

四川轻化工大学课程实施大纲

|  |
| --- |
| **课程名称：近代分析测试技术** |
| **授课班级：应化专业四年级学生** |
| **任课教师： 付大友** |
| **工作部门：化学工程学院** |
| **联系方式：**  **邮箱：[425105638@](mailto:zhengwenjiang1989@163.com)**qq.com  **联系电话：13980235636，校内短号 62102** |

**四川轻化工大学 制**

**2022年9月**

**《近代分析测试技术》课程实施大纲**

**基本信息**

|  |
| --- |
| 课程代码：16233001  课程名称：近代分析测试技术  学 分：2  总 学 时：32  学 期：化学工程学院学生第5或6学期。  上课时间：周二第7,8节（第10-17周）；周五第1,2节（第10-17周）  上课地点：N1-421  答疑时间和方式：课间答疑，办公室答疑，电子邮件答疑  答疑地点：课前答疑在上课教室，办公室答疑在第二实验楼343  授课班级：应化专业四年级学生  任课教师：付大友  学 院：化学工程学院  邮 箱：425105638@qq.com  联系电话：13980235636，校内短号62102 |

**目 录**

[1 教学理念 5](#_Toc81332884)

[1.1关注学生的发展 6](#_Toc81332885)

[1.2关注教学的有效性 6](#_Toc81332886)

[1.3关注教学的策略 6](#_Toc81332887)

[1.4关注教学价值观 6](#_Toc81332888)

[2．课程介绍（课程描述） 7](#_Toc81332889)

[2.1课程的性质 7](#_Toc81332890)

[2.2课程在学科专业结构中的地位、作用 7](#_Toc81332891)

[2.3课程的前沿及发展趋势 7](#_Toc81332892)

[2.4学习本课程的必要性 7](#_Toc81332893)

[3．教师简介 8](#_Toc81332894)

[3.1教师的职称、学历 8](#_Toc81332895)

[3.2教育背景 8](#_Toc81332896)

[3.3 研究方向（兴趣） 8](#_Toc81332897)

[4．预修课程（先修课程） 8](#_Toc81332898)

[5. 课程目标 8](#_Toc81332899)

[5.1 知识与技能方面 8](#_Toc81332900)

[5.2 过程与方法方面 9](#_Toc81332901)

[5.3 情感、态度与价值观方面 9](#_Toc81332902)

[6. 课程内容 9](#_Toc81332903)

[6.1 课程的内容概要 9](#_Toc81332904)

[6.2 教学重点、难点及参考学时 11](#_Toc81332905)

[7. 课程教学实施 14](#_Toc81332906)

[7.1 教学单元一 14](#_Toc81332907)

[7.2 教学单元二 18](#_Toc81332908)

[7.3 教学单元三 24](#_Toc81332909)

[7.4教学单元四 27](#_Toc81332910)

[7.5教学单元五 30](#_Toc81332911)

[7.6教学单元六 34](#_Toc81332912)

[7.7教学单元七 38](#_Toc81332913)

[7.8教学单元八 41](#_Toc81332914)

[7.9教学单元九 46](#_Toc81332915)

[7.10教学单元十 50](#_Toc81332916)

[7.11教学单元十一 52](#_Toc81332917)

[7.12教学单元十二 54](#_Toc81332918)

[7.13教学单元十三 58](#_Toc81332919)

[7.14教学单元十四 64](#_Toc81332920)

[7.15教学单元十五 67](#_Toc81332921)

[7.16教学单元十六 70](#_Toc81332922)

[8.课程要求 73](#_Toc81332923)

[8.1 学生自学要求 73](#_Toc81332924)

[8.2 课外阅读要求 73](#_Toc81332925)

[8.3 课堂讨论要求 73](#_Toc81332926)

[8.4 课程实践要求 73](#_Toc81332927)

[9.课程考核方式及评分规程 73](#_Toc81332928)

[9.1 出勤、作业、报告 73](#_Toc81332929)

[9.2 成绩的构成及评分规则说明 74](#_Toc81332930)

[9.3 考试形式及说明 74](#_Toc81332931)

[10. 学术诚信规定 74](#_Toc81332932)

[11.课堂规范 75](#_Toc81332933)

[11.1学生课堂纪律与礼仪：依据四川轻化工大学相关规定 75](#_Toc81332934)

[11.2 任课教师课堂规范：依据四川轻化工大学相关规定 75](#_Toc81332935)

[12.课程资源 75](#_Toc81332936)

[12.1. 建议教材：李占双、景晓燕、王君《近代分析测试技术》北京理工大学出版社 75](#_Toc81332937)

[12.2. 主要参考文献： 75](#_Toc81332938)

[12.3. 专业刊物 75](#_Toc81332939)

[12.4. 网络课程资源 76](#_Toc81332940)

[12.5. 课外阅读资源： 76](#_Toc81332941)

[13. 教学合约 76](#_Toc81332942)

[13.1. 合作双方阅读课程实施大纲，理解其内容； 76](#_Toc81332943)

[13.2. 合作双方同意遵守课程实施大纲中的各项内容，并签字。 76](#_Toc81332944)

[14. 其他必要说明 76](#_Toc81332945)

# 教学理念

## 1.1关注学生的发展

教学的目的是为了帮助学生更好地成长，协助学生探索自我，发现自我，进而实现自我，提高学生的全面素质。关注学生的“主体地位”，发展人的主观能动性，追求人的全面发展。在教学过程中，注意角色的分配互换，培养学生自主学习的能力，体现以学生为本的教学理念。

## 1.2关注教学的有效性

教学活动是“教”与“学”的有机统一，要使教学活动顺利有效进行，就要求教师和学生双方具有足够的热情。“兴趣是最好的老师”，授课过程中，教师必须要有激情，才能激发学生的听课兴趣，才能有效提高学生学习的效果。教师要创设各种情境诱发学生的求知欲；教师是提出矛盾，引起学生的疑惑；教师以生动的实例，描述枯燥的概念，使比较抽象的内容变得通俗形象；教师利用思辨问题或实验结论作引导，这样既可激发学生的学习兴趣又可启发学生的思考。

## 1.3关注教学的策略

在课堂教学中，我将运用各种有效策略，激发学生求知欲，使学生爱学，使学生能学，提高课堂教学效益，为学生终身发展奠定良好的基础。系统的分析教材，准确地把握知识之间的纵横联系，把握每个知识点在教材系统中所处的位置，在充分理解后，做出准确定位。创造宽松的教学环境，实现良好的教学互动，注重学生学习情感体验的及时反馈。

## 1.4关注教学价值观

在强调学习基本知识的过程中，潜移默化地培养学生积极的人生态度，正确的价值观、人生观和科学的世界观，使学生在学习知识的过程中学会正确的价值选择，逐步具有社会责任感，努力为人民服务，树立远大理想。教师应该在思想观念上实现重大转变，充分利用教材和各种有用信息对学生进行培养。以宽松的课堂教学氛围，以幽默的话语、尊重和赞赏，正确引导与启发学生，使学生在会心的笑容中轻松掌握知识与方法，并敢于表达自己的情感体验及对自己、同伴、或老师作出合理的评价，使每个学生在这方面都能得到更好的发展。

# 2．课程介绍（课程描述）

## 2.1课程的性质

近代分析测试技术是针对应用化学、工艺等专业本科生而开设的复合培养选修课，主要学习化学发光法、化学与生物传感器、自动分析系统、联用分析技术、热分析、X射线衍射分析、电子显微分析技术等内容。为开展课题研究、研读科技资料、完成毕业论文与设计提供分析方法及相关理论基础。本课程对学生知识的学习、运用能力和综合素质的培养具有十分重要的作用。

## 2.2课程在学科专业结构中的地位、作用

近代分析测试技术作为应用化学、工艺等专业的选修课程，使学生掌握现代实验室测试及表征的常规分析方法，是有利的分析检测工具，为其他学科提供丰富的检测数据，进而为其提供直接的实验理论依据。要求学生熟练掌握各类分析测试技术的基本原理、测定方法以及仪器的重要的组成部分，并了解分析方法的对象和过程，为以后工作、科研及进一步深造做好必要的铺垫。

## 2.3课程的前沿及发展趋势

从近代分析测试技术的发展进程来看，由于相关学科间的相互渗透，特别是一些重大的科学发现，为许多新的测试分析方法的建立打下了良好的基础，因此这也是一门新颖的交叉学科。

## 2.4学习本课程的必要性

随着科学技术的快速发展，各种先进的测试技术不断涌现，传统的分析方法逐渐被现代分析方法取代。作为鉴定物质及测定其结构的诸多测试技术，与电子学、计算机科学紧密结合，已成为物质结构分析中的重要方法，在化学、化工、药学等领域发挥广泛的作用。涉及多种测试方法的基本原理、特征、规律及解析技术的近代分析测试技术课程是一门集现代物理学理论和化学知识与一体的综合课程，该课程主要教学目的是使学生掌握常用仪器分析方法的原理和仪器的简单结构，了解常用的分析测试技术。要求初步具备根据分析的目的，结合相关测试技术方面的知识，选择适当分析方法的能力。对当代大学生来讲，是很有必要的。

# 3．教师简介

## 3.1教师的职称、学历

任课教师：付大友；职称：教授；学历：研究生

## 3.2教育背景

1984/09-1988/07，成都科技大学（现四川大学），分析化学，理学学士；

1992/09-1995/06，华东理工大学，应用化学，工学硕士。

## 3.3 研究方向（兴趣）

分析测试新方法、新技术领域；

# 4．预修课程（先修课程）

先修课程为《分析化学》、《无机化学》、《物理化学》、《有机化学》、《仪器分析》等。

# 5. 课程目标

## 5.1 知识与技能方面

通过本门课程的学习，掌握近代分析测试技术的基础知识、基本理论、基本技能，具备运用所学知识正确选择分析方法的能力，以及进行简单分析方法研发的能力。

1. 通过本课程知识的系统学习，培养学生解决实际问题的能力，具备运用所学知识正确选择分析方法的能力，依据实际工作需要，研究开发简单的新分析方法的能力；

2. 通过学习一些不同模块的基本分析方法，具备在不同场合选用不同分析方法处理实际问题的能力；

3. 通过对基本原理、基本实验的讲授，培养学生从分析方法的基本原理出发，观察、分析、综合、归纳众多影响因素，从中找出问题的主要方面，运用所学知识解决分析问题的科学思维能力和创新思维能力；

4. 通过本课程学习，培养学生的自学能力和独立工作能力，能根据所处理问题的需要，寻找、阅读有关手册、参考书、文献资料并理解其内容。

## 5.2 过程与方法方面

通过本课程的学习，让学生了解近代分析测试技术在科学研究中的作用以及分析测试技术的发展趋势。课程的基本任务是使学生掌握基本的分析测试方法和原理，能根据实际任务合理选择分析方法和测试条件，解决生产和科研中的测试问题。通过本课程的学习，使学生了解一个问题从基础理论到解决方案实现的过程，培养学生的思维能力，使学生在运用所学知识处理实际问题具有科学的方法和手段。

