



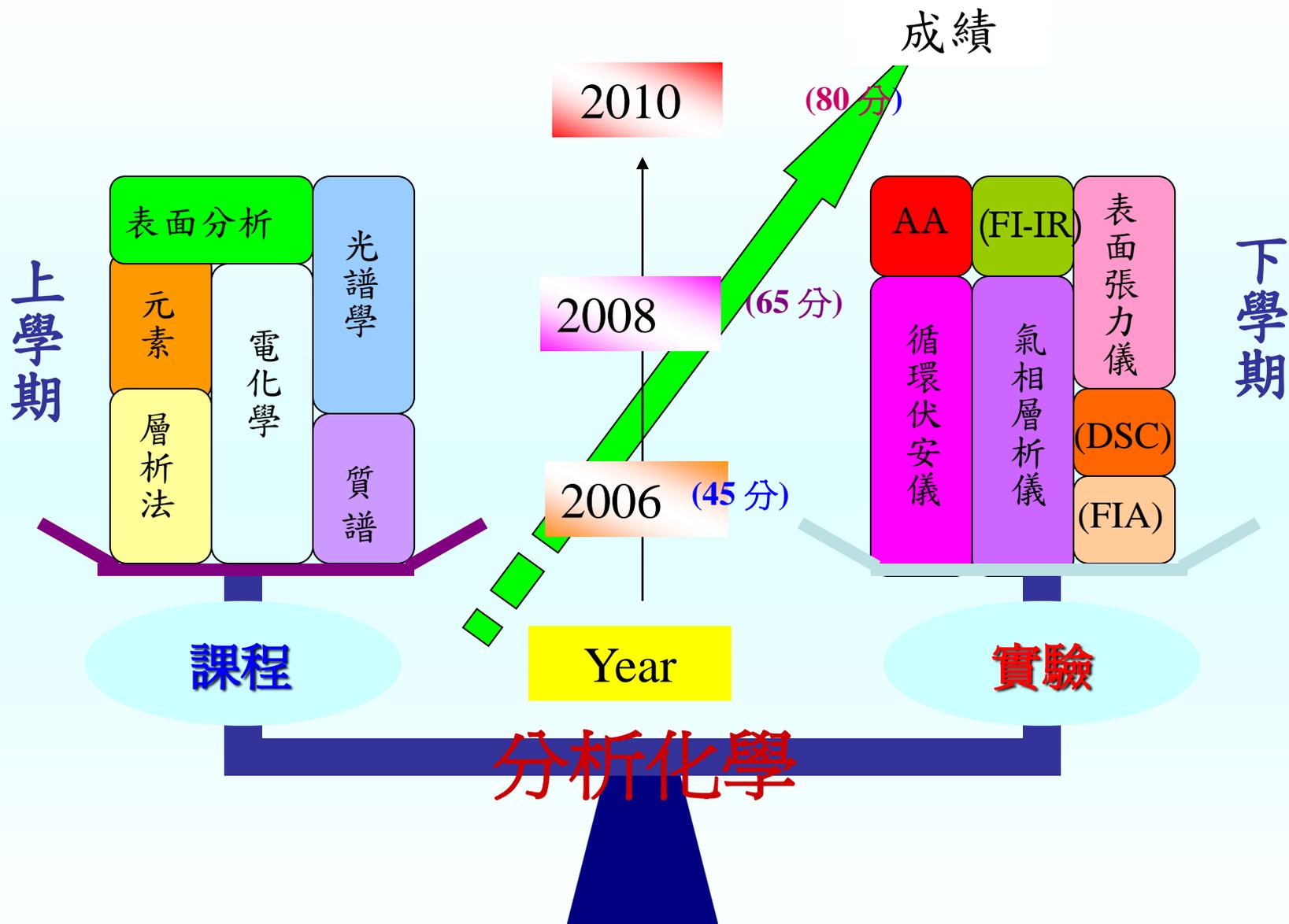
輔仁大學教學成果發表

分析化學實驗數位學習平台

報告人：劉茂煌

服務單位：輔仁大學化學系

Keep the Balance



分析化學實驗數位學習平台

教學理念與目標(教學卓越計畫)

1. 讓系上學生在進行儀器操作前，可充分了解儀器分析原理及操作程序，以降低其在儀器操作上可能產生的失誤，也降低研究實驗的危險性，進而延長儀器的使用壽命並減少儀器維修費之支出。
2. 學生亦可藉由該數位學習平台習得正確的儀器操作程序以減少師徒式教學可能造成的口語上的失誤。
3. 非本系學生可藉由該數位學習平台輕鬆自我學習，縮短摸索時間，進而擴大儀器應用領域，提高儀器使用率。
4. 相關教學教師可擷取相關內容作為輔助教材以具體說明授課內容以幫助學生理解。

