

《基础化学实验 I》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:《基础化学实验 I》

所属专业: 化学、应用化学、化学工程与工艺、功能材料

课程性质: 专业基础课

学 分: 11 学分(396 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: 本课程是为化学、应用化学、化学工程与工艺专业、功能材料等专业一、二年级学生开设的专业基础课, 目的在于传授化学知识和基础化学实验技能、训练科学思想和实验方法、培养科学的精神和工作能力。本课程设置注重科学性、基础性和综合性。

目标与任务: 化学是一门实践性很强的学科, 基础化学实验在培养未来化学工作者的化学学科大学本科教育中, 具有特别重要的作用。基础化学实验课程通过基本操作、经典实验、研究式实验、设计实验和文献实验等形式的训练, 使学生正确和熟练地掌握化学实验的基本操作; 通过学习化学实验的基本知识, 使学生加深对化学基础理论和基础知识的理解和掌握, 从而培养学生独立工作和独立思考的能力, 培养细致观察和记录现象的能力, 培养正确归纳和综合处理数据的能力, 培养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, 培养学生实事求是、细致严谨的科学态度, 使学生形成良好的科学习惯及科学的思维方法, 从而逐步掌握科学研究的方法。

先修课程与后续相关课程:

先修课程: 无机化学、分析化学、有机化学等

后续相关课程: 仪器分析、结构化学、高分子基础、物理化学、基础化学实验 II 等

(三)教材与主要参考书

教材:《大学化学实验—基础化学实验 I》(上、下册), 兰州大学化学化工学院大学化学实验中心 编著, 兰州大学出版社, 2011 年。

主要参考书:

1. 理科化学专业和应用化学专业教学基本内容, 教育部理科化学教学指导委员会,

- 《大学化学》，1999，14(2)：9。
2. 《分析化学实验》(第三版)，武汉大学主编，高等教育出版社，1994年。
 3. 《有机化学实验》，王清廉、沈凤嘉编，高等教育出版社，1994年。
 4. 《实验化学》，刘约权、李贵深主编，高等教育出版社，1999年。
 5. 《无机化学实验》(第三版)，中山大学编，高等教育出版社，1994年。

二、课程内容与安排

教学思路：

学生的实验能力可概括为：基本操作能力、提出问题、分析问题和解决问题的能力、查阅文献能力及总结表达能力。在教学的不同阶段，训练侧重点不同。

(一)实验名称与学时分配

实验第一阶段(基本操作训练): 144 学时(1-2 学期)

着重学生规范的基本操作训练和基本知识的学习，同时培养学生撰写实验报告(观察、记录、数据处理、分析结果表示等)的能力。

一年级第一学期(72 学时)：

实验一 实验讲座(2 学时)

实验二 仪器的认领、洗涤和干燥(2 学时)

实验三 玻璃工基本操作和塞子钻孔(4 学时)

实验四 天平称量练习(4 学时)

实验五 硫酸铜的提纯(4 学时)

实验六 硫酸铜结晶水的测定(4 学时)

实验七 简单胶体的制备及其性质(4 学时)

实验八 氯化钠的提纯(8 学时)

实验九 镁和盐酸反应热的测定(4 学时)

实验十 摩尔气体常数的测定(4 学时)

实验十一 电离平衡和沉淀平衡性质实验(4 学时)

实验十二 电化学平衡性质实验(4 学时)

实验十三 化学反应速率常数和活化能的测定(4 学时)

实验十四 硝酸钾的制备及其溶解度的测定(8 学时)

实验十五 硫酸亚铁铵的制备及纯度测定(8 学时)

实验十六 液-液萃取分离铁(III)、铝(III)离子(4 学时)

一年级第二学期(72 学时):

实验一 酸碱溶液的配制和滴定操作练习(8 学时)

实验二 容量器皿的校正(4 学时)

实验三 离子交换法测定 PbCl_2 的溶度积(4 学时)

实验四 常见阳离子的鉴定(4 学时)

实验五 常见阴离子的鉴定(4 学时)

实验六 配位平衡性质实验(4 学时)

实验七 磺基水杨酸铁配合物的组成及稳定常数的测定(4 学时)

实验八 工业乙醇的蒸馏和沸点的测定(4 学时)

实验九 苯甲酸和乙酰苯胺的重结晶(4 学时)

实验十 醋酸解离常数和解离度的测定(8 学时)

实验十一 简单有机化合物的薄层色谱和柱色谱分离(4 学时)

实验十二 四碘化锡的制备及其最简式的确定(4 学时)

实验十三 环己烯的制备(8 学时)

实验十四 二草酸合铜酸钾的制备及组成测定(8 学时)

第二阶段(单元及综合性实验): 252 学时(3-4 学期)

着重培养学生观察现象、分析问题、解决实际问题和方案设计能力, 并培养学生查阅文献资料和综合能力。

二年级第一学期(126 学时):

实验一 正溴丁烷的制备(7 学时)

实验二 正丁醚的制备(7 学时)

实验三 从茶叶中提取咖啡因(7 学时)

实验四 苯甲醇和苯甲酸的制备(7 学时)

实验五 菠菜中色素的提取和分离(7 学时)

实验六 三苯甲醇的制备(7 学时)

实验七 乙酰乙酸乙酯的制备(7 学时)

实验八 肉桂酸的制备(7 学时)

- 实验九 苯乙酮的制备(7 学时)
- 实验十 扁桃酸的制备(7 学时)
- 实验十一 4-苯基-2-丁酮的制备(7 学时)
- 实验十二 1,2-二苯乙烯的制备(7 学时)
- 实验十三 2-乙基-2-己烯醛的制备(7 学时)
- 实验十四 脱氢醋酸的制备(7 学时)
- 实验十五 2-硝基-1,3-苯二酚的制备(7 学时)
- 实验十六 乙酰基二茂铁的制备(7 学时)
- 实验十七 8-羟基喹啉的制备(7 学时)
- 实验十八 微波辅助 β -萘甲醚的制备(7 学时)

二年级第二学期(126 学时):

