

輔仁大學 112 年高教深耕計畫
「產學成果導向課程」成果報告

111 學年度第 2 學期
程序分析化學（一）

授課教師	施宗廷
報告撰寫人	陳紀豪
修課人數	19

中華民國 112 年 7 月

目錄

課程執行成果摘要-----	3
課程指導成果說明-----	3
(一)課程實際規劃與說明-----	3
(二)具體教學成果與評估-----	5
(三)課程遇到問題與困難-----	6
(四)省思與未來的展望-----	6
學生學習成果-----	6

課程執行成果摘要

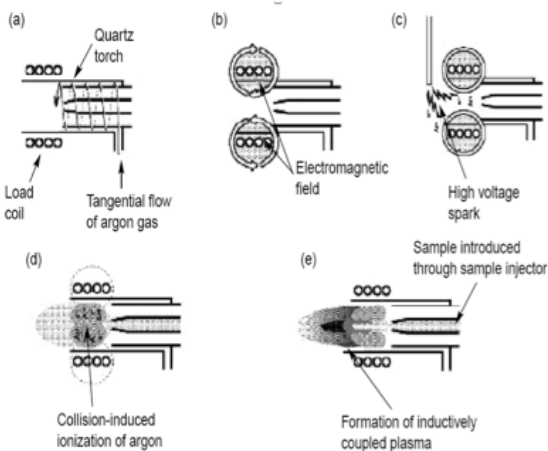
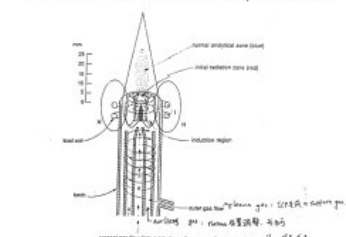
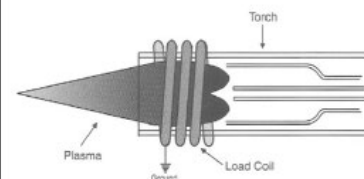
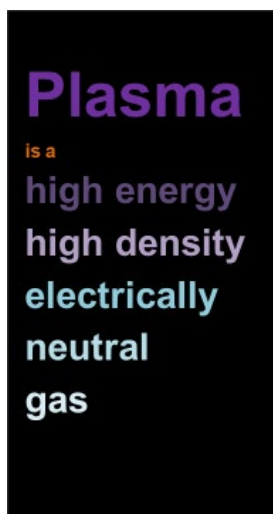
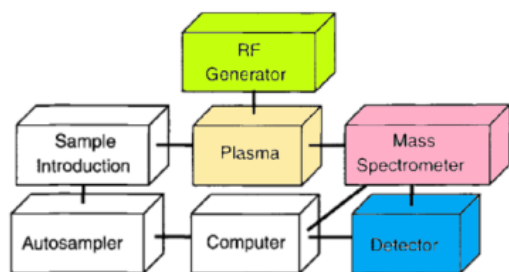
在完整的分析流程中，了解儀器運作原理並熟練操作過程是普遍人們認知中取得準確數據的主要步驟，然而，樣品前處理才是實際決定數據結果是否代表樣品的至關步驟。而該步驟時常被人忽略，前處理看似簡單，但世界上樣品各式各樣且基質不一，在取得一個未知樣品並鎖定欲檢測之待測物後，選擇一個合適的樣品前處理步驟是需要豐富的經驗。學生能夠在必修課程中學習到各種儀器的知識，但在就業時卻需要從零累積經驗，因此，該課程邀請業界廠商分享關於實驗中用量極大的水，在使用過程中如何做到汙染控制，另一位則是分享融熔前處理技術，如何針對取得的樣品性質選擇正確的手法，避免再進入儀器測量前就已決定後續取得結果為錯誤的情況發生。