具體作法

1. 針對各單元，準備所需教材，包括(a)儀器原理(b)儀器構(c)儀器運作程序
2. 針對各單元，利用電腦動畫技術模擬儀器實際運作程序並將儀器原理及構造等教材製成動畫短片。
3. 針對各單元，利用攝影機拍攝實際操作儀器及進行實驗範例的過程。
4. 針對各單元，將所製作之電腦動畫片及影片整合成一套試映片
5. 邀請系上相關教師觀賞所製作之試映片，並針對各教師所提意見及錯誤，進行改正。
6. 將改正後之影片，置於「系網」上，供學生自由下載觀看。
7. 引入教學中

儀器與實驗範例

- a) 可見光/紫外線分光光譜儀(UV-Vis)
- b) 流動式注入分析儀(FIA)
- c) 高效液相層析儀(HPLC)
- d) 原子吸收光譜儀(AA)
- e) 氣相層析儀(GC)
- f) 循環伏安儀(CV)
- g) 表面張力儀
- h) 接觸角儀
- i) 示差掃描熱量儀(DSC)
- j) 符立葉紅外線光譜儀(FI-IR)

單元	實驗範例
1	利用可見光/紫外線分光光譜儀測定混合物中的阿斯匹靈、非那西汀和咖啡因的含量
2	利用可見光/紫外線分光光譜儀及流動式注入分析儀自動分析水中亞硝酸鹽
3	利用高效液相層析儀測量可樂中之咖啡因含量
4	利用火焰式原子吸收光譜術檢測土壤中的銅
5	利用氣相色層析儀分析混合物之組成
6	黃血鹽氧化還原偵測
7	測定界面活性劑之表面張力
8	測定界面活性劑之接觸角
9	利用示差掃描熱量儀測定polystyrene之Tg
10	利用傅立葉紅外線光譜儀測定聚苯乙烯之官能基