- 实验一 高锰酸钾的制备及性质(7 学时)
- 实验二 硫酸铵中氮含量的测定(4 学时)
- 实验三 混合碱的测定(双指示剂法)(4 学时)
- 实验四 天然水硬度的测定(4 学时)
- 实验五 天然水高锰酸盐指数的测定(4 学时)
- 实验六 铁矿石中铁含量的测定(7 学时)
- 实验七 铜合金中铜含量的测定(7 学时)
- 实验八 钢铁中镍含量的测定(丁二酮肟重量法)(7 学时)
- 实验九 维生素 B₂ 的荧光光度测定(4 学时)
- 实验十 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^- 混合溶液的分光光度分析(4 学时)
- 实验十一 阿司匹林的合成、鉴定与含量的测定(7 学时)
- 实验十二 铁氧体法处理含铬废水(7 学时)
- 实验十三 钴和铁的离子交换分离与测定(7 学时)
- 实验十四 硅酸盐水泥的分析(14 学时)
- 实验十五 钴配合物的合成、组成分析和电子光谱测定(14 学时)
- 实验十六 甲基橙的合成及解离常数的测定(7 学时)
- 实验十七 糖精钴的合成和化学式的测定(7 学时)
- 实验十八 复方乙酰水杨酸药片中各组分含量的测定(7 学时)
- 实验十九 铅铋合金的测定(4 学时)

考核方式:

学生成绩由实验操作成绩和考试成绩综合得到。实验操作成绩采用逐个实验计分法,每个实验中预习占 10%,基本操作占 40%、实验结果、报告占 40%,纪律、卫生占 10%;考试成绩来源于期末统一安排实验笔试。

(二)实验内容、实验目的难点及注意事项

该课程教学内容包括基本操作训练、化学反应中各种常数的测定、元素及化合物的性质实验、无机和有机化合物的合成实验、物质的定量分析、分离方法实验及综合研究性实验。

一年级第一学期(共 72 学时)

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>
2. 仪器的认领、洗涤和干燥	<p>主要内容: 领取常用仪器;熟悉其名称、规格;学习并掌握常用仪器的洗涤和干燥方法。</p> <p>实验目的: 领取基础化学实验常用仪器;熟悉其名称;学习并掌握常用仪器的洗涤和干燥方法。</p>	<p>难点: 仪器的认知。</p> <p>注意事项: 不同仪器洗涤及干燥方式的差异性。</p>
3. 玻璃工基本操作和塞子钻孔	<p>主要内容: 煤气灯的正确使用;拉制毛细管、点样管、滴管等;练习塞子钻孔操作。</p> <p>实验目的: 学会煤气灯的正确使用;熟悉玻璃工的截、拉、弯、烧等基本操作;练习塞子钻孔操作。</p>	<p>难点: 煤气灯的正确使用和玻璃工的基本操作。</p> <p>注意事项: 煤气灯的安全使用,防止烫伤。</p>

<p>4. 天平称量练习</p>	<p>主要内容: 电子天平的使用方法; 三种称量方法的适用范围及操作要点; 称量瓶的正确使用方法。</p> <p>实验目的: 熟悉电子天平的使用方法; 学会用各种称量法称量试样。</p>	<p>难点: 电子天平的规范使用以及三种称量方法的适用范围。</p> <p>注意事项: 电子天平的规范使用以及对天平的保护。</p>
<p>5. 硫酸铜的提纯</p>	<p>主要内容: 用过氧化氢和氢氧化钠除去粗硫酸铜中的杂质铁离子; 对粗产品进行重结晶提纯。</p> <p>实验目的: 掌握化学提纯法提纯粗硫酸铜的方法和重结晶基本原理及方法; 掌握水浴加热、浓缩、减压蒸馏、热过滤等基本操作。</p>	<p>难点: 杂质铁离子的去除原理和重结晶操作。</p> <p>注意事项: 过氧化氢的安全使用; 重结晶基本操作, 如热过滤, 过滤纸的叠法。</p>
<p>6. 硫酸铜结晶水的测定</p>	<p>主要内容: 利用重量法加热五水硫酸铜到一定温度, 通过失水重量测定硫酸铜的结晶水。</p> <p>实验目的: 掌握研钵、坩埚、干燥器、坩埚钳等仪器的使用; 掌握恒重的基本概念及基本操作。</p>	<p>难点: 坩埚加热规范操作, 恒重的基本概念。</p> <p>注意事项: 坩埚、干燥器、坩埚钳、电子天平等仪器的使用。</p>
<p>7. 简单胶体的制备及其性质</p>	<p>主要内容: 制备不同的胶体溶液; 检测胶体溶液的电学、光学、热力学等性质; 并发现影响胶体稳定性的因素。</p> <p>实验目的: 了解胶体溶液的形成以及影响胶体稳定性的因素; 了解胶体溶液的性质。</p>	<p>难点: 胶体的组成、结构。</p> <p>注意事项: 硫化砷胶体很不稳定, 需要现用现制; 离心机的使用。</p>
<p>8. 氯化钠的提纯</p>	<p>主要内容: 溶解粗食盐, 利用化学法除去粗食盐中的 SO_4^{2-}、Ca^{2+}、Mg^{2+}、Ba^{2+} 和 CO_3^{2-}, 检验产品纯度。</p> <p>实验目的: 掌握提纯 NaCl 的原理和方法; 重点掌握溶解、沉淀、减压过滤、蒸发浓缩、结晶和烘干等基本操作; 了解 SO_4^{2-}、Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 离子的定性鉴定方法。</p>	<p>难点: 溶解、沉淀、减压过滤、蒸发浓缩、结晶和烘干等基本操作以及实验的统筹与安排。</p> <p>注意事项: 粗食盐先研磨细之后再称量, 每一步操作都要控制加入水的体积。</p>