課程指導成果說明

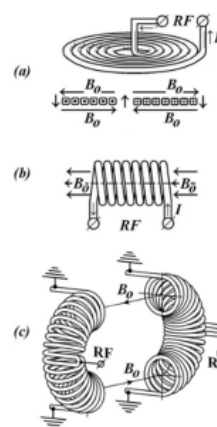
(一)課程實際規劃與說明

該課程分為儀器原理教學與前處理部分，於課堂中講解實驗室所擁有之無機質譜儀器之原理，並於實驗室實際參觀質譜儀搭配講解，以利學生能夠將書中知識與實體進行連結，該分析技術廣為使用於科技業與傳統產業上，在品保品管流程中扮演不可或缺的角色，對於未來求職基會有很大的幫助。後續將穿插兩次由業界講者來傳授關於樣品前處理相關經驗與技巧，後續分組進行相同前處理步驟後，將樣品交由實驗室人員進行感應耦合電漿質譜儀的分析，讓學生理解前處理步驟如何影響檢驗結果。

Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry

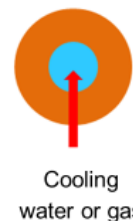


Load coil



There are three types of ICP geometries: planar (a), cylindrical (b), and half-toroidal (c)

Consists of **two to three turns of 3mm diameter copper tubing** wound in about a **3 cm diameter spiral**.



N																	
B.I.																	
Ho 100	Be 75	$\frac{n_1 n_c}{n_a} = \frac{2Z_1(T)}{Z_a} \frac{2\pi m k T}{h^2} e^{-E_b/kT},$															
Mg 100	Na 98																
K 100	Sc 98	Ti 99	V 99	Cr 98	Mn 95	Fe 96	Co 93	Ni 91	Cu 90								
Rb 100	Sr 101	Y 99	Zr 98	Nb 96	Mo 96	Tc 96	Ru 96	Pd 94	Ag 93								
Cs 100	Ba 97	La 99	Hf 96	Ta 95	W 94	Re 93	Os 92	Ir 92	Pt 92	Dl 91							
Pr 100	Ra 96	Ac 96	Umg 96	Ump 96	Umh 96	Uns 96	Uno 96										

Ce 90[2]	Pr 90[10]	Nd 99*	Pm ;	Sm 97[3]	Eu 100*	Gd 93[7]	Tb 99*	Dy 100*
Th 100*	Pa	U 100*	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf

Figure 2.3 Calculated values for degree of ionisation (%) of M^+ and M^{2+} at $T_i = 7500$ K, $n_e = 1 \times 10^{13}$ cm⁻³. Elements marked by an asterisk yield significant amounts of M^{2+} but partition functions are not available (after Houk, 1986).

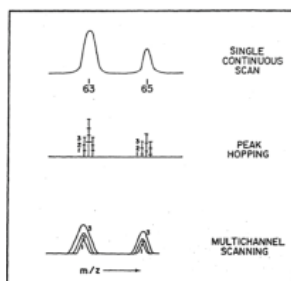
Element	Degree of ionization (%)
Ar	0.04
As	52
Be	5
Cd	65
Co	93
Cr	98
Cu	90
Fe	96
La	90
Mn	95
Na	100
P	33
Pb	97
Rb	100
Se	33
Sr	96
Tl	100
V	99
Zn	75

Quadrupole- Scanning

Scan rate: up to 3000 amu/sec

Regions that need to be avoided:
13~22 m/z (containing N, O, H₂O)
32~42 m/z (containing O₂ and Ar)

Modes:
Single ion Monitoring
Full Scan
Peak Hopping
Multichannel scanning

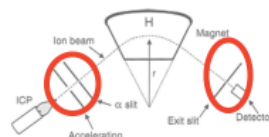


12

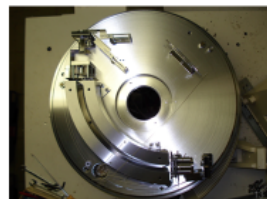
Magnetic Sector Mass Analyzer

Single Focusing

- ions passing through a magnetic field and deflected



$$r = \frac{(2Vm/z)^{1/2}}{H}$$



- Limitations:
(1) Carefully controlled photography
(2) tedious interpretation

Magnetic Sector Mass Analyzer

Double Focusing

Advantage

- High Reproducibility
- Best quantitative performance of all mass spectrometer analyzers
- High resolution
- High sensitivity
- High dynamic range
- Linked scan MS/MS does not require another analyzer
- High-energy CID MS/MS spectra are very reproducible

