
揭阳职业技术学院
生物工程系

授 课 教 案

2025 -- 2026 学年度第一学期

课程名称 仪器分析

班 级 食检 241、食检（3+）241

教 研 室 食品教研室

授课教师 黄莹星

实训部分：

实训一 仪器分析实验的基本知识

实训项目	仪器分析实验的基本知识	班 级	食检 241、 (3+) 241	学 时	3
课 程	仪器分析		教 材	仪器分析	
教学三维目标	加强仪器分析实验基本知识的学习，了解实验室仪器，并从实操中掌握仪器清洗方法。 1. 知识目标： 了解仪器分析实验室设备、安全教育。 2. 能力目标： 实验室安全应急能力。 3. 素养目标： 能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势。				
课程思政	食品安全与社会责任： 食品分析作为保障食品安全的重要环节，与百姓生活息息相关，课程设计上可实现多维度、多层次、多渠道的思政元素融入教学。				
重点难点	掌握仪器分析实验的操作规则及仪器清洗方法				
材料器材	烧杯、容量瓶、超声波机、试管				
要点	<p>(一) 仪器分析实验的基本要求</p> <p>1. 仪器分析实验的教学目的</p> <p>仪器分析实验是仪器分析课的重要内容。它是学生在教师指导下，以分析仪器为工具，亲自动手获得所需物质化学组成和结构等信息的教学实践活动。通过仪器分析实验，使学生加深对有关仪器分析方法基本原理的理解，掌握仪器分析实验的基本知识和技能；学生会正确的使用分析仪器；合理地选择实验条件。正确处理数据和表达实验结果；培养学生严谨求是的科学态度、敢于创新和独立工作的能力。</p> <p>2. 仪器分析实验的基本要求。</p> <p>(1) 必须做好预习工作，仔细阅读仪器分析实验教材，分析</p>				

方法和分析仪器工作的基本原理，仪器主要部件的功能、操作程序和注意的事项。

(2) 学会正确使用仪器。要在教师指导下熟悉和使用仪器，勤学好问，未经教师允许不得随意开动或关闭仪器，更不得随意旋转仪器按钮、改变仪器工作参数等。详细了解仪器的性能，防止损坏仪器或发生安全事故。应始终保持实验室的整洁和安静。

(3) 在实验过程中，要认真地学习有关分析方法的基本要求。要细心观察实验现象和仔细记录实验条件和分析测试的原始数据；学会选择最佳实验条件；积极思考、勤于动手，培养良好的实验习惯和科学作风。

(4) 爱护仪器的仪器设备。实验中如发现仪器工作不正常，应及时报告教师处理。每次实验结束，应将所用仪器复原，清洗好使用过的器皿，整理好实验室。

(5) 认真写好实验报告。实验报告应简明扼要，图表清晰。实验报告的内容包括实验名称、完成日期、实验目的、方法原理、仪器名称及型号、主要仪器的工作参数、主要实验步骤、实验数据或图谱、实验中出现的现象、实验数据处理和结果处理、问题讨论等。认真写好实验报告是提高实验教学质量的一个重要环节。

3. 仪器分析实验的操作规则

(二) 实验报告和实验数据处理

1. 评价分析方法和分析结果的基本指标

一个好的分析方法应该具有良好的检测能力，易获得可靠的测定结果，有广泛的适用性。此外，操作方法应尽可能简便。检测能力用检出限表征，测定结果的可靠性用准确度和精密度表示，适用性用标准曲线的线性范围和抗干扰能力来衡量。一个好的分析结果应是随机误差小，又没有系统误差。

2. 实验报告

做完实验仅是完成实验的一半，更重要的是进行数据整理和结果分析，把感性认识提高到理性认识。

(三) 玻璃仪器的洗涤和分析实验室的安全规则

1. 仪器分析实验室的安全规则

在仪器分析化学实验中，经常使用有腐蚀性的易燃、易爆或有毒的化学试剂，大量使用易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器，实验过程中也不可避免用电、水等。为确保实验的正常进行和人身及设备安全，必须严格遵守实验室的安全规则：

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟，一切化学药品禁止入口，实验完毕须洗手；水、电位用后应立即关闭；离开实验室时，应仔细检查水、电、门、窗是否均已关好。

(2) 了解实验室消防器材的正确使用方法及放置的确切位置，一旦发生意外，能有针对性地扑救。实验过程中，门、窗及换风设备要打开。

(3) 使用电气设备时，应特别细心，切不可用潮湿的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不可使用，以免触电。

(4) 使用精密分析仪器时，应严格遵守操作规程，仪器使用完毕后，将仪器各部分复原，并关闭电源，拔去插头。

(5) 浓酸浓碱具有腐蚀性，尤其是浓 H_2SO_4 配制溶液时，应将浓酸缓缓注入水中、而不得将水注入酸中，以防止浓酸溅在皮肤和衣服上。使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、氨水时，均应在通风橱中操作。

(6) 使用四氯化碳、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时，一定要远离火源和热源。使用完毕后，将试剂瓶塞好，放在阴凉（通风）处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰上或热源上加热，而应在水浴上加热。

(7) 热、浓的高氯酸遇有机物常易发生爆炸，汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品使用时应特别小心。

(8) 储备试剂、试液的瓶上应贴有标签，严禁非标签上的试剂装入试剂瓶。自试剂瓶中取用试剂后，应立即盖好试剂瓶盖。决不可将已取出的试剂或试液倒回试剂瓶中。

(9) 将温度计或玻璃管插入胶皮管或胶皮塞前，用水或甘油润滑，并用毛巾包好再插，两手不要分得太开，以免折断划伤手。

(10) 加热或进行反应时，人不得离开。

(11) 保持水槽清洁，禁止将固体物、玻璃碎片等扔入水槽，以免造成下水道堵塞。

(12) 发生事故时，要保持冷静，针对不同的情况采取相应的应急措施，防止事故扩大。

2. 玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中所使用的器皿应洁净。其内外壁应能被水均匀地润湿，且不挂水珠。在分析工作中，洗净玻璃仪器不仅是一个必须做的实验前的准备工作，也是一个技术性的工作。仪器洗涤是否符合要求，对化验工作的准确度和精密度均有影响。不同分析工作（如工业分析、一般化学分析、微量分析等）有不同的仪器洗净要求。

实训二 pH 计的使用

实训项目	电位分析法： 测定餐具洗涤剂 pH 值（两点校正法）	班 级	食检 241、 (3+) 241	学 时	3
课 程	仪器分析		教 材	仪器分析	
教学三维目标	<p>1. 知识目标：理解电位法测 pH 值原理；会操作 pH 计测溶液 pH 值。</p> <p>2. 能力目标：掌握 pH 计的使用；掌握酸度测定的原理；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力；</p> <p>3. 素养目标：能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。</p>				
课程思政	<p>团队协作与职业精神：培养学生准确、严谨的职业精神，以及创新能力和刻苦专研精神。</p>				
重点难点	pH 计的使用				
材料器材	pH 计、烧杯、玻璃棒等。				
操作原理与步骤	<p>（一）粗测样品的 pH</p> <p>用广泛 pH 试纸测试上述样品溶液的 pH，如果测得 pH 呈碱性，则选择标准缓冲溶液组合为 pH 6.86 和 pH 9.18；如果测得 pH 呈酸性，则选择标准缓冲溶液组合为 pH 6.86 和 pH 4.01</p> <p>（二）仪器校准</p> <p>（1）酸度计使用前准备</p> <p>① 接通电源，打开开关，预热 20min。</p> <p>② 置选择按键开关于“pH”位置</p> <p>（2）电极选择、处理和安装</p> <p>将在 $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KCl}$ 溶液中浸泡活化 8h 的 pH 复合电极安装在多功能电极架上，组建测量装置。用蒸馏水冲洗电极，用滤纸吸干外壁水分。电极经长期使用后，如发现斜率略有降低，则可把电极下端浸泡在 4%HF 溶液中 3~5 秒，用蒸馏水洗净，然后在 0.1mol/L 盐酸溶液中浸泡，使之复新。</p>				