## 5.3 情感、态度与价值观方面

培养学生学习的兴趣，探究科学问题的精神，积极进取和实事求是的学习态度。

# 6. 课程内容

## 6.1 课程的内容概要

说明：针对不同专业的学生，讲授的具体内容将根据实际情况有所微调。

表 1 仪器分析课程的内容概要

|  |  |
| --- | --- |
| 章节 | 教学内容 |
| 第一章 绪论 | 1分析测试技术的发展概述  2 计算机技术分析仪器  3分析测试仪器性能指标  4分析测试方法选择 |
| 第二章  化学发光分析 | 1概述  2 化学发光分析原理  3化学发光试剂  4化学发光仪器装置  5 化学发光法应用  6生物发光分析简介 |
| 第三章  自动分析技术 | 1概述  2连续流动分析技术  3流动注射分析  4微型全分析系统  5微流控分析芯片加工技术  6微流控分析芯片的应用 |
| 第四章  化学与生物传感器 | 1概述  2 化学与生物传感器中的换能器  3化学与生物传感器中的识别元件  4常见的化学与生物传感器 |
| 第五章  联用分析 | 1 色谱联用分析技术  2 ICP-MS分析技术 |
| 第六章  热分析技术 | 1 概述  2热重法  3差热分析  4差示扫描热分析  5热分析技术的应用 |
| 第七章  X射线分析 | 1 X射线的产生及其性质  2 X射线衍射分析  3 X射线荧光分析 |
| 第八章  电子显微分析 | 1光学显微镜的局限性  2透镜电子显微镜  3扫描电子显微镜  4原子力显微镜（电子探针） |

## 6.2 教学重点、难点及参考学时

**表2 仪器分析课程教学重点、难点及参考学时**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **章节** | **参考学时** | **教学重点、难点** |
| **第一章 绪论**  **第二章化学发光分析**  **第三章自动分析技术**  **第四章化学与生物传感器**  **第五章 联用分析**  **第六章**  **热分析技术**  **第七章X射线分析**  **第八章 电子显微分析技术** | 3学时  4学时  5学时  4学时  4学时  4学时  4学时  4学时 | **重点、难点：**分析测试技术的发展趋势、分析化学分类、计算机技术发展对分析仪器的作用、分析仪器的性能指标。  **重点：**  **1、化学发光基本原理；**  **2、化学发光试剂。**  **难点：**  **1、化学发光装置；**  **2、化学发光分析方法的应用。**  **重点：**  **1、连续流动分析原理；**  **2、连续流动分析仪器结构。**  **难点：**  **1、微流控芯片技术。**  **重点：**  **1、化学与生物传感器的概念；**  **2、化学与生物传感器的识别元件。**  **难点：**  **1、化学与生物传感器的工作原理；**  **2、化学与生物传感器的应用。**  **重点：**  **1、ICP-MS、GC-MS、LC-MS联用的接口技术；**  **难点：**  **1、ICP-MS、GC-MS、LC-MS联用的应用；**  **重点：**  **1、热分析的原理；**  **2、热重法、差热分析法、差示扫描量热法基本原理；**  **难点：**  **1、三种热分析方法的应用；**  **重点：**  **1、布拉格方程等X射线衍射分析的基本理论；**  **2、X射线衍射图谱的分析处理和物相分析方法；**  **3、X射线荧光定性定量分析方法。**  **难点：**  **1、X射线的产生、性质、与物质的相互作用；**  **2、X射线分析的应用。**  **重点：**  **1、电子与物质的作用；**  **2、透射电镜、扫描电镜、电子探针的检测原理。**  **难点：**  **1、透射电镜、扫描电镜、电子探针的结构及原理；**  **2、样品的制备；**  **3、电子显微分析的应用。** |

# 7. 课程教学实施

## 7.1 教学单元一

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 1/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1）了解本门课程涉及的主要内容，包括哪些分析测试技术；  （2）了解各类分析测试技术法在科学研究中的应用；  （3）了解近代分析测试技术的发展趋势，不同方法联用，各学科互相渗透。 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**分析测试技术的概念、分类及特点，分析测试方法方法与传统化学分析的联系。  **重点：**计算机技术发展对分析仪器的作用。  **难点**：分析仪器的性能指标。 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| **近代分析测试技术简介**   1. 近代分析测试技术的发展   近代分析测试技术是分析化学的最新发展成果；人类有科技就有化学，化学从分析化学开始。    拉瓦锡（A. L. Lavoisier) (1743~1794)为化学引进了极为重要的定量测量观念和方法，从而诞生了分析化学。分析化学的发展分为三个阶段：  第一次变革，19世纪末至20世纪，确立四大化学平衡，出现了X-射线法、放射线法、光谱法、红外法、极谱法、色谱法、质谱法等一些列新兴的分析测试方法，分析化学从经典分析化学发展到现代分析化学；  第二次变革，19世纪末至20世纪末，物理学和化学的许多重大发现，推动了仪器分析的发展，称为分析化学的第二次变革；  第三次变革，20世纪八十年代至今，分析化学开始突破原来化学的范畴，发展称为一门新兴学科，分析科学。    （2）分析化学的分类  按原理分：化学分析、仪器分析  按分析任务分：定性分析、定量分析、结构分析、形态分析  按分析对象分：无机分析、有机分析、生物分析、环境分析  按试样用量及操作规模分：常量、半微量、微量和超微量分析  按待测成分含量分析：常量组分、微量组分、痕量组分、超痕量组分  （3）分析化学发展趋势    （4）分析测试技术应用  社会：体育（兴奋剂）、生活产品质量（鱼新鲜度、食品添加剂、农药残留量）、环境质量（污染实时检测）、法庭化学（DNA技术，物证）。  化学：新化合物的结构表征、分子层次上的分析方法。  生命科学：DNA测序、活体检测。  药物：天然药物的有效成分与结构，构效关系研究。  地学与环境科学：地质分析、环境监测、污染物分析。  材料科学：新材料、结构与性能。  外层空间探索：微型、高效、自动、智能化仪器。  （5）计算机技术与分析仪器  计算机对仪器分析发展的促进作用：分析自动化、新分析仪器发展、提高仪器性能、促进分析智能化，网络化，人性化  计算机与分析仪器接口技术：计算机数据采集与控制、计算机控制与数模转化器、数据采集与模/数转化器。 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 引导学生学习分析测试技术课程的兴趣，从化学分析着手引入仪器分析、分析测试技术的概念，向学生传达这样的理念：分析测试技术是现代工业生产和科学研究不可或缺的手段。作为应用化学专业的学生，应对近代分析测试技术方法有一定程度的了解。 | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 课后作业：谈谈绪论部分学习体会1.本章学习内容概括总结；2.浅谈学习本章的体会（不少于500字）。  作业递交时间：下一次课前交。  课后反思：学习分析测试技术的目的是什么，生产生活是如何与分析测试技术紧密相关的？ | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 要求学生回顾分析化学和仪器分析的相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 本课程使用教材； PPT第一章“绪论”部分 | | | | | | |

## 7.2 教学单元二

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 2/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| 1. 掌握分析测试技术的性能指标 2. 掌握分析测试方法的选择 3. 掌握化学发光的基本概念和基本分析原理 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**分析测试方法的性能指标、分析测试方法分类  **重点：1.**分析测试技术的性能指标；  2.化学发光分析的基本原理  **难点**：分析测试方法的选择。 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| **一、分析测试技术绪论部分**  （1）分析仪器性能指标  1）精密度  是指多次重复测定同一量时各测定值之间彼此符合的程度，表示测定过程中随机误差的大小。  2）准确度  是指在一定条件下多次测定的平均值与真值相符合的程度。  3）灵敏度  区别具有微小浓度差异分析物能力的度量。反映了仪器或方法识别微小浓度或含量变化的能力，也就是说，当浓度或含量有微小变化时，仪器或方法均可以觉察出来。  4）检测线  能产生一个确证在试样中存在被测组分的分析信号所需要的该组分的最小含量或最小浓度。  5）分辨率  又称分辨力和分辨本领，是指仪器能区分开最邻近所示量值的能力。不同类型仪器分辨率指标各不相同：光谱仪器指将波长相近两谱线(或谱峰)分开的能力;质谱仪器指分辨两相邻质量组分质谱峰的分辨能力。  6）稳定性  是指在规定的工作条件下，仪器保持其计量特性不变的能力。在检验仪器的稳定性时，主要是指仪器响应值随时间的变化特性。稳定性可用噪声（noise）和漂移（drift）两个参数来表征。  7）线性范围  样品中待测物含量是否在仪器测量的线性动态范围内。  8）选择性  选择性是指避免试样中含有其他组分干扰组分测定的程度。没有一个分析方法能完全避免其他组分干扰，因而降低干扰是分析常需要的步骤。  9）响应速度  响应速度是指仪器对检测信号的反应速度，定义为仪器达到信号总变化量一定百分数所需的时间。  （2）仪器分析测试方法的选择  仪器分析测试方法包括以下六大类：    第二章 化学发光分析  1.概述  （1）分子发光分析的产生及分类  某些物质的分子吸收一定能量后，电子从基态跃迁到激发态，以光辐射的形式从激发态回到基态，这种现象称为分子发光，在此基础上建立起来的分析方法为分子发光分析法。  根据分子受激时所吸收能源及辐射光的机理不同分为以下几类：  光致发光：以光源来激发而发光  电致发光：以电能来激发而发光—原子发射光谱法  生物发光：以生物体释放的能量激发而发光  化学发光：以化学反应能激发而发光—化学发光分析法   1. 化学发光定义   由化学反应产生能量,吸收了化学反应能的原子或分子由激发态回到基态时产生的这一光辐射现象叫化学发光.   1. 化学发光简史   公元前300年,人们观察到天然的生物发光.  1877年,Redziszewski 首次报道洛吩碱(Lophine,2,4,5-三苯基咪唑)在碱性介质中与氧反应发出金黄色的光--"人为的"化学发光.  1928年,Albrecht报道了鲁米诺(3-氨基苯二甲酰肼)在碱性介质中的化学发光行为.  1929年,Harvey在电解碱性鲁米诺发现电极附近有发光现象,即文献记载的最早的电致化学发光.  1935年,Gleu和Petsch第一个报道了光泽精(Lucigenin,N,N-二甲基二丫啶硝酸盐)与过氧化氢反应产生的化学发光-绿光.  1964年,Mccapra提出基于一个二噁烷酮环形成机理来解释丫啶酯的化学发光.  1966年,Lytle和 Hercules发现在强酸性或强碱性的钌(Ⅱ)[Ru(bipy)32+]溶液中加入芳香胺时发出橘红色的光(595nm).   1. 化学发光分析特点 2. 灵敏度极高 3. 仪器设备简单 4. 发射光强度测量无干扰 5. 线性范围宽 6. 分析速度快   2.化学发光基本原理  （1）化学发光反应机制  化学发光反应和化学发光剂  化学发光及其光物理过程    在化学反应过程中，某些反应产物由于吸收了反应产生的化学能，由基态跃迁至较高电子激发态中各个不同能级，然后经过振动弛豫或内转换到达第一电子激发态的最低能级，由此以辐射的形式放出能量跃回到基态。  在个别情况下，它可以通过系间跃迁到达亚稳的三重态，然后再回到基态的各个振动能级，并产生光辐射，这两种光都是化学发光。    （2）化学发光反应的基本条件  1）该反应必须提供足够的激发能  2）在多步骤反应中,由于化学激发的瞬时性,这个能量必须由某一步单独提供,否则前一步反应释放的能量将因振动弛豫消失在溶液中而不能发光.  3）处于激发态的分子或原子必须具有一定的化学发光量子效率使其能释放出光子,或者能够转移它的能量给另一个分子使之处于激发态,再从激发态回到基态的过程中释放出光子.  （3）化学发光量子效率和发光强度    （4）化学发光反应的主要类型  1）按发光机理分类  2）按化学发光反应介质分类  （5）化学发光强度与反应物浓度的关系  化学发光反应所以能用于分析测定,是因为化学发光强度(ICL)与化学反应速度(dp/dt)相关联,而一切影响反应速度的因素又都可以作为建立测定方法的依据.  化学发光反应一般可表示为:    该发光反应的化学发光强度取决于反应的速度dp/dt和反应的化学发光量子效率(φCL)    原则上讲,对任何化学发光反应,只要反应是一级或假一级反应,都可以通过下式进行化学发光定量分析.例如,在化学发光反应中如果物质B保持恒定,而物质A变化且为一级或假一级反应,则    （6）化学发光分析测定对象分类  1）化学发光反应中的反应物  2）化学发光反应中的催化剂,增敏剂或抑制剂  3）偶合反应中的反应物,催化剂,增敏剂 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 引导学生学习分析测试技术课程的兴趣，从化学分析着手引入仪器分析、分析测试技术的概念，向学生传达这样的理念：分析测试技术是现代工业生产和科学研究不可或缺的手段。作为应用化学专业的学生，应对近代分析测试技术方法有一定程度的了解。 | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 课后作业：谈谈学习体会1.本章学习内容概括总结；2.浅谈学习本章的体会（不少于500字）。  作业递交时间：下一次课前交。  课后反思：如何将化学发光与本专业结合起来，提高学生的学习兴趣。 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 要求学生回顾分析化学和仪器分析的相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 本课程使用教材； PPT第一章“绪论”和第二章“化学发光分析法”部分 | | | | | | |