循環伏安法

Cyclic Voltammetry



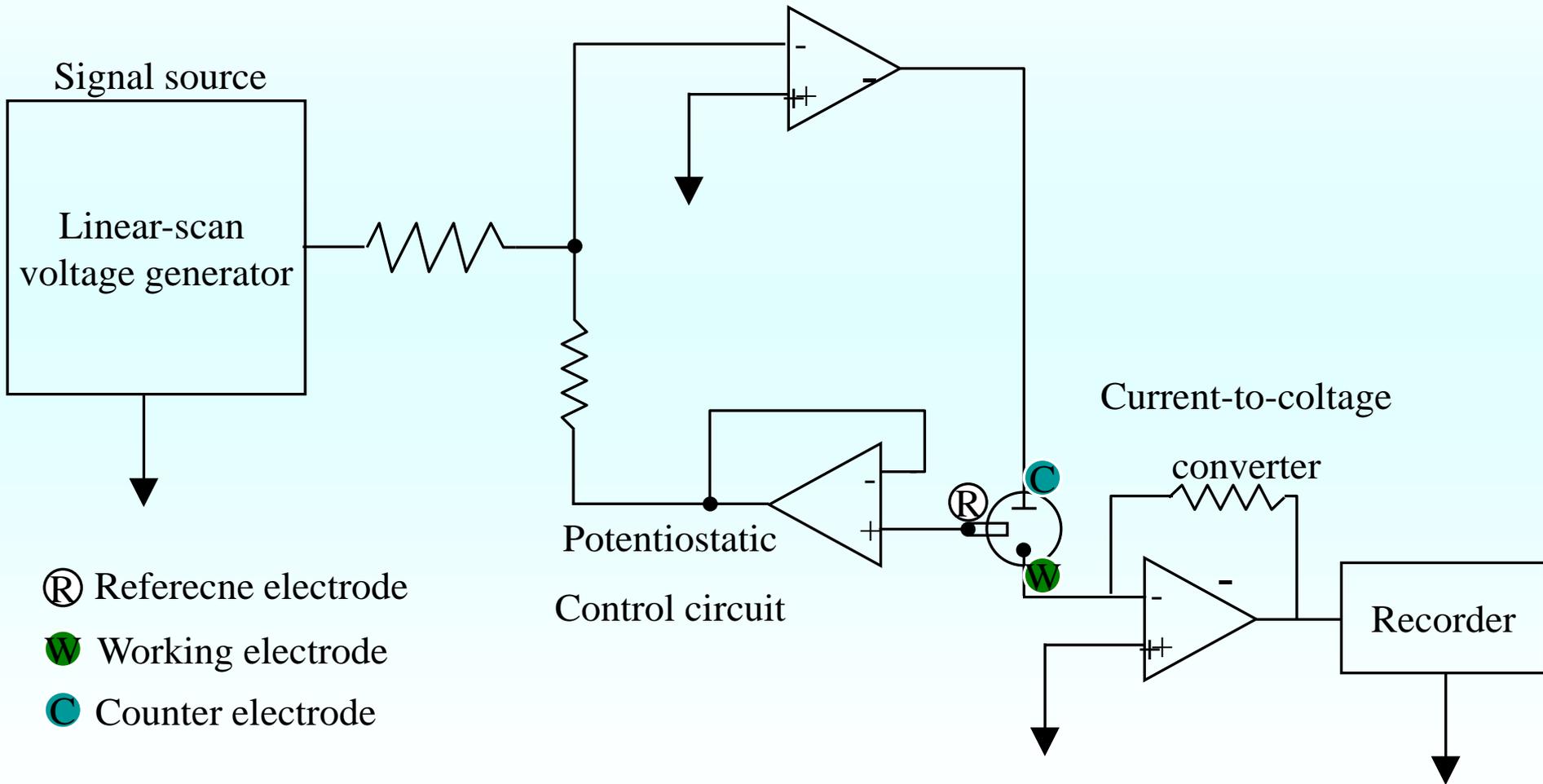
CV儀器原理

CV動畫

實驗範例

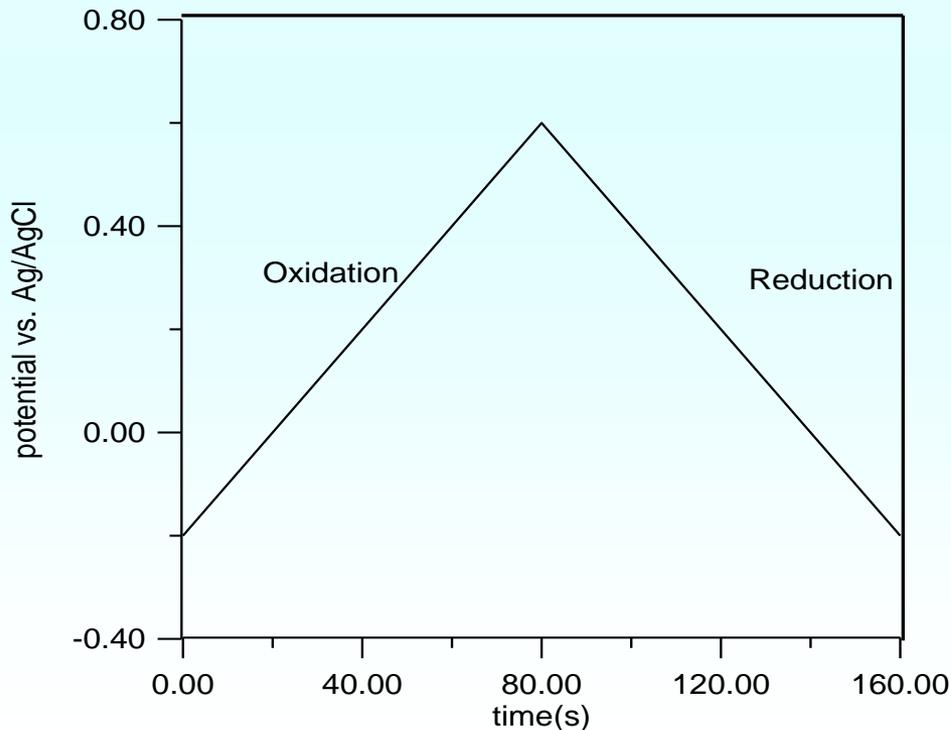