注意！玻璃电极球泡易碎，操作要小心。电极引线插头应干燥、清洁，不能有油污。

(3) 校正酸度计（二点校正法）

①用广泛 pH 试纸粗测待测溶液 pH 值，根据粗测的 pH 值选择标准溶液（pH = 6.86 和 4.01 组合或 pH = 6.86 和 9.18 组合）

②选用 pH = 6.86（25℃）的标准缓冲溶液，用温度计测量标准缓冲溶液温度，调节“温度补偿旋钮”，使指示的温度刻度为所测得的温度。

③ 将电极插入标准缓冲溶液中，小心轻摇几下试杯，以促使电极平衡。

注意！电极不要触及杯底，插入深度以溶液浸没玻璃球泡为限。

④将“斜率旋钮”顺时针旋到底，调节“定位”调节器，使仪器显示值为所测温度下该标准缓冲溶液的 pH。随后将电极从标准缓冲溶液中取出，移去试杯，用蒸馏水清洗电极，并用滤纸吸干电极外壁水。

选用另一种与待测试液 pH 相接近的标准缓冲溶液（pH = 4.01 或 9.86（25℃））用温度计测量标准缓冲溶液温度，调节“温度补偿旋钮”，使指示的温度刻度为所测得的温度。将电极插入溶液中，小心轻摇几下烧杯，使电极平衡。调节“斜率旋钮”，使仪器显示值为所测温度下该标准缓冲溶液的 pH。

⑥重复校正。在以上两种标准溶液之间反复操作几次，直到不需要再调节定位和斜率钮，pH 计就可准确显示所测温度下两种标准缓冲溶液 pH 值，则校准过程结束。

注意！校正后的仪器即可用于测量待测溶液的 pH，但测量过程中不应再动“定位”或“斜率”钮，若不小心碰动“定位”或“斜率”钮应重复（4）中②—⑤步骤，重新校正。

(三) 样品的测定

① 移去标准缓冲溶液，清洗电极，并用滤纸吸干电极外壁水。取 100mL 烧杯，用待测试液润洗三次后倒入 50mL 左右试液。用温度计测量试液的温度，并将温度调节器置此温度位置上。

注意！待测试液温度应与标准缓冲溶液温度相同或接近。若温度差别大，则应待温度相近时再测量。

② 将电极插入被测试液中，轻摇试杯以促使电极平衡。待数字显示稳定后读取并记录被测试液的 pH。平行测定二次，并记录。

(四) 实验结束工作

关闭酸度计电源开关，拔出电源插头。取出复合电极用蒸馏水清洗干净后，用滤纸吸干，套上小帽存放在盒内。用干净抹布擦净工作台，罩上仪器防尘罩。

	<p>六 注意事项</p> <p>(1) 酸度计的输入端（即测量电极插座）必须保持干燥清洁。在环境湿度较高的场所使用时，应将电极插座和电极引线柱用干净纱布擦干。读数时电极引入导线和溶液应保持静止，否则会引起仪器读数不稳定。</p> <p>(2) 标准缓冲溶液配制要准确无误，否则将导致测量结果不准确。</p> <p>(3) 注意用电安全，合理处理、排放实验废液。</p>
<p>考 核 标 准</p>	<p>1. 可见分光光度计的使用</p> <p>2. 吸收曲线的绘制</p>

实训三：可见分光光度计比色皿的配对与吸收曲线的测定

实训项目	可见分光光度计比色皿的配对与吸收曲线的测定	班 级	食检 241、 (3+) 241	学 时	3
课 程	仪器分析		教 材	仪器分析	
教学三维目标	<p>1. 知识目标：了解分光光度计的基本构造及比色皿配对校正；熟悉分光光度计的使用方法；学习吸收光谱曲线的绘制、查找最大吸收波长 λ_{\max} 的方法。</p> <p>2. 能力目标：掌握可见分光光度法在食品检测中的应用；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。</p> <p>3. 素养目标：能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。</p>				
课程思政	<p>实践能力与综合素质：全方位提高学生食品分析与检验的应用能力和综合素质，培养符合社会主义事业发展需要的建设者和接班人</p>				
重点难点	吸收曲线的测定				
材料器材	容量瓶、移液管、可见分光光度计、高锰酸钾等。				
操作原理与步骤	<p>开机预热：打开电源开关，打开样品室盖，样品室内取出干燥剂，预热 20min。</p> <p>（一）比色皿配对校正</p> <p>① 用波长调节旋钮将波长调至 600nm。</p> <p>② 检查吸收池透光面是否有划痕的斑点，吸收池各面是否有裂纹。如有则不应使用。</p> <p>③ 在选定的吸收池毛面上口附近，用铅笔标上进光方向并编号。用蒸馏水冲洗 2~3 次[必要时可用 (1+1) HCl 溶液浸泡 2~3min，再立即用水冲洗净]。</p> <p>④ 用拇指和食指捏住吸收池两侧毛面，分别在 4 个吸收池内注入蒸馏水到池高 3/4，可先用滤纸吸干池外壁的水滴（注意不能上下来回擦），再用擦镜纸轻轻擦试光面至无痕迹。按池上所标箭头方向（进光方向）垂直放在吸收池架上，并用吸收池夹固定好。</p>				

注意：池内溶液不可装得过满以免溅出，腐蚀吸收架和仪器。装入水后，池内壁不可有气泡。

⑤ 盖上样品室盖，将在参比位置上的吸收池推入光路。调节 T=100%，打开盖上样品室盖，调节 T=0。反复调节几次，直至稳定。（打开盖子，调显示值为 0，关上盖子，调显示值为 100。）

⑥ 拉动吸收池架拉杆，依次将被测溶液推入光路，读取相应的透射比或吸光度。若所测各吸收池透射比偏差小于 0.5%，则这些吸收池可配套使用。超出上述偏差的吸收池不能配套使用。

(二) 高锰酸钾溶液吸收光谱曲线的测定

(1) 配制 KMnO_4 溶液 (0.0004mol/L)。用移液管准确移取 KMnO_4 贮备液 ($0.04\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$) 1ml，转入 100mL 容量瓶中，用水稀释至 100mL。

(2) 在下表所列波长下，以蒸馏水为参比，用 1cm 比色皿分别测定 0.0004mol/L KMnO_4 溶液的吸光度。

λ	4	4	4	4	4	4	4
/nm	20	30	40	50	60	70	80
A							
λ	5	5	5	5	5	5	5
/nm	04	06	08	10	12	14	16
A							
λ	5	5	5	5	5	5	5
/nm	23	24	25	26	27	28	29
A							
λ	5	5	5	5	5	5	5
/nm	36	38	39	40	42	44	50
A							
λ	5	5	5	5	5	5	5
/nm	70	80	84	88	90	92	94
A							

五、结果计算

- (1) 按照以上数据绘制 A— λ 曲线；
- (2) 根据所绘制的 A— λ 曲线，查出 λ_{max} ；
- (3) 计算 ε_{max} 。(根据朗伯比尔定律计算 $A_{\text{max}} = \varepsilon_{\text{max}} b c$)

考 核 标 准	3. 可见分光光度计的使用 4. 吸收曲线的绘制
------------------	-----------------------------

实训四：可见分光光度法：吸收曲线、工作曲线的绘制及 水中微量铁测定

实训项目	可见分光光度法：吸收曲线、工作曲线的绘制及水中微量铁测定	班 级	食检 241、 (3+) 241	学 时	3
课 程	仪器分析		教 材	仪器分析	
教学三维目标	<p>1. 知识目标： 了解分光光度计的基本构造，熟悉分光光度计的使用方法；学习吸收光谱曲线的绘制、查找最大吸收波长 λ_{\max} 的方法；掌握邻菲罗啉分光光度法测定微量铁的原理和方法；学会标准曲线的绘制方法及其使用。</p> <p>2. 能力目标： 能自主开展小型食品化学研究，解决食品加工、储藏、运输中的化学问题；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力；</p> <p>3. 素养目标： 能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。</p>				
课程思政	<p>科学精神与创新意识： 在教学过程中解读本专业的教学计划，使同学们通过该课程对本专业需要掌握的知识和社会对本专业人才的需求有个明确的认识，培养学生的科研精神和创新意识。</p>				
重点难点	吸收曲线的测定				
材料器材	容量瓶、烧杯、吸量管、移液管、可见分光光度计、比色皿、铁标准溶液、10%盐酸羟胺水溶液、0.2%邻菲罗啉水溶液(显色剂)、HAc-NaAc 缓冲溶液 (pH≈5.0)				
操	1. 标准系列溶液的配制：				