## 7.3 教学单元三

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 3/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1）掌握常见的化学发光试剂及其发光体系  （2）了解化学发光分析仪器结构  （3）了解化学发光分析的应用 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**化学发光试剂、化学发光分析仪器、化学发光分析应用  **重点：1.**化学发光分析仪器结构；  2.化学发光分析的应用  **难点**：化学发光试剂及其发光体系 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 3. 常见的化学发光剂和化学发光体系  （1）鲁米诺类    （2）过氧化草酸酯（盐）  过氧化草酸酯（盐）自身并不发光，气化学发光均为敏华化学发光。  原理：芳香草酸酯的过氧化氢的氧化作用，芳香草酸盐和H2O2反应形成过氧草酰中间体，当该中间体与蒽类衍生物等荧光剂接触时，会发出强烈的所加荧光剂特有的荧光。  （3）酸性高锰酸钾  酸性高锰酸钾具有很强的氧化能力，可以与多种无机物和有机物进行氧化还原反应，但由于其反应的发光强度较弱，所以直到20世纪70年代以后，伴随着微弱光检测技术的发展才得到广泛的研究和应用。  u=1680181475,3193848610&fm=0&gp=0  （4）四价铈体系  可直接与多种还原性无机物或者有机物放生氧化还原反应，是强氧化性化学发光剂之一。发光体系虽然简单，但由于不收Cl-的影响，更合适水样中有机物污染的检测。  （5）吖啶酯化合物  该化合物是应用最广泛的化学发光剂之一。代表性物质为光泽精，在碱性介质中，光泽精-H2O2金属离子、还原性化合物以及产生H2O2基质或酶的测定。  200711271243880  4．仪器装置    装置流程：    5.化学发光分析法的应用  （1）无机物的分析  （2）有机物和药物分析  （3）生物体内活性氧的化学发光研究  （4）化学发光在核酸杂交分析中的应用  6.生物发光分析简介  （1）生物发光概念  生物发光是指生物自身发光细胞构成发光器而发光。生物发光属于化学发光的范畴，化学能转化为光能的效率几乎为100%。  （2）ATP（三磷酸腺苷）生物发光技术    （3）ATP生物发光技术历史发展  （4）ATP生物发光法原理    （5）生物发光应用 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 引导学生学习分析测试技术课程的兴趣，从化学分析着手引入仪器分析、分析测试技术的概念，向学生传达这样的理念：分析测试技术是现代工业生产和科学研究不可或缺的手段。作为应用化学专业的学生，应对近代分析测试技术方法有一定程度的了解。 | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 课后作业：谈谈学习体会1.本章学习内容概括总结；2.浅谈学习本章的体会（不少于500字）。  作业递交时间：下一次课前交。  课后反思：如何将化学发光与本专业结合起来，提高学生的学习兴趣。 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 要求学生回顾分析化学和仪器分析的相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 本课程使用教材； PPT第二章“化学发光分析法”部分 | | | | | | |

## 7.4教学单元四

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 4/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1）掌握连续流动和流动注射分析基本原理  （2）了解连续流动及流动注射分析的分析流程及仪器结构 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**连续流动和流动注射分析原理、仪器结构  **重点：**1.连续流动及流动注射分析流程  2. 连续流动及流动注射分析仪器结构  **难点**：连续流动和流动注射分析基本原理 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 一、概述  1.发展概况  2．自动分析仪的分类  （1）仪器的自动化程度  全自动分析仪；半自动分析仪  （2）同时可检测的项目  单通道分析仪；多通道分析仪  （3）仪器程序的复杂程度及功能  小型、中型、大型组合  （4）仪器反应装置及机械设计原理  连续流动分析；程序分析；流动注射分析；微流控分析等  3.自动分析技术的优势  （1）快 速　每小时可分析120个样品以上，大大节省手工操作时间；  （2）精 确　全数字化电路，数据重现性好，可减少不同人员或不同时间人工分析所带来的误差；  （3）方 便　样品无需特殊处理。用户只需将样品放入样品杯里，仪器即可自动完成所有检测和清洗；  （4）经 济　采用符合中国国家标准的分析方法，数据可靠省去大量实验室人工费用。  二、连续流动分析  1.原理  各待测样品与试剂混合后的化学反应在同一管道流动过程中完成。  连续流动分析法必须在完成化学反应后，即反应达到平衡时进行测量，此时显色处于稳定区，故亦称稳定区分析。  2.连续流动分析仪    通过蠕动泵采用连续流动的方法将样品和试剂定量地吸入特定的分析模块中，经过混合、稀释、加热等反应形成有色化合物，通过检测器比色，最后由电脑数据处理系统自动计算得出结果。  三、流动注射分析  1.流动注射分析的基本原理  （1）受控扩散和定时重现  样品被注入到试剂载流后，式样塞有矩形浓度轮廓。当样品在载流载带下通过管道移动时，就发生带展宽或扩散。展宽区带的形状由两种作用决定：对流和扩散（径向和轴向）。    （2）分散系数  为了合理地设计FIA体系，需要知道原始样品溶液在它流到检测器的途中稀释的程度，以及从样品注入到读数消耗了多长时间。  定义分散系数(dispersion coefficient, D)为  D＝ c0/c (D > 0)  式中c0为注入样品中分析物的浓度， c为检测器中分析物的浓度。  这里D仅考虑了分散的物理过程；但应该强调的是：任何FIA峰都是两种过程同时发生的结果：区带分散的物理过程与样品和试剂间发生化学反应过程。  分散系数主要受三种相互作用且可以控制的变量的影响，即样品体积、管的长度和流动速度。  2.流动注射分析仪的基本组成  FIA仪一般由流体驱动单元、进样阀、反应管道和检测器组成。    3.FIA技术与应用  （1）用于重复的和精确的样品传送（有限分散的应用）  （2）FIA转换技术（中度分散的应用） | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 引导学生学习分析测试技术课程的兴趣，从化学分析着手引入仪器分析、分析测试技术的概念，向学生传达这样的理念：分析测试技术是现代工业生产和科学研究不可或缺的手段。作为应用化学专业的学生，应对近代分析测试技术方法有一定程度的了解。 | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 课后作业：谈谈学习体会1.本章学习内容概括总结；2.浅谈学习本章的体会（不少于500字）。  作业递交时间：下一次课前交。  课后反思：如何将自动分析技术与本专业结合起来，提高学生的学习兴趣。 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 要求学生回顾分析化学和仪器分析的相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 本课程使用教材； PPT第三章“自动分析技术”部分 | | | | | | |

