

# 揭阳职业技术学院

## 化学工程系课程教案

2025-2026 学年第二学期

专业课程：分析检测综合实训二

专业班级：分析检验技术 241、242

241（三加证书）

任课教师：李海彬

计划学时：36

揭阳职业技术学院化工系

2026 年 3 月

# 实训一 电位滴定法（手动）对食醋中总酸量的测定

## 教学设计

项目名称	电位滴定法（手动）对食醋中总酸量的测定		项目编号	1
隶属课程	分析检测综合实训二			
教学目的	1 掌握电位滴定法的基本原理和操作技术。 2 测定食醋中总酸量（以乙酸计）。			
思政目标	培养社会责任感，理解食品分析在保障人民健康中的重要作用，增强食品安全意识，培养严谨的科学态度和实验技能。			
教学学时	6 学时			
教学设计	技能点	训练要求与标准		训练方法
	实训原理	$\text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$ 滴定反应在化学计量点附近产生电位突跃。		教师讲授
	氢氧化钠标准溶液制备	标准溶液的配制方法		教师讲授并示范，学生实践操作
	样品制备	样品溶液的制备方法		教师讲授并示范，学生实践操作
	电位滴定操作	滴定操作、pH 计的使用		教师讲授并示范，学生实践操作
	结果计算	电位滴定终点的确定、总酸度的计算		教师讲授并示范，学生实践操作
考核方法	实践考核			
考核标准	1、实践操作（50 分）； 2、实训报告（40 分）； 3、实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10 分）。			
分组要求	分组实验			
场地要求	基础化学实验室			
设备仪器	pH 计、碱式滴定管等			

# 实训一 电位滴定法（手动）对食醋中总酸量的测定

## 1 实验目的

1.1 掌握电位滴定法的基本原理和操作技术，培养严谨的科学态度和实验技能。

1.2 测定食醋中总酸量（以乙酸计），了解食醋的酸度及其在食品质量中的重要性。

1.3 通过实验，增强食品安全意识，理解食品分析在保障人民健康中的重要作用，培养社会责任感和科学精神。

## 2 实验原理

食醋中的总酸量主要由乙酸、乳酸等有机酸组成。电位滴定法通过测量滴定过程中溶液电位 mV 值（或 pH 值）的变化，确定滴定终点。以氢氧化钠（NaOH）标准溶液为滴定剂，与食醋中的酸发生中和反应，通过 pH 电极监测电位 mV 值（或 pH 值）数的变化，绘制滴定曲线，确定终点。

反应方程式： $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$

滴定反应在化学计量点附近产生电位突跃（滴定突跃）。

滴定突跃：在化学计量点前后加入少量的酸或碱使溶液的电位 mV 值（或 pH 值）发生突变的现象称为滴定突跃。

## 3 仪器与试剂

### 3.1 仪器

pH 计（带复合电极）、磁力搅拌器、碱式滴定管（50/25 mL）、移液管（10 mL）、烧杯（100 mL）、容量瓶（100 mL）

### 3.2 试剂

氢氧化钠、食醋样品、去离子水、pH 缓冲溶液（pH 4.01 和 pH 7.00）

## 4 实验步骤

### 4.1 玻璃电极预处理

使用前须在水中浸泡 24h 以上，使用后立即清洗并浸于饱和氯化钾溶液中保存。pH 计一般为复合电极，玻璃指示电极+Ag/AgCl 参比电极。

#### 4.2 pH 计校准

pH 计预热 15min，用 pH 4.01 和 pH 7.00 的缓冲溶液对 pH 计进行校准。

#### 4.3 NaOH 标准溶液 (0.1 mol/L) 的配制

取 4g NaOH 溶液于水，定容到 1L，得浓度为 0.1 mol/L 的 NaOH 标准溶液。

#### 4.3 滴定操作

(1) 用移液管准确量取 2-5.00 mL 食醋样品 ( $V_{\text{样品}}$ )，转移至放有磁力搅拌子的 200 mL 烧杯中，加入适量去离子水。

(2) 将 pH 电极浸入溶液中，开启磁力搅拌器，将选择开关置“mV”位置上。

(3) 取经检漏的碱式滴定管，装入 NaOH 标准溶液 (0.1 mol/L) 至 0 刻线。

(4) 用 0.1 mol/L NaOH 标准溶液 ( $C_{\text{NaOH}}$ ) 进行滴定，每滴加 1ml 标准滴定液记录一次对应的 mV 数。

(5) 当滴定至接近终点时，每滴加 0.1 或 0.2ml 标准滴定液记录一次电位 mV 数，继续滴定至电位变化不大时为止，即滴定至超过化学计量点时为止。平行测定 3 次。用水做空白实验。

#### 5 数据记录表

食醋中总酸量的测定

测定次数 1		测定次数 2		测定次数 3		空白实验	
食醋体积 (ml)=		食醋体积 (ml)=		食醋体积 (ml)=			
$V_{\text{NaOH}}$ (ml)	E (mV)	$V_{\text{NaOH}}$ (ml)	E (mV)	$V_{\text{NaOH}}$ (ml)	E (mV)	$V_{\text{NaOH}}$ (ml)	E (mV)

(依需要增加行数)

## 食醋中总酸量的测定

测定次数	至化学计量点 时消耗 NaOH 体积 $V_1$ (mL)	空白实验消 耗 NaOH 体积 $V_{空}$ 白 (mL)	实际消耗 NaOH 的体积 $V_{NaOH}$ (mL)
1			
2			
3			
均值		-----	