實驗影片

儀器原理--循環伏安儀基本電路圖



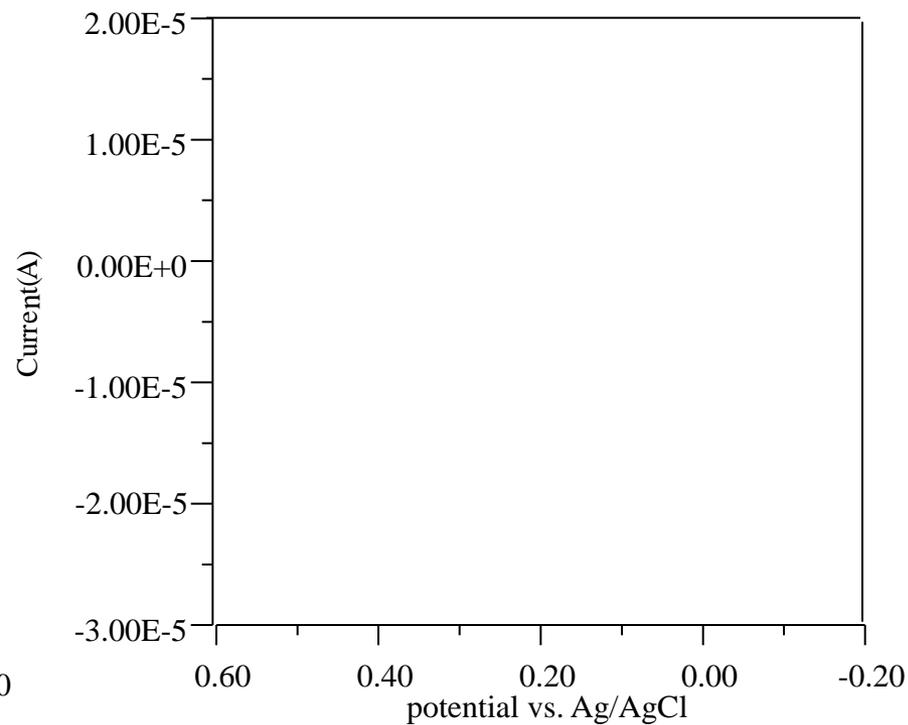
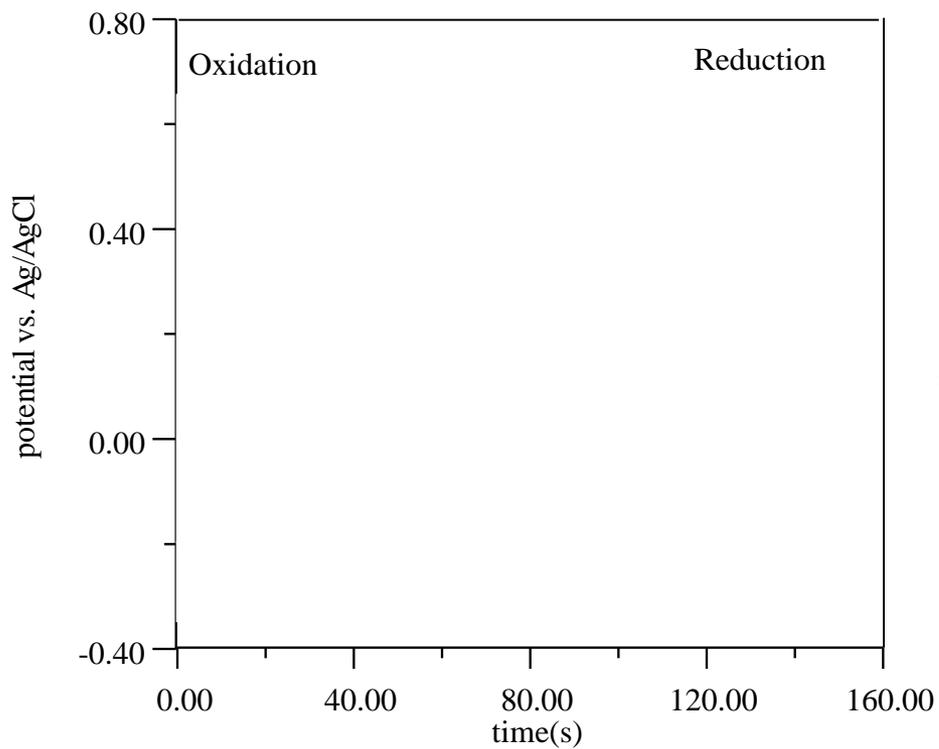
儀器原理

