全知识以及实验中的各项基本要求。</p> <p>实验目的: 掌握实验室安全知识和实验室基本常识, 了解课程概况。</p>	<p>难点: 实验报告的规范写法。</p> <p>注意事项: 实验室安全知识。</p>

1. 槐花米中芦丁的分离及其甙元——槲皮素和糖的鉴定 (14h)

主要内容: 从槐花米中提取芦丁，分离其甙元——槲皮素和糖并鉴定之。芦丁 (Rutin) 芦丁，亦称芸香甙(Rutinoside)，广泛存在于植物中，其中以槐花米 (槐树的花蕾，中药铺有出售) 和荞麦叶内含量较高，槐花米中含量高达 12-16%。甙，又称苷，是糖或糖的衍生物 (如糖醛酸) 的半缩醛羟基与另一非糖物质 (称配基或甙元) 缩合形成缩醛等形式的化合物，芦丁糖甙的甙元——槲皮素 (3,5,7,3',4'-五羟基黄酮) 是黄酮类化合物，是许多中草药的有效成份，具有 C6-C3-C6 的骨架结构。



黄酮类的基本骨架



芦丁

葡萄糖---鼠李糖

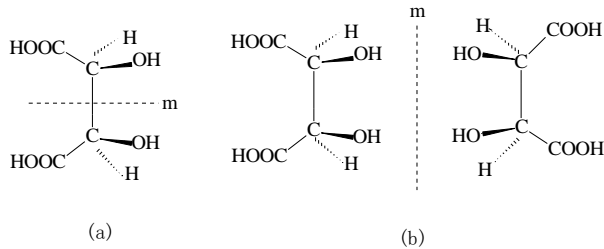
芦丁为维生素 P 类药物，有助于保持毛细血管的正常弹性和调节毛细血管壁的渗透性。临床上用作治疗高血压的辅助药物和毛细血管性止血药。芦丁在沸水中的溶解度相当大 (1: 200)，而在冷水中溶解度很小 (1: 10000)。所以可用水煮沸的方法萃取出来。芦丁与其它水溶性化合物可借聚酰胺柱色谱予以分离。在酸性介质中水解得到它的甙元槲皮素和鼠李糖、葡萄糖；这些成分可用显色反应、薄层色谱、纸色谱、气相色谱和紫外光谱与标样对照加以确认。