### 6 电位滴定终点的确定

6.1 由一级微商曲线法确定电位滴定终点(计算方法见“GB/T23840-2009 无机化工产品 电位滴定法通则”),算出滴定终点所消耗的氢氧化钠标准溶液体积  $V_{NaOH}$ 。

6.2 由二级微商计算法确定滴定终点(计算方法见“GB/T23840-2009 无机化工产品 电位滴定法通则”),算出滴定终点所消耗的氢氧化钠标准溶液体积  $V_{NaOH}$ 。

### 7 计算公式

$$\text{总酸度 (g/mL)} = (C_{NaOH} \times V_{NaOH} \times M_{CH_3COOH} \times 10^{-3}) \div V_{\text{样品}}$$

$C_{NaOH}$ : NaOH 标准溶液浓度 (mol/L)

$V_{NaOH}$ : 滴定平均消耗 NaOH 体积 (mL)

$M_{CH_3COOH}$ : 乙酸摩尔质量 (60.05 g/mol)

$V_{\text{样品}}$ : 滴定所用食醋的体积 (mL)

### 8 注意事项

滴定过程中需缓慢搅拌,避免局部 pH 变化过大。

接近终点时需逐滴加入 NaOH,避免过量。

pH 电极使用前后需用去离子水清洗并妥善保存。

### 9 思政元素的融入

#### 9.1 食品安全与社会责任:

(1) 通过测定食醋中的总酸量,引导学生认识食品分析在保障食品安全中

的重要性，理解食品质量标准对人民健康的意义。

(2) 强调食品生产企业应严格遵守国家标准，确保产品质量，体现对消费者负责的态度。

#### 9.2 科学精神与严谨态度：

(1) 实验过程中需严格按照操作规程进行，培养学生严谨的科学态度和精益求精的实验精神。

(2) 通过数据记录与处理，引导学生树立实事求是的科学价值观，杜绝数据造假行为。

#### 9.3 传统文化与现代科技结合：

(1) 食醋是中国传统调味品，历史悠久。通过实验，让学生了解传统食品的现代化检测方法，感受科技对传统文化的传承与创新。

(2) 引导学生思考如何利用现代科技手段提升传统食品的质量与安全性。

#### 9.4 环保意识与可持续发展：

(1) 实验结束后，妥善处理废液，避免污染环境，培养学生的环保意识。

(2) 引导学生思考食品工业的可持续发展，如何在生产过程中减少资源浪费和环境污染。

### 参考文献

《分析化学实验》，高等教育出版社。

《食品分析》，中国轻工业出版社。

《食品安全国家标准 食醋》(GB 2719-2018)。

《无机化工产品 电位滴定法通则》GB/T23840-2009。

## 实训二 酸碱滴定法对食醋中总酸量的测定

### 教学设计

项目名称	酸碱滴定法对食醋中总酸量的测定		项目编号	2
隶属课程	分析检测综合实训二			
教学目的	1 掌握酸碱滴定法的基本原理和操作技术。 2 测定食醋中总酸量（以乙酸计）。			
思政目标	培养社会责任感，理解食品分析在保障人民健康中的重要作用，增强食品安全意识，培养严谨的科学态度和实验技能。			
教学学时	6 学时			
教学设计	技能点	训练要求与标准		训练方法
	实训原理	$\text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$ 滴定反应在化学计量点附近产生显色效应。		教师讲授
	氢氧化钠标准溶液制备	标准溶液的配制方法		教师讲授并示范，学生实践操作
	样品制备	样品溶液的制备方法		教师讲授并示范，学生实践操作
	酸碱滴定操作	滴定操作、碱式滴定管的使用		教师讲授并示范，学生实践操作
	结果计算	电位滴定终点的确定、总酸度的计算		教师讲授并示范，学生实践操作
考核方法	实践考核			
考核标准	4、实践操作（50分）； 5、实训报告（40分）； 6、实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10分）。			
分组要求	分组实验			
场地要求	基础化学实验室			
设备仪器	pH 计、碱式滴定管等			

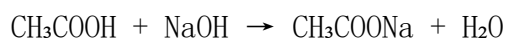
## 实训二 酸碱滴定法对食醋中总酸量的测定

### 1 实验目的

- 1.1 掌握碱式滴定管、移液管的使用和滴定操作。
- 1.2 掌握酸碱滴定法测定食醋中总酸量的原理及操作。
- 1.3 学会选择酸碱指示剂指示强碱滴定弱酸的终点。
- 1.4 通过实验计算食醋中总酸量（以乙酸计，单位：g/mL）。

### 2 实验原理

食醋是混合酸，主要酸性物质为乙酸（ $\text{CH}_3\text{COOH}$ ），其他有机酸含量较低。通过氢氧化钠（ $\text{NaOH}$ ）标准溶液直接滴定食醋中的酸，以含量最多的乙酸表示。乙酸是有机弱酸，与  $\text{NaOH}$  反应如下：



乙酸为强碱弱酸盐，化学计量点 pH 约为 8.7，滴定突跃在碱性范围内，以酚酞为指示剂。

当溶液由无色变为粉红色（ $\text{pH} \approx 8.2$ ）且 30 秒内不褪色时为滴定终点。根据  $\text{NaOH}$  的消耗量计算总酸量。