作
原
理
与
步
骤

用 10mL 吸量管分别吸取铁的标准溶液 0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 于 7 支 50ml 容量瓶中，加少量水，再分别加入 1mL 盐酸羟胺溶液（10%），混匀，放置 2min。用 5mL 移液管分别加入 5mLHAc-NaAc 缓冲溶液（pH≈5.0），摇匀，用 2mL 移液管分别加入 2mL 邻菲罗啉溶液（0.2%），摇匀，加水稀释至刻度，并贴上标签。

2. 吸收曲线的配制：

选用 1cm 比色皿，以试剂空白（编号 0#）为参比，在 440~560nm 之间，每隔 10nm 测定一次待测溶液的吸光度 A，以波长为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制吸收曲线，从而选定测定铁的最大吸收波长 λ_{max} （510nm）。

3. 标准曲线的绘制：

于 λ_{max} 处，用 1cm 比色皿，以试剂空白（编号 0#）为参比，测定由低浓度至高浓度系列标准溶液的吸光度，以铁的浓度为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

4. 铁含量的测定：

取含铁未知试液 5.00mL 于 50mL 容量瓶中，加少量水（稀释了十倍）。再分别加入 1mL 盐酸羟胺溶液（10%），混匀，放置 2min。用 5mL 移液管分别加入 5mLHAc-NaAc 缓冲溶液（pH≈5.0）摇匀，用 2mL 移液管分别加入 2mL 邻菲罗啉溶液（0.2%）摇匀，加水稀释至刻度。

5. 于 λ_{max} 处，用 1cm 比色皿，以试剂空白（编号 0#）为参比，测定未知试样的吸光度，再利用标准曲线求得试样中铁的含量。相关系数 $R^2 > 0.999$ 比较好。

数据记录与处理：

1. 铁含量的测定：

编 号	#	#	#	2	3	4	5	6	样 品
V (铁标				2	4	6	8	1	5

液) /mL	.0 0	.0 0	.00	.00	.00	.00	0.00	.00
ρ (Fe) / $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$.0	.2	.4	.8	.2	.6	.0	
A	.0 0							

以吸光度 A 为纵坐标,铁含量为横坐标,用软件(excel 或 origin) 绘制出标准曲线图,打印曲线并粘贴。

通过标准曲线找出被稀释样品中铁的含量 $\rho\text{Fe}(x)$ ($\mu\text{g}/\text{mL}$), 再按下式计算原样品中铁的含量 ρFe 。 $\rho\text{Fe} = \rho\text{Fe}(x) \times 10$

注意事项:

(1) 配置溶液时,加入试剂的顺序不能随意改变。每加入一种试剂之前都应先摇匀(不要加盖)容量瓶中的溶液;显色过程中,每加入一种试剂均要摇匀。

(2) 试样和标准曲线测定的实验条件应保持一致,所以最好两者同时显色同时测定。

(3) 用刻度吸管取标液时,应从满刻度处开始,放出所需体积,以减小体积误差;

(4) 每改变一次波长,都要用参比溶液调“0”和“100%”。

考核 标准	标准曲线的绘制
----------	---------

实训五 紫外吸收光谱法：测定维生素 C 含量

实训项目	紫外吸收光谱法：测定维生素 C 含量	班 级	食检 241、 (3+) 241	学 时	6
课 程	仪器分析		教 材	仪器分析	
教学三维目标	<p>1. 知识目标：了解维生素 C 的紫外吸收光谱的特性；学习在紫外吸收光谱区进行维生素 C 的测定方法。</p> <p>2. 能力目标：能自主开展小型研究，解决食品加工、储藏、运输中的化学问题；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。</p> <p>3. 素养目标：能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。</p>				
课程思政	<p>道德底线与法律法规：作为未来的食品从业者，学生应树立“做食品，做的是诚心和良心”的理念，食品从业者内心要有道德底线，要符合法律法规，将食品安全意识和社会责任感贯穿内容之中。</p>				
重点难点	紫外分光光度计的使用				
材料器材	紫外可见分光光度计 (UV-1800)、石英比色皿、容量瓶、吸量管、维生素 C、无水乙醇				
操作原理与步骤	<p>一、准备工作</p> <p>(1) 清洗容量瓶、吸量管等玻璃仪器备用。</p> <p>检查仪器，开机预热 20min，并调试至工作状态。</p> <p>(2) 配制维生素 C 系列标准溶液</p> <p>称取 0.02640g 分析纯维生素 C，溶于少量蒸馏水中，超声约 2min 至完全溶解，定量转移至 500mL 棕色容量瓶中，用蒸馏水稀释至标线，摇匀。此溶液浓度为 52.80μg/mL。分别吸取浓度此溶液 2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL 于 4 只洁净干燥的 25mL 棕</p>				

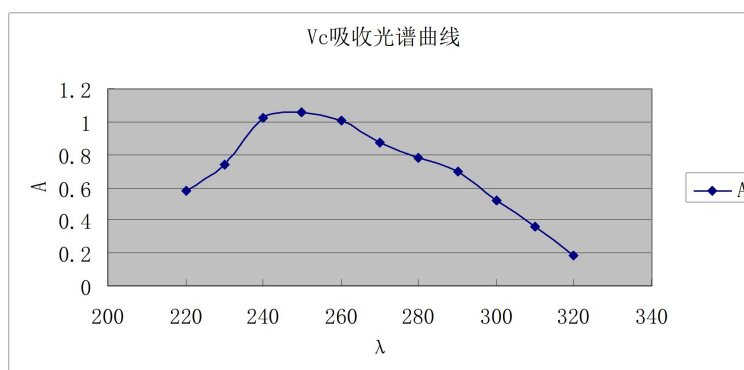
色容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀备用。（维生素 C 质量为 0.0200g 时，标准系列最后一个点的吸光度可落在 0.8 以内）

（3）配制维生素 C 试样溶液

准确称取约 0.10g 维生素 C 药片，溶于少量蒸馏水中，超声约 2min 至完全溶解，定量转移至 500mL 棕色容量瓶中，用蒸馏水稀释至标线，摇匀。或准确称取约 0.20g 维生素 C 药片，溶于少量蒸馏水中，超声约 2min 至完全溶解，定量转移至 1000mL 棕色容量瓶中，用蒸馏水稀释至标线，摇匀。（稀释 10 倍吸光度在线性范围内）

（4）绘制维生素 C 的紫外吸收光谱曲线

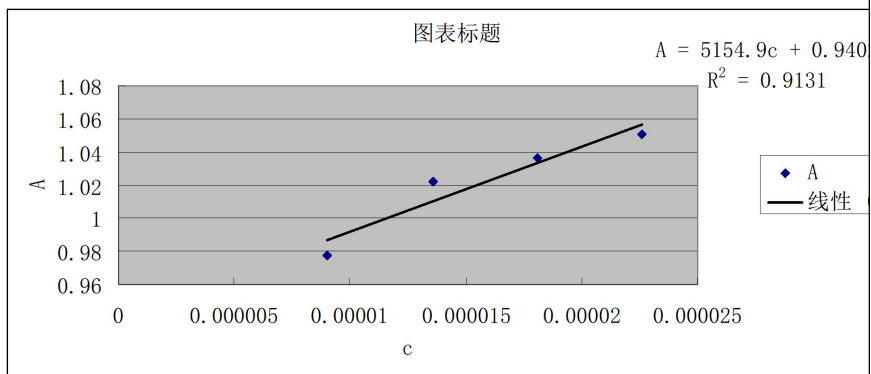
以蒸馏水作为参比，在 220~320nm 范围绘制维生素 C 的紫外吸收光谱曲线，并确定维生素 C 的最大吸收波长 λ_{\max} 。实验报告背面粘贴维生素 C 的吸收光谱图，如下图所示：



