

# 《大学化学实验-基础化学实验 II —仪器分析实验》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：大学化学实验-基础化学实验 II-仪器分析实验

所属专业：化学

课程性质：必修课

学 分：2 学分（72 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：**仪器分析实验是面向化学、放射化学专业本科生的重要基础实验课，主要为学生提供大型分析仪器的使用机会。

**目标与任务：**通过本实验课的学习，使学生了解各类现代分析仪器的分析原理，掌握仪器的基本构成、特点和应用，掌握常用仪器的基本操作，加深对仪器分析基础理论、基本知识的理解；培养学生对分析仪器发展趋势的认识，提高学生观察、分析和解决问题的能力，培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度，为他们将来的从事科研、教学、生产等领域的工作打下良好的基础。

#### 先修课程与后续相关课程：

**先修课程：**无机化学、分析化学、仪器分析、有机化学、物理化学等基础课，基础化学实验 I、普通物理实验。

**后续课程：**综合化学实验

### （三）教材与主要参考书

**教材：**兰州大学化学化工学院编著，大学化学实验基础化学实验 II，兰州大学出版社，2008。

#### 主要参考书：

1. 兰州大学化学化工学院编，大学化学实验——基础知识与技术，兰州大学出版社，2008。

2. 兰州大学化学化工学院编，大学化学实验——附录，兰州大学出版社，2008。

## 二、课程内容与安排

### 教学思路:

在教师的现场指导下让学生完成预先设计的实验内容，使学生了解现代分析仪器的原理及使用方法，培养学生利用大型分析仪器解决实际问题的能力。

### (一) 实验名称及学时分配

- 实验一 电感耦合等离子体发射光谱测定钢样中的 Mn、Ni、Cu、V、Ti (6 学时)
- 实验二 火焰原子吸收光谱法测定人发中的锌 (6 学时)
- 实验三 双波长紫外分光光度法测定间苯二甲酸中的对苯二甲酸 (6 学时)
- 实验四 红外光谱法测定未知化合物的主要结构 (6 学时)
- 实验五 核磁共振波谱法测定有机化合物的分子结构 (6 学时)
- 实验六 气相色谱质谱联用测定未知物的结构和组分含量 (6 学时)
- 实验七 荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸混合物二组分的含量 (6 学时)
- 实验八 X-射线粉末衍射-多晶体物相分析 (6 学时)
- 实验九 氟离子选择性电极测定废水中微量氟 (6 学时)
- 实验十  $K_3[Fe(CN)_6]$  /  $K_4[Fe(CN)_6]$  的循环伏安法测定 (6 学时)
- 实验十一 离子色谱测定矿泉水中  $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $NO_3^-$  和  $SO_4^{2-}$  (6 学时)
- 实验十二 液相色谱法测定饮料中的添加剂苯甲酸钠、山梨酸钾 (6 学时)
- 实验十三 薄层色谱法测定非那西汀和阿司匹林 (6 学时)
- 实验十四 正己烷、正庚烷、正丁醇混合物的气相色谱分离测定 (6 学时)
- 实验十五 扫描隧道显微镜成像分析 (6 学时)
- 实验十六 原子力显微镜成像分析 (6 学时)