### 3 试剂与仪器

#### 3.1 仪器

碱式滴定管（25mL）、锥形瓶（250mL）、移液管（5mL）、容量瓶（100mL）、量筒、洗瓶、分析天平、滴定支架。

#### 3.2 试剂

$\text{NaOH}$ 、酚酞、食醋。

### 4 实验步骤

#### 4.1 0.1 mol/L $\text{NaOH}$ 标准溶液

配制 0.1 mol/L  $\text{NaOH}$  标准溶液。

#### 4.2 酚酞指示剂（1%乙醇溶液）。

0.1g 酚酞溶于 100 mL 60%乙醇。

#### 4.2 滴定操作

- （1）取 4.00mL（ $V_{\text{样品}}$ ）食醋于 250mL 锥形瓶中，加 20mL 蒸馏水稀释。
- （2）加入 2 滴酚酞指示剂，溶液呈无色。

(3) 用  $0.1\text{mol/L}$  ( $C_{\text{NaOH}}$ ) NaOH 标准溶液滴定至溶液显淡红色 ( $\text{pH} \approx 8.2$ )，且 30 秒内不褪色 (滴定终点)。

(4) 记录消耗的 NaOH 体积 ( $V_{\text{NaOH}}$ )。平行测定 3 次。

#### 5 数据记录

数据记录表

测定次数	消耗 NaOH 体积 (mL)
1	
2	
3	
均值	

#### 6 食醋中总酸量计算

$$\text{食醋的总酸量 (g/mL)} = (C_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \times M_{\text{CH}_3\text{COOH}} \times 10^{-3}) \div V_{\text{样品}}$$

$C_{\text{NaOH}}$ : NaOH 标准溶液浓度 ( $\text{mol/L}$ )

$V_{\text{NaOH}}$ : 滴定平均消耗 NaOH 体积 (mL)

$M_{\text{CH}_3\text{COOH}}$ : 乙酸摩尔质量 ( $60.05 \text{ g/mol}$ )

$V_{\text{样品}}$ : 滴定所用食醋的体积 (mL)

#### 7 注意事项

- (1) 滴定接近终点时需逐滴加入 NaOH，避免过量。
- (2) 每次滴定前需将滴定管调至“0”刻度线以下。
- (3) 若食醋颜色较深，需增加稀释倍数或改用电位滴定法。
- (4) 平行测定 3 次，相对偏差应  $\leq 0.2\%$ 。

#### 8 思考题

(1) 为何选择酚酞而非甲基橙作为指示剂？

答：乙酸为弱酸，滴定产物  $\text{CH}_3\text{COONa}$  呈弱碱性，酚酞变色范围  $\text{pH } 8.0-10.0$ ，匹配终点  $\text{pH}$ 。若选用在酸性范围内变色的指示剂，如甲基橙或甲基红，将会产生很大的滴定误差。

(2) 老陈醋颜色较深，如何处理？

用活性炭脱色处理后再滴定。

## 实训三 火焰原子吸收光谱法对水中铁元素含量的测定

### 教学设计

项目名称	火焰原子吸收光谱法对水中铁元素含量的测定	项目编号	3
隶属课程	分析检测综合实训二		
教学目的	(1) 掌握原子吸收分光光度计的工作原理和使用方法。 (2) 掌握利用原子吸收分光光度计测定水中铁元素的含量。		
思政目标	培养严谨的科学态度和精益求精的实验精神，树立实事求是的科学价值观。		
教学学时	6 学时		
教学设计	技能点	训练要求与标准	训练方法
	实训原理	试样经酸化（或消解）处理后，经原子吸收火焰原子化，在248.3nm处测定吸光度值，在一定浓度范围内与铁元素含量成正比，与标准系列比较定量。	教师讲授
	硝酸标准溶液制备	强酸溶液的配制方法	实践操作
	样品制备	样品溶液的配制方法	实践操作
	标准曲线制作	标准曲线的绘制和回归方程的构建	实践操作
	样品检测	检测与计算	
	实验报告的书写	能正确编制报告，内容完整、书写正确、清晰。	
考核方法	实践考核		
考核标准	1、实践操作（50分）； 2、实训报告（40分）； 3、实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10分）。		
分组要求	分组实验		
场地要求	基础化学实验室		
设备仪器	电子天平、火焰原子吸收光度计等		

## 实训三 火焰原子吸收光谱法对水中铁元素含量的测定

### 1 实验目的

- (1) 掌握原子吸收分光光度计的工作原理和使用方法。
- (2) 掌握利用原子吸收分光光度计测定水中铁元素的含量。

### 2 实验原理

试样经酸化处理后,经原子吸收火焰原子化,在 248.3nm 处测定吸光度值。在一定浓度范围内铁的吸光度值与铁含量成正比,与标准系列比较进行定量分析。

### 3 试剂和材料

除非另有规定,本方法所用试剂均为优级纯,水为GB/T6682规定的二级水。

硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ :分析纯。

或一定浓度经国家认证并授予标准物质证书的铁标准溶液。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试样制备