<p>9. 镁和盐酸反应热的测定</p>	<p>主要内容: 通过冰量热计测定镁与盐酸反应过程的等压热效应。</p> <p>实验目的: 掌握冰量热计的原理和操作方法; 掌握误差概念及作图方法; 了解理论热效应与实验热效应的不同之处。</p>	<p>难点: 冰量热计的检漏方法以及实验作图方法。</p> <p>注意事项: 冰量热计的装置等待密闭的平衡后才能放入镁条, 镁条要事先冷冻。</p>
<p>10. 摩尔气体常数的测定</p>	<p>主要内容: 通过测定氢气的压强、温度、物质的量和体积计算摩尔气体常数 R。</p> <p>实验目的: 掌握气体体积的测量技术和理想气体状态方程和分压定律的计算及应用; 了解测定摩尔气体常数的原理及方法。</p>	<p>难点: 气体体积的测量技术; 气密性的检验; 有效数字计算。</p> <p>注意事项: 反应结束后, 要冷却到室温才能量取气体体积。</p>
<p>11. 电离平衡和沉淀平衡性质实验</p>	<p>主要内容: 通过性质实验加深解离平衡、同离子效应、盐类水解等概念的理解; 学习缓冲溶液的配制并了解它的缓冲作用。</p> <p>实验目的: 掌握单相和多相溶液中的解离平衡; 掌握试剂的正确取法; 掌握 pH 试纸、离心机的使用; 了解离子移动的原理。</p>	<p>难点: 性质实验现象的正确解释。</p> <p>注意事项: 试剂的规范取法, pH 试纸、离心机的使用。</p>
<p>12. 电化学平衡性质实验</p>	<p>主要内容: 通过性质实验掌握浓度、酸度等对电极电势和氧化还原反应方向的影响; 学习伏特计的使用和简易电极的制作。</p> <p>实验目的: 掌握电极电势与氧化还原反应方向的关系; 掌握介质和浓度对氧化还原反应的影响; 掌握伏特计的使用; 了解电解反应。</p>	<p>难点: 性质实验现象的正确解释; 伏特计的使用; 电极反应正负极的判断。</p> <p>注意事项: 试剂的规范取法, 伏特计的读数。</p>

<p>13. 化学反应速率常数和活化能的测定</p>	<p>主要内容: 测定过二硫酸铵与碘化钾氧化还原反应的反应速率; 计算反应级数、速率常数和活化能; 掌握浓度、温度和催化剂对反应速率的影响。</p> <p>实验目的: 掌握反应级数、速率常数和活化能的测定方法; 掌握浓度、温度和催化剂对反应速率的影响; 掌握作图法。</p>	<p>难点: 实验中加入硫代硫酸钠的作用; 数据的处理。</p> <p>注意事项: 试剂的体积要求精确, 测定反应速率要求时间的准确性。</p>
<p>14. 硫酸亚铁铵的制备及纯度测定</p>	<p>主要内容: 通过复盐的特性制备复盐硫酸亚铁铵; 通过比色法半定量检验产品中杂质 Fe(III)的含量; 用标准高锰酸钾溶液测定 Fe(II)的含量, 确定产品纯度。</p> <p>实验目的: 掌握复盐的制备方法和氧化还原反应滴定方法; 掌握水浴加热、蒸发、浓缩、减压过滤等基本操作和产品纯度的检验方法; 了解无机物制备的投料、产量、产率的有关计算。</p>	<p>难点: 回流装置的组装, 有毒气体的吸收, 氧化还原反应滴定的条件, 产品纯度的计算。</p> <p>注意事项: 有毒气体需要进行吸收, 多相反应时间的控制, 产品浓缩时不能蒸干。</p>
<p>15. 硝酸钾的制备及其溶解度测定</p>	<p>主要内容: 利用各种易溶盐在不同温度时溶解度的差异通过复分解反应制备硝酸钾; 通过定组成法测定硝酸钾在不同温度下的溶解度, 绘制溶解度-温度曲线。</p> <p>实验目的: 掌握硝酸钾制备的原理和方法; 掌握测定易溶盐溶解度的方法; 油浴加热等基本操作; 了解显微镜的使用。</p>	<p>难点: 溶解度的测定方法, 油浴的正确使用, 热过滤操作。</p> <p>注意事项: 油浴油的加热温度不能过高, 不能有水进入油浴中, 注意安全。</p>
<p>16. 液-液萃取分离铁(III)、铝(III)离子</p>	<p>主要内容: 利用在盐酸和乙醚溶液中 Fe^{3+} 生成的 $[\text{FeCl}_4]^-$ 可溶于乙醚, 将 Fe^{3+}、Al^{3+} 离子分离; 再将 Fe^{3+} 反萃取到水相中; 对 Fe^{3+}、Al^{3+} 离子进行鉴定。</p> <p>实验目的: 掌握萃取分离的基本原理和基本操作, 低沸点溶剂乙醚的安全使用。掌握 Fe^{3+}、Al^{3+} 离子在不同条件下的萃取行为和定性鉴定。</p>	<p>难点: 萃取基本操作, 低沸点溶剂乙醚的安全使用。</p> <p>注意事项: 分液漏斗用前需要检漏; 分液漏斗震荡操作的手势以及解除漏斗内超压的操作; 萃取剂及被萃取溶液的判断方法; 注意低沸点溶剂乙醚的安全使用。</p>

一年级第二学期(共 72 学时)