- Cyclic Voltammetry(循環伏安法)即是限定一電位範圍，做電位的來回掃描，得一電流-電位圖，由圖形可再進一步做電化學的探討

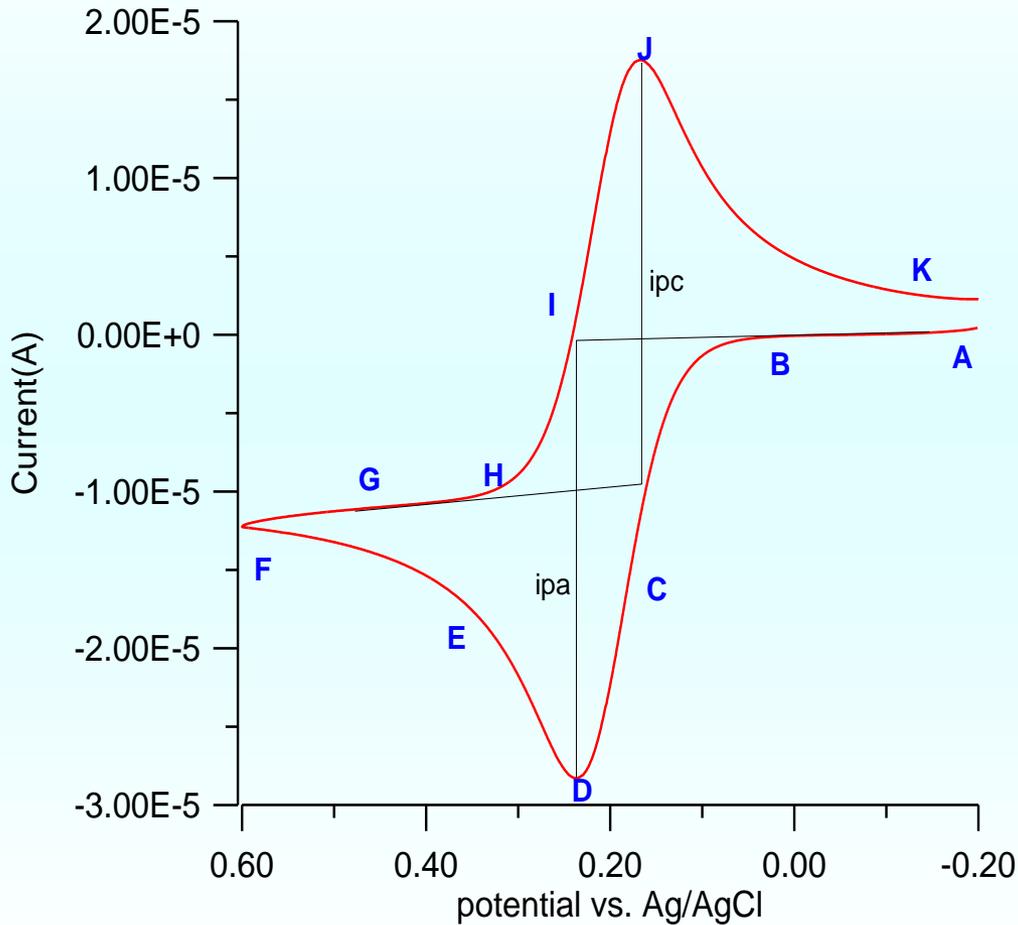


左為波形示意圖，隨著時間變化，電位做來回掃描

儀器原理--三角波與循環伏安圖之時間關係圖



儀器原理



- * 左圖為一標準的CV圖
- * 掃描電位由-0.2→0.6→-0.2
- * 電位由負到正→氧化電流
- * 電位由正到負→還原電流
- * 使用微電極當工作電極(方可觀察到濃度極化現象)

儀器原理

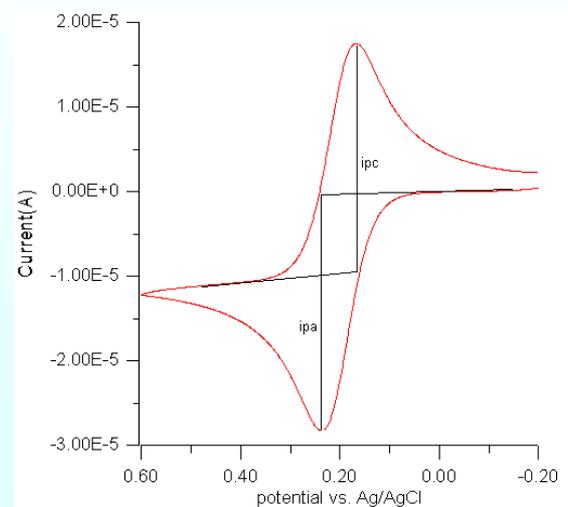
Electron transfer

- Electron transfer

$$\Delta E_p = E_{pa} - E_{pc} \approx \frac{0.059}{n} V$$

n 為電子轉移數 E_{pa} 為氧化峰電位 E_{pc} 為還原峰電位

- 若電極表面上電子轉移 (不可逆性) 較慢，則會導致波峰間的分離

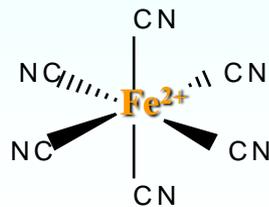
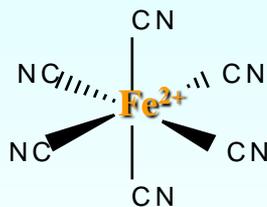
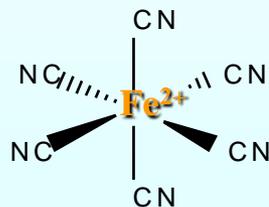
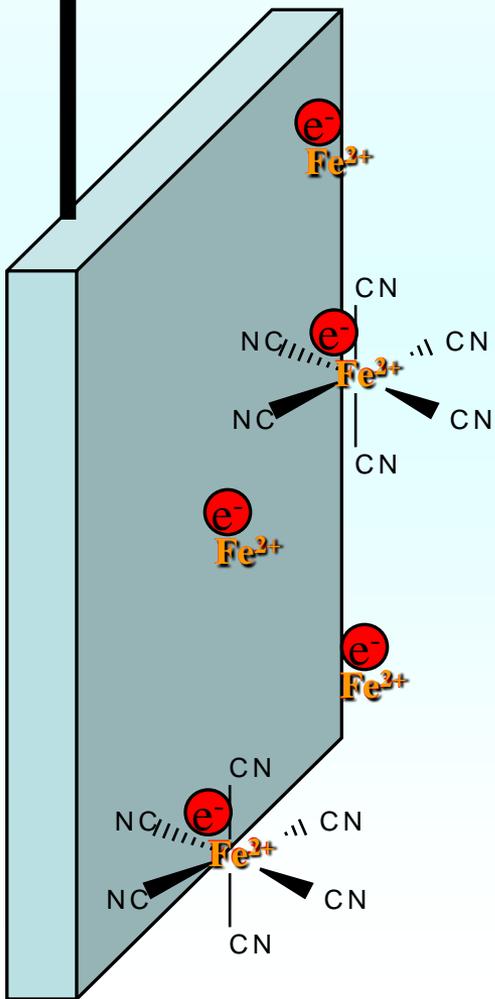