将水样品摇匀(或某浓度硫酸铁铵溶液),此为试样液。

注:在采样和试样制备过程中,应避免试样污染。

#### 4.2 空白对照液的制备

以纯水(蒸馏水)作空白对照,设3个空白对照。

#### 4.3 标准溶液的制备

##### 4.3.1 铁标准储备液(1000mg/L)

准确称取0.8361g(精确至0.0001g)硫酸铁铵,加水溶解,移入100 mL容量瓶,加水定容至刻度。混匀。此铁溶液质量浓度为1000mg/L。

##### 4.3.2 铁标准中间液(100mg/L)

准确吸取铁标准储备液(1000mg/L)10mL于100mL容量瓶中,加水定容至刻度,混匀。此铁溶液质量浓度为100mg/L。

##### 4.3.3 铁标准系列溶液

分别准确吸取铁标准中间液(100mg/L)0mL、0.500mL、1.00mL、2.00mL、

4. 00mL、6. 00mL于100mL容量瓶中,加水定容至刻度,混匀。此铁标准系列溶液中铁的质量浓度分别为0mg/L、0. 500mg/L、1. 00mg/L、2. 00mg/L、4. 00mg/L、6. 00mg/L。

注:可根据仪器的灵敏度及样品中铁的实际含量确定标准溶液系列中铁的具体浓度。

高浓度的硫酸铁铵溶液为强酸性,  $Fe^{3+}$ 主要以离子形式稳定存在, 呈澄清透明; 低浓度的硫酸铁铵溶液促进水解, 以 $Fe(OH)_3$ 胶体或沉淀形式存在, 呈浑浊或乳光的胶体溶液状态或形成红褐色沉淀。为了保持低浓度硫酸铁铵溶液的澄清, 可加入少量酸(如稀硫酸): 人为增加 $H^+$ 浓度, 抑制水解。

#### 4.4 仪器参考条件

火焰原子吸收光谱法参考条件

元素	波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	燃烧头高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
铁	248.3	0.2	5-15	3	9	2

#### 4.5 标准曲线的制作

将铁标准系列溶液按浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器,测定吸光度,以标准系列溶液中铁的质量浓度为横坐标,相应的吸光度值为纵坐标,制作标准曲线。

#### 4.6 空白溶液和试样溶液的测定

对空白对照原溶液和试样液进行 f 倍稀释,混均,此为空白溶液和试样待测液。

在与测定标准溶液相同的实验条件下,将空白溶液和试样待测液稀释液分别导入原子化器(每个样品用量约需 10ml),测定相应的吸光度值,与标准系列比较定量,获得空白溶液的质量浓度(P0)和试样待测液的质量浓度(P1)。

注:先用一个样品进行浓度适用性调试,控制溶液吸光度在标准曲线范围之内。

### 5 检测结果与数据

### 5.1 标准曲线检测结果

质量浓度 (mg/ml)	0	0.5	1	2	4	6
吸光度						

### 5.2 样品检测结果

样品	样品 1	样品 2	样品 3	空白 1	空白 3	空白 2
吸光度						

## 6 结果计算

试样中铁含量的计算

### 6.1 标准曲线与回归方程

### 6.2 试样中铁含量的计算

$$X = (P1 - P0) \times f$$

X —— 试样中铁的含量, 单位为毫克每千克或毫克每升 (mg/kg 或 mg/L);

P1 —— 试样待测液中铁的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

P0 —— 空白溶液中铁的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

f —— 试样液的稀释倍数;

当铁含量  $\geq 10.0 \text{ mg/kg}$  或  $10.0 \text{ mg/L}$  时, 计算结果保留三位有效数字, 当铁含量  $< 10.0 \text{ mg/kg}$  或  $10.0 \text{ mg/L}$  时, 计算结果保留两位有效数字。

## 7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

## 实训四 紫外可见分光光度法对未知物质的定性和定量分析 教学设计

项目名称	紫外可见分光光度法对未知物质的定性和定量分	项目编号	4
隶属课程	分析检测综合实训二		
教学目的	1. 掌握紫外可见分光光度计的使用方法。 2. 掌握吸收光谱曲线绘制方法。 3. 掌握利用比较光谱法对未知物质进行定性分析方法。 4. 掌握未知物质的定量分析方法。		
思政目标	树立实事求是的科学价值观，培养严谨的科学态度。		
教学学时	6 学时		
教学设计	技能点	训练要求与标准	训练方法
	实训原理	不同的化合物具有不同的吸收光谱, 根据化合物的紫外吸收光谱中特征吸收峰的波长和强度可以进行物质的鉴定和纯度的检查。	教师讲授
	比色皿配套性检验	不同比色皿的配套性检验	教师讲授并示范, 学生实践操作
	样品制备	样品溶液的配制方法	教师讲授并示范, 学生实践操作
	定性分析	利用物质特征吸收峰进行物质的鉴定	教师讲授, 学生实践操作
	定量分析	利用标准曲线法进行定量分析	教师讲授, 学生实践操作
考核方法	实践考核		

考核标准	1. 实践操作 (50 分); 2. 实训报告 (40 分); 3. 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯 (10 分)。
分组要求	分组实验
场地要求	基础化学实验室
设备仪器	电子天平、紫外可见分光光度计等

## 实训四 紫外可见分光光度法对未知物质的定性和定量分析

### 1 实验目的

1. 1 掌握紫外可见分光光度计的使用方法。
1. 2 掌握吸收光谱曲线绘制方法。
1. 3 掌握利用比较光谱法对未知物质进行定性分析方法。
1. 4 掌握未知物质的定量分析方法。