实验项目	主要内容及实验目的	难点及注意事项
1. 酸碱溶液的配制和滴定操作练习	<p>主要内容: 盐酸、氢氧化钠和邻苯二甲酸溶液的配制; 终点的判断; 酸碱溶液的互滴; 酸碱溶液的标定。</p> <p>实验目的: 重点掌握溶液的配制及容量瓶、酸碱滴定管、移液管等容量器皿的使用; 学会滴定操作, 并会正确判断滴定终点; 了解相对偏差的概念。</p>	<p>难点: 酸碱滴定管、移液管等容量器皿的正确使用以及滴定终点的判断; 有效数字的计算。</p> <p>注意事项: 讲解容量瓶、滴定管、移液管的使用, 并进行演示; 滴定相对偏差要求小于 0.5%。</p>
2. 容量器皿的校正	<p>主要内容: 进行移液管和容量瓶的相对校准以及滴定管、移液管和容量瓶的绝对校准。</p> <p>实验目的: 掌握移液管、容量瓶、滴定管的规范使用; 学习容量器皿校正方法; 了解相对误差的概念。</p>	<p>难点: 有效数字、绝对校准和相对校准的概念。</p> <p>注意事项: 根据有效数字的要求, 不同仪器需在不同精度的天平上进行称量。</p>
3. 离子交换法测定 PbCl_2 的溶度积	<p>主要内容: 用阳离子树脂交换 PbCl_2 的饱和溶液, 定量置换下来的氢离子经标定后确定其物质的量, 进一步计算 PbCl_2 溶度积。</p> <p>实验目的: 掌握利用离子交换法测定难溶电解质 PbCl_2 的溶度积的原理及方法; 掌握离子交换柱的基本操作。</p>	<p>难点: 离子交换柱的装柱、上样、洗脱操作。</p> <p>注意事项: 离子交换柱的装柱不能有气泡, 洗脱时不能干柱; 离子交换要充分。</p>
4. 常见阳离子的鉴定	<p>主要内容: 学习十四种阳离子 Na^+、K^+、NH_4^+、Mg^{2+}、Ca^{2+}、Ba^{2+}、Al^{3+}、Cu^{2+}、Ag^+、Hg^{2+}、Fe^{3+}、Cr^{3+}、Zn^{2+}、Mn^{2+} 的性质及鉴定方法。</p> <p>实验目的: 掌握十四种阳离子的鉴定方法; 掌握混合离子的分离及鉴定方法以及鉴定剂的结构及性质。</p>	<p>难点: 鉴定反应的条件以及干扰离子的掩蔽。</p> <p>注意事项: 定性实验要注意反应试剂量; 该实验试剂种类极多, 注意不要取错。</p>

<p>5. 常见阴离子的鉴定</p>	<p>主要内容: 学习十三种阴离子 Cl^-、Br^-、I^-、S^{2-}、SO_3^{2-}、$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$、$\text{SO}_4^{2-}$、$\text{NO}_2^-$、$\text{NO}_3^-$、$\text{PO}_4^{3-}$、$\text{CO}_3^{2-}$、$\text{CH}_3\text{COO}^-$、$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 的性质及鉴定方法。</p> <p>实验目的: 掌握十三种阴离子的鉴定方法; 掌握混合卤素离子的分离及鉴定方法。</p>	<p>难点: 鉴定反应的条件以及干扰离子的掩蔽, 混合混合卤素离子的分离。</p> <p>注意事项: 定性实验要注意反应试剂量不要取错, 公用试剂取完放回原处。</p>
<p>6. 配位平衡性质实验</p>	<p>主要内容: 比较并解释配离子的稳定性; 掌握配位离解平衡与其它平衡之间的关系。</p> <p>实验目的: 通过性质实验掌握配合物的组成与性质; 掌握配位平衡以及影响平衡的因素; 了解配合物的简单应用。</p>	<p>难点: 配合物的组成、结构、性质以及配位平衡和影响平衡的因素。</p> <p>注意事项: 每步实验注意反应条件, 如温度、浓度、酸度等。</p>
<p>7. 磺基水杨酸铁配合物的组成及稳定常数的测定</p>	<p>主要内容: 利用等摩尔系列法测定磺基水杨酸铁配合物的组成及稳定常数, 分光光度计的原理及使用方法。</p> <p>实验目的: 了解分光光度法测定配合物的组成及其稳定常数的原理和方法; 测定磺基水杨酸铁的组成及其稳定常数; 掌握分光光度计的使用。</p>	<p>难点: 朗伯—比尔定律, 分光光度计的使用, 数据的处理。</p> <p>注意事项: 各种试剂的取量一定要准确; 所用仪器须洁净、干燥; 所有试剂均用 $0.01\text{mol}/\text{dm}^3$ 高氯酸溶液配制。</p>
<p>8. 工业乙醇的蒸馏和沸点的测定</p>	<p>主要内容: 训练蒸馏仪器的安装与拆卸; 以工业乙醇为对象训练蒸馏操作技术。</p> <p>实验目的: 掌握蒸馏装置的仪器安装及操作方法; 了解测定沸点的意义, 学会常量法(即蒸馏法)及微量法测定沸点的原理和方法。</p>	<p>难点: 蒸馏仪器的组装与拆卸, 蒸馏操作技术; 沸点的测定。</p> <p>注意事项: 蒸馏过程中注意控制水浴温度, 使馏出液的馏出速度为 1~2 滴/秒; 注意馏头、馏分和馏尾的区分; 注意蒸馏装置的稳定性和美观性。</p>

<p>9. 苯甲酸和乙酰苯胺的重结晶</p>	<p>主要内容: 乙酰苯胺用水重结晶, 苯甲酸用 40%乙醇重结晶。</p> <p>实验目的: 掌握重结晶提纯固态有机化合物的原理; 不同溶剂重结晶时的操作方法; 掌握乙酰苯胺和苯甲酸的重结晶方法。</p>	<p>难点: 重结晶溶剂的选择, 热过滤操作, 回流装置的组装与拆卸。</p> <p>注意事项: 注意安全; 加热溶解时要小火, 以防乙酰苯胺或萘形成油滴; 热过滤速度要快; 掌握溶剂的用量; 活性炭绝对不可加到正在沸腾的溶液中。</p>
<p>10. 醋酸解离常数和解离度的测定</p>	<p>主要内容: 用 pH 法和电导法测定醋酸在室温下的解离常数和解离度。</p> <p>实验目的: 掌握酸度计、电导率仪的使用方法; 掌握液的配制及滴定操作练习; 了解酸度计、电导率仪的原理。</p>	<p>难点: 酸度计、电导率仪的使用方法; 解离常数和解离度之间的关系。</p> <p>注意事项: 数据处理中浓度中有效数字的取舍; 盛待测液的小烧杯必须干燥; 待测液的酸度测定和电导率测定均应按一定顺序进行。</p>
<p>11. 简单有机化合物的薄层色谱和柱色谱分离</p>	<p>主要内容: 利用薄层色谱分离偶氮苯和苏丹 III, 计算各物质的 R_f 值; 利用柱色谱分离荧光黄和碱性湖蓝 BB。</p> <p>实验目的: 掌握薄层色谱和柱色谱的原理及其操作方法。</p>	<p>难点: 薄层色谱和柱色谱的原理; 柱色谱操作。</p> <p>注意事项: 注意点样时样品之间的距离、样品与下沿的距离、溶剂前沿、点样的直径等; 色谱柱的安装; 柱色谱分离样品时的加样、洗脱等步骤顺序。</p>
<p>12. 四碘化锡的制备及其最简式的确定</p>	<p>主要内容: 在石油醚中用有限量的 I_2 和过量金属 Sn 制备四碘化锡; 根据剩余 Sn 的质量确定碘化锡的最简式; 鉴定碘化锡的性质。</p> <p>实验目的: 掌握在非水溶剂中制备四碘化锡的条件和方法; 根据有限试剂(I_2)量和金属(Sn)的消耗量确定碘化锡的最简式。</p>	<p>难点: 回流装置的安装和拆卸; 碘单质的性质。</p> <p>注意事项: 锡箔最好剪成长条, 以便反应完成后洗涤以及称量准确; 称量碘时要快速, 以免损失; 碘直接称在圆底烧瓶中, 称量时要带盖空心塞; 加热温度不能高于 90°C; 注意用火安全, 在转移、添加等用到石油醚的时候尽可能避开明火。</p>