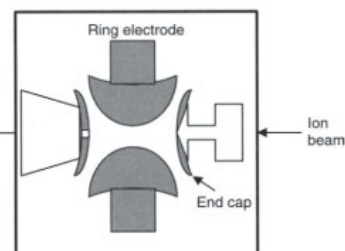
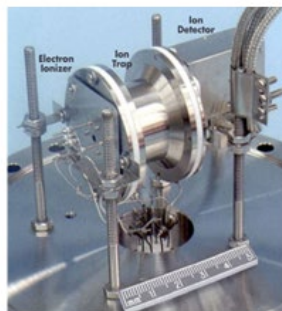
Limitations

- Not well-suited for pulsed ionization methods (e.g. MALDI)
- Usually larger and higher cost than other mass analyzers
- Linked scan MS/MS gives either limited precursor selectivity with unit product-ion resolution, or unit precursor selection with poor product-ion resolution

15

Ion-Trap Mass Analyzer

- Doughnut-shaped ring electrode and two end-cap electrodes
- RF signal creating a trap
- Problems: in ICP, can cause collision and scattering of argon species



16

(二)具體教學成果與評估

(1)請學生針對兩次演講主題撰寫心得報告

(2)針對上課內容設計考試題目進行測驗

(3)挑選無機分析中常用之微波消化前處理技術作為題目，請同學嘗試自行學習並分工製作投影片講解。

2023.04.13

I、是非題 (36 分)

- 根據 American Society for Testing and Materials (ASTM) 的標準，水可區分為四級 (Type I, II, III, IV)。但無論哪一級都屬於超純水 (ultrapure water)，差別在於應用領域不同而已。
- 當純水出現關鍵的 18.2 MΩ·cm，通常意味著水質已到達極致。同時，因其製造成本較高，應當用完現有的才再取新的，以減少浪費。
- 逆滲透是膜過濾技術中可濾除顆粒尺寸最小的一種，濾除效率優於超過濾技術 (ultrafiltration)。
- 目前常見的水純化技術中，紫外線處理通常會經過 254 nm 及 185 (254) nm 兩種照射波段，其中，185 (254) nm 波段主要的功能便是用來除菌。
- 根據超純水使用原則建議，為減少混入空氣中的污染物，取水過程應盡量避免引起氣泡。因此，為了解決這個問題，在取水口連接一條砂膠軟管作為容器與取水口間的連接會是比較建議的做法。
- 熔融法主要應用於解決一般微波消化前處理方式無法處理之樣品，像是底泥或礦石可採用氫氟酸處理的樣品，熔融法沒有採用的價值。
- 熔融法主要是透過強熱的方式使樣品與試劑熔融混合，因此，樣品應儘可能研磨成極細粉體以加速傳導效率。
- 四硼酸鈉與四硼酸鈉是熔融法中常用的助熔劑，通常視樣品酸鹼性而混合使用。一般來說，若遇樣品偏酸性的情況，偏硼酸鈉的使用比例應大於四硼酸鈉。

9、氧化劑的使用是將樣品預先轉化成氧化物，以避免白金坩堝與未氧化樣品反應而損毀。以常用的硝酸銨和硝酸鎂來說，硝酸銨具有比較強的氧化功效，因為鎂元素的氧化力優於銨元素。

II、簡答題 (60 分)