由维生素 C 的吸收光谱图可知，维生素 C 的紫外最大吸收波长为 $\lambda_{\max} = 246\text{nm}$ 左右。

（4）绘制维生素 C 的标准工作曲线

以无水乙醇作参比，在 $\lambda_{\max} =$ nm 处测定维生素 C 系列标准溶液的吸光度，绘制吸光度-浓度标准工作曲线。实验报告背面粘贴维生素 C 的标准工作曲线图，如下图所示：



(5) 测定未知样的维生素 C 含量

采用标准工作曲线法测定未知液中维生素 C 含量, 并根据稀释倍数报告结果。

每片维生素 C 片含 VC100mg, 所以, 称取 0.21g 维生素 C 片, 溶于 1L 水, 测吸光度。

二、数据记录与结果处理

(1) 维生素 C 标准系列吸光度和浓度及未知液吸光度和浓度

V (mL)	4.00	6.00	8.00	10.00	未知液
ρ ($\mu\text{g/mL}$)	4.224	8.448	12.627	16.896	
A	0.2644	0.4628	0.7031	0.8676	0.8341

(2) 未知液中维生素 C 的含量

根据稀释倍数, 报告结果: 未知液中维生素 C 含量为:

考核
标准

维生素 C 含量的计算

实训六 紫外分光光度法：同时测定维生素 E、C 的含量

实训项目	紫外分光光度法：同时测定维生素 E、C 的含量	班 级	食检 241、 (3+) 241	学 时	6
课 程	仪器分析		教 材	仪器分析	
教学三维目标	<p>1. 知识目标： 掌握紫外-可见光分光光度计原理、结构、操作以及涉及到的典型检测项目，并掌握同时测多种物质的方法；熟练掌握阅读国标中采用大型仪器的能力和根据国标操作大型仪器的实验方法。</p> <p>2. 能力目标： 能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。</p> <p>3. 素养目标： 能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。</p>				
课程思政	<p>工匠精神与创新精神： 课程旨在提升学生正确的价值导向、专业认同、工匠精神与创新精神。</p>				
材料器材	紫外分光光度计、维生素 C 标准品、维生素 E 标准品				
	<p>(1) 准备工作</p> <p>清洗容量瓶、吸量管等玻璃仪器备用。</p> <p>检查仪器，开机预热 20min，并调试至工作状态。</p> <p>(2) 配置系列标准溶液</p> <p>①配制维生素 C 系列标准溶液：称取 0.0927g 维生素 C，溶于无水乙醇中，定量转移至 250mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至标线，摇匀。此溶液浓度为 $\times 10^{-5} \text{mol/L}$。（先用少量 95%乙醇助溶，再用无水乙醇定容至 250ml 棕色容量瓶）分别吸取浓度此溶液 4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 于 4 只洁净干燥的 50mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀备用。</p> <p>②配制维生素 E 系列标准溶液：称取 0.2945g 维生素 E，溶于</p>				

无水乙醇中，定量转移至 250mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至标线，摇匀。此溶液浓度为 $\times 10^{-4} \text{mol/L}$ 。分别吸取此溶液 4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 于 4 只洁净干燥的 50mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀备用。

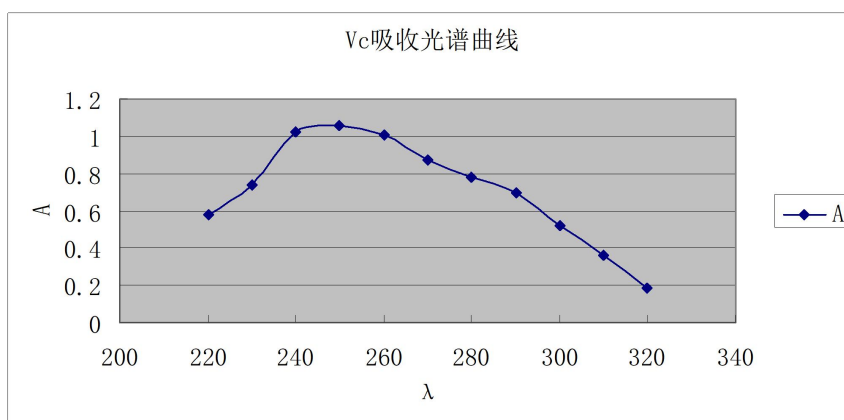
(3)试样的制备:取维生素 C 和维生素 E 双组分未知液 5.00mL 于一洁净干燥的 50mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀。

一、(4) 实验记录及数据处理

绘制维生素 C 和维生素 E 的紫外吸收光谱曲线:

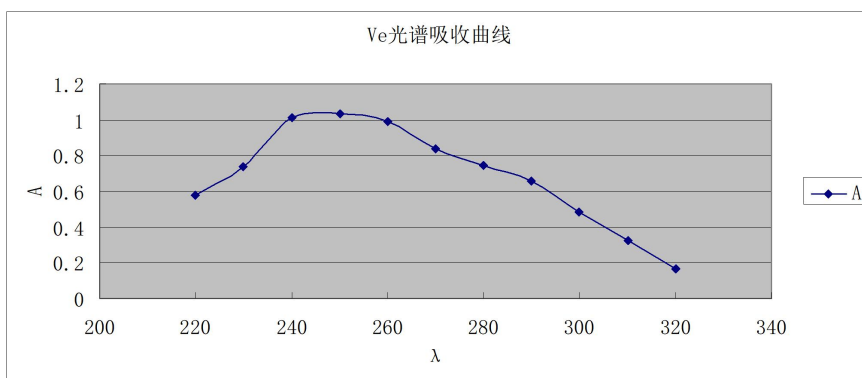
以无水乙醇作为参比，在 220~320nm 范围绘制维生素 C 和维生素 E 的紫外吸收光谱曲线，并确定各自的最大吸收波长 λ_C 和 λ_E 。

①维生素 C 光谱吸收曲线



$\lambda_C =$ nm

②维生素 E 光谱吸收曲线



$\lambda_E (\text{max}) =$ nm

绘制标准工作曲线:

	<p>①维生素 C 标准工作曲线</p> <p>以无水乙醇作参比，在 $\lambda_C =$ nm 和 $\lambda_E =$ nm 处测定维生素 C 系列标准溶液的吸光度，绘制吸光度-浓度标准工作曲线，并求出直线的斜率</p> <p>②维生素 E 工作曲线</p> <p>以无水乙醇作参比，在 $\lambda_C =$ nm 和 $\lambda_E =$ nm 处测定维生素 E 系列标准溶液的吸光度，绘制吸光度-浓度标准工作曲线，并求出直线的斜率</p> <p>③ 计算样品含量</p>
--	---

实训七：火焰原子吸收光谱法：测定水中的铜含量（标准曲线法）

实训项目	火焰原子吸收光谱法：测定水中的铜含量（标准曲线法）	班 级	食检 241、 (3+) 241	学 时	6
课 程	仪器分析		教 材	仪器分析	
教学三维目标	<p>1. 知识目标： 加强理解火焰原子吸收光谱法的原理；掌握火焰原子吸收光谱仪的操作技术；熟悉原子吸收光谱法的应用。</p> <p>2. 能力目标： 能自主开展实验设计，根据未知样品设置合适标准曲线配制浓度范围；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。</p> <p>3. 素养目标： 能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。</p>				
课程思政	<p>价值导向与专业认同： 通过课程学习，学生应能树立严谨的量效关系、增强民族自信心与自豪感、激发爱国主义情怀与爱国奋斗精神、增强投身科技报国的社会责任感。</p>				
重点难点	火焰原子吸收光谱仪的使用				
材料器材	原子吸收分光光度计、Cu 空心阴极灯等辅助装置、铜标准贮备液				
操作原理与步骤	<p>(1) 稀硝酸溶液(2+100)：20mL 浓硝酸溶于 1000mL 纯水中。</p> <p>(2) 铜标准溶液 $\rho(\text{Cu})=0.1000\text{mg/mL}$。</p> <p>(3) 含铜水试样(约 4$\mu\text{g/mL}$)：用量筒量 10mL $\rho(\text{Cu})=0.1\text{mg/mL}$，置于 250mL 容量瓶中，用 (2+100) 稀硝酸定容，摇匀，备用。</p> <p>(4) 标准系列的配制：</p> <p>用 25mL 移液管吸取 5 份 25.00mL 的含铜水试样(约 4$\mu\text{g/mL}$) 分别置于 50mL 比色管中，再用 10mL 吸量管各依次加入上述铜标</p>				