<p>13. 环己烯的制备</p>	<p>主要内容: 环己醇发生消去反应得到粗环己烯; 粗产品经洗涤、萃取、干燥、蒸馏后用折光鉴定纯度。</p> <p>实验目的: 掌握醇在浓硫酸催化下脱水制备烯的原理及方法, 加深对有机制备反应中可逆反应移向的理解; 掌握蒸馏、分馏、分液、液体干燥等实验技术; 掌握折光仪的使用方法。</p>	<p>难点: 酸催化下的消去反应; 分离、萃取、常压蒸馏和干燥操作。</p> <p>注意事项: 浓硫酸的作用及正确用法; 反应温度及回流比的控制; 干燥剂的选取、用量及干燥效能。</p>
<p>14. 二草酸合铜酸钾的制备及组成测定</p>	<p>主要内容: 利用硫酸铜和草酸钾制备二草酸合铜酸钾; 测定结晶水、草酸根含量和铜含量。</p> <p>实验目的: 了解二草酸合铜酸钾的合成方法; 掌握确定化合物化学式的基本原理及方法; 巩固无机合成、滴定分析和重量分析操作。</p>	<p>难点: 氧化还原滴定、配合滴定的条件及反应速度。</p> <p>注意事项: 失重法的规范操作, 氧化还原滴定的反应条件, 铜离子的测定条件。</p>

二年级第一学期(共 126 学时)

实验项目	主要内容及实验目的	难点及注意事项
<p>1. 正溴丁烷的制备</p>	<p>主要内容: 正丁醇与浓硫酸和溴化钠混合后加热回流, 得到正溴丁烷粗品。粗产品经洗涤、纯化、干燥、蒸馏后根据产物沸点和折光率鉴定纯度。</p> <p>实验目的: 掌握由醇制备卤代烃的原理和操作; 掌握液体化合物的分离提纯方法; 掌握液体有机化合物的干燥, 其中包括干燥剂的选择、用量及使用方法。</p>	<p>难点: 掌握由醇制备卤代烃的原理掌握萃取、洗涤、常压蒸馏等操作。干燥剂的选择、用量及使用方法。</p> <p>注意事项: 粗产物蒸馏时终点的判断, 防止温度过高炸裂温度计。</p>

<p>2. 正丁醚的制备</p>	<p>主要内容: 正丁醇在浓硫酸催化下反应制得正丁醚粗品, 然后经萃取、洗涤、干燥、蒸馏得到正丁醚, 并计算产率。</p> <p>实验目的: 掌握醇的分子间脱水制备单纯醚的原理和方法; 掌握水分离器使用等实验操作。</p>	<p>难点: 水分离器使用实验操作。</p> <p>注意事项: 反应终点的判断。</p>
<p>3. 从茶叶中提取咖啡因</p>	<p>主要内容: 溶剂萃取茶叶, 然后过滤得到萃取液, 蒸出溶剂, 在蒸发皿中拌入生石灰, 在上罩一内含有许多小孔的滤纸的长颈漏斗, 砂浴升华得到咖啡因。</p> <p>实验目的: 掌握利用连续萃取装置索氏萃取器从茶叶中提取咖啡因的方法; 掌握升华技术。</p>	<p>难点: 升华操作技术。</p> <p>注意事项: 石灰加入量及升华前干燥程度的控制。</p>
<p>4. 苯甲醇与苯甲酸的制备</p>	<p>主要内容: 苯甲醛与高浓氢氧化钾溶液经过强力振摇、放置两周后的固体糊状物, 经过水溶, 萃取分离, 干燥蒸馏等得到苯甲醇。液体部分经酸化、过滤、重结晶得到苯甲酸。</p> <p>实验目的: 掌握由苯甲醛制备苯甲醇和苯甲酸的原理及方法, 加深对 Cannizzaro 反应的理解; 本实验得一个固体和一个液体化合物, 掌握固体和液体化合物常用的分离纯化方法。</p>	<p>难点: 苯甲醛制备苯甲醇和苯甲酸的原理及方法, 固体和液体化合物常用的分离纯化方法。</p> <p>注意事项: 蒸馏乙醚后, 在蒸馏苯甲醇时, 放掉冷凝管中的水。</p>
<p>5. 菠菜中色素的提取和色素分离</p>	<p>主要内容: 新鲜菠菜经研磨、萃取、干燥、蒸馏等得到浓缩菠菜汁, 然后做薄层色谱并计算 R_f 值, 柱色谱分离提纯各叶绿素、胡萝卜素、叶黄素等各组份。</p> <p>实验目的: 掌握薄层层析法的原理, 层析板的铺布, 层析的展开, R_f 值的计算; 掌握柱层析的原理及操作。</p>	<p>难点: 装柱操作, 菠菜色素提取液的制备。产物在色谱柱中位置的判断。</p> <p>注意事项: R_f 值的计算, 及其薄板层析操作。</p>