實驗動畫

循環伏安儀

Current(A)

Potential vs. Ag/AgCl



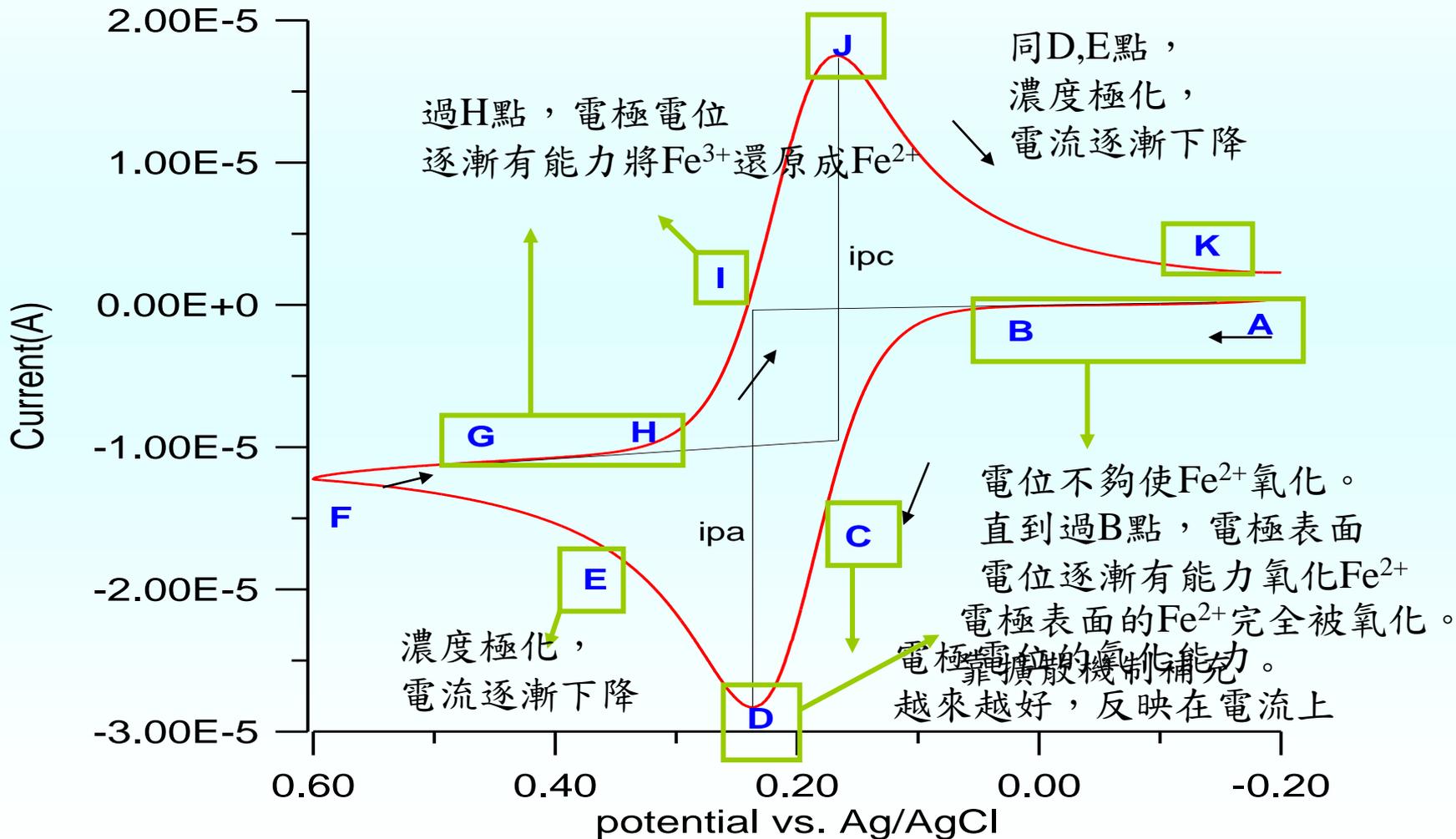
實驗目的

- 學習 Cyclic Voltammetry
- 利用 CV 偵測 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ 之 E^0 及 n 值
- 探討掃描速率及濃度對波峰電流的影響
- 研究質傳 (Mass transfer) 中的 Diffusion coefficient

實驗原理

- 在本次CV實驗中主要求Mass transfer中的Diffusion coefficient
- 將電解質溶液靜置避免Convection
- 加入100倍以上的輔助電解質KCl避免Migration
- 氧化鋁粉進行電極的研磨拋光，增加電極表面的電子傳遞效果，減少 ΔE_p 值