准溶液[$\rho(\text{Cu})=0.1\text{mg/mL}$] 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00，用（2+100）的稀硝酸定容，摇匀。

（5）测定各溶液的吸光度：

由稀至浓逐个测量上述系列溶液的吸光度并列表记录。

容量瓶编号	1	2	3	4	5	备注
加待测试样 体积 V_1/mL	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00	
$\rho = 0.1000\text{mg/mL}$ 铜 标液的体积/mL	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	
定容体积 / mL	50.00	50.00	50.00	50.00	50.00	
铜浓度的增 加量 $\rho(\text{Cu})/\mu\text{g mL}^{-1}$	0.00	2.00	4.00	6.00	8.00	横坐标
吸光度 A						纵坐标

4. 数据处理

用 EXCEL 绘制标准加入工作曲线，将其延长与浓度轴相交，记录交点的浓度 c_x 。

换算水样中铜的含量($\mu\text{g/mL}$)，公式如下：

$$\rho(\text{Cu}) = c_x \frac{V_0}{V_1}$$

式中：

$\rho(\text{Cu})$ ：水样中铜含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

	<p>C_x : 标准加入曲线与浓度轴交点, $\mu\text{g/mL}$;</p> <p>V_0: 样品溶液定容体积, 50mL;</p> <p>V_1: 取样量, 25.00mL</p>
考核 标准	铜含量的计算

实训八 气相色谱仪、FID 和色谱工作站的基本操作及进样练习

实训项目	气相色谱仪、 FID 和色谱工作站 的基本操作及进样 练习	班 级	食检 241、 (3+) 241	学 时	3
课 程	仪器分析		教 材	仪器分析	
教学三维 目标	<p>1. 知识目标： 掌握气相色谱仪的操作流程；了解有关气相色谱仪器的安全防护工作；掌握注射器进样有关操作技能。</p> <p>2. 能力目标： 能自主进行气相色谱仪操作；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。</p> <p>3. 素养目标： 能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。</p>				
课程思政	<p>教师的产业背景对知识技能与课程思政融合的影响： 通过分享个人在食品行业的工作经历，讲述食品分析要求和操作过程，激发学生投身科技报国的责任感。</p>				
重点难点	气相色谱仪的使用				
材料器材	9310 气相色谱仪、0.5uL 注射器、滤纸等、乙醇（色谱纯）、				
操作原理与步骤	<p>1、 色谱仪器进样操作；</p> <p>2、 纯物对照法：</p> <p>1) 进标样：分别吸取乙醇、乙酸（或乙酸乙酯稀释 5 倍）各 0.2uL，依次进样，准确记录保留时间。</p> <p>2) 进待测样：用待测样（自己合成，实验用乙醇：乙酸=1:3，稀释 10 倍）把 1uL 微量进样器洗 3-5 次，然后往色谱仪内注射 0.2 uL 样品，准确记录保留时间。</p> <p>3) 将乙醇、乙酸（或乙酸乙酯）标样的保留时间与待测样的保留时间对比定性。</p> <p>3、 加入纯物增加峰高：</p> <p>1) 进待测样：用待测样把 1uL 微量进样器洗 3-5 次，然后往色谱仪内注射 0.2uL 样品，准确记录保留时间。</p>				

	<p>2) 取上述待测样二份, 分别加入适量乙醇、乙酸(或乙酸乙酯)标样, 分别吸取配制的混合样品 0.2uL, 依次进样, 观察色谱峰变化。</p> <p>3) 根据色谱峰峰高变化定性。</p>
考核 标准	进样操作

实训九 高效液相色谱仪仪器认知、操作及进样练习

实训项目	高效液相色谱 仪仪器认知、操作 及进样练习	班 级	食检 241、 (3+) 241	学 时	3
课 程	仪器分析		教 材	仪器分析	
教学三维 目标	<p>1. 知识目标： 了解色谱技术的基本原理和在现代仪器分析领域的实际状况；熟悉高效液相色谱仪的结构； 熟练掌握高效液相色谱仪的操作；掌握进样技术；</p> <p>3. 熟练掌握阅读国标中采用大型仪器的能力和根据国标操作大型仪器的实验方法。</p> <p>2. 能力目标： 能自主进行液相色谱仪操作，熟悉软件界面；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。</p> <p>3. 素养目标： 能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。</p>				
课程思政	<p>深入挖掘接地气的行业企业思政元素： 共同推动学生岗位素养培养与课程思政能力建设，突出杰出产业人才贡献展示、标准与法规解读、行业发展与技术水平进步解析，从而提升学生正确的价值导向、专业认同、工匠精神与创新精神。</p>				
重点难点	<p>高效液相色谱仪的使用</p>				
材料器材	<p>高效液相色谱仪，配有紫外检测器；超声波水浴振荡器、甲醇、乙酸铵溶液、</p> <p>氨水（1+1）、苯甲酸标准储备液</p>				
操作原理与	<p>1、色谱条件：</p> <p>色谱柱： C18 柱， 250mm×4.6mm， 5μm， 或性能相当者。</p> <p>流动相： 甲醇 + 乙酸铵溶液（5+95）（配制好要进行脱气）</p> <p>流速： 1ml/min</p> <p>检测波长： 230nm</p> <p>进样量： 20μL</p>				

<p>步骤</p>	<p>保护液：甲醇+超纯水（90+10）（配制好要进行脱气）</p> <p>2、标准使用液：分别吸取不同体积的苯甲酸钠，将其稀释成浓度分别为 0.000mg/ml、0.020mg/ml、0.040mg/ml、0.080mg/ml、0.160mg/ml、0.320mg/ml 的标准使用液。（即分别吸取 0.00ml、0.50ml、1.0ml、2.0ml、4.0ml、8.0ml 苯甲酸钠标准储备液，定容至 25ml 容量瓶），标准使用液用注射器和水性滤膜过滤。取 20ul 进样，得出标准钱。</p> <p>3、测定：</p> <p>取样品液 20μL（用注射器和水性滤膜过滤）注入高效液相色谱仪进行分离，以其标准溶液峰的保留时间为依据定性，以其峰面积求出样液中被测物质含量，供计算。</p> <p>用峰面积-吸光度做标准曲线，求样品的苯甲酸含量。</p> <p>1、结果计算：</p> <p>样品中苯甲酸的含量计算公式：</p> <p>样品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的含量按式(1)计算：</p> $X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots$ <p>式中：</p> <p>X——样品中待测组分含量,单位为克每千克(g/kg)；</p> <p>c——由标准曲线得出的样液中待测物的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)；</p> <p>V——样品定容体积,单位为毫升(mL)；</p> <p>m——样品质量,单位为克(g)。</p> <p>计算结果保留两位有效数字。</p> <p>5、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%。</p> <p>6、图谱：</p>
<p>考核标准</p>	<p>进样操作</p>

理论部分：

绪论

授课章节	绪论				
课时安排	2	授课方式	讲授+自学	授课类型	理论课
教学主要内容： <ol style="list-style-type: none">1. 化学分析的概念2. 仪器分析的概念3. 仪器分析的内容4. 仪器分析的分类5. 仪器分析的主要特点6. 仪器分析的历史7. 仪器分析的发展趋势					
课程思政： <ol style="list-style-type: none">1. 科学世界观和辩证唯物主义思想的树立：通过教学内容，帮助学生树立正确的科学世界观和辩证唯物主义思想；2. 科研思维与创新能力培养：在教学中融入科研思维和创新能力的培养，激发学生的创新精神和科学探索能力。					
教学三维目标及要求 <ol style="list-style-type: none">1. 知识目标：（1）了解食品仪器分析的历史现状与发展规律；（2）理解食品、仪器、分析、化学等有关的概念及其相互关系；（3）掌握仪器分析的内容与分类，熟知仪器分析的主要特点。2. 能力目标：能自主开展小型食品化学研究，解决食品加工、储藏、运输中的化学问题；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。3. 素养目标：能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。					