### 2 实验原理

实验原理：不同的化合物具有不同的吸收光谱，根据化合物的紫外吸收光谱中特征吸收峰的波长和强度可以进行物质的鉴定和纯度的检查。

定性分析：紫外吸收光谱定性分析一般采用比较光谱法，即将样品和标准物用相同溶剂配成溶液，并在相同条件下绘制吸收光谱曲线，比较其吸收光谱是否一致。如吸收光谱曲线完全相同（包括曲线形状、 $\lambda_{\max}$  (最大波长)、 $\lambda_{\min}$ 、吸收峰数目、拐点及  $\epsilon_{\max}$  (最大摩尔吸光系数) 等，特别是  $\lambda_{\max}$  和  $\epsilon_{\max}$  相同)，则可初步认为是同一种化合物。为进一步确认可更换溶剂重新测定后再作比较。

$$\epsilon (\text{摩尔吸光系数}) = \text{吸光度} \div (\text{浓度 (mol/L)} \times \text{吸光池厚度 (cm)})$$

定量分析：根据定性吸收光谱曲线，一般选择  $\lambda_{\max}$  作测定波长，测其吸光度，根据标准曲线算出未知物的浓度。

### 3 仪器与试剂

#### 3.1 仪器设备

紫外-可见分光光度计、石英比色皿。

#### 3.2 试剂

(1) 标准物质：苯甲酸 (M=122)、山梨酸 (M=112)、磺基水杨酸 (M=254)

(2) 未知物：三种标准物质其中一种

#### 4 实验操作

##### 4.1 未知物的定性分析

注：待测溶液浓度应小于 0.01mol/L。

将三种标准物质和未知物质配制成 10mg/ml 的试液。以蒸馏水为参比，于波长 200-400nm 范围内扫描，绘制吸收曲线。

根据三种标准物质吸收曲线的形状确定未知物质，并从曲线上确定最大吸收波长作为定量测定时的测量波长。如果紫外光谱曲线完全相同(包括曲线形状、 $\lambda_{\max}$ (最大波长)、 $\lambda_{\min}$ 、吸收峰数目，拐点及  $\epsilon_{\max}$ (最大摩尔吸光系数)等)，则可初步认为是同一种物质。

可换乙醇作为溶剂进行定性分析确认。

##### 4.2 未知物的定量分析

###### 4.2.1 标准曲线测定

根据定性分析结果，将相关标准物质溶液稀释为 10mg/ml、1mg/ml、0.1mg/ml 和 0.01mg/ml 浓度。

根据最大吸收波长，以蒸馏水为参比，测定吸光度，制定标准曲线。平行测定 3 次。

###### 4.2.2 未知物定量分析

将未知物溶液进行稀释，根据最大吸收波长，以蒸馏水为参比，测定吸光度。

根据标准曲线，算出未知物的浓度。平行测定 3 次。

#### 5 结果计算

根据未知物溶液的稀释位数，求出未知物的含量。

计算公式： $C_0=C_x \times n$

$C_0$ ：原始未知溶液浓度，mg/ml。

$C_x$ ：测定的未知溶液浓度，mg/ml。

$n$ ：未知溶液的稀释倍数。

## 实训五 液相色谱法对阿司匹林有效成分乙酰水杨酸含量的测定

### 教学设计

项目名称	液相色谱法对阿司匹林有效成分乙酰水杨酸含量的测定	项目编号	5
隶属课程	分析检测综合实训二		
教学目的	<p>1. 掌握液相色谱分析的基本原理和液相色谱仪器的基本操作；</p> <p>1. 掌握乙酰水杨酸的分离和定性、定量分析的原理及实验条件的建立。</p> <p>1. 学习利用保留时间进行定性分析的方法，掌握利用外标法（单点校正法）对乙酰水杨酸进行定量分析的方法。</p>		
思政目标	树立环保意识和可持续发展观		
教学学时	6 学时		
教学设计	技能点	训练要求与标准	训练方法
	实训原理	用甲醇提取样品中的乙酰水杨酸，提取液经离心过滤后，用高效液相色谱法进行测定，测定基本原理是基于各组分在流动相和固定相两相间分配系数的不同。	教师讲授
	样品制备	样品溶液的配制方法	实践操作
	定性分析	根据谱图特征对物质进行定性分析。	实践操作
	定量分析	运用外标法（单点校正法）对待测组分进行定量分析。	实践操作
考核方法	实践考核		

考核标准	1. 实践操作（50分）； 2. 实训报告（40分）； 3. 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10分）。
分组要求	分组实验
场地要求	基础化学实验室
设备仪器	电子天平、高效液相色谱仪等

## 实训五 液相色谱法对阿司匹林有效成分乙酰水杨酸含量的测定

### 1. 实验目的

- 1.1 掌握液相色谱分析的基本原理和液相色谱仪器的基本操作；
- 1.2 掌握乙酰水杨的分离和定性、定量分析的原理及实验条件的建立。
- 1.3 学习利用保留时间进行定性分析的方法，掌握利用外标法（单点校正法）

对乙酰水杨酸进行定量分析的方法。

### 2. 实验原理

2.1 基本原理：用甲醇提取样品中的乙酰水杨酸，提取液经离心过滤后，用高效液相色谱法进行测定，测定基本原理是基于各组分在流动相和固定相两相间分配系数的不同。

2.2 定性分析：当色谱条件相同且完全分离时，组分的保留时间相同或相近即为同一物质。

2.3 定量分析：外标法（单点校正法），先配制一个和待测组分含量相近的已知浓度的标准溶液，然后在相同色谱操作条件下，分别对待测样品和标准溶液等体积进样分析，分别得到待测样品和标准样品组分标的峰面积或峰高。

$$\omega_i = \omega_s (A_i/A_s), \quad \omega_i = \omega_s (h_i/h_s)$$

式中， $A_i$  和  $A_s$  分别为待测物组分和标组分的峰面积， $h_i$  和  $h_s$  分别为待测物组分和标组分的峰高； $\omega_i$  和  $\omega_s$  分别为待测物组分和标组分的浓度。