實驗原理



實驗原理

Randles -Sevcik方程式

$$i_p = (2.69 \times 10^5) n^{3/2} A D^{1/2} C \nu^{1/2}$$

- i_p :波峰電流 (A)
- n :半反應之電子轉移數
- A :電極面積(cm^2)
- D :擴散係數(cm^2/s)
- C :有效活性物質濃度(mol/cm^3)
- ν :掃描速率(V/s)

實驗器材

- CH Instruments & PC 各1
- 工作電極 (玻璃碳電極) 1支
- Ag / AgCl參考電極 1支
- 白金輔助電極 1支
- 100 mL量液瓶 1個
- KCl
- $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$

實驗步驟

- 配置溶液：100ml溶液中，包含 $[K_4Fe(CN)_6]=5.0$ mM； $[KCl]=0.1$ M
- 將玻璃碳電極表面以鋁粉磨光
- 以三極法裝置去裝置電極
- 測試CHI是否與電腦連結
- 設定參數，取得五種不同掃描得到的CV圖
(詳細請見講義)

實驗流程

依序打開電腦、CHI主機、CHI程式

將cell裡面保存液倒掉，以去離子水清洗後，換成待測溶液。

拋光工作電極(請參照影片一)

裝置三極法系統(請參照影片二)

設定CHI參數。以0.01V/s的掃描速率掃描。

No

ΔE_p 是否小於0.080V？

Yes

更改掃描速率，取得不同掃描速率下的循環伏安圖。
此時工作電極可不必再拋光。

CHI參數設定

Cyclic Voltammetry Parameters

Init E (V) [-0.2]

High E (V) [0.6]

Low E (V) [-0.2]

Initial Scan [Positive]

Scan Rate (V/s) [0.01]

Sweep Segments [2]

Sample Interval (V) [0.001]

Quiet Time (sec) [2]

Sensitivity (A/V) [1.e-006]

Auto Sens if Scan Rate <= 0.01 V/s

Scan Complete Cycles

Auxiliary Singal Recording if Scan Rate <= 0.5 V/s

High Resolution ADC if Scan Rate <= 0.5 V/s

OK

Cancel

Help

起始電位

最高電位

最低電位

掃描方向

掃描速率

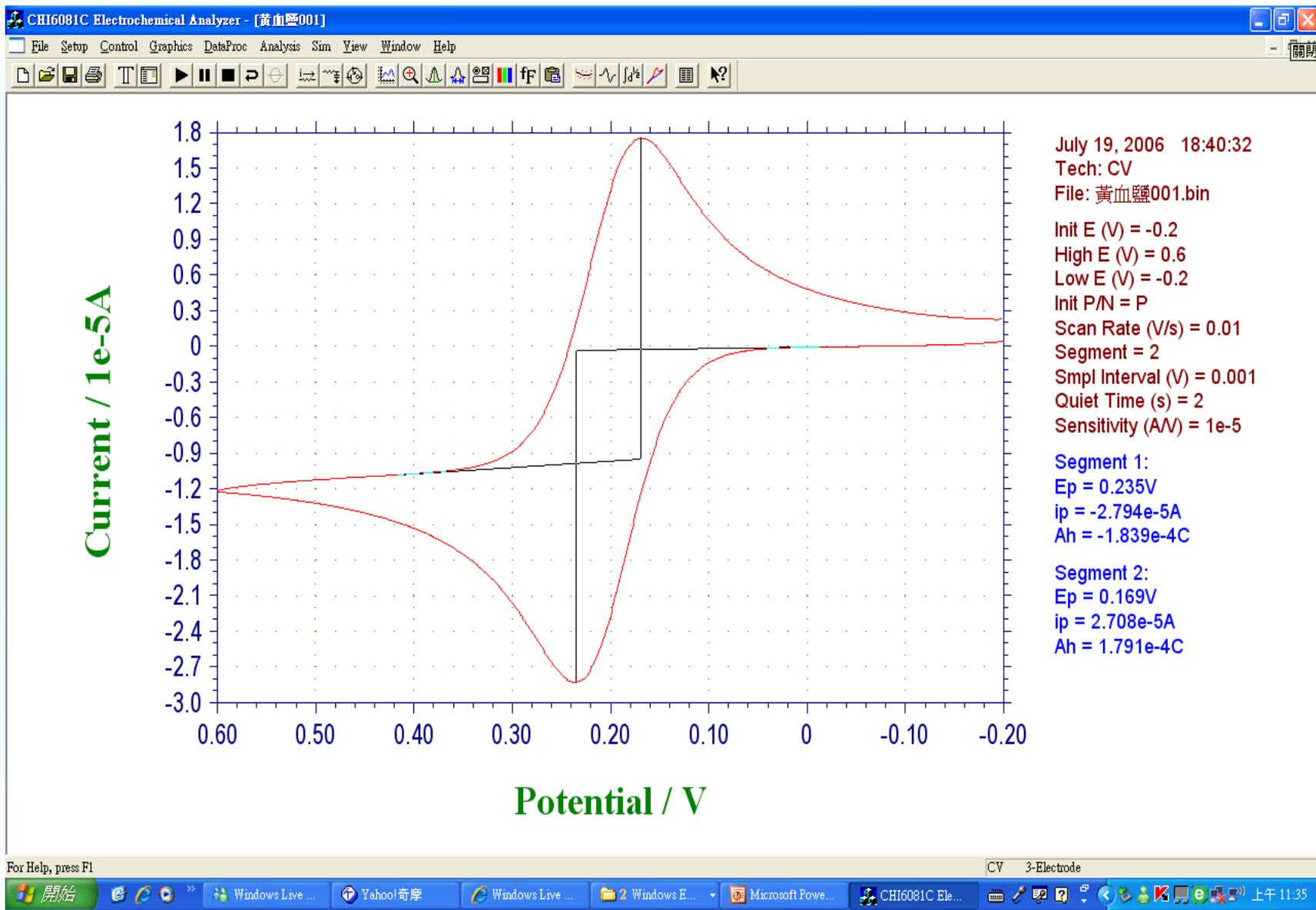
(依序為:0.01V/s, 0.02V/s,
0.05V/s, 0.1V/s, 0.2V/s)