### 考核方式:

最终成绩由各个实验成绩平均得到，每个实验按预习 10%，基本操作 40%、实验结果、报告 40%，纪律、卫生 10% 的权重分别打分。

## (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. 电感耦合等离子体发射光谱测定钢样中的 Mn、Ni、Cu、V、Ti	<p><b>主要内容:</b> 配制 Mn、Ni、Cu、V、Ti 的混合标准溶液, 湿法溶解约 3 克钢样, 测定溶解液中 Mn、Ni、Cu、V、Ti 浓度, 计算钢样中这些金属的含量。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 掌握电感耦合等离子体原子发射光谱定量分析的原理及特点; 2. 学习了解光电直读光谱仪的基本操作技术; 3. 学会溶解钢样的方法。</p>	<p><b>难点:</b> 电感耦合等离子体发射光谱的原理和仪器构成。</p> <p><b>注意事项:</b> 1. 消解时需特别注意安全; 2. 一切仪器操作需征得指导教师同意, 并需指导教师在场。</p>
2. 火焰原子吸收光谱法测定人发中的锌	<p><b>主要内容:</b> 称取一定量经洗涤干燥的头发样品, 经浓硝酸-高氯酸消化后定容, 分别用标准曲线法和标准加入法测定人发中微量元素锌。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 了解原子吸收光谱法的基本原理; 2. 掌握原子吸收分光光度计的使用方法; 3. 熟悉两种常用的定量分析方法。</p>	<p><b>难点:</b> 原子吸收光谱法理论基础、火焰原子化法、标准加入法、标准曲线法、化学干扰、背景干扰及校正、灵敏度和检测限的计算。</p> <p><b>注意事项:</b> 注意乙炔安全。</p>
3. 双波长紫外分光光度法测定间苯二甲酸中的对苯二甲酸	<p><b>主要内容:</b> 分别绘制 210-300nm 波长范围内苯二甲酸和间苯二甲酸的吸收谱图, 确定对苯二甲酸的最大吸收波长<math>\lambda_1</math>, 选择满足<math>\Delta A = 0</math>的<math>\lambda_2</math>组成波长对, 分别以单波长和双波长法测定对苯二甲酸的含量。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 学会在紫外区利用有机物本身的吸收光谱进行定量测定; 2. 了解双波长法测定吸收光谱相互重叠的混合物中单一组分的方法。</p>	<p><b>难点:</b> 双波长法的原理和波长的确定。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守实验室规范。</p>
4. 红外光谱法测定未知化合物的主要结构	<p><b>主要内容:</b> 分别用 KBr 压片法、糊状法、薄膜法和液膜法分别制备固体粉末、聚合物等试样, 测定并解析这些试样的红外光谱图。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 掌握红外光谱分析中各种物态试样的制备方法; 2. 了解如何从红外光谱图中识别基团以及如何从这些基团确定未知化合物的主要结构。</p>	<p><b>难点:</b> 从红外光谱图中识别基团以及如何从这些基团确定未知化合物的主要结构。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守实验室规范。</p>

5. 核磁共振波谱法测定有机化合物的分子结构	<p><b>主要内容:</b> 记录几种有机物的 <math>^1\text{H-NMR}</math> 谱图, 并解析它们的分子结构。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 了解核磁共振波谱仪的结构及应用, 掌握仪器操作; 2. 学习核磁共振谱图的解析及分子结构推断。</p>	<p><b>难点:</b> 利用核磁共振波谱解析有机化合物结构。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守实验室规范。</p>
6. 气相色谱质谱联用测定未知物的结构和组分含量	<p><b>主要内容:</b> 以二氯甲烷、甲苯和正十二烷的混合物为测试样品(有机物可以自己选定), 在起始温度为 <math>50^\circ\text{C}</math>, 最终温度为 <math>180^\circ\text{C}</math>, 升温速率为 <math>10^\circ\text{C}/\text{min}</math> 条件下将此混合物分离。然后, 用仪器所带的数据库并结合所学的质谱解析知识, 确定未知物的结构。将总离子流图进行积分, 给出混合物中各种成分的相对含量。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 了解气相色谱质谱联用仪器的工作原理, 掌握分析软件的操作; 2. 学习利用质谱图确定有机物结构的方法; 3. 掌握气相色谱质谱定量分析方法。</p>	<p><b>难点:</b> 利用质谱解析有机化合物结构, 质谱裂解中的重排反应。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守高真空仪器的操作规程。</p>
7. 荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸混合物二组分的含量	<p><b>主要内容:</b> 分别在两个酸度下测定混合物的荧光发射强度, 利用两种化学物在两个不同酸度下的荧光强度差别, 测定混合物中各组分的含量。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 学习荧光分析法的基本原理和仪器的操作方法; 2. 用荧光分析法进行多组分含量测定。</p>	<p><b>难点:</b> 根据荧光化合物的特性选择测试条件和仪器参数。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守实验室规范。</p>
8. X-射线粉末衍射-多晶体物相分析	<p><b>主要内容:</b> 用旋转阳极 X-射线衍射仪获取多晶样品的 X-射线衍射谱图, 用布拉格方程和消光规律来处理衍射数据, 结合晶系规律, 得到衍射的基本结果, 进行混合样品的物相分析。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 学习 X-射线粉末衍射的原理; 2. 掌握 X-射线粉末衍射仪的使用; 3. 学会混合样品的物相分析。</p>	<p><b>难点:</b> 样品的研磨程度和粒度控制、混合样品的物相分析。</p> <p><b>注意事项:</b> 高电压仪器的安全操作流程。</p>