### 3. 试剂和仪器

#### 3.1 试剂

除非另有说明，水为二次去离子水或重蒸馏。

甲醇（色谱纯），冰乙酸

流动相：甲醇：超纯水：冰乙酸 = 60：40：4

色谱柱清洗液：甲醇：超纯水 = 85：15（V/V）

乙酰水杨酸标准物质：纯度大于等于 99%

### 3.2 仪器

高效液相色谱仪：配有紫外检测器。

分析天平（感量 0.1mg）、振荡器、超声波清洗器。

低温离心机：10000r/min。

聚丙烯塑料刻度离心管：50mL，具塞。

滤膜：0.45 μm，有机系。

## 4. 实验步骤

### 4.1 乙酰水杨酸标准工作溶液

精确称取乙酰水杨酸标准试样 0.02 g，置于 5 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，过滤，备用。浓度与试样液浓度相近。

### 4.2 阿司匹林试样溶液

将阿司匹林研细后，准确称取 0.03 g 左右，置于 5 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，过滤，备用。

### 4.3 仪器参考条件

- (1) 紫外检测器：波长 280 nm；
- (2) 色谱柱：Hypersil BDS C-18，5 μm，4.6 mm × 200 mm 或相当者；
- (3) 流量：1.00 mL/min；
- (4) 流动相：甲醇：超纯水：冰乙酸 = 60：40：4
- (5) 进样量：5.0 μL。
- (6) 柱温：30℃；

### 4.4 流动相的制备

配制 60：40：4 的甲醇：超纯水：冰乙酸溶液，用 0.45μm 滤膜过滤，于超声波脱气处理 20min。

### 4.5 色谱柱清洗液的制备

配制 85:15 (V/V) 的甲醇:超纯水溶液,用 0.45um 滤膜过滤,于超声波脱气处理 20min。

#### 4.6 乙酰水杨酸标准溶液的测定

(1) 用取样器吸取甲醇溶液,再排掉甲醇溶液,反复操作 4 次,以对取样器进行清洗;

(2) 将清洗过的取样器吸取标准工作液,排掉工作液,反复操作 3 次;

(3) 吸取乙酰水杨酸标准工作溶液,注入液相色谱仪进行检测,平行进样 3 针。

#### 4.7 试样的测定

(1) 用取样器吸取甲醇溶液,再排掉甲醇溶液,反复操作 4 次,以对取样器进行清洗;

(2) 将清洗过的取样器吸取标准工作液,排掉工作液,反复操作 3 次;

(3) 吸取试样液(阿司匹林液),注入液相色谱仪进行检测,平行进样 3 针。

#### 4.8 液相色谱仪操作方法

### 5 数据记录与处理

#### 5.1 数据记录

乙酰水杨酸标准样品检测结果

浓度	重复	峰面积(或峰高)	均值(峰面积/峰高)

阿司匹林(乙酰水杨酸)试样溶液检测结果

浓度	重复	峰面积(或峰高)	均值(峰面积/峰高)

#### 5.2 数据处理

按外标法(单点校正法)以峰面积或峰高计算出待测试样中乙酰水杨酸的含

量。

6 思考题：是否所有的有机化合物都能用紫外可见可变波长检测器检测？为什么？

紫外可见可变波长检测器属于非破坏型、浓度敏感型检测器，适合于在紫外—可见光区范围有吸收的物质的检测。

## 实训六 气相色谱法对白酒中乙醇含量的测定 教学设计

项目名称	气相色谱法对白酒中乙醇含量的测定		项目编号	6
隶属课程	分析检测综合实训二			
教学目的	1. 掌握气相色谱分析的基本原理和气相色谱仪器的基本操作； 2. 学会使用色谱工作站进行数据采集和数据处理的方法； 3. 学习利用保留时间进行定性分析的方法，掌握利用内标法（内标标准曲线法）对乙醇进行定量分析的方法。			
思政目标	了解传统食品的现代化检测方法，感受科技对传统文化的传承与创新。			
教学学时	6 学时			
教学设计	技能点	训练要求与标准		训练方法
	实训原理	试样进入气相色谱仪中的色谱柱时，由于在气固两相中吸附系数不同，而使乙醇与其他组分得以分离，利用氢火焰离子化检测器进行检测，与标样对照，根据保留时间定性，利用内标法定量。		教师讲授
	样品制备	样品溶液的配制方法		实践操作
	定性分析	当色谱条件相同且完全分离时，组分的保留时间相同或相近即为同一物质。		实践操作
	定量分析	内标标准曲线法		实践操作
考核方法	实践考核			
考核标准	1. 实践操作（50分）； 2. 实训报告（40分）； 3. 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10分）。			
分组要求	分组实验			

场地要求	基础化学实验室
设备仪器	电子天平、气相色谱仪等

## 实训六 气相色谱法对白酒中乙醇含量的测定

### 1 教学目标

- 1.1 掌握气相色谱分析的基本原理和气相色谱仪器的基本操作；
- 1.2 学会使用色谱工作站进行数据采集和数据处理的方法；
- 1.3 学习利用保留时间进行定性分析的方法，掌握利用内标法（内标标准曲线法）对乙醇进行定量分析的方法。