## 7.5教学单元五

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 5/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1）掌握微型全分析系统的设计及微流控芯片加工技术  （2）了解自动分析技术的应用 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**微型全分析系统、微流控芯片加工技术、自动分析技术应用  **重点：**1.微型全分析系统  2. 微流控芯片加工技术  3.自动分析技术应用 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 一、微型全分析系统  1.引言  2.微型全分析系统及微流控分析芯片发展简史  3．微型全分析系统的分类  4．微流控分析芯片特点  (1)微流控芯片具有极高的效率，可在数秒至数十秒时间内自动完成分离、测定或其他更复杂的操作。分离和分析速度常高于相对应当宏观分析方法一至二个数量级。其高分析或处理速度即来源于微米级通道中的高导热和传质速率，也直接来源于结构尺寸的缩小。  (2)微流控分析的试样与试剂消耗已降低到数微升水平，并随着技术的提高，还可能进一步减少。降低了分析费用户贵重生物试样的消耗，也减少了环境的污染。  (3)用微加工技术制作的微流控芯片部件的微小尺寸使多个部件与功能可能集成在数平方厘米的芯片上，在此基础上易制备功能齐全的便携式仪器，用于各类现场分析。  (4)微流控芯片的微小尺寸使材料消耗甚微。当实现批量生产后，芯片成本可望大幅度降低，有利于普及。  5.微流控芯片的分来  （1）根据芯片材料的不同可分为：  硅芯片  玻璃芯片  石英芯片  高聚物芯片  硅-玻璃、硅-石英、玻璃-高聚物等复合材料芯片。  （2）根据功能不同可分为：  高分辨分离芯片；  微采样(进样)芯片；  微检测(传感器)芯片；  细胞分析芯片；  前处理芯片；  化学合成芯片；  多功能集成芯片。  6. 微型全分析系统的发展趋势与展望  五、微流控分析芯片加工技术  1.微流控分析芯片的结构和加工特点  微流控分析芯片是通过微加工技术将微管道、微泵、微阀、微储液器、微电极、微检测元件，窗口和连接器等功能元件像集成电路一样，使它们集成在芯片材料(基片)上的微全分析系统。  其结构和加工特点如下：  (1)以微管道为网络，将微泵、微阀、微储液器、微电极、微检测元件等连接在一起，对加入微通道中的流体进行控制与分离测定，以完成多种分析功能，如采样、稀释、加试剂、反应、分离、检测等。  (2)微流控分析芯片的面积为几个平方厘米。  (3)微管道宽度和深度为微米级。  (4)芯片材料已从硅片发展到玻璃，石英，有机聚合物等，因此也发展了有机聚合物材料的加工技术。在传统的光刻和蚀刻的基础上发展了模塑法，热压法，激光烧蚀法，LIGA技术和软光刻等新方法。  2.微流控分析芯片的材料  用于制作微流控分析芯片的材料有单晶硅、无定形硅、玻璃、石英、金属和有机聚合物，如环氧树脂、聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)、聚碳酸酯(PC)和聚二甲基硅氧烷(PDMS)等。  3.光刻和蚀刻技术  微细加工技术是微流控分析系统发展的前提条件。微流控分析芯片上微通道的制作，起源于制作半导体及集成芯片所广泛使用的光刻(lithography)和蚀刻技术(etching)。它是用光胶、掩模和紫外光进行微制造，工艺成熟，已广泛地用于硅，玻璃和石英基片上制作微结构。    光刻和蚀刻技术是由薄膜沉积、光刻和蚀刻三个工序组成。  4. 高分子聚合物微流控芯片的加工技术    制作弹性印章的最佳材料是PDMS。采用光刻等技术先制得有关微结构的母模，用模塑法在其上浇注PDMS，固化剥离得到表面精细图形的弹性印章。表面自由能低，化学性质稳定，与其他材料不黏连；与基片正交接触严密，容易取模；柔软，易变形，弹性好，可在曲面上复制微图形。  5. 微流控分析系统中微流体的驱动和控制  微流控芯片分析系统在结构上的主要特征是各种构型的微通道网络，通过对通道内流体的操控，完成芯片系统的分离分析功能。而研究与微通道相适应的微流体驱动技术是实现微流体控制的前提和基础。  根据实现微流体控制时使用方法的不同，基本微流控技术可分为：驱动（微泵）控制、微阀控制、芯片微通道构型控制和通道表面性质控制。  六、微流控分析芯片的应用 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 引导学生学习分析测试技术课程的兴趣，从化学分析着手引入仪器分析、分析测试技术的概念，向学生传达这样的理念：分析测试技术是现代工业生产和科学研究不可或缺的手段。作为应用化学专业的学生，应对近代分析测试技术方法有一定程度的了解。 | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 课后作业：谈谈学习体会1.本章学习内容概括总结；2.浅谈学习本章的体会（不少于500字）。  作业递交时间：下一次课前交。  课后反思：如何将自动分析技术与本专业结合起来，提高学生的学习兴趣。 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 要求学生回顾分析化学和仪器分析的相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 本课程使用教材； PPT第三章“自动分析技术”部分 | | | | | | |

## 7.6教学单元六

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 6/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1）掌握化学传感器识别元件的种类和识别原理  （2）掌握化学传感器换能器的工作原理 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**化学传感器识别元件、识别原理、化学传感器换能器  **重点：**1. 化学传感器识别元件、识别原理  **难点：**1. 化学传感器换能器的工作原理 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 一、化学与生物传感器概述  1.化学传感器的例子  酒精传感器、酸度计、葡萄糖传感器  2.什么是化学传感器  传感器是一种针对某种（类）物质进行选择性识别和测量的集成化的分析装置，能够将测量对象的化学信息（例如浓度，含量，分压等）转变为分析信号（可视化信号）。  传感器的特点：   1. 选择性识别 2. 响应速度快 3. 无需外加试剂，无需样品处理 4. 装置简单，可便携 5. 容易操作   3.化学传感器的结构    4.化学传感器的类型  （1）化学传感器  （2）生物传感器  （3）电化学传感器  （4）光学传感器  （5）压电传感器  （6）热传感器  二、化学与生物传感器中的换能器  1.电化学传感器  （1）电位型  （2）安培型  （3）电导型  2.光化学传感器  （1）吸收型  （2）荧光型  （3）化学发光型  3.压电传感器  4.热传感器  三、化学与生物传感器中的识别元件    传感器识别分析物的核心部件  1.离子的识别  接受器（识别元件）的种类繁多，对离子的识别机理不尽相同，以电位型的传感器（即离子选择性电极）为例  （1）化学反应的热力学平衡常数的差异  水解平衡，解离平衡，沉淀平衡，配位平衡等  例如：pH玻璃电极对氢离子的识别    （2）尺寸电荷等的特异性  如：晶体膜对离子的选择性响应，氟离子选择性电极对F-的识别    2.分子的识别  （1）催化型：动力学选择性  化学反应速率有时可以用来控制选择性。电极经修饰后可降低活化过电位，从而有效地加快反应速率，减少干扰并能降低检测限。  例如：在修饰电极上测量抗坏血酸，修饰剂起到催化剂的作用，由于反应的加快，一定程度上提高了选择性，故这类修饰有催化剂的电极常常被称为传感器。    （2）亲和型：热力学-络合物形成  热力学控制反应物与产物之间的平衡常数，如果对一种分析物配位体络合物的平衡常数较高，而对另一种分析物的配位络合物的平衡常数较低就形成了选择性方法的基础：  M＋n L = MLn（平衡常数K＝[ MLn]/{[M][L]n}）  例如：三苯甲烷类染料对一些气体分子的识别（NH3）  再如：葡萄糖传感器  3.生物传感器的分子识别元件  （1）催化型：专一性的催化反应  （2）亲和型：特异性结合，涉及氢键，配位，分子尺寸形状匹配等  4.分子识别元件的固定化  （1）吸附法  （2）物理包埋法  （3）键合法  （4）交联法 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 引导学生学习分析测试技术课程的兴趣，从化学分析着手引入仪器分析、分析测试技术的概念，向学生传达这样的理念：分析测试技术是现代工业生产和科学研究不可或缺的手段。作为应用化学专业的学生，应对近代分析测试技术方法有一定程度的了解。 | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 课后作业：谈谈学习体会1.本章学习内容概括总结；2.浅谈学习本章的体会（不少于500字）。  作业递交时间：下一次课前交。  课后反思：如何将化学与生物传感器与本专业结合起来，提高学生的学习兴趣。 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 要求学生回顾分析化学和仪器分析的相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 本课程使用教材； PPT第四章“化学与生物传感器”部分 | | | | | | |

## 7.7教学单元七

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 7/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1）了解化学与生物传感器的检测机理及分类  （2）了解常见的化学与生物传感器的检测与应用  （3）了解生物发光的机理及应用 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**化学与生物传感器检测机理和分类、化学与生物传感器的检测与应用、生物发光的机理及应用  **重点：**1. 化学与生物传感器的检测与应用  2. 生物发光的机理及应用  **难点：**1. 化学与生物传感器检测机理 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 四、常见的化学与生物传感器  1.电化学传感器  （1）钾离子选择性电极  敏感膜：敏感膜中的离子载体是一类疏水性的中性有机分子，具有未成对的电子，能与响应离子络合形成稳定的络合物，可作为敏感膜的活性物质。  缬氨霉素：缬氨霉素是一种中性的大环内酯类抗生素，对钾离子具有很高的选择性，对钾离子的响应是钠离子的104倍，钙镁离子的107倍。  主要干扰离子：铵离子  应用：临床血液中钾的测定  （2）二氧化碳传感器  选择性电极：pH玻璃电极。  透气膜（微孔气体渗透膜）：与溶解有二氧化碳的溶液接触时，二氧化碳气体通过渗透膜，进入内部电解质溶液（0.01 mol·L-1碳酸氢钠），与水反作用生成碳酸氢根，从而影响碳酸氢钠的电离平衡：  由于Kl和Ks为常数，HCO3-的浓度较高，在反应中其活度可看成是常数  用pH玻璃电极来指示氢离子活度  （3）尿素氮化生物传感器  Receptor：脲酶（Urease），hydrolysis of urea  CO(NH2)2 + 2H2O ⇋ 2NH4+ + CO3−  NH4+ + H2O ⇋ H3O+ + NH3  Transducer: potentiometric  Ammonium ion electrode  Ammonia gas probe  pH electrode  在临床上用于测定血液中尿素氮（BUN）  （4）葡萄糖生物传感器  Receptor：葡萄糖氧化酶    Transducer: amperometric  oxygen consumption  (-0.6V reduction current)  hydrogen peroxide production  (+0.6V oxidation current)  在临床/个人，用于测定血液中葡萄糖含量  2.光学传感器（光线传感器）  传感器 = 接受器（分子识别元件）+ 换能器 + （信号测量）  接受器：对分析物质具有特异性识别作用的分子（或纳米粒子）  换能器：吸收光谱，发射（荧光，化学发光）光谱，SPR等 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 引导学生学习分析测试技术课程的兴趣，从化学分析着手引入仪器分析、分析测试技术的概念，向学生传达这样的理念：分析测试技术是现代工业生产和科学研究不可或缺的手段。作为应用化学专业的学生，应对近代分析测试技术方法有一定程度的了解。 | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 课后作业：谈谈学习体会1.本章学习内容概括总结；2.浅谈学习本章的体会（不少于500字）。  作业递交时间：下一次课前交。  课后反思：如何将自动分析技术与本专业结合起来，提高学生的学习兴趣。 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 要求学生回顾分析化学和仪器分析的相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 本课程使用教材； PPT第四章“化学与生物传感器”部分 | | | | | | |

