

《检测化学实验》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：检测化学实验

所属专业：地球化学

课程性质：指选

学分：1 (36 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

检测化学实验是面向地球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实际操作机会。

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

普通化学、物理化学等基础课，普通化学实验、普通物理实验。

后续课程

无

(三) 教材与主要参考书。

教材

《大学化学实验——基础化学实验 II》，兰州大学化学化工学院编，兰州大学出版社，2008 年 8 月第 2 版。

《基础化学实验 II 仪器分析部分》讲义（电子版）。

主要参考书

《大学化学实验——基础知识与技术》，兰州大学化学化工学院编，兰州大学出版社，2008年8月第2版。

《大学化学实验——附录》，兰州大学化学化工学院编，兰州大学出版社，2008年8月第2版。

二、课程内容与安排

(一) 实验名称及学时分配

仪器分析实验概论 (1 学时)

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 (5 学时)

实验二 核磁共振波谱法测定有机化合物的分子结构 (5 学时)

实验三 气相色谱质谱联用测定未知物的结构和组分含量 (5 学时)

实验四 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 (5 学时)

实验五 X-射线粉末衍射-多晶体物相分析 (5 学时)

实验六 液相色谱法测定饮料中的添加剂苯甲酸钠、山梨酸钾 (5 学时)

实验七 原子力显微镜成像分析 (5 学时)

(二) 实验内容 (简介) 及实验目的 (各个实验分别介绍!)

仪器分析实验概论

主要内容:

全面介绍实验内容、实验目的、实验安排、实验记录要求和实验室规范等, 强调实验安全注意事项。

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

主要内容:

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。

实验目的:

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。

实验二 核磁共振波谱法测定有机化合物的分子结构

主要内容:

记录几种有机物的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图, 并解析它们的分子结构。

实验目的:

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。

实验三 气相色谱质谱联用测定未知物的结构和组分含量

主要内容:

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 50°C , 最终温度为 180°C , 升温速率为 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 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。

实验目的:

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

实验四 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

主要内容:

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。

实验目的:

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。

实验五 X-射线粉末衍射-多晶体物相分析

主要内容:

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。

实验目的:

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。

实验六 液相色谱法测定饮料中添加剂苯甲酸钠、山梨酸钾

主要内容:

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。

实验目的:

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。

实验七 原子力显微镜成像分析

主要内容:

利用原子力显微镜观测基础光栅样品的表面形貌。

实验目的:

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;

(三) 难点及注意事项 (各个实验分别介绍!)

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

【难点】 电感耦合等离子体发射光谱的原理和仪器构成

【注意事项】

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。

实验二 核磁共振波谱法测定有机化合物的分子结构

【难点】利用核磁共振波谱解析有机化合物结构

【注意事项】遵守实验室规范

实验三 气相色谱质谱联用测定未知物的结构和组分含量

【难点】利用质谱解析有机化合物结构，质谱裂解中的重排反应

【注意事项】遵守高真空仪器的操作规程

实验四 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

【难点】根据荧光化合物的特性选择测试条件和仪器参数

【注意事项】遵守实验室规范

实验五 X-射线粉末衍射-多晶体物相分析

【难点】样品的研磨程度和粒度控制、混合样品的物相分析

【注意事项】高电压仪器的安全操作流程

实验六 液相色谱法测定饮料中添加剂苯甲酸钠、山梨酸钾

【难点】液相色谱的分离机理，塔板理论。

【注意事项】遵守实验室规范

实验七 原子力显微镜成像分析

【难点】原子力显微镜的原理和结构

【注意事项】严格遵守操作规程，以免损坏针尖

制定人：仪器分析实验课程组

审定人：化学化工学院教学指导委员会

批准人：化学化工学院教学指导委员会

日期：2016年5月