### 2 实验原理

基本原理：试样进入气相色谱仪中的色谱柱时，由于在气固两相中吸附系数不同，而使乙醇与其他组分得以分离，利用氢火焰离子化检测器进行检测，与标样对照，根据保留时间定性，利用内标法定量。

定性分析：当色谱条件相同且完全分离时，组分的保留时间相同或相近即为同一物质。

定量分析：内标标准曲线法。

### 3 仪器与试剂

#### 3.1 仪器

气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）。

气相色谱柱：固定相 Chromosorb103, 177  $\mu\text{m}$ (80 目)-250  $\mu\text{m}$ (60 目) (2m $\times$ 2mm 或 3m $\times$ 3mm) 或使用同等分析效果的其他色谱柱。

#### 3.2 试剂

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T6682 规定的一级水。

白酒、乙醇、正丁醇。

## 4 实验步骤

### 4.1 样品制备

取 10.0mL 白酒样品于 10mL 量瓶中,加入 0.50mL 内标正丁醇,混匀。用 0.45mm 有机相过滤器对白酒样品进行过滤得样品液。实验平行 3 次。

### 4.2 标准溶液配制

乙醇标准系列工作液:取 5 个 100mL 容量瓶,分别吸入 2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL、7.00mL 乙醇,用水定容至刻度,混匀,该溶液用于标准曲线的绘制。

### 4.3 仪器参考条件

- (1) 柱温:200℃。
- (2) 气化室和检测器温:240℃。
- (3) 载气(高纯氮)流量:40mL/min。
- (4) 氢气流量:40mL/min。
- (5) 空气流量:500mL/min。
- (6) 进样量:1.0  $\mu$ L。

注:应根据不同仪器,通过实验选择最佳色谱条件,以使乙醇和内标组分获得完全分离。

### 4.4 气相色谱仪操作

见操作规程。

### 4.5 乙醇和正丁醇的定性分析

(1) 取最大浓度乙醇标准工作液(4.2) 10.0mL 于 10mL 容量瓶中,加入 0.50mL 水,得乙醇定性分析样品。

(2) 装 10 水 mL 于 10mL 容量瓶中,加入 0.50mL 正丁醇,得正丁醇定性分析样品。

(3) 按照 4.3 的色谱条件设定,取乙醇定性分析样品和正丁醇定性分析样品进行气相色谱分析,分别确定乙醇和正丁醇的出峰时间和峰高或峰面积。

### 4.6 标准曲线的制作

(1) 分别吸取不同浓度的乙醇标准系列工作液(4.2)各 10.0mL 于 5 个 10mL 容量瓶中,分别加入 0.50mL 正丁醇,混匀,得乙醇标准溶液。

(2) 按照 4.3 的色谱条件设定, 取乙醇标准溶液进行气相色谱分析, 分别分析乙醇和正丁醇的出峰时间和峰高或峰面积。

(3) 以乙醇浓度为横坐标, 以乙醇和内标峰面积的比值(或峰高比值)为纵坐标, 绘制工作曲线。

注: 所用乙醇标准溶液应当天配制与使用, 每个浓度至少要做两次, 取平均值。

#### 4.7 试样溶液的测定

(1) 按照 4.3 的色谱条件设定, 取试品溶液(4.1)进行气相色谱分析, 分析样品中乙醇和内标物正丁醇峰面积的比值。

(2) 由标准工作曲线计算测试液中乙醇的浓度。根据需要, 可对样品进行适当稀释。

### 5 数据记录与处理

#### 5.1 数据记录

标准样品检测结果

浓度	重复	乙醇峰面积 (或峰高)	内标物峰面 积(或峰高)	乙醇面积/ 内标峰面积	均值(乙醇面积/ 内标峰面积)
2%					
3%					
4%					
5%					
7%					

试样检测结果

重复	乙醇峰面积 (或峰高)	内标物峰面 积(或峰高)	乙醇面积或峰高/内 标峰面积或峰高	均值(乙醇面积或峰高 /内标峰面积或峰高)
1				
2				
3				

## 5. 2 数据处理

### (1) 构建标准曲线和回归方程式

由标准样品检测结果回归得标准曲线和标准方程式。

### (2) 样品结果计算

由样品检测结果和回归方程式计算样品乙醇浓度。

## 6 思考题

在满足色谱分离的前提下，载气流量选大些好？还是小些好？为什么？

对氢火焰离子化检测器（FID）而言，适当增大载气流速会降低检测限，所以从最佳线性和线性范围考虑，载气流速以低些为妥。热导检测器（TCD）为浓度型检测器，组分峰面积响应值反比于载气流速，因此，检测时要求载气流速保持恒定。根据塔板理论和速率理论（范第姆特方程式），载气流速越小，理论塔板高度  $H$  越小，柱效能就越高。在实际分析时，为缩短分析时间，采用稍高于最佳流速的载气流速。

## 实训七 自动电位滴定法对食醋中总酸量的测定

### 教学设计

项目名称	自动电位滴定法对食醋中总酸量的测定		项目编号	7
隶属课程	分析检测综合实训二			
教学目的	1 掌握电位滴定法的基本原理和操作技术。 2 常用利用自动电位滴定仪测定食醋中总酸量（以乙酸计）。			
思政目标	培养社会责任感，理解食品分析在保障人民健康中的重要作用，增强食品安全意识，培养严谨的科学态度和实验技能。			
教学学时	6 学时			
教学设计	技能点	训练要求与标准		训练方法
	实训原理	$\text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$ 滴定反应在化学计量点附近产生电位突跃。		教师讲授
	氢氧化钠标准溶液制备	标准溶液的配制方法		实践操作
	样品制备	样品溶液的制备方法		实践操作
	电位滴定操作	滴定操作、自动电位滴定仪的使用		实践操作
	实验报告的书写	能正确编制报告，内容完整、书写正确、清晰。		
考核方法	实践考核			