教学重点、难点：

仪器分析的主要特点

教学过程：

绪 论

一、概念

仪器分析法是以测量物质的物理性质为基础的分析方法。这类方法通常需要使用较特殊的仪器，故得名“仪器分析”。随着科学技术的发展，分析化学在方法和实验技术方面都发生了深刻的变化，特别是新的仪器分析方法不断出现，且其应用日益广泛，从而使仪器分析在分析化学中所占的比重不断增长，并成为化学工作者所必需掌握的基础知识和基本技能。

二、仪器分析方法的分类

方法的分类	被测物理性质	相应的分析方法
光学分析法	辐射的发射	发射光谱法（X射线、紫外、可见光等），火焰光度法，荧光光谱法（X射线、紫外、可见光），磷光光谱法，放射化学法
	辐射的吸收	分光光度法（X射线、紫外、可见光、红外），原子吸收法，核磁共振波谱法，电子自旋共振波谱法
	辐射的散射	浊度法，拉曼光谱法
	辐射的折射	折射法，干涉法
	辐射的衍射	X射线衍射法，电子衍射法
	辐射的旋转	偏振法，旋光色散法，圆二色性法
电化学分析法	半电池电位	电位分析法，电位滴定法
	电 导	电导法
	电流-电压特性 电量	极谱分析法 库仑法（恒电位、恒电流）
色谱分析法	两相间的分配	气相色谱法，液相色谱法
热分析法	热性质	热导法，热焓法
	质荷比	质谱法
	核性质	中子活化分析

三、仪器分析的特点及发展趋势

优点是：1. 操作简便而快速，对于含量很低（如质量分数为 10^{-8} 或 10^{-9} 数量级）的组分，则更具独特之处。2. 被测组分的浓度变化或物理性质变化能转变成某种电学参数（如电阻、电导、电位、电容、电流等），故易于实现自动化和连接电子计算机。因此，仪器分析具有简便、快速、灵敏、易于实现自动化等特点。对于结构分析，仪器分析法也是极为重要和必不可少的工具。

生产的发展和科学的进步，不仅对分析化学在提高准确度、灵敏度和分析速度等方面提出更高的要求，而且还不断提出更多的新课题。一个重要的方面是要求分析化学能提供更多、更复杂的信息。

现代科学技术发展的特点是学科之间的相互交叉、渗透，各种新技术的引入、应用等，促进了学科的发展，使之不断开拓新领域、新方法。如电感耦合等离子体发射光谱、傅立叶变换红外光谱、傅立叶变换核磁共振波谱、激光拉曼光谱、激光光声光谱等。另外试样的复杂性、测量难度、要求信息量及响应速度在不断提高，这就需要将几种方法结合起来，组成连用分析技术，可以取长补短，起到方法间的协同作用，从而提高方法的灵敏度、准确度及对复杂混合物的分辨能力，同时还可获得两种手段各自单独使用时所不具备的某些功能，因而连用分析技术以成为当前仪器分析方法的主要方向之一。计算机技术对仪器分析的发展影响极大。在分析工作者的指令控制下，仪器自动处于优化的操作条件完成整个分析过程，进行数据采集、处理、计算等，直至动态 CRT 显示和最终曲线报表。现在由于计算机性能价格比的大幅度提高，已开始采用功能完善的 pc 计算机，随着硬件和软件的平行发展，分析仪器将更为智能化、高效、多用途。

仪器分析方法的局限性：除了方法本身的一些原因外，还有一个共同点，就是他们的准确度不够高，相对误差通常在百分之几左右，有的甚至更差。这样的准确度对低含量组分的分析已能完全满足要求，但对常量组分的分析，就不能达到高的准确度此外，在进行仪器分析之前，时常要用化学方法对试样进行预处理；同时，需要以标准物进行校准，而很多标准物需要用化学分析方法来标定。因此化学方法和仪器方法是相辅相成的。在使用时应根据具体情况，取长补短，互相配合。

作业布置：

- 1、什么是仪器分析？
- 2、仪器分析的特点有哪些？

参考资料：

主要参考书：

- 《仪器分析》 栾崇林主编 化学工业出版社 2015 年
《现代仪器分析》 刘约权主编 高等教育出版社 2006 年

第一章 电位分析法

授课章节	第一章：电位分析法				
课时安排	4	授课方式	讲授+自学	授课类型	理论课
教学主要内容： <ol style="list-style-type: none">1. 分析对象及应用领域2. 仪器基本部件3. 仪器基本部件的作用4. 仪器基本部件的原理5. 分析流程6. 分析方法					
课程思政： <ol style="list-style-type: none">1. 职业素养和科学精神教育：通过教学实践，强化学生的职业素养和科学精神，培养学生的工匠精神和科研精神；2. 社会主义核心价值观和爱国主义教育：在教学中融入社会主义核心价值观和爱国主义教育，增强学生的国家认同感和民族自豪感。					
教学三维目标及要求 <ol style="list-style-type: none">1. 知识目标：（1）理解仪器的基本原理；（2）熟知仪器的分析对象与应用领域；（3）了解仪器的基本组成部件；（4）掌握仪器的分析方法和实验技术；（5）理解相关应用实例。2. 能力目标：能自主开展小型食品化学研究，解决食品加工、储藏、运输中的化学问题；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。3. 素养目标：能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。					

教学重点、难点：

仪器的基本原理、分析方法和实验技术

教学过程：

电位分析法

一、概要

利用物质的电学及电化学性质来进行分析的方法称为电分析化学法：

1. 电分析化学分类

第一类电分析化学法是通过试液的浓度在某一特定实验条件下与化学电池中某些物理量的关系来进行分析的。

第二类电分析化学法是以电物理量的突变作为滴定分析中终点的指示，所以又称为电容量分析法。

第三类电分析化学法是将试液中某一个待测组分通过电极反应转化为固相，然后由工作电极上析出物的质量来确定该组分的量。称为电重量分析法，即电解分析法

2. 电分析化学特点

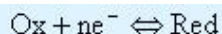
电分析法的灵敏度和准确度都很高，手段多样，分析浓度范围宽，能进行组成、状态、价态和相态分析，适用于各种不同体系，应用面广。由于在测定过程中得到的是电信号，因而易于实现自动化和连续分析。

二、原理

1. 定义 电位分析法是电化学分析方法的重要分支，它的实质是通过在零电流条

件下测定两电极间的电位差（电池的电动势）进行分析测定。

理论基础——能斯特公式：



$$E = E^{\ominus}_{\text{Ox/Red}} + \frac{RT}{nF} \ln \frac{a_{\text{Ox}}}{a_{\text{Red}}}$$

对于氧化还原体系：

对于金属电极，还原态是纯金属，其活度是常数，定为 1，则上式可写作：

$$E = E^{\ominus}_{M^{n+}/M} + \frac{RT}{nF} \ln a_{M^{n+}}$$

由上式可见，测定了电极电位，就可确定离子的活度，这就是电位分析法的依据。

三、分类

电位分析法：一个指示电极和一个参比电极，或者采用两个指示电极，与试液组成电池，然后根据电池的电动势的变化或指示电极电位的变化进行分析的方法，称为电位分析法。

库仑分析法：定电解过程中所消耗的电量，按法拉第定律求出待测物质含量的分析方法称作库仑分析法。库仑分析法还可分为控制电位库仑分析法和恒电流库仑滴定法。

伏安分析法：用电解法过程中测得的电流-电压关系曲线（伏安曲线）进行分析的方法称作伏安分析法。

极谱分析法：滴汞电极的伏安分析法称作极谱分析法。

作业布置： 电位分析法的应用有哪些？
参考资料： 《仪器分析》 栾崇林主编 化学工业出版社 2015 年 《现代仪器分析》 刘约权主编 高等教育出版社 2006 年