<p>6. 三苯甲醇的制备</p>	<p>主要内容: 溴苯与镁反应得到格式试剂, 然后与苯甲酸乙酯反应得到三苯甲醇粗品。经水蒸汽蒸馏、重结晶制得纯品。并简单研究三苯甲基正碳离子性质。</p> <p>实验目的: 掌握 Grignard 反应原理和无水操作的方法; 掌握搅拌、回流、水蒸气蒸馏及混合溶剂重结晶等实验操作</p>	<p>难点: Grignard 反应原理和无水操作的方法, 反应的引发, 水蒸气蒸馏及混合溶剂重结晶等实验操作。</p> <p>注意事项: 仪器、溶剂干燥。乙醚的蒸馏安全注意事项。</p>
<p>7. 乙酰乙酸乙酯的制备</p>	<p>主要内容: 手工制备钠砂, 然后加入乙酸乙酯回流至钠砂消失, 经酸化、分液、干燥、水浴蒸出过量乙酸乙酯后, 减压整出产品, 并测折光率检验纯度。</p> <p>实验目的: 掌握由乙酸乙酯在催化剂存在下通过 Claisen 酯缩合反应制备乙酰乙酸乙酯的原理和方法; 掌握减压蒸馏的原理及方法。</p>	<p>难点: Claisen 酯缩合反应原理。钠砂的制备。减压蒸馏操作。</p> <p>注意事项: 金属钠的取用安全。</p>
<p>8. 肉桂酸的制备</p>	<p>主要内容: 苯甲醛与醋酸酐在碱催化下加热回流, 制得肉桂酸粗品。然后进行水蒸汽蒸馏和重结晶提纯。</p> <p>实验目的: 掌握 Perkin 反应制备肉桂酸的原理和方法; 熟练掌握水蒸气蒸馏、回流、重结晶等基本操作; 学习羧基的测定方法。</p>	<p>难点: 熟练掌握水蒸气蒸馏操作, 学习羧基的测定方法。</p> <p>注意事项: 重结晶时水量控制、pH 控制及活性炭加入量控制。</p>
<p>9. 苯乙酮的制备</p>	<p>主要内容: 以无水苯、醋酸酐为原料, 在三氯化铝催化下合成苯乙酮。粗产物经过萃取分离, 干燥过滤, 常温蒸馏得到产物, 并测定折光率。</p> <p>实验目的: 通过制备苯乙酮掌握 Friedel-Crafts 酰基化法制备芳酮的原理及方法; 掌握带有滴液、机械搅拌、有害气体吸收装置的安装; 掌握无水操作。</p>	<p>难点: 机械搅拌、有害气体吸收装置的安装, 掌握无水操作。三氯化铝活性判断。萃取操作。</p> <p>注意事项: 苯有较大毒性, 注意安全。</p>

<p>10. 扁桃酸的制备</p>	<p>主要内容: 苯甲醛与氯仿、氢氧化钠在相转移催化下, Dazons 反应合成扁桃酸。粗产品经萃取分离、干燥蒸馏除去乙醚, 经重结晶得到白色结晶。</p> <p>实验目的: 学习相转移催化合成基本原理; 掌握季铵盐在多相反应中的催化机理和应用技术; 巩固搅拌、萃取、蒸馏及重结晶操作技术。</p>	<p>难点: 机械搅拌操作。产物较粘, 重结晶操作要求较高。</p> <p>注意事项: 分液漏斗萃取时产物的判断, 絮状物应该舍弃。。</p>
<p>11. 4-苯基-2-丁酮的制备</p>	<p>主要内容: 制备乙醇钠作为催化剂使三乙与苄氯反应, 然后经过碱性水解、酸化、脱羧, 得到粗产品。分液漏斗洗涤、干燥、过滤、减压蒸馏得到目标化合物。</p> <p>实验目的: 学习由乙酰乙酸乙酯烃基化制备的原理和方法; 学习无水操作、减压蒸馏。</p>	<p>难点: 减压蒸馏。真空度计算。</p> <p>注意事项: 安全使用金属钠。苄氯有毒, 用注射器取用。干燥剂的选用。</p>
<p>12. 1,2-二苯乙烯的制备</p>	<p>主要内容: 苄氯与三苯基膦反应制备季磷盐。苯甲醛与季磷盐在氢氧化钠制得粗产物。经萃取、洗涤、干燥、蒸馏去除溶剂后, 重结晶得到 1,2-二苯乙烯。</p> <p>实验目的: 学习利用 Wittig 反应合成烯烃的原理和方法; 掌握搅拌、回流、萃取、混合溶剂重结晶等实验操作。</p>	<p>难点: 混合溶剂重结晶及热过滤操作。</p> <p>注意事项: 苄氯有毒, 用注射器取用。第一不反应产物用红外灯进行烘干。</p>
<p>13. 2-乙基-2-己烯醛的制备</p>	<p>主要内容: 稀碱催化下丁醛发生羟醛缩合反应, 然后粗产物经分液漏斗分离、洗涤, 干燥、过滤, 减压蒸馏得到产物。</p> <p>实验目的: 掌握 2-乙基-2-己烯醛的制备, 熟悉羟醛缩合反应的一般原理及其在有机合成中的应用; 进一步掌握搅拌、滴加、控温、萃取、干燥以及减压蒸馏操作技术。</p>	<p>难点: 羟醛缩合反应的一般原理, 搅拌及减压蒸馏。</p> <p>注意事项: 产物对人有过敏作用, 不要直接接触皮肤。</p>