<p>9. 氟离子选择性电极测定废水中微量氟</p>	<p><b>主要内容:</b> 活化氟离子选择性电极, 配制总离子强度络合缓冲溶液, 测量氟离子选择性电极对氟离子的响应线性范围及能斯特斜率并测定废水样品中氟离子的含量。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 熟悉酸度计的使用方法; 2. 了解电位测定法的基本原理与应用; 3. 学习并掌握氟离子选择性电极测定微量 F<sup>-</sup>离子的原理和测定方法; 4. 了解总离子强度调节缓冲溶液的意义和作用。</p>	<p><b>难点:</b> 氟离子选择性电极的结构、性能及响应原理。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守实验室规范。</p>
<p>10. K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]/K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]的循环伏安法测定</p>	<p><b>主要内容:</b> 用抛光预处理的玻碳电极做工作电极, 铂丝电极为辅助电极, 饱和甘汞电极为参比电极, 组成三电极电化学测试系统, 分别记录不同浓度 K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]溶液及不同扫描速率下的 K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]溶液下的循环伏安图, 计算氧化峰电位与还原峰电位的差值 <math>\Delta E_p</math> 及氧化峰电流与还原峰电流的比 <math> i_{pa}/i_{pc} </math>, 以此判断电极反应的可逆性。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 学习固体电极表面的处理方法; 2. 掌握循环伏安法的实验原理、实验参数的确定以及实验数据的分析处理; 3. 掌握用循环伏安法判断电极过程的可逆性; 4. 学会使用电化学工作站的循环伏安法操作技术。</p>	<p><b>难点:</b> 氟离子选择性电极的结构、性能及响应原理。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守实验室规范。</p>
<p>11. 离子色谱测定矿泉水中 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>和 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup></p>	<p><b>主要内容:</b> 用保留时间定性、外标法定量分析矿泉水中的阴离子。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 了解离子色谱仪的特点和用途; 2. 掌握用离子色谱仪测定阴离子的方法。</p>	<p><b>难点:</b> 离子色谱的分离原理和检测原理, 定性、定量分析的方法, 谱图的再处理与准确定量。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守实验室规范。</p>

<p>12. 液相色谱法测定饮料中添加剂苯甲酸钠、山梨酸钾</p>	<p><b>主要内容:</b> 以 C18 键合反相柱为固定相, 甲醇乙酸铵溶液为流动相, 分离苯甲酸钠和山梨酸钾, 绘制标准曲线。对饮料样品进行简单处理后, 相同条件下分离测定, 根据保留时间和峰面积进行定性定量分析。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 学习实际样品的简单处理方法; 2. 掌握用高效液相色谱仪分离测定样品的操作方法。</p>	<p><b>难点:</b> 液相色谱的分离机理, 塔板理论。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守实验室规范。</p>
<p>13. 薄层色谱法测定非那西汀和阿司匹林</p>	<p><b>主要内容:</b> 制备 GF-254 硅胶薄层板, 标准溶液与样品在相同条件下点样, 用乙酸乙酯-冰醋酸展开, 扫描并用峰高定量计算非那西汀和阿司匹林含量。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 了解薄层色谱的原理; 2. 掌握薄层板的制备及薄层色谱操作技术。</p>	<p><b>难点:</b> 薄层板的制备和点样等操作。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守实验室规范。</p>
<p>14. 正己烷、正庚烷、正丁醇混合物的气相色谱分离测定</p>	<p><b>主要内容:</b> 利用 SE30 填充柱热导检测器分离测定正己烷、正庚烷、正丁醇混合物, 利用保留值判断各个色谱峰代表的物质, 进行归一化定量, 计算正丁醇的保留指数, 计算正己烷的理论塔板数及塔板高度。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 初步掌握设定气相色谱工作条件的方法; 2. 掌握定性定量分析的基本方法; 3. 熟悉 SP—3420 气相色谱仪的操作。</p>	<p><b>难点:</b> 气相色谱工作条件选择。</p> <p><b>注意事项:</b> 遵守实验室规范。</p>
<p>15 扫描隧道显微镜成像分析</p>	<p><b>主要内容:</b> 利用扫描隧道显微镜观测石墨样品表面的形貌, 并计算石墨原子半径等。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 了解扫描隧道显微镜的原理和结构; 2. 学会扫描隧道显微镜的操作和调试过程; 3. 学会用扫描隧道显微镜观测样品的表面形貌。</p>	<p><b>难点:</b> 扫描隧道显微镜的原理和结构。</p> <p><b>注意事项:</b> 严格遵守操作规程, 以免损坏针尖。</p>
<p>16. 原子力显微镜成像分析</p>	<p><b>主要内容:</b> 利用原子力显微镜观测基础光栅样品的表面形貌。</p> <p><b>实验目的:</b> 1. 学习和了解原子力显微镜的原理和结构; 2. 学会原子力显微镜的操作和调试过程, 3. 学会用原子力显微镜观测样品的表面形貌。</p>	<p><b>难点:</b> 原子力显微镜的原理和结构。</p> <p><b>注意事项:</b> 严格遵守操作规程, 以免损坏针尖。</p>

制定人：仪器分析实验课程组

审定人：柳明珠、周蕊

批准人：梁永民

日期：2012年6月