## 7.8教学单元八

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 8/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1）掌握无机和有机分析联用技术的接口技术  （2）了解联用分析技术的发展趋势  （3）了解CG-MS、LC-MS联用技术的应用 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**色谱联用技术分类及原理、联用接口技术  **重点：**1.色谱联用技术分类及原理  **难点：**1. 色谱联用接口技术 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 1. 联用分析技术概述   随着仪器分析技术的发展，利用各种仪器之间彼此的性能互补，把不同的仪器联接在一起，达到更好的分离分析样品的目的。   1. 单一仪器分析方法局限性   每种分析方法都有其特长和局限性。局限性来自两个方面：  原理方面，不可逾越；  技术方面，可以改进、发展。  在线联用不仅能取长补短，而且还具有协同作用，获得两种技术单独使用时所不具备的某些功能。  2.实现联用的方式  离机联用（主要是没有实现联机联用前）  联机联用（关键是接口-Hardware Interface)）  接口：用于协调联用的两种仪器的输出和输入之间的矛盾，使两种仪器连接成一个整体。  3.目前联用技术现状  联用技术现状（ √已成功； О技术上可行）     1. 色谱联用技术 2. 色谱基础知识 3. 气相色谱/质谱联用（GC/MS）   有机物复杂混合物的组分及其化学结构的分析鉴定，采用单一的方法难于满足要求。色谱法是一种有效的分离手段，但其定性能力差，复杂有机混合物在色谱分离后，利用具有高鉴别能力的质谱、红外光谱、核磁共振等波谱仪器进行定性，可圆满的解决其分析问题。   1. GC/MS联用的产生 2. GC/MS联用的原理示意图（四极杆）   Ja10_011   1. GC/MS联用的接口系统   由色谱柱、质谱离子源类型和它们的操作条件、真空系统的效率，可采用直接联接和通过分子分离器两种方式。   1. GC/MS联用提供的信息   GC/MS联用能提供有机混合物的结构信息，借助于特殊的数据处理和实验技术，可以解决一些单纯色谱难于解决的问题。 GC/MS联用可能提供的信息为：  总离子流图（TIC）  质量色谱图（MC）  重建总离子流色谱图（RTIC）  重建质谱图（RMC）  （5）GC-MS应用     1. 液相色谱/质谱联用（LC/MS）   对于分子量较大的有机混合物，由于其沸点、热稳定性等不满足GC/MS联用技术分析要求，因而可采用LC/MS进行分析。   1. LC/MS联用接口   大气压电离技术（API）   1. 电喷雾电离（ESI） 2. 大气压化学电离（APCI） 3. LC/MS提供的质谱信息   准确的化合物分子量信息；  未知化合物碎片结构信息；  一套完整的图谱（与GC/MS联用相同）和多种扫描方式充分提供定性、定量信息；  可用于无共价键和无官能团的化合物分析（与液相色谱相比）   1. 气相色谱/红外光谱联用（GC/FTIR）   傅立叶变换红外光谱仪（FTIR）具有光通量大、信噪比好、扫描速度快、能在较短时间内（<1S）获得全频域光谱响应等优点，在二十世纪八十年代初，毛细管色谱与FTIR联用成功，并得到了快速的发展。目前GC/FTIR联用已成为复杂有机混合物解析的重要手段。  GC/FTIR接口系统  GC/FTIR提供的信息  （1）GC/FTIR接口系统  样品和载气从色谱柱流出后，经过一分馏器，一部分到达色谱检测器进行通常的气相色谱检测，另一部分经惰性的加热传输线到达一个称作光管的接口附件。来自光谱仪的红外光束射入光管，光束在光滑镀金表面经反复反射以增加光程提高灵敏度，然后聚焦至用液氮冷却的窄带汞镉碲检测器（MCT）进行红外检测。  （2）GC/FTIR提供的信息  计算机采集到的红外数据，可得到如下信息：  三维实时显示图  化学图  红外重建色谱图  蒸气相红外吸收光谱图   1. 其它色谱联用技术   液相色谱/红外光谱联用技术（LC/FTIR）  毛细管电泳/质谱联用技术（CE/MS）  液相色谱/核磁共振联用技术（LC/NMR)  液相色谱/电感偶合等离子体质谱联用技术（HPLC/ICP/MS)  液相色谱/化学发光联用技术（LC/CL） | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 引导学生学习分析测试技术课程的兴趣，从化学分析着手引入仪器分析、分析测试技术的概念，向学生传达这样的理念：分析测试技术是现代工业生产和科学研究不可或缺的手段。作为应用化学专业的学生，应对近代分析测试技术方法有一定程度的了解。 | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 课后作业：谈谈学习体会1.本章学习内容概括总结；2.浅谈学习本章的体会（不少于500字）。  作业递交时间：下一次课前交。  课后反思：如何将色谱联用技术与本专业结合起来，提高学生的学习兴趣。 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 要求学生回顾分析化学和仪器分析的相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 本课程使用教材； PPT第四章“联用技术”部分 | | | | | | |

## 7.9教学单元九

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 9/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1）掌握联用检测技术定性定量分析方法  （2）了解ICP-MS联用技术的应用 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**联用检测技术定性定量分析方法、ICP-MS联用技术  **重点：**1. ICP-MS联用技术  **难点：**1. 联用检测技术定性定量分析方法 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 1. 电感耦合等离子体质谱（ICP/MS）联用技术 2. ICP-MS概述 3. 元素分析定义   元素分析是一种分析样品中元素（甚至同位素）组成或测量样品中某种（些）元素的含量（或浓度）的分析方法。（样品：土壤、水质、食品等）   1. ICP-MS的起源和发展 2. 电感耦合等离子体质谱（ＩＣＰ－ＭＳ）   ICP-MS是一种质谱分析方法：原理与有机质谱基本一致  ICP-MS跟AES，AAS一样，都是元素分析的方法  元素定性  元素定量  ICP-MS虽然是一种质谱，但却常常归属到原子光谱的范畴。有关这方面的文章，可以查阅一些原子光谱的专门期刊，如JAAS等。   1. ICP－MS分析性能 2. ICP-MS的工作原理     在ICP中，等离子体激发基态原子的电子至较高能级，当较高能级的电子“落回”基态时，就会发射出某一待测元素的特定波长的光子。在ICP-MS中，等离子体炬管都是水平放置的，用于产生带正电荷的离子，而不是光子。实际上，ICP-MS分析中要尽可能阻止光子到达检测器，因为光子会增加信号的噪音。正是大量离子的生成和检测使ICP-MS具备了独特的ppt量级的检测能力，检出限大约优于ICP技术3～4个数量级。   1. ICP-MS的基本结构  * 样品引入系统：由蠕动泵和雾化器等组成 * ICP离子源：RF发生器和ICP焰炬 * 接口和离子透镜：提取离子、挡住光子、形成离子束 * 质量分析器：按m/z大小组成质谱 * 真空系统：机械真空泵和涡轮分子泵 * 检测器：双层多价电子倍增器 * 计算机：自动控制、数据运算  1. 电感耦合等离子体   等离子体指的是含有一定浓度阴阳离子能够导电的气体混合物。   1. ICP与MS的接口(Interface)   离子的提取  采样锥(sampling cone)  截取锥(skimmer cone)  离子的聚焦  离子透镜组  真空系统  一个机械泵  一个分子涡轮泵   1. 质谱仪   四极杆质谱  双聚焦扇形磁场质谱  飞行时间质谱   1. 离子检测器   离子计数。将进入检测器的离子的数量信息转换成可读出的数值信号（一般为电信号）     1. ICP-MS样品引入系统（进样方式）      1. 质谱图及其干扰问题   ICP-MS的图谱非常简单，容易解析和解释。但是也不可避免的存在相应的干扰问题，主要包括光谱干扰和基体效应两类。   1. ICP-MS分析应用   ICP/MS可以用于物质试样中一个或多个元素的定性、半定量和定量分析：ICP/MS可以测定的质量范围为3—300原子单位，分辨能力小于1原子单位，能测定周期表中90％的元素，大多数检测限在0.1—10 ug.mL-1范围且有效测量范围达6个数量级, 标淮偏差为2％一4％。每元素测定时间10秒．非常适合多元素的同时测定分析。   * **定性和半定量分析** * **定量分析** * **工作曲线法** * **内标法** * **同位素稀释法** * **形态分析法** * **同位素比测量** | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 引导学生学习分析测试技术课程的兴趣，从化学分析着手引入仪器分析、分析测试技术的概念，向学生传达这样的理念：分析测试技术是现代工业生产和科学研究不可或缺的手段。作为应用化学专业的学生，应对近代分析测试技术方法有一定程度的了解。 | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 课后作业：谈谈学习体会1.本章学习内容概括总结；2.浅谈学习本章的体会（不少于500字）。  作业递交时间：下一次课前交。  课后反思：如何将联用技术与本专业结合起来，提高学生的学习兴趣。 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 要求学生回顾分析化学和仪器分析的相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 本课程使用教材； PPT第四章“联用技术”部分 | | | | | | |

## 7.10教学单元十

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 10/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| 1. 掌握热重法；   （2）掌握差热分析法。 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**  （1）热重曲线；  （2）差热分析原理。  **重点和难点：**  （1）热重曲线；  （2）差热分析原理；  （3）差热分析定性分析理论基础；  （4）差热分析定量分析理论基础。 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 教学方法：多媒体教学结合书面板书，课堂提问。  教学过程：  第一、热重法（TGA）  热重法（TG或TGA）：在程序控制温度条件下，测量物质的质量与温度关系的一种热分析方法。  热重法试验得到的曲线称为热重曲线（即TG）。  TG曲线以质量（或百分率%）为纵坐标，从上到下表示减少，以温度或时间作横坐标，从左自右增加。    热天平：用于热重法的装置是热天平（热重分析仪）。热天平由天平、加热炉、程序控温系统与记录仪等几部分组成。  第二、差热分析法（DTA）  （一）差热分析原理  物质在加热或冷却过程中，当达到特定温度时，会产生物理变化或化学变化，伴随着有吸热和放热现象。  在升温过程中试样如没有热效应，则试样与参比物之间的温度差ΔT为零，而试样在某温度下有放热（吸热）效应时，试样温度上升速度加快（减慢 ），就产生温度差ΔT。  差热分析(DTA)：在程序控制温度条件下，测量样品与参比物之间的温度差与温度关系的一种热分析方法。  参比物（或基准物，中性体）：在测量温度范围内不发生任何热效应的物质，如a-Al2O3、MgO等。  在实验过程中，将样品与参比物的温差作为温度或时间的函数连续记录下来，就得到了差热分析曲线。  用于差热分析的装置称为差热分析仪。    典型的DTA曲线  图中基线相当于DT=0，样品无热效应发生，向上和向下的峰反映了样品的放热、吸热过程。    （二）应用    依据差热分析曲线特征，如各种吸热与放热峰的个数、形状及相应的温度等，可定性分析物质的物理或化学变化过程，还可依据峰面积半定量地测定反应热。  （1）定性分析：定性表征和鉴别物质，  依据：峰温、形状和峰数目  方法：将实测样品DTA曲线与各种化合物的标准（参考）DTA曲线对照。  标准卡片有：萨特勒(Sadtler)研究室出版的卡片约2000张和麦肯齐(Mackenzie)制作的卡片1662张(分为矿物、无机物与有机物三部分)。  （2）定量分析  依据：峰面积。因为峰面积反映了物质的热效应（热焓），可用来定量计算参与反应的物质的量或测定热化学参数。  （3）借助标准物质，可以说明曲线的面积与化学反应、转变、聚合、熔化等热效应的关系。 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 课堂提问：（1）为什么热重分析曲线呈阶梯状变化？ | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 作业：教材第一章习题1、3。本章结束，做小结。  课后反思：如何让学生掌握什么情况选择使用热重分析和差热分析。 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 课前准备：简单回顾上一单元的教学内容。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 李占双主编. 《近代分析测试技术》北京理工大学出版社，2009，第一章. | | | | | | |