实验目的: 1. 初步了解天然黄酮类化合物的分离提取，纯化方法；2. 掌握柱色谱、薄层色谱、纸色谱以及波谱方法鉴定甙类，甙元及糖类物质的操作技术。

难点: 展开剂的配置。
注意事项: 装好柱子，控制洗脱速度。

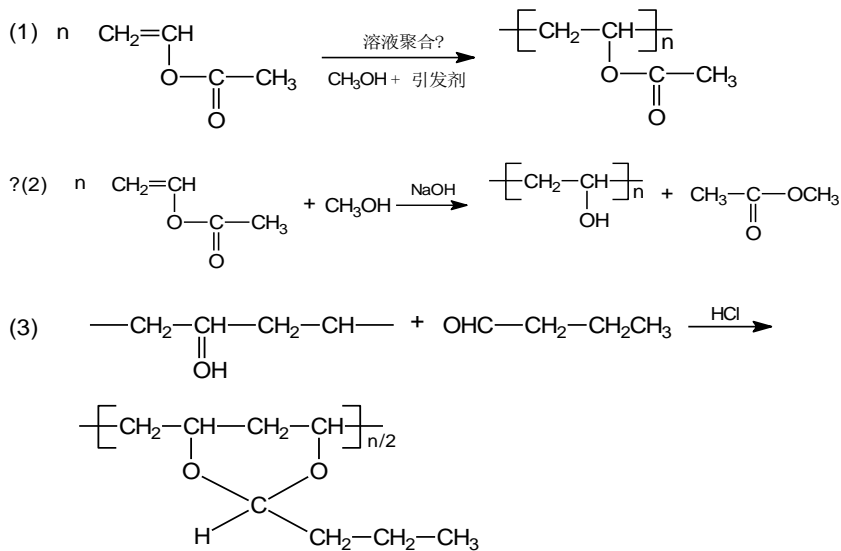
<p>2. 桃儿七中鬼臼等木脂素类化合物及黄酮化合物的分离鉴定</p>	<p>主要内容: 从桃儿七中提取鬼臼等木脂素类化合物及黄酮化合物并分离鉴定小蘗科植物。桃儿七中含有具抗癌活性的鬼臼毒和黄酮类化合物而引起植物化学界和药学界的广泛重视。由它半合成的抗癌药物 VP—16、VM—26, Etopophous 等已用于临床。桃儿七中的鬼臼脂素和黄酮类化合物可以用乙醇为溶剂, 通过加热回流的方法用索氏脂肪抽提器将它们从根茎粉末中提取出来, 用硅胶柱层析分离并结合薄层层析检查得到去氧鬼臼脂素, 鬼臼脂素和 4'-去甲鬼臼脂素, 应用光谱分析 (主要是核磁共振氢谱) 确定其结构。应用薄层层析法检测出两种黄酮—槲皮素和山奈酚, 并用化学方法识别黄酮类化合物的特征反应。</p> <p>实验目的: 1. 学习用索氏脂肪提取器提取中草药中脂溶性成分的方法; 2. 学习薄层层析和柱层析分离天然产物的方法; 3. 掌握用化学和光谱方法鉴定木脂素及黄酮的结构。</p>	<p>难点: 柱分离。</p> <p>注意事项: 合适的提取时间。</p>
<p>3. 纳米材料的化学合成及表征</p>	<p>主要内容: 化学合成纳米材料并表征之。纳米材料包括纳米粉体 (零维)、纳米线 (一维)、纳米膜 (二维)、纳米块 (三维) 纳米复合材料等六类。纳米材料的制备方法有很多种, 按物质的状态可分为: 气相法、液相法和固相法三方面。气相法制备纳米材料包括: 气体中蒸发法, 如电阻加热法、高频感应加热法和激光加热法等。液相法制备纳米微粒包括: 沉淀法、水解法、乳液法和喷雾焙烧法等。固相法制备纳米微粒包括: 热分解法、固相反应法和火花放电法等。本实验只以沉淀法、水解法、固相反应法和溶胶-凝胶法为例。并通过 X-射线粉末衍射 (XRD) 和热分析 (TG-DTA) 法表征所合成的纳米样品。</p> <p>实验目的: 1. 学会纳米材料的常用化学合成方法; 2. 学会用 x-射线衍射法对超细粉末材料表征的基本方法。</p>	<p>难点: 纳米材料制备技术。</p> <p>注意事项: 准确控制制备条件。</p>

<p>4. 色谱法测定纳米固体催化剂的比表面</p>	<p>主要内容： 纳米催化剂的制备。在气固相的吸附作用发生在固体的表面上，固体叫做吸附剂，被吸附的气体叫做吸附质。按吸附分子与固体表面作用力的性质不同。大体上可分为物理吸附与化学吸附。在气固相催化反应中,至少有一种反应物被吸附于催化剂微孔的表面上使之受到活化。催化剂的表面状态和孔结构可以影响反应的活化能和级数。例如在石油炼制过程中,尽管使用同一化学成分的催化剂,只是由于催化剂比表面和孔径分布有差别,就可能导致油品产量和质量上有极大差别。通常可利用吸附质在吸附剂上物理吸附的特点,来测量固体物质的宏观结构性质—比表面和孔径分布。这些性质是评选催化剂了解固体表面性质的重要因素。固体催化剂的总表面积包括外表面和内表面。将一克固体物质可具有的总表面积定义为比表面。测定固体物质比表面有许多种方法。而流动色谱法装置简单，操作方便，测定快速、灵敏度高，因而得到应用。</p> <p>实验目的： 1. 了解物理吸附的一般理论,掌握用连续流动色谱法测定固体催化剂比表面积的基本原理与方法； 2. 用连续流动色谱法测定固体样品平衡吸附量，用 BET 公式计算样品的比表面积。</p>	<p>难点： 纳米催化剂制备技术。</p> <p>注意事项： 控制合适的流动相速度。</p>
----------------------------	---	--