考核标准	1、实践操作（50分）； 2、实训报告（40分）； 3、实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10分）。
分组要求	分组实验
场地要求	基础化学实验室
设备仪器	电子天平、自动滴定仪等

## 实训七 自动电位滴定法对食醋中总酸量的测定

### 1 实验目的

- 1.1 掌握自动滴定管仪的使用和滴定操作。
- 1.2 掌握酸碱滴定法测定食醋中总酸量的原理及操作。
- 1.3 通过实验计算食醋中总酸量（以乙酸计，单位：g/mL）。

### 2 实验原理

食醋中的总酸量主要由乙酸、乳酸等有机酸组成。电位滴定法通过测量滴定过程中溶液电位 mV 值（或 pH 值）的变化，确定滴定终点。以氢氧化钠（NaOH）标准溶液为滴定剂，与食醋中的酸发生中和反应，通过 pH 电极监测电位 mV 值（或 pH 值）数的变化，绘制滴定曲线，确定终点。

反应方程式： $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$

滴定反应在化学计量点附近产生电位突跃（滴定突跃）。

滴定突跃：在化学计量点前后加入少量的酸或碱使溶液的电位 mV 值（或 pH 值）发生突变的现象称为滴定突跃。

### 3 仪器与试剂

#### 3.1 仪器

自动滴定仪、移液管（10 mL）、烧杯（100 mL）、容量瓶（100 mL）

#### 3.2 试剂

氢氧化钠、食醋样品、去离子水、pH 缓冲溶液（pH 4.01 和 pH 7.00）

### 4 实验步骤

#### 4.1 NaOH 标准溶液（0.1 mol/L）的配制

配制 4g NaOH 溶液于水，定容到 1L，得浓度为 0.1 mol/L 的 NaOH 标准溶液。

#### 4.2 滴定操作

(1) 开启滴定仪电源，预热 5 分钟。

(2) 电极标定。pH 电极在长时间不使用时会有一些的漂移，导致电极斜率和零点不同，需要使用标准缓冲液进行标定。标定方法有一点标定和两点标定两种，具体标准操作见使用说明书。

(3) 自动电位滴定仪的清洗

将导管插入装蒸馏水的洗液瓶中，按清洗键设定清洗次数为 3，用蒸馏水清洗三次。然后再用待标定的盐酸溶液清洗三次。最后用蒸馏水清洗电极并安装好仪器。

(4) 设定搅拌速度

在仪器起始状态下，按“设置键”选择设置搅拌器，打开搅拌器。按++或者--键可逐档调节搅拌速度，或者按“设置键”直接输入。

(5) 取 50ml 基准碳酸钠溶液于干净的反应杯中，根据实况可加适量水至某体积，放入磁子，放置于自动电位滴定仪的电搅拌处。放好电极。

(6) 将导管插入装待标定盐酸液中。

(7) 样品滴定模式设定与确认

在仪器起始状态下，按“滴定”键，选择预滴定，设定相关参数。其中结束体积设为 24ml。所有参数设置完毕后，按“确认”键开始预滴定。

在滴定过程中，仪器开始自动进行采样、溶液的添加、终点判断等过程，当仪器找到一个滴定终点后，会鸣叫三声作提醒，并显示出终点对应的体积值和电位值。同时，仪器继续滴定，寻找下一个终点。按“终止”键可终止滴定。

(8) 滴定结束

滴定结束后，仪器自动完成补液，并显示滴定结果，包括滴定的终点数，以及相应终点对应的滴定消耗体积、终点电位、样品浓度等。V 表示对应第一个滴定终点的消耗滴定剂体积（滴定结果）；E 表示第一个滴定终点电位；C 表示第一个终点计算的浓度值。

(9) 空白滴定

在仪器起始状态下，按“滴定”键选择空白滴定并确认后，仪器进入空白滴定模式，设置相关参数。

向反应杯中装入与基准碳酸钠溶液终体积一致的蒸馏水进行滴定。

#### 4.4 滴定结束

蒸馏水清洗滴定管三次，关闭仪器，冲洗电极并保存。

#### 5. 数据记录

食醋中总酸量的测定

测定次数	至化学计量点时消耗 NaOH 体积 $V_1$ (mL)	空白实验消耗 NaOH 体积 $V_{\text{空白}}$ (mL)	实际消耗 NaOH 的体积 $V_{\text{NaOH}}$ (mL)
1			
2			
3			
均值		-----	

#### 6 食醋中总酸量计算

$$\text{食醋的总酸量 (g/mL)} = (C_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \times M_{\text{CH}_3\text{COOH}} \times 10^{-3}) \div V_{\text{样品}}$$

$C_{\text{NaOH}}$ : NaOH 标准溶液浓度 (mol/L)

$V_{\text{NaOH}}$ : 滴定平均消耗 NaOH 体积 (mL)

$M_{\text{CH}_3\text{COOH}}$ : 乙酸摩尔质量 (60.05 g/mol)

$V_{\text{样品}}$ : 滴定所用食醋的体积 (mL)