## 7.11教学单元十一

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 11/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1）掌握差示扫描量热法基本原理；  （2）了解三种热分析方法的应用。 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**  (1)差示扫描量热法；  (2)差示扫描量热法分析理论基础；  **重点及难点**：  （1）差示扫描量热法基本原理；  （2）差式扫描量热法曲线分析； | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 教学方法：多媒体教学结合书面板书，课堂提问。  教学过程：  第一、示差扫描量热法（DSC）  （一）基本原理  定义：示差扫描量热分析是在程序控制温度下，测量输给试样和参比物的能量差随温度或时间变化的一种技术。  样品和参比物各自独立加热，产生温差用继电器启动功率补偿，保持同温；分析曲线与DTA相同，但更准确  典型的DSC曲线  典型的差示扫描量热（DSC）曲线以热流率（dH/dt）为纵坐标、以时间（t）或温度（T）为横坐标，即dH/dt-t（或T）曲线。  曲线离开基线的位移即代表样品吸热或放热的速率（mJ·s-1），而曲线中峰或谷包围的面积即代表热量的变化。  因而示差扫描量热法可以直接测量样品在发生物理或化学变化时的热效应。    第二、热重法、差热分析法及差示扫描量热法的应用 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 课堂提问：  （1）差示扫描量热法与上一节课所学的热重法及差热分析法有什么联系？  （2）什么情况下选择三种热分析法中的哪一种进行分析比较合适？例举具体的实例。 | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 作业：本章学习感想  课后反思：如何让学生掌握什么情况选择使用热重分析和差热分析。 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 课前准备：简单回顾上一单元的教学内容。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 李占双主编. 《近代分析测试技术》北京理工大学出版社，2009，第一章. | | | | | | |

## 7.12教学单元十二

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 12/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1）理解掌握标识X射线、X射线与物质的相互作用；  （2）掌握、布拉格方程等X射线衍射分析的基本理论。 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**  （1）标识X射线；  （2）布拉格方程；  （3）厄瓦尔德图解  **重点**：  （1）标识X射线；  （2）布拉格方程。  **难点：**  （1）厄瓦尔德图解 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 教学方法：多媒体教学结合书面板书，课堂提问。  教学过程：  第一、X射线物理基础  一、X射线的性质  1、电磁波：  2、波粒二象性：  波：λ、v、振幅E0、 H0  粒子（光子）：E、P  能量：  动量：  3.有能量：可使荧光屏发光、底片感光、气体电离；检测强度 与强度有关  经典物理：  第二、布拉格方程  1.布拉格方程讨论  ①布拉格角和衍射角  布拉格角： 、入射线与晶面交角  衍射角：2 、入射线与衍射线的交角。  ②衍射级数： ……整数  但：因为  所以：  所以：当 和衍射面选定后， 、 确定， 也就确定，即，一组晶面只能在有限几个方向“反射X射线”。  另：为了方便，可将晶面族 的 1及衍射作为设整数的晶面族 的一级衍射来考虑，布拉格方程为：  （1-53）  所以2dnh.nk.nlsinθ=λ  指数：（nh，nk，nl）—衍射指数，用（HKL）晶面指数不能有公约数。  表示有公约数，应用衍射指数，就可以省略n了  2dsinθ=λ  ③衍射分析用的X射线λ应与晶体的晶格常数相差不多  Sinθ=λ/2d≤1  d太大不可能，（受晶面间距限制）  只能是：λ≤2d  故：λ与d相近  2. 倒易空间与衍射条件（厄瓦尔德图解）  （一）倒易空间与衍射条件  晶体点阵中 A为任意原子  OA=la+mb+nc  设有一束波长为λ的X射线，以单位矢量S0方向照射在晶体上，经过OA的散射波的光程差：  相位差为  根据光学原理，两个波干涉加强的条件为相位差等于2 的整数倍 即：    式中 是倒易点阵中的一个矢量  =  ① ⊥（HKL）  ② =2sinθ/λ=λ/λdHKL=1/dHKL  根据倒点阵性质：  =  令：  于是：  — 衍射条件波矢量方程  — 倒易空间衍射条件方程  物理意义：当衍射波矢与入射波矢相差一个倒格矢时，衍射产生  （二）厄瓦尔德图解  第三、衍射仪法  单色X射线——多晶体、转动单晶体——X射线探测器测角仪——强度、位置  按结构和用途：粉末衍射仪——粉末试验  　　　　　　　 四圆衍射仪——单晶试样  一、粉末衍射仪  1. 粉末衍射仪的构造及衍射几何  构造：测角仪——核心部件  高压，稳压电源  记录处理系统  ①测角仪：  两个同轴转盘：小转盘——中心样品台H  　　　　　　　大转盘——X射线源S  ——探测器D  A．大小转盘均可绕它们的共同轴线O转动  轴线O：衍射仪轴  B．X射线源S与探测器前端的接收RS都处在以O圆心的圆上——衍射器圆。  ②探测器：正比计数管，盖计数管——光体电离  闪烁计数管——闪烁体——光体转换  半导体探测器——电子——空穴对  ③衍射几何  2衍射仪的测定条件与工作方式：  ①测定条件：必须针对试样情况，试验目的，恰当选择试验条件  ②工作方式：  A连续扫描：让探测器以一定的角速度在选定的角度范围内进行连续扫描  优点：快速，不便。  缺点：峰位滞后（向扫描方向移动）  分辨力减低，线型畸变。  B步进扫描（阶梯扫描）：让探测器以一定的角度间隔（步长）逐步移动。  优点：无滞后效应，平滑效应，峰位准，分辨力好，  缺点：时间长 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 课堂提问：  课堂提问：（1）为什么λ≤2d？ | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 作业：本章学习感想 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 课前准备：简单回顾X射线衍射相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 李占双主编. 《近代分析测试技术》北京理工大学出版社，2009，第二章. | | | | | | |

## 7.13教学单元十三

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 13/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1） 掌握掌握X射线衍射图谱的分析处理和物相分析方法；  （2） 掌握X射线衍射分析在无机非金属材料中的应用。 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**  （1） 衍射仪法；  （2） X射线衍射物相分析。  **重点：**  （1）衍射仪法；  （2）X射线衍射物相分析。  **难点：**  （1）厄瓦尔德图解；  （2）物相分析。 | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 教学方法：多媒体教学结合书面板书，课堂提问。  教学过程：  第一、衍射仪法  二、X射线衍射图谱的处理：  （一）衍射线峰位的确定方法  ①峰顶法——峰顶尖锐情况（图a）。  ②切线法——顶部平坦，两侧直线性好（图b）。  ③半高宽中点法——线型光滑，高度较大时（图c）。  ④7/8高度法——有重叠峰存在，但峰顶能明显分开时（图d）。  ⑤中点连线法——同上，更准确（图e）。  ⑥抛物线拟合法——峰线漫散及Kα双线分辨不清（图f）。  ⑦重心法——重复性好。        （二）衍射线积分强度测量  ①相对强度——峰高比（最强线为100）  ②积分强度：  A：面积、重量法——背底以上峰形以下——面积  　　　　　　　　　　　　　　　　　　——质量  B：步进扫描法将待测衍射峰所在的角度范围内的强度逐点记录下来，相加得到总计数，扣除背底，所得计数。  C：定标器法。  （三）重叠峰的分离  重叠峰 Kα双峰重叠  多相试样中自由峰重叠  为正确测出峰位和积分强度，常需把重叠峰分离开来。  （1）Kα双峰分离（作图法）  （2）Kα双峰分离（解析法）  （3）自由峰分离  第二、X射线物相分析  化学组成不同，其性质也不同，换句话说.  在无机化学中知道一个物质的性质是由组成它的元素决定的。  通过学习材料概论、材料制备原理、固体物理等课程，进一步知道，材料的性能不仅由化学组成——组成它的元素所决定，还决定于这个材料的晶体结构。  例如：SrAl2O4:Eu2+,Dy3+ 发绿光  CaAl2O4:Eu2+,Nd3+蓝光  但： Sr4Al14O25: Eu2+,Dy3+蓝绿  SrAl2O4:Eu,Dy 黄绿  所以经常要进行物相分析。  化学分析、元素光谱分析¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬——化学组成。  物相、结构分析——X射线。  X射线物相分析——结晶状态：结晶相、晶体结构 例：陶瓷中SiO2  X射线物相分析的理论依据：  定性分析：每种晶态物质都有其独特的衍射花样（图谱），即使是两种以　　　　　上的结晶物质共存，它们的衍射花样同时出现，不会互相干涉。  定量分析：混合物中某相的衍射线强度取决于它在试样中的相对含量。若测定了各种结晶物质的衍射线的强度比，就可推算出它们的相对含量。  一、定性相分析  ① 2θ→θ→d  I/I1  ②与标准衍射花样进行比较  （一） PDF卡片及索引  1.PDF卡片  2.索引  到1990年已出版40组，共约6万3千张卡片，并以每年约2000张的速度增加。  在这么大量的卡片中要找到你要的，就要采取一定的方法：  建立索引：最普遍的方法、电子计算机自动检索  ①字顺索引  字顺索引——按物资的英文名称的字母顺序排列。在每种物质的名称后面列出化学分子式、三根最强线的d值和相对强度根据，以及该物质的PDF卡片号码。  适用：已知可能含有某种物质时  ②哈那瓦特索引（Hanawalt Method）  内容（项目）：选出8条最强线：I1→I8  d1→d8  列出d、I/I1、化学式卡号、自动检索萎缩胶片卡  排列：按最强线（第一强线）的d1值的顺序排列，并分组  并分组：例如d1=2.44~2.40Å为一组，共分51组  在一组中的第二强线d2值的大小顺序排列  每种物质在索引中至少重复出现三次，以d1 d2 d3的不同顺序  d1 d2 d3 ……d8  d2 d3 d1 ……d8  d3 d1 d2 ……d8  适用：待测组分毫无了解  ③芬克索引（Fink Method）  内容（项目）：d1 d2 d3 d4 d5 d6 d7 d8  英文名称、卡片号、微缩胶片号  排序：设：d2 d4 d5 d7 为八根强线中比其它四根d1 d3 d6 d8 强的话  在索引中四次d值排列：  d2 d3 d4 d5 d6 d7 d8 d1  d4 d5 d6 d7 d8 d1 d2 d3  d5 d6 d7 d8 d1 d2 d3 d4  d7 d8 d1 d2 d3 d4 d5 d6  分组法同Hanawalt  （二）定性分析程序  ① 粉末衍射图谱的获得：  粒度：10~40μm  尽量避免择优取向  ② d值的测量：d：精确到0.001Å（θ：精确到0.05º）  ③ 相对强度的测量  衍射仪法：各衍射线的峰高比——最强线为100  照相法：自测估计：按JCPDS建议分六个等级：  很强、强、中等、弱、很弱、很很弱  100 、80 、60 、40 、20 、 10  显微光度计  ④ 查阅索引  ⑤ 校对卡片  （三）定性分析的注意事项：  ①d值的数据比相对强度重要。  ②低角度区的数据比高角度区的重要，θ小、d大，对于同的晶体来说，差别较大，相互重叠的机会少，不易相互干扰。  ③了解试样的来源、化学组成和物理特性等对于做出正确的判断是十分有帮助的。  ④在进行多相混合试样的分析时，因为一些强线可能不是同一物相产生的，因此必须作多次假设和尝试。先将能核对上的部分确定下来，然后再核对其余部分，逐项分析，最后，还可能有少数衍射线对不上。  ⑤与其它方法（电子显微镜、热分析）配合进行。  ⑥ 确定试样中的含量较少的相时，可用物理或化学方法富集浓缩。  （四）计算机物相自动检索（MDI Jade）  二、定量相分析：  （一）定量相分析原理  多相混合物中，某相衍射线强度随该相含量增加而增加。  （二）常用方法  ①直接对比法  ②外标法  ③内标法  ④K值法  第三、晶胞参数的测定  衍射线 可知θ和d  ∵d是晶胞参数、衍射指数（HKL）的函数  ∴欲求晶胞参数，必求每根衍射线的对应衍射指数(HKL)  又∵    一、粉晶衍射图的标定方法    理论上：n条衍射线可得n个上述方程，联立方程组，可求得各衍射线的衍射指数H、K、L以及与晶胞参数有关的常数A、B、C、D、E和F。但是：方程右边全是未知数，求解困难。因此只适用于中高级晶系。  二、系统误差的来源  德拜-谢乐法： 相机镜头半径不准  底片伸缩  试样偏心  试样对X射线的吸收  衍射仪法： 焦点位移误差  试样表面离轴误差  试样透明误差（因吸收而造成的）  平板型试样误差  X射线的垂直发散误差 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 课堂提问：  材料的性能除了受组成元素的影响，还取决于什么性质？ | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 作业：本章学习感想 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 课前准备：复习X射线衍射相关知识。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 李占双主编. 《近代分析测试技术》北京理工大学出版社，2009，第二章. | | | | | | |