<p>14. 脱氢醋酸的制备</p>	<p>主要内容: 在热空气浴下, 碳酸氢钠催化三乙经刺型分馏装置脱除乙醇, 通过控制反应温度和流出乙醇的量来判断反应终点, 然后粗产物经水蒸气蒸馏提纯。</p> <p>实验目的: 掌握制备脱氢醋酸的原理及操作; 熟练掌握分馏和水蒸气蒸馏的操作。</p>	<p>难点: 反应重点的判断。</p> <p>注意事项: 产物的纯化与精制。</p>
<p>15. 2-硝基-1,3-苯二酚的制备</p>	<p>主要内容: 研细的间苯二酚与浓硫酸反应进行磺化, 然后降温进行硝化反应, 再经过水蒸汽蒸馏得到红色固体产品。</p> <p>实验目的: 掌握芳环上取代反应定位规律的应用; 巩固水蒸气蒸馏的操作技术。</p>	<p>难点: 反应初期温度的控制。</p> <p>注意事项: 防止水蒸气蒸馏时过热冲出。</p>
<p>16. 醋酸乙烯酯的乳液聚合</p>	<p>主要内容: 电动搅拌下醋酸乙烯单体、表面活性剂与蒸馏水混合, 与过硫酸钾反应, 控制温度和加料速度, 等反应结束后加入根据粘度状况进行整理。</p> <p>实验目的: 学习简单的高分子聚合反应的基本原理及方法。</p>	<p>难点: 乳液聚合原理, 反应体系中各种物料的作用, 温度的控制。</p> <p>注意事项: 防止加料太快, 放热而冲出。</p>
<p>17. 8-羟基喹啉的制备</p>	<p>主要内容: 甘油、邻硝基苯与邻氨基酚在浓硫酸存在下加热反应得到粗产物, 然后经过水蒸汽蒸馏、冷却、过滤、干燥即可。</p> <p>实验目的: 掌握 Skraup 反应制备喹啉的原理和操作; 熟练掌握水蒸气蒸馏操作; 掌握升华操作。</p>	<p>难点: 反应产率的计算。升华操作。</p> <p>注意事项: 加料初期防止剧烈反应物料冲出。</p>
<p>18. 微波辅助β-萘甲醚的合成</p>	<p>主要内容: 调整微波反应器, 然后将β-萘分与甲醇在酸催化下, 在微波中反应一段时间, 再经蒸馏、重结晶纯化产品。</p> <p>实验目的: 学习用微波合成化合物的方法。</p>	<p>难点: 微波合成器的使用操作。</p> <p>注意事项: 微波合成器的使用安全注意事项。</p>

二年级第二学期(126学时):

实验项目	主要内容及实验目的	难点及注意事项
1. 高锰酸钾的制备及性质	<p>主要内容: 制备高锰酸钾及了解不同酸度条件下锰的性质。</p> <p>实验目的: 了解碱熔法分解矿石以及电解高锰酸钾的原理和操作方法;掌握锰的各种价态之间的转化关系;学习设计高锰酸钾的分析方法。</p>	<p>难点: 不同价态锰离子的氧化特性。</p> <p>注意事项: 后处理时洗涤条件的控制。</p>
2. 硫酸铵中氮含量的测定	<p>主要内容: 以酸碱滴定法测定常见铵盐中氮的含量。</p> <p>实验目的: 了解弱酸强化的基本原理;掌握甲醛法测定铵盐中含氮量的方法和原理。</p>	<p>难点: 理解化学反应加强法应用于强碱滴定弱酸;如何选择指示剂。</p> <p>注意事项: 保证铵盐与甲醛的反应时间;使用甲醛时注意通风。</p>
3. 混合碱的测定(双指示剂法)	<p>主要内容: 以双指示剂法测定混合碱各组分的含量。</p> <p>实验目的: 掌握 HCl 标准溶液的配制标定过程;掌握强酸滴定二元弱碱的滴定过程、突跃范围及指示剂的选择原理。</p>	<p>难点: 在一个缓冲体系内指示剂的变色过程</p> <p>注意事项: 学会对照试验,确保读数误差尽量小以及碱式滴定管的使用。</p>
4. 天然水硬度的测定	<p>主要内容: 以络合滴定法测定天然水中钙、镁离子的总量。</p> <p>实验目的: 了解测定水的总硬度的方法;了解缓冲溶液在络合滴定中的作用;掌握铬黑 T 及 K-B 等指示剂的使用条件。</p>	<p>难点: 酸度控制在络合滴定中的应用。</p> <p>注意事项: 干扰离子对指示剂的影响及终点观察。</p>
5. 天然水高锰酸盐指数的测定	<p>主要内容: 以酸性高锰酸钾法测定天然水中还原产物的含量。</p> <p>实验目的: 初步了解环境分析的重要性及水样的采集和保存方法;学习高锰酸钾标准溶液的配备方法;了解酸性条件下高锰酸钾法测定化学耗氧量的原理和方法。</p>	<p>难点: 天然水的取样方法及预处理。</p> <p>注意事项: 污染程度与分析方法的选择;严格反应条件,确保反应速度。深色溶液的读数。</p>

<p>6. 铁矿石中铁含量的测定</p>	<p>主要内容: 以重铬酸钾法测定铁矿中铁的总量。</p> <p>实验目的: 了解重铬酸钾法测铁的原理和方法; 掌握用直接法配制标准溶液; 学会使用二苯胺磺酸钠指示剂。</p>	<p>难点: 了解不同铁矿的溶样方法。</p> <p>注意事项: 严格控制酸度和电对的电势差, 学会慢反应中的终点控制。</p>
<p>7. 铜合金中铜含量的测定</p>	<p>主要内容: 以间接碘量法测定铜合金中铜的含量。</p> <p>实验目的: 掌握 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的配制及标定要点; 了解淀粉指示剂的作用原理; 了解间接碘量法测定铜的原理; 学习铜合金试样的分解方法; 掌握以碘量法测定铜的操作过程。</p>	<p>难点: 利用电对的浓度比调整电对电势大小从而建立间接碘量法。</p> <p>注意事项: 有沉淀背景滴定终点不易观察, 指示剂择时加入。注意酸度控制, 防止碘的挥发。</p>
<p>8. 钢铁中镍含量的测定(丁二酮肟重量法)</p>	<p>主要内容: 重量法测定钢铁样品中的镍含量。</p> <p>实验目的: 了解有机沉淀剂在重量分析中的应用; 学习掌握烘干重量法及其玻璃沙芯漏斗的试验操作; 掌握微波炉用于干燥和恒重样品的方法。</p>	<p>难点: 有机沉淀剂的选择性及不同溶剂中的溶解度。</p> <p>注意事项: 掌握掩蔽各种干扰离子的及形成金属络合物的实验条件。</p>
<p>9. 维生素 B₂ 的荧光光度测定</p>	<p>主要内容: 以分子荧光法测定药片中维生素 B₂ 的含量。</p> <p>实验目的: 学习和掌握荧光光度分析法测定维生素 B₂ 的基本原理和方法; 熟悉荧光分光光度计的结构及使用方法。</p>	<p>难点: 分子荧光的产生机理。</p> <p>注意事项: 荧光分子测定波长的选择及其定量方法。</p>
<p>10. $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^- 混合液的分光光度分析</p>	<p>主要内容: 利用吸光度的加和性应用于混合物的分析。</p> <p>实验目的: 了解吸光光度法在测定多组分试样中的应用; 学会混合溶液的配制方法。</p>	<p>难点: 吸光度的加和性以及测定波长的选择方法。</p> <p>注意事项: 根据测定吸光度的误差要求调整混合溶液各组分的浓度。</p>