當掃描速率大於0.01V/s時

則需要手動調整

(建議直接設定為1e-004)

黃血鹽CV圖



數據處理

$$i_p = (2.69 \times 10^5) n^{3/2} A D^{1/2} C v^{1/2}$$

看成 $\rightarrow y = m \cdot x$

scan rate (V/s)	Ipa(A)	Ipc(A)	Epa(V)	Epc(V)	E°(V)	Ipa/Ipc
0.01	-2.68E-05	2.58E-05	0.3	0.231	0.2655	1.03797
0.02	-3.70E-05	3.56E-05	0.306	0.228	0.267	1.040765
0.05	-5.60E-05	5.34E-05	0.31	0.221	0.2655	1.047548
0.1	-7.71E-05	7.25E-05	0.316	0.216	0.266	1.063889
0.2	-1.06E-04	9.57E-05	0.326	0.209	0.2675	1.104493
0.5	-1.53E-04	1.35E-04	0.344	0.192	0.268	1.135556

右表是不同scan rate下的各數據，利用上公式製作XY圖，並求出其斜率，進一步計算出D值

數據處理

- 以 i_{pa} 及 i_{pc} 做圖，求得 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ 以及 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ 的擴散係數
- $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-} \rightarrow \text{Fe}(\text{CN})_6^{3-} + e^-$ 的Formal potential E^0



實驗影片--電極拋光



影片一

▲請點選影片放

實驗影片--三極法裝置

- 將磨好的電極，放入待測溶液的cell內，並以三極法裝置電極。



影片二

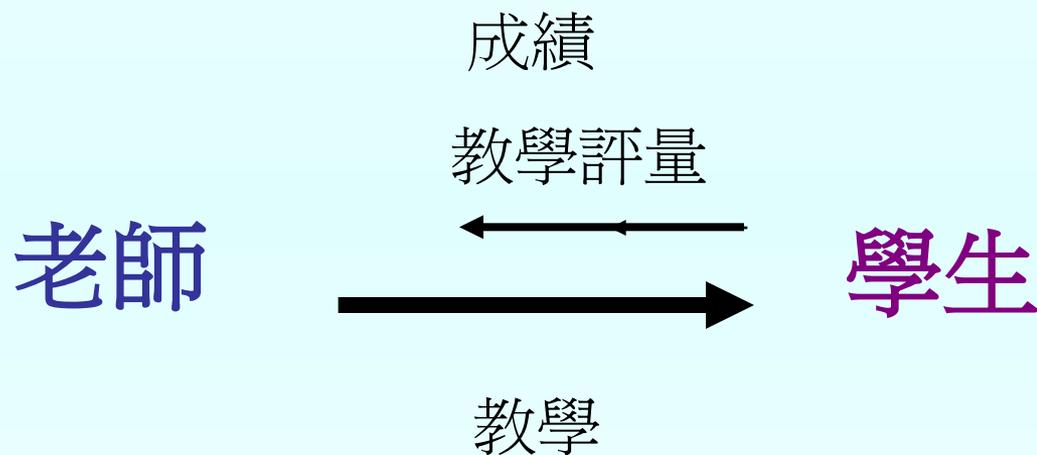
▲請點選影片放



Reference

- Principles of Instrumental Analysis, 5th, SKOOG

分析化學實驗數位學習平台



感謝

- 化學系研究生：傅裕懋、陳昱銓、李佳豪、杜玟玟同學
- 化學系助教：陳怡如小姐
- 化學系分析組教師：陳壽椿教授、呂家榮助理教授
- 化學系