## 7.14教学单元十四

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 14/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1） 了解透射电镜的结构及成像原理，加深对透射电镜的整体印象，加深对透射电镜工作原理的了解 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**  (1)透射电镜的结构；  (2)透射电镜的原理；  **重点及难点**：  （1）明暗场成像原理； | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| 教学方法：讲授法、提问法  一、透射电镜的基本结构及工作原理  透射电子显微镜是一种具有高分辨率、高放大倍数的电子光学仪器，被广泛应用于材料科学等研究领域。透射电镜以波长极短的电子束作为光源，电子束经由聚光镜系统的电磁透镜将其聚焦成一束近似平行的光线穿透样品，再经成像系统的电磁透镜成像和放大，然后电子束投射到主镜简最下方的荧光屏上而形成所观察的图像。在材料科学研究领域，透射电镜主要可用于材料微区的组织形貌观察、晶体缺陷分析和晶体结构测定。  透射电子显微镜按加速电压分类，通常可分为常规电镜(100kV)、高压电镜(300kV)和超高压电镜(500kV以上)。提高加速电压，可缩短入射电子的波长。一方面有利于提高电镜的分辨率；同时又可以提高对试样的穿透能力，这不仅可以放宽对试样减薄的要求，而且厚试样与近二维状态的薄试样相比，更接近三维的实际情况。就当前各研究领域使用的透射电镜来看，其主要三个性能指标大致如下：   加速电压：80～3000kV  分辨率：点分辨率为0.2～0.35nm、线分辨率为0.1～0.2nm 最高放大倍数：30～100万倍  尽管近年来商品电镜的型号繁多，高性能多用途的透射电镜不断出现，但总体说来，透射电镜一般由电子光学系统、真空系统、电源及控制系统三大部分组成。此外，还包括一些附加的仪器和部件、软件等。有关的透射电镜的工作原理可参照教材，并结合本实验室的透射电镜，根据具体情况进行介绍和讲解。以下仅对透射电镜的基本结构作简单介绍。  1．电子光学系统  电子光学系统通常又称为镜筒，是电镜的最基本组成部分，是用于提供照明、成像、显像和记录的装置。整个镜筒自上而下顺序排列着电子枪、双聚光镜、样品室、物镜、中间镜、投影镜、观察室、荧光屏及照相室等。通常又把电子光学系统分为照明、成像和观察记录部分。   2．真空系统  为保证电镜正常工作，要求电子光学系统应处于真空状态下。电镜的真空度一般应保持在10-5托，这需要机械泵和油扩散泵两级串联才能得到保证。目前的透射电镜增加一个离子泵以提高真空度，真空度可高达133．322×10-8Pa或更高。如果电镜的真空度达不到要求会出现以下问题：  (1) 电子与空气分子碰撞改变运动轨迹，影响成像质量。  (2) 栅极与阳极间空气分子电离，导致极间放电。   (3) 阴极炽热的灯丝迅速氧化烧损，缩短使用寿命甚至无法正常工作。  (4) 试样易于氧化污染，产生假象。 3．供电控制系统  供电系统主要提供两部分电源，一是用于电子枪加速电子的小电流高压电源；二是用于各透镜激磁的大电流低压电源。目前先进的透射电镜多已采用自动控制系统，其中包括真空系统操作的自动控制，从低真空到高真空的自动转换、真空与高压启闭的连锁控制，以及用微机控制参数选择和镜筒合轴对中等。  二、明暗场成像原理及操作  1．明暗场成像原理  晶体薄膜样品明暗场像的衬度(即不同区域的亮暗差别)，是由于样品相应的不同部位结构或取向的差别导致衍射强度的差异而形成的，因此称其为衍射衬度，以衍射衬度机制为主而形成的图像称为衍衬像。如果只允许透射束通过物镜光栏成像，称其为明场像；如果只允许某支衍射束通过物镜光栏成像，则称为暗场像。有关明暗场成像的光路原理参见图下图。就衍射衬度而言，样品中不同部位结构或取向的差别，实际上表现在满足或偏离布喇格条件程度上的差别。满足布喇格条件的区域，衍射束强度较高，而透射束强度相对较弱，用透射束成明场像该区域呈暗衬度；反之，偏离布喇格条件的区域,衍射束强度较弱，透射束强度相对较高，该区域在明场像中显示亮衬度。而暗场像中的衬度则与选择哪支衍射束成像有关。如果在一个晶粒内，在双光束衍射条件下，明场像与暗场像的衬度恰好相反。     2．明场像和暗场像  明暗场成像是透射电镜最基本也是最常用的技术方法，其操作比较容易，这里仅对暗场像操作及其要点简单介绍如下：  (1) 在明场像下寻找感兴趣的视场。 (2) 插入选区光栏围住所选择的视场。   (3) 按“衍射”按钮转入衍射操作方式，取出物镜光栏，此时荧光屏上将显示选区域内晶体产生的衍射花样。为获得较强的衍射束，可适当的倾转样品调整其取向。  (4) 倾斜入射电子束方向，使用于成像的衍射束与电镜光铀平行，此时该衍射斑点应位于荧光屏中心。  (5) 插入物镜光栏套住荧光屏中心的衍射斑点，转入成像操作方式，取出选区光栏。此时，荧光屏上显示的图像即为该衍射束形成的暗场像。  通过倾斜入射束方向，把成像的衍射束调整至光轴方向，这样可以减小球差，获得高质量的图像。用这种方式形成的暗场像称为中心暗场像。在倾斜入射束时，应将透射斑移至原强衍射斑(hkl)位置，而(hkl)弱衍射斑相应地移至荧光屏中心，而变成强衍射斑点，这一点应该在操作时引起注意。  下图是相邻两个钨晶粒的明场和暗场像。由于A晶粒的某晶面满足布喇格条件，衍射束强度较高，因此在明场像中显示暗村度。图2-2b是A晶粒的衍射束形成的暗场像，因此A晶粒显示亮衬度，而B晶粒则为暗像。图2-3显示析出相(ZrAl3)在铝合金基体中分布的明场和暗场像，图2-3b是析出相衍射束形成的暗场像。利用暗场像观测析出相的尺寸、空间形态及其在基体中的分布，是衍衬分析工作中一种常用的实验技术。图2-4是位错的明暗场像，明场像中位错线显现暗线条，暗场像衬度恰好与此相反。图2-5是面心立方结构的铜合金中层错的明暗场像。利用层错明暗场像外侧条纹的衬度，可以判定层错的性质。 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 课堂提问：  透射电子显微镜与光学显微镜的区别？ | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 作业：本章学习感想 | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 课前准备：简单回顾上一单元的教学内容。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 李占双主编. 《近代分析测试技术》北京理工大学出版社，2009，第三章. | | | | | | |

## 7.15教学单元十五

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 15/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1） 了解扫描电镜的结构及原理 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**  (1)扫描电镜的结构；  (2)扫描电镜的原理；  **重点及难点**：  （1）电子光学系统；  （2）扫描系统； | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| **教学方法：讲授法、提问法**  **一、扫描电镜的构造及原理**  扫描电镜是利用细聚焦高能电子束在试样上扫描激发出各种物理信息，通过对这些信息的接收、放大和显示，实现对试样进行微区分析。结构上可分为五部分，即：电子光学系统、扫描系统、信号接收与显示系统、样品移动与更换系统和真空系统。下面可通过日立S－530为例了解扫描电镜结构及原理。  1.电子光学系统  电子光学系统如下图所示。这部分是由电子枪及电磁透镜等组成。    2.扫描系统  主要包括扫描发生器、扫描线圈和放大倍率变换器。扫描发生器的基本原理是利用开关电路对积分电容反复充电、放电而产生一串锯齿波输出，是随着时间线性变化的波形。S－530扫描电镜的扫描发生器由X扫描发生器、Y扫描发生器及它们的放大器组成，从而实现行扫描和帧扫描。锯齿波信号同步地送入镜筒中的扫描线圈和显示系统的显像管的扫描线圈上。  扫描电镜的放大倍率是通过改变电子束的偏转角度来调节的。放大倍数等于显示屏上的宽度与电子束在试样上扫描的宽度之比。如果显示屏宽度为150mm，放大104倍，试样上的行扫宽度为15μm。S－530扫描电镜放大倍数为20-150,000倍率连续可调。  3.信号的接收、放大与显示  电子束与试样相互作用会产生多种信息。主要有二次电子，背散射电子及X射线等，扫描电镜中采用不同的探测器可以接收不同的信号。如用正比计数器接收X射线，再加上晶体分光计则可组成波谱仪——电子探针；如用Si（Li）半导体计数，接收X射线，则可组成能谱仪，还可利用俄歇电子为信号做成俄歇谱仪等。由闪烁体及光电倍增管组成的以接收二次电子为主的仪器称为扫描电镜。  二次电子的探测系统如图1－5所示。二次电子在收集栅的作用下（+500V）打在闪烁体探头上，探头表面喷涂有约数百埃的铝膜和荧光物质，闪烁体上加有+10KV电压，以保证绝大部分电子落在探头的顶部。在二次电子的轰击下闪烁体释放出光子束，沿着光导管传到光电倍增管的阴极上。光电阴极把光信号转变成电信号并加以放大输出，再经前置放大器放大后进入视频放大器，再到CRT的栅极上。显示屏的信号波形的幅度和电压受输入二次电子信号强度调制，图像则产生亮度和反差。所以，电子束在凸凹的样品表面上逐点扫描时产生的二次电子数量的多少直接影响着图像的亮度。  4.样品移动与更换系统  S－530型扫描电镜样品台操作时，通过千分尺机构可实现X、Y、Z三个方向上的位移，也可使样品倾斜和旋转。具体指标为：  X方向位移：0-80mm Y方向位移：0-40mm Z方向位移：5-35mm 倾斜角：-15o- +90o 旋转角：360o  最大样品尺寸：φ150mm×12mm  扫描电镜样品台分专用样品台和特殊样品台。如半导体器件及微型电路测试样品台，大角度倾斜台，透射电子样品台、拉伸台、加热及冷却样品台、万能转向样品台及样品台自动移动装置等。  5.真空系统  S－530型扫描电镜样品台操作时，通过千分尺机构可实现X、Y、Z三个方向上的位移，也可使样品倾斜和旋转。具体指标为：  X方向位移：0-80mm Y方向位移：0-40mm Z方向位移：5-35mm 倾斜角：-15o- +90o 旋转角：360o  最大样品尺寸：φ150mm×12mm  扫描电镜样品台分专用样品台和特殊样品台。如半导体器件及微型电路测试样品台，大角度倾斜台，透射电子样品台、拉伸台、加热及冷却样品台、万能转向样品台及样品台自动移动装置等。  6.扫描电镜常用参数  加速电压、束斑、工作距离、扫描速度 | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 课堂提问：  透射电子显微镜与光学显微镜的区别？ | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 作业：本章学习感想  课后反思：扫描电子显微镜与光学显微镜的区别？ | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 课前准备：简单回顾上一单元的教学内容。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 李占双主编. 《近代分析测试技术》北京理工大学出版社，2009，第四章. | | | | | | |