<p>11. 阿司匹林的合成、鉴定与含量的测定</p>	<p>主要内容: 合成乙酰水杨酸及测定产品的含量。</p> <p>实验目的: 掌握乙酰水杨酸的合成、鉴定及含量测定的方法;进一步熟练重结晶及熔点测定等基本操作;通过实践了解紫外光谱法、红外光谱法、核磁共振谱法在有机合成中的应用。</p>	<p>难点: 乙酰水杨酸的合成原理和条件控制。</p> <p>注意事项: 合成副产物的分离条件及紫外光度法测定波长的确定。</p>
<p>12. 铁氧体法处理含铬废水</p>	<p>主要内容: 以铁氧体法处理含铬废水及其残留量的测定。</p> <p>实验目的: 了解用铁氧体法处理含铬废水的原理和方法;巩固加热、酸碱滴定、固液分离等基本操作;学习用分光光度法测定铬的含量。</p>	<p>难点: 还原剂的加入量直接影响铁氧体的生成。</p> <p>注意事项: 铁氧体反应条件的掌握及胶体沉淀的处理方法。</p>
<p>13. 钴和铁的离子交换分离与测定</p>	<p>主要内容: 以阴离子交换树脂分离铁、钴离子及制作淋洗曲线。</p> <p>实验目的: 了解离子交换分离方法的应用;学习装柱、交换、淋洗等基本操作;学习制作淋洗曲线。</p>	<p>难点: 如何控制络阴离子向络阳离子的转变。</p> <p>注意事项: 淋洗速度对淋洗曲线的影响及两种显色体系酸度的严格控制。</p>
<p>14. 硅酸盐水泥的分析</p>	<p>主要内容: 以重量法测定水泥中二氧化硅的含量以及络合滴定法测定铁、铝、钙、镁离子的含量。</p> <p>实验目的: 学习非晶型沉淀的制备方法;复习重量分析的基本操作;了解复杂物质多组分的综合分析方法;熟悉掌握水泥分析的基本方法。</p>	<p>难点: 重量法对准确度的要求即对称量操作的严格要求。</p> <p>注意事项: 非晶型沉淀的形成条件及分离方法;多组分络合滴定分析的酸度条件选择。</p>

<p>15. 钴配合物的合成、组成分析和电子光谱测定</p>	<p>主要内容: 不同实验条件下合成三种钴配合物以及分析其各自组成。</p> <p>实验目的: 掌握钴氨配合物的性质和合成方法; 学习确定配合物组成的方法; 学习电导滴定、摩尔法等实验操作; 掌握通过测定配合物的电子光谱, 计算出不同配体的分裂能, 进一步了解光化学序列的方法。</p>	<p>难点: 不同组成的钴氨配合物配位方式与其性质之间的关系。</p> <p>注意事项: 不同产物对原料浓度的要求以及多种滴定分析方法的应用条件; 返滴定分析方法的适用条件。</p>
<p>16. 甲基橙的合成及解离常数的测定</p>	<p>主要内容: 合成酸碱指示剂甲基橙以及光度法测定其离解常数。</p> <p>实验目的: 学习偶联反应的实验原理和方法; 掌握低温反应操作技术; 掌握分光光度法测定一元弱酸(或弱碱)的解离常数的原理、步骤及实验数据的处理方法。</p>	<p>难点: 制备过程中的低温反应条件控制。光度方法在测定 pK_a 中的应用。</p> <p>注意事项: 重氮化的温度及亚硝酸盐浓度的控制; 产物结晶速度的掌握。</p>
<p>17. 糖精钴的合成和化学式的测定</p>	<p>主要内容: 制备糖精钠的钴配合物及测定其化学组成。</p> <p>实验目的: 制备水溶性配合物的基本方法; 练习制备较大晶体的基本操作; 掌握配合物化学式测定的基本方法</p>	<p>难点: 配合物的形成条件以及与结晶水的关系。</p> <p>注意事项: 为后处理方便注意结晶条件的掌握; 二甲酚橙指示剂的应用条件。</p>
<p>18. 复方乙酰水杨酸中多组分含量测定</p>	<p>主要内容: 溶剂萃取结合紫外光度法测定复方乙酰水杨酸中多组分含量。</p> <p>实验目的: 了解溶剂萃取法溶剂萃取分离法在药物分离及紫外光度分析中的应用; 学习在混合物重叠吸收情况下的数据处理方法。</p>	<p>难点: 了解药片中的多组分带来的相互干扰及其光谱特性。</p> <p>注意事项: 萃取条件的控制以及各组分吸收波长的选择方法。</p>

<p>19. 铅铋合金的测定</p>	<p>主要内容: Pb^{2+}、Bi^{3+}离子均能与 EDTA 形成 1:1 的络合物, 根据二者 $\lg K_{\text{稳}}$ 的较大差异, 故而利用酸效应控制不同的酸度, 对两离子进行分别的测定。</p> <p>实验目的: 学习利用控制酸度法和掩蔽方法共用; 根据副反应系数的大小, 设计出混合离子溶液分别测定的方法。</p>	<p>难点: 由副反应系数大小计算出不同离子被准确测定的酸度条件。</p> <p>注意事项: Bi^{3+}离子非常容易水解, 因此在溶解试样时要保证体系的高酸度, 对溶样器皿需用强酸预洗涤。</p>
---------------------------	---	--

制定人: 何 疆 陈保华 王 薇

审定人: 柳明珠、周蕊

批准人: 梁永民

日 期: 2012 年 6 月