<p>5. 三乙二胺合钴配离子的光学异构体的制备、离析和旋光测定</p>	<p>主要内容: 1. 合成三乙二胺合钴配合物对映体, 光学异构体是配合物中一类重要的异构体, 凡是两种构造相同, 但彼此互为镜象而又不能重叠的化合物称为光学异构体(或称对映异构体)。在光学异构体的分子中, 相应的键角和键长都相同, 只是由于分子中原子的空间排列方式不同, 使偏振光的振动平面旋转方向不同, 这是光学异构体在性质上的最特征差别。理论和实践证明, 只有不具有对称中心, 对称面和反轴(但可以有对称轴)的分子才可能有光学异构。因为三个原子本身可以组成一个对称平面, 所以有光学活性的分子至少必须包括四个原子。光学异构体在有机化学中常见的, 但必须指出, 含有非对称碳原子的分子, 不一定都具有光学活性。因为有的分子内部的另一部分含有排列方向相反的不对称碳原子, 存在对称面的内消旋物, 而使右旋型和左旋构型的旋光性两者自行抵消(图 1a);另外还有不易分离的相同数量的右旋和左旋分子组成的混合物, 其旋光能力也相互抵销, 被称为外消旋物(图 1b)。</p> <div style="text-align: center;">  <p>(a) (b)</p> <p>内消旋和外消旋酒石酸</p> </div> <p>2. 拆分对映体配合物, 3. 测定光学程度, 4. 做 DTA-TG 分析。</p> <p>实验目的: 1. 通过三乙二胺合钴配离子的制备和离析, 了解配合物的光学异构现象。掌握一种对应体的拆分技术; 2. 测定右旋和左旋三乙二胺合钴配离子的旋光度。</p>	<p>难点: 对映体的拆分技术。</p> <p>注意事项: 恰当控制重结晶的溶剂加入量。</p>
<p>6. 苯乙烯悬浮聚合及阳离子交换树脂的制备</p>	<p>主要内容: 悬浮聚合又称为珠状聚合。它是一种重要的聚合物制备方法, 在实验室及高分子化工生产上均有着广泛的应用。先聚合, 最后得到透明的珠状聚合物颗粒。本法的优点是散热容易, 从而避免了局部过热。产物是颗粒状, 大小可以控制, 后处理简便。苯乙烯与二乙烯基苯的悬浮共聚是生产通用的阳、阴离子交换树脂的最基本的工艺过程, 所要求透明而粒度均匀适中的珠子。然后通过苯乙烯-二乙烯基苯体型共聚物苯环上的磺化反应, 得到苯乙烯磺酸强酸性离子交换树脂。</p> <p>实验目的: 1. 掌握悬浮聚合的方法; 2. 了解阳离子交换树脂的制备方法。</p>	<p>难点: 阳离子交换树脂的制备方法。</p> <p>注意事项: 悬浮聚合与乳液聚合的区别与共同点。</p>

7. 乙酸乙烯酯溶液聚合及乳液聚合

主要内容: 乙酸乙烯酯按自由基加聚反应历程聚合时,可因产品的用途不同而分别采用乳液聚合,溶液聚合,悬浮聚合或本体聚合方法。本实验分别采用溶液聚合法和乳液聚合。■ 本实验包括聚乙酸乙烯酯的合成。聚乙烯醇的制备及聚乙烯醇缩丁醛反应三个部分。各步基本反应如下:



另外还有乳液聚合常用的组份有以下几种:

(1) 分散介质:通常用去离子水,一般为体系的 60—70%。(2) 乳化剂:常用的阳离子乳化剂如脂肪酸皂,松香酸皂,适用于碱性介质中。一般用量为单体的 0.1—5%。乳化剂的作用是①降低表面张力,使单体分散为液滴。②在液滴周围形成保护膜,不致使单体发生聚集。③增溶作用,使部分单体溶于胶束中。(3) 单体: 是进行聚合的原料。乳状液的油相,一般为体系的 30—40%。(4) 引发剂:一般用量为单体的 0.1—1%。水溶性引发剂如过硫酸钾,油溶性引发剂为过氧化苯甲酰,偶氮二异丁腈等。在乳液聚合中还常采用氧化还原引发剂体系,如 K₂S₂O₈—FeSO₄,过氧化氢异丙苯硫酸亚铁—刁白粉等。(5) 调节剂:通过链转移作用,控制聚合物分子量。一般用量为单体 0.1—1%,常用的调节剂为叔十二烷基硫醇。此外,有时还加入 pH 缓冲液,如焦磷酸盐等。在胶乳后处理中加入凝聚剂,如明矾、氯化钠、硫酸等。

实验目的: 1. 了解自由基溶液聚合的一般方法; 2. 掌握醋酸乙烯酯乳液聚合和溶液聚合法的方法和特点。

难点: 解决溶液聚合分子量小的问题。
注意事项: 乳液聚合和溶液聚合区别。

<p>8. 溶菌酶的分离纯化</p>	<p>主要内容：本实验主要通过蛋清溶菌酶的分离纯化和纯度检测训练，让学生掌握根据蛋白质的性质设计纯化工作的路线，并熟练掌握离子交换层析、凝胶过滤层析、透析、浓缩和电泳等蛋白质纯化和分析的相关技术。本实验选择新鲜鸡蛋为实验材料，材料易得，高含量及溶菌酶独特的性质保障了实验工作的连续性。蛋白质纯品一般是指不含有其他杂蛋白等物质的单一蛋白质。用于蛋白质纯度鉴定的方法很多，如各种电泳和层析，如聚丙烯酰胺凝胶电泳(PAGE)、SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳(SDS-PAGE)、等电聚焦(IEF)、双向电泳、毛细管电泳(CE)、离子交换层析、凝胶过滤等。其中电泳是最常用的一种方法。由于生物样品的复杂性，因此一般检测蛋白质的纯度必须应用两种不同检测原理的分析方法才能作出判断，本实验仅采用 SDS-PAGE 鉴定所纯化溶菌酶的纯度，并与标准溶菌酶进行比较，从相对分子质量的角度探讨纯化蛋白的纯度。</p> <p>实验目的：掌握蛋白质纯度分析的基本方法。</p>	<p>难点：溶菌酶纯化。</p> <p>注意事项：对浓缩胶的高度一般为点样时样品深的的 2~3 倍，可根据浓缩胶的高度确定分离胶的灌注高度。</p>
<p>9. 动物肝脏 DNA 的提取与检测</p>	<p>主要内容：生物体组织细胞中的脱氧核糖核酸(DNA)和核糖核酸(RNA)，大部分与蛋白质结合，以核蛋白——脱氧核糖核蛋白(DNP)和核糖核蛋白(RNP)的形式存在，这两种复合物在不同的电解质溶液中的溶解度有较大差异。在低浓度的 NaCl 溶液中，DNP 的溶解度随 NaCl 浓度的增加而逐渐降低，当 NaCl 浓度达到 0.14mol/L 时，DNP 的溶解度约为纯水中溶解度的 1% (几乎不溶)；但当 NaCl 浓度继续升高时，DNP 的溶解度又逐渐增大，当 NaCl 浓度增至 0.5mol/L 时，DNP 的溶解度约等于纯水中的溶解度，当 NaCl 浓度继续增至 1.0mol/L 时，DNP 的溶解度约为纯水中溶解度的 2 倍 (溶解度很大)。而 RNP 则不一样，它在浓 NaCl 溶液和稀 NaCl 溶液中的溶解度都很大。因此，可以利用不同浓度的 NaCl 溶液将 DNP 和 RNP 分别抽提出来。</p> <p>实验目的：了解和熟悉从动物组织中提取 DNA 的原理与操作方法，掌握 DNA 的常用检测方法。</p>	<p>难点：DNA 的准确检测。</p> <p>注意事项：整个过程需在低温下进行；加入 EDTA 是抑制核酸酶的活性最好的抑制剂；避免剧烈震荡，如研磨过程、搅拌过程。</p>