第二章 紫外-可见光谱法

授课章节	第二章：紫外-可见光谱法				
课时安排	4	授课方式	讲授+自学	授课类型	理论课
教学主要内容： <ol style="list-style-type: none">1. 分析对象及应用领域2. 仪器基本组成部件和作用3. 仪器类型及生产厂家4. 分析流程5. 分析方法6. 实验技术与应用实例					
课程思政 <ol style="list-style-type: none">1. 绿色化学与生态文明：结合课程内容，向学生传递水环境保护的重要性，培养学生的环保意识和社会责任感；2. 守正创新与科学素养：通过化学知识解决日常生活中的实际问题，增强学生的专业认同感，培养学生的科学文化素养。					
教学三维目标及要求 <ol style="list-style-type: none">1. 知识目标：（1）理解仪器的基本原理；（2）熟知仪器的分析对象与应用领域；（3）了解仪器的基本组成部件；（4）掌握仪器的分析方法和实验技术；（5）理解相关应用实例2. 能力目标：能自主开展小型食品化学研究，解决食品加工、储藏、运输中的化学问题；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。3. 素养目标：能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。					
教学重点、难点：					

1. 仪器的分析方法和基本原理。
2. 仪器分析实验技术。

教学过程：

紫外-可见光谱法

一、引言

紫外-可见分光光度法是在 190~800nm 波长范围内测定物质的吸光度，用于鉴别、杂质检查和定量测定的方法。当光穿过被测物质溶液时，物质对光的吸收程度随光的波长不同而变化。因此，通过测定物质在不同波长处的吸光度，并绘制其吸光度与波长的关系图即得被测物质的吸收光谱。从吸收光谱中，可以确定最大吸收波长 λ_{\max} 和最小吸收波长 λ_{\min} 。物质的吸收光谱具有与其结构相关的特征性。因此，可以通过特定波长范围内样品的光谱与对照光谱或对照品光谱的比较，或通过确定最大吸收波长，或通过测量两个特定波长处的吸收比值而鉴别物质。用于定量时，在最大吸收波长处测量一定浓度样品溶液的吸光度，并与一定浓度的对照溶液的吸光度进行比较或采用吸收系数法求出样品溶液的浓度。

二、紫外-可见分光光度法原理

紫外-可见分光光度法是在 190~800nm 波长范围内测定物质的吸光度，用于鉴别、杂质检查和定量测定的方法。

常用检测仪器：紫外-可见分光光度计。

原理如下：

单色光辐射穿过被测物质溶液时，在一定的浓度范围内被该物质吸收的量与该物质的浓度和液层的厚度（光路长度）成正比，其关系可以用朗伯-比尔定律表述如下：

$$A = \lg \frac{1}{T} = Ecl$$

式中 

A 为吸光度；

T 为透光率；

E 为吸收系数，常用的表示方法，其物理意义为当溶液浓度为 1% (g/ml)，液层厚度为 1cm 时的吸光度数值；

c 为 100ml 溶液中所含物质的重量（按干燥品或无水物计算），g；

l (L) 为液层厚度，cm。

上述公式中吸收系数也可以摩尔吸收系数 ϵ 来表示，其物理意义为溶液浓度为 1mol/L 和液层厚度为 1cm 时的吸光度数值。在最大吸收波长处摩尔吸收系数表示为 ϵ_{\max} 。

物质对光的选择性吸收波长，以及相应的吸收系数是该物质的物理常数。在一定条件下，物质的吸收系数是恒定的，且与入射光的强度、吸收池厚度及样品浓度无关。当已知某纯物质在一定条件下的吸收系数后，可用同样条件将该供试品配成溶液，测定其吸光度，即可由上式计算出供试品中该物质的含量。在可见光区，除某些物质对光有吸收外，很多物质本身并没有吸收，但可在一定条件下加入显色试剂或经过处理使其显色后再测定，故又称之为比色分析。

三、仪器基本部件

紫外-可见分光光度计由 5 个部件组成：①辐射源。必须具有稳定的、有足够输出功率的、能提供仪器使用波段的连续光谱，如钨灯、卤钨灯（波长范围 350~2500 纳米），氘灯或氢灯（180~460 纳米），或可调谐染料激光光源等。②单色器。它由入射、出射狭缝、透镜系统和色散元件（棱镜或光栅）组成，是用以产生高纯度单色光束的装置，其功能包括将光源产生的复合光分解为单色光和分出所需的单色光束。③试样容器，又称吸收池。供盛放试液进行吸光度测量之用，分为石英池和玻璃池两种，前者适用于紫外到可见区，后者只适用于可见区。容器的光程一般为 0.5~10 厘米。④检测器，又称光电转换器。常用的有光电管或光电倍增管，后者较前者更灵敏，特别适用于检测较弱的辐射。近年来还使用光导摄像管或光电二极管矩阵作检测器，具有快速扫描的特点。⑤显示装置。这部分装置发展较快。较高级的光度计，常备有微处理机、荧光屏显示和记录仪等，可将图谱、数据和操作条件都显示出来。

仪器类型则有：单波长单光束直读式分光光度计，单波长双光束自动记录式

分光光度计和双波长双光束分光光度计。

四、紫外-可见分光光度法应用范围及特点

应用范围包括：①定量分析，广泛用于各种物料中微量、超微量和常量的无机和有机物质的测定。②定性和结构分析，紫外吸收光谱还可用于推断空间阻碍效应、氢键的强度、互变异构、几何异构现象等。③反应动力学研究，即研究反应物浓度随时间而变化的函数关系，测定反应速度和反应级数，探讨反应机理。④研究溶液平衡，如测定络合物的组成，稳定常数、酸碱离解常数等。

五、应用实例

测定时，除另有规定外，应以配制供试品溶液的同批溶剂为空白对照，采用 1cm 的石英吸收池，在规定的吸收峰波长 $\pm 2\text{nm}$ 以内测试几个点的吸光度，或由仪器在规定波长附近自动扫描测定，以核对供试品的吸收峰波长位置是否正确，除另有规定外，吸收峰波长应在该品种项下规定的波长 $\pm 2\text{nm}$ 以内，并以吸光度最大的波长作为测定波长。一般供试品溶液的吸收度读数，以在 0.3~0.7 之间为宜。仪器的狭缝波带宽度宜小于供试品吸收带的半宽度的十分之一，否则测得的吸光度会偏低；狭缝宽度的选择，应以减小狭缝宽度时供试品的吸收度不再增大为准，由于吸收池和溶剂本身可能有空白吸收，因此测定供试品的吸光度后应减去空白读数，或由仪器自动扣除空白读数后再计算含量。 [1]

当溶液的 pH 值对测定结果有影响时，应将供试品溶液的 pH 值和对照品溶液的 pH 值调成一致。

1. 鉴别和检查 分别按各品种项下规定的方法进行。
2. 含量测定 一般有以下几种方法。

(1) 对照品比较法

按各品种项下的方法，分别配制供试品溶液和对照品溶液，对照品溶液中所含被测成分的量应为供试品溶液中被测成分规定量的 $100\% \pm 10\%$ ，所用溶剂也应完全一致，在规定的波长测定供试品溶液和对照品溶液的吸光度后，按下式计算供试品中被测溶液的浓度：

$$c_x = (A_x/A_r) c_r$$

式中 c_x 为供试品溶液的浓度；

A_x 为供试品溶液的吸光度；

c_r 为对照品溶液的浓度；

A_r 为对照品溶液的吸光度。

(2) 吸收系数法

按各品种项下的方法配制供试品溶液，在规定的波长处测定其吸光度，再以该品种在规定条件下的吸收系数计算含量。用本法测定时，吸收系数通常应大于100，并注意仪器的校正和检定。

(3) 计算分光光度法

计算分光光度法有多种，使用时应按各品种项下规定的方法进行。当吸光度处在吸收曲线的陡然上升或下降的部位测定时，波长的微小变化可能对测定结果造成显著影响，故对照品和供试品的测试条件应尽可能一致。计算分光光度法一般不宜用作含量测定。

(4) 比色法

供试品本身在紫外-可见光区没有强吸收，或在紫外光区虽有吸收但为了避免干扰或提高灵敏度，可加入适当的显色剂，使反应产物的最大吸收移至可见光区，这种测定方法称为比色法。