- 為何水在各類科學實驗中是如此重要？(12 分) P4
- 一般來說，水中常見的污染物除了氣體外還有哪四種？(16 分) P8
- 在純水前處理過程所採用的微過濾技術通常又可細分為深層過濾 (depth filtration) 及篩網過濾 (screen filtration) 兩種型態。(a) 試就滯留效率 (retention) 及容量 (capacity) 比較兩者差異。(b) 為實現高效率和低的水處理，深層過濾及篩網過濾先後順序應如何配置為佳？(12 分) P17
- (a) 試說明活性炭 (activated carbon) 在純水處理過程中的功能。(b) 經活性炭處理後的水又可能衍生出甚麼問題？(8 分) P18
- 就安全性及操作彈性比較火焰式及電熱式兩種熔融設備差異。(8 分) P18
- 脫碳劑的使用通常是為了避免熔融樣品因沾黏產生之分析誤差及沾黏在坩堝或器具上而造成其壽命減短減少。常見的脫碳劑有碘化鉀、碘化鎂與溴化鎂。試說明脫碳劑沾黏的原理。(4 分) P13

III、課堂建議 (4 分) (張主要針對這門課的授課型態提供意見與看法)

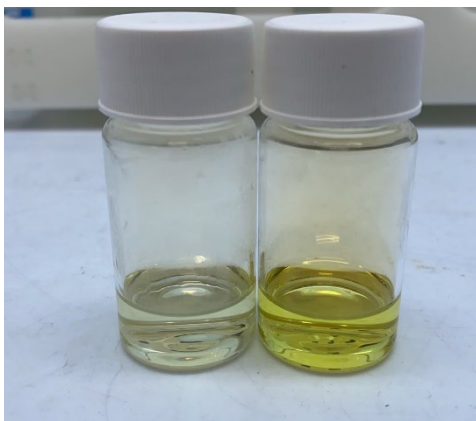
(三)課程遇到問題與困難

為了讓學生能夠在進入職場前，儘可能的接觸到實體，讓課本的內容不再枯燥乏味且遙遠，並透過實際的實驗理解到數據結果如何受到影響，但在儀器操作方面，考量到學生可能無法在短時間熟練與其安全，貴重儀器的操作主要由實驗室指導的碩班學生代為操作，另外，前處理通常需要耗費較長的時間，加上沒有足夠的設備能夠讓每個人都有機會實際操作，導致部分學生只能在旁觀察，此部分則較為可惜。

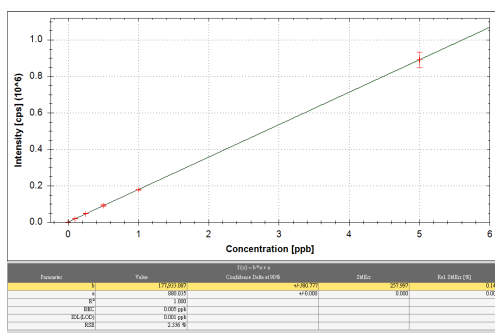
(四)省思與未來的展望

感謝學校提供機會與經費，藉由產學課程邀請業界講者來分享實際操作實驗時會面臨哪些問題，這些經驗談是在書中無法領會的，後續透過實驗讓學生把這些經驗談轉變成肉眼可以看到的結果以留下深刻印象，但實驗設計與規劃上仍然有許多可以進步的地方，在課程安排與實際操作兩者時間安排上相當緊湊，經過幾次產學的歷程，總是期望能夠將此種跟產業界互相學習的機會進一步的擴大，在實驗規模的設計上如何拿捏，或是提前熟悉帶實驗的整體流程使其更為流暢，使全部學生都能有操作的機會。

學生學習成果



前處理手法差異導致相同樣品得到不同的形態，該差異可能會在後續實驗數據中顯現出來，讓學生理解到前處理手法的重要性。



以感應耦合電漿質譜測量標準品以製備檢量線，接續透過減量線取得樣品與儀器訊號間的關係。

[illegible]

藉由測量結果比較前處理手法對實驗數據帶來的差異。

(由於心得報告內容較長，將其轉成 PDF 檔至於資料夾內)