## 7.16教学单元十六

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **学院** | **教师姓名** | **课程名称** | **学分/学时** | **课程性质** | **课次/学时** | **日 期** |
| 化学工程学院 | 付大友 | 近代分析测试技术 | 2/32 | 复合选修 | 16/2 |  |
| **本讲教学目标** | | | | | | |
| （1） 了解扫描电镜图像及衬度  （2） 掌握扫描电镜结构分析 | | | | | | |
| **本讲教学内容** | | | | | | |
| **知识点：**  (1)二次电子像；  (2)背散射电子像；  **重点及难点**：  （1）二次电子像；  （2）背散射电子像； | | | | | | |
| **本讲教学过程及教学方法** | | | | | | |
| |  | | --- | | 教学方法：讲授法、提问法、多媒体教学  一、电子与固体试样的交互作用  一束细聚焦的电子束轰击试样表面时，入射电子与试样的原子核和核外电子将产生弹性或非弹性散射作用，并激发出反映试样形貌、结构和组成的各种信息，有：二次电子、背散射电子、阴极发光、特征X 射线、俄歇过程和俄歇电子、吸收电子、透射电子等。    二、扫描电镜图像及衬度  1.二次电子像  入射电子与样品相互作用后，使样品原子较外层电子（价带或导带电子）电离产生的电子，称二次电子。二次电子能量比较低，习惯上把能量小于50eV电子统称为二次电子，仅在样品表面5nm－10nm的深度内才能逸出表面，这是二次电子分辨率高的重要原因之一。  二次电子象是表面形貌衬度，它是利用对样品表面形貌变化敏感的物理信号作为调节信号得到的一种象衬度。因为二次电子信号主要来处样品表层5－10nm的深度范围，它的强度与原子序数没有明确的关系，便对微区表面相对于入射电子束的方向却十分敏感，二次电子像分辨率比较高，所以适用于显示形貌衬度。  凸凹不平的样品表面所产生的二次电子，用二次电子探测器很容易全部被收集，所以二次电子图像无阴影效应，二次电子易受样品电场和磁场影响。二次电子的产额δ∝ K/cosθ  K为常数，θ为入射电子与样品表面法线之间的夹角，  θ角越大，二次电子产额越高，这表明二次电子对样品表面状态非常敏感。  2.背散射电子像  背散射电子是指入射电子与样品相互作用(弹性和非弹性散射)之后，再次逸出样品表面的高能电子，其能量接近于入射电子能量( E。)。背射电子的产额随样品的原子序数增大而增加，所以背散射电子信号的强度与样品的化学组成有关，即与组成样品的各元素平均原子序数有关。  背散射电子像的形成，就是因为样品表面上平均原子序数Z大的部位而形成较亮的区域，产生较强的背散射电子信号；而平均原子序数较低的部位则产生较少的背散射电子，在荧光屏上或照片上就是较暗的区域，这样就形成原子序数衬度。  三、扫描电镜的主要性能与特点  放大倍率高（M=Ac/As）  分辨率高（d0=dmin/M总）  景深大（F≈ d0/β）  保真度好  样品制备简单 | | | | | | | |
| **本讲师生互动** | | | | | | |
| 课堂提问：  扫描电子显微镜是如何成像的？ | | | | | | |
| **本讲作业安排及课后反思** | | | | | | |
| 作业：本章学习感想  课后反思：扫描电子显微镜与光学显微镜的区别？ | | | | | | |
| **课前准备情况及其他相关特殊要求** | | | | | | |
| 课前准备：简单回顾上一单元的教学内容。 | | | | | | |
| **本讲教学单元的参考资料** | | | | | | |
| 李占双主编. 《近代分析测试技术》北京理工大学出版社，2009，第四章. | | | | | | |

# 8.课程要求

## 8.1 学生自学要求

要求学生在课前做预习，并对过去的关联课程做复习。

## 8.2 课外阅读要求

要求学生阅读热分析、X射线衍射分析法、化学发光分析、自动分析技术、联用技术、扫描电镜、透射电镜的文献或专著，并写出读书报告。

## 8.3 课堂讨论要求

教师提问，学生进行回答；学生提问，教师进行讲解。

## 8.4 课程实践要求

本课程主要讲述分析测试方法的原理，在实践方面还要结合仪器分析实验这门课程进行。

# 9.课程考核方式及评分规程

## 9.1 出勤、作业、报告

一、出勤要求

课堂是学习的主要场所，课堂学习是学生获取知识、培养能力、提高素质的主要渠道。学生的高出勤率是创造良好学习氛围、形成良好学习风气、提高综合素质的必要条件。所以，本课程对学生的出勤做出如下具体要求：

a）学生须按时上课。因故不能按时上课的，事先必须请假，不得事后补假。未请假或请假未准而擅自不出勤者，均以旷课论。累计旷课三次者取消考试资格。

b) 学生不得迟到或无故早退，迟到或无故早退一次扣考勤成绩相应分值，迟到或无故早退累计达三次视为旷课一次。

二、作业及报告要求

任课教师根据讲课内容及进度，适当布置习题作业，要求题目多样化，尽量避免布置简单套用公式的习题，学生通过完成习题来掌握本课程的知识，并达到课程教学目标的要求。在习题数量方面，建议2学时课堂教学对应1-2道习题的课后作业，或4—6学士完成一篇报告。

学生必须按时完成作业（报告），且须保质保量，不得抄袭，若发现雷同作业（报告），则当次作业（报告）计为零分。此外作业最好做在作业本上，要求字迹工整清晰。

出勤、作业、报告作为平时成绩的依据，出勤占20%、作业占50%、小论文（或根据样品建立分析方案）占30%。

## 9.2 成绩的构成及评分规则说明

最终成绩=出勤×30%+课外作业×40%+小论文×30%

## 9.3 考试形式及说明

本课程为复合选修课，不安排考试。

# 10. 学术诚信规定

考试作弊、协助他人作弊、杜撰数据信息、抄袭（包括抄袭他人作业、抄袭教辅资料答 案） 、学术剽窃，这些行为皆视为违反学术诚信，其中作弊是指任何利用或企图利用不诚实、欺诈或未经认可的手段以力图获得学分的行为；抄袭是指窃取他人的作品当作自己的，包括完全照抄他人作品和在一定程度上改变其形式或内容的行为。 学术剽窃是指把他人的观点表达成自己的，而不注明引用来源的行为。

学术诚信问题零容忍，学生抄袭或其他欺诈行为一经证实，该课程成绩将被判不及格，

情节严重者将上报学校。请同学们高度重视学术诚信问题，对自己负责，严格要求自己，遵守四川轻化工大学相关的管理规范要求。

# 11.课堂规范

## 11.1学生课堂纪律与礼仪：依据四川轻化工大学相关规定

## 11.2 任课教师课堂规范：依据四川轻化工大学相关规定

# 12.课程资源

## 12.1. 建议教材：李占双、景晓燕、王君《近代分析测试技术》北京理工大学出版社

## 12.2. 主要参考文献：

【1】胡坪等，《仪器分析》第五版. 高等教育出版社，2019.

【2】周玉等主编，《材料分析测试技术》. 哈尔滨工业大学出版，2007.

【3】 祁景玉主编，《现代分析测试技术》. 同济大学出版，2005.

【4】赵藻藩等主编，《仪器分析》高等教育出版社，1990.

【5】刘虎威主编，《气相色谱方法及应用》化学工业出版社，2000.

【6】蔡正千主编，《热分析》高等教育出版社，1993.

【7】钟海庆《红外光谱法入门》化学工业出版社，1984.

## 12.3. 专业刊物

本课程主要相关的中文专业期刊包括：

《色谱》、《现代科学仪器》、《波谱学杂志》、《分析化学》、《应用化学》、《分析仪器》、《波谱学杂志》、《光谱学与光谱分析》等，

英文刊物包括：

[Talanta](http://www.journals.elsevier.com/talanta/)、Journal of Molecular Spectroscopy、Analytica Chimica Acta、Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy、Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy、[Analytical Chemistry](http://pubs.acs.org/journal/ancham)、Chromatographia、Ultramicroscopy、Journal of Chromatography A-B等

建议学有余力的学生选择其中的刊物阅读，借此拓宽自身知识面和学术视野。

## 12.4. 网络课程资源

浙江师范大学仪器分析精品课程:

<http://course.zjnu.cn/inanal/>

中山大学分析化学精品课程: <http://ce.sysu.edu.cn/echemi/ac/instrumentalviedo/Index.aspx>

清华大学精品课程: <http://qcourse.tsinghua.edu.cn/eol/jpk/course/layout/frame/index.jsp?courseId=1223>

## 12.5. 课外阅读资源：

中国知网，美国化学会期刊，英国皇家化学会期刊

# 13. 教学合约

## 13.1. 合作双方阅读课程实施大纲，理解其内容；

## 13.2. 合作双方同意遵守课程实施大纲中的各项内容，并签字。

# 14. 其他必要说明

由于本门课程内容涵盖量较广泛，知识点较为繁杂，建议适当增加课时量。