10. 茶叶中咖啡因及无机微量元素的测定	<p>主要内容: 1. 液相色谱法测定茶叶中咖啡因含量; 2. 循环伏安法研究铅在金电极上的欠电位沉积行为, 利用欠电位沉积现象进行茶叶中痕量铅的方波阳极溶出伏安法测定; 3. 原子吸收光谱无机微量元素通过实验进一步掌握 HPLC 分离和检测的原理。</p> <p>实验目的: 掌握仪器操作要领; 综合利用各类仪器揭示天然产物的微量成分。</p>	<p>难点: 样品处理。</p> <p>注意事项: 用好不同仪器的各自优势。</p>
11. 配合物的合成和光谱序及 NMR 法测磁化率	<p>主要内容: 合成配合物: (1) $[\text{Cr}(\text{en})_3]\text{Cl}_3$ (2) $\text{K}_3[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ (3) $\text{Cr}(\text{acac})_3$</p> <p>测定以下配合物的电子光谱: a. $[\text{Cr}(\text{en})_3]^{3+}$ b. $[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]^{3-}$ c. $\text{Cr}(\text{acac})_3$ d. $[\text{Cr}(\text{EDTA})]^+$ e. $\text{Cr}(\text{Gly})_3$ f. $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$</p> <p>利用 $^1\text{H NMR}$ 进行测量物质的磁化率和磁矩, 磁性是物质的基本属性之一, 在化学上研究物质磁性的基本方法是测量磁化率, 通过测量顺磁磁化率可测出金属离子未成对电子数, 这对研究金属原子的氧化态, 成键类型和立体化学结构都有重要意义。通常测量磁化率最常用的方法是 Ciury 法, 这种方法的最大缺点是样品用量多, 精度欠佳。物质的 $^1\text{H NMR}$ 谱线的化学位移除与自身结构有关外, 还取决于所研究介质的体积磁化率, 当在待测体系加入一定量的顺磁性离子并且该离子与待测样不发生作用时, 待测样的化学位移与加入顺磁性物质前后有很大变化。</p> <p>实验目的: 1. 掌握同一中心离子不同配合物的合成方法; 2. 测定铬配合物某些配体的分光化学序, 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; 3. 学会用 $^1\text{H NMR}$ 法测量磁化率, 了解 $^1\text{H NMR}$ 在研究物质结构方面的应用。</p>	<p>难点: NMR 测磁化率。</p> <p>注意事项: 准确配置样品浓度。</p>
12. 化学信息学实验	<p>主要内容: 1. 以 ChemDraw Ultra 9.0 为例来学习 ChemDraw 的用法; 2. SciFinder scholar 数据库使用。</p> <p>实验目的: 掌握 ChemOffice 和 SciFinder scholar 数据库的用法。</p>	<p>难点: 画复杂立体结构。</p> <p>注意事项: 勤练习, 多实践。</p>

制定人: 杨正银

审定人: 柳明珠、周蕊

批准人: 梁永民

日期: 2012 年 6 月