用比色法测定时，应取数份梯度量的对照品溶液，用溶剂补充至同一体积，显色后，以相应试剂为空白，在各品种规定的波长处测定各份溶液的吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标绘制标准曲线，再根据供试品的吸光度在标准曲线上查得其相应的浓度，并求出其含量。

也可取对照品溶液与供试品溶液同时操作，显色后，以相应的试剂为空白，在各品种规定的波长处测定对照品和供试品溶液的吸光度，按上述(1)法计算供试品溶液的浓度。

除另有规定外，比色法所用空白系指用同体积溶剂代替对照品或供试品溶液，然后依次加入等量的相应试剂，并用同样方法处理制得。

作业布置：

1. 紫外-可见分光光度法的基本原理是什么？
2. 紫外-可见分光光度计的基本部件有哪些？

参考资料：

《仪器分析》栾崇林主编 化学工业出版社 2015 年

《现代仪器分析》刘约权主编 高等教育出版社 2006 年

《中华人民共和国药典》2015 版 四部 通则 0401 (紫外-可见分光光度法)

《中华人民共和国药典》2015 版 四部 通则 0400 (色谱法)

第三章 红外光谱法

授课章节	第三章：红外光谱法				
课时安排	4	授课方式	讲授+自学	授课类型	理论课
教学主要内容：					
<ol style="list-style-type: none">1. 分析对象及应用领域2. 仪器基本组成部件和作用3. 仪器类型及生产厂家4. 分析流程5. 分析方法6. 实验技术与应用实例					
课程思政：					
<ol style="list-style-type: none">1. 责任担当与家国情怀：通过讲述科学家的故事，培养学生的爱国主义情怀和民族自信，激发学生科技报国的家国情怀和使命担当。2. 安全意识与法治意识：在实验教学中强调安全教育，培养学生的安全意识和法治意识。3. 科学伦理与辩证思维：在教学中融入科学伦理和辩证思维的教育，培养学生的科学精神和批判性思维					
教学三维目标及要求					
<ol style="list-style-type: none">1. 知识目标：（1）理解仪器的基本原理；（2）熟知仪器的分析对象与应用领域；（3）了解仪器的基本组成部件；（4）掌握仪器的分析方法和实验技术；（5）理解相关应用实例2. 能力目标：能自主开展小型食品化学研究，解决食品加工、储藏、运输中的化学问题；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。3. 素养目标：能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。					

教学重点、难点：

仪器的基本原理、分析方法和实验技术。

教学过程：

红外光谱法

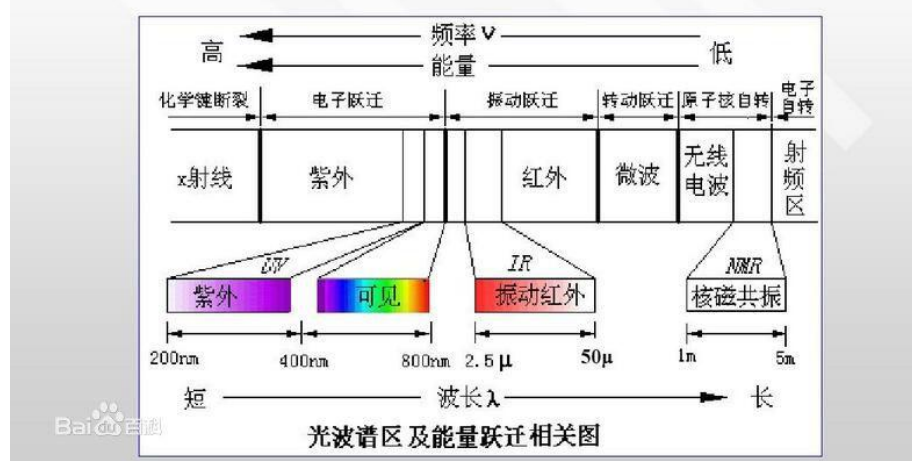
一、 红外光谱法的定义

红外光谱法，又称“红外分光光度分析法”，是分子吸收光谱的一种。根据不同物质会有选择性的吸收红外光区的电磁辐射来进行结构分析；对各种吸收红外光的化合物的定量和定性分析的一种方法。物质是由不断振动的状态的原子构成，这些原子振动频率与红外光的振动频率相当。用红外光照射有机物时，分子吸收红外光会发生振动能级跃迁，不同的化学键或官能团吸收频率不同，每个有机物分子只吸收与其分子振动、转动频率相一致的红外光谱，所得到的吸收光谱通常称为红外吸收光谱，简称红外光谱“IR”。对红外光谱进行分析，可对物质进行定性分析。各个物质的含量也将反映在红外吸收光谱上，可根据峰位置、吸收强度进行定量分析。

红外吸收光谱法

(Infrared absorption spectroscopy, IR)

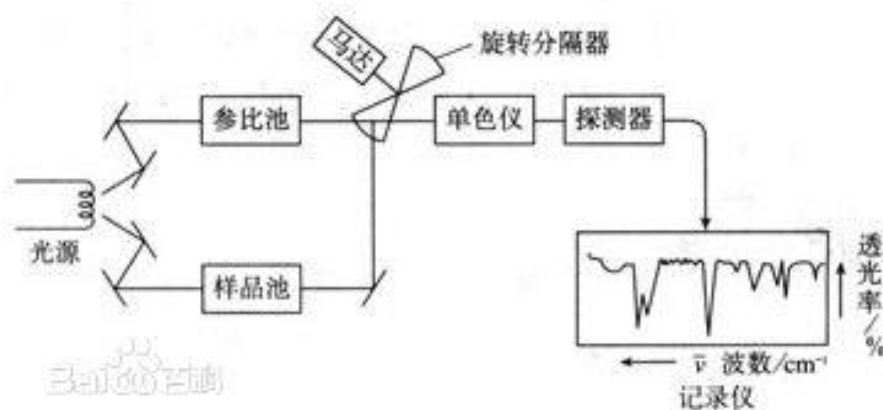
红外吸收光谱法：利用物质对红外光区电磁辐射的选择性吸收特性进行结构分析、定性分析和定量分析的一种分析方法



二、 红外光谱仪的基本原理

红外光谱仪是利用物质对不同波长的红外辐射的吸收特性，进行分子结构和化学组成分析的仪器。红外光谱仪通常由光源，单色器，探测器和计算机处理信息系统组成。根据分光装置的不同，分为色散型和干涉型。对色散型双光路光学零位平衡红外分光光度计而言，当样品吸收了一定频率的红外辐射后，分子的振动能级发生跃迁，透过的光束中相应频率的光被减弱，造成参比光路与样品光路相应辐射的强度差，从而得到所测样品的红外光谱。

傅立叶变换红外光谱仪被称为第三代红外光谱仪，利用迈克尔逊干涉仪将两束光程差按一定速度变化的复色红外光相互干涉，形成干涉光，再与样品作用。探测器将得到的干涉信号送入到计算机进行傅立叶变化的数学处理，把干涉图还原成光谱图。红外光谱仪原理图如下：



三、 应用

应用于染织工业、环境科学、生物学、材料科学、高分子化学、催化、煤结构研究、石油工业、生物医学、生物化学、药学、无机和配位化学基础研究、半导体材料、日用化工等研究领域。

红外光谱可以研究分子的结构和化学键，如力常数的测定和分子对称性等，利用红外光谱方法可测定分子的键长和键角，并由此推测分子的立体构型。根据所得的力常数可推知化学键的强弱，由简正频率计算热力学函数等。分子中的某些基团或化学键在不同化合物中所对应的谱带波数基本上是固定的或只在小波段范围内变化，因此许多有机官能团例如甲基、亚甲基、羰基，氰基，羟基，胺基等等在红外光谱中都有特征吸收，通过红外光谱测定，人们就可以判定未知样品中存在哪些有机官能团，这为最终确定未知物的化学结构奠定了基础。

由于分子内和分子间相互作用，有机官能团的特征频率会由于官能团所处的

化学环境不同而发生微细变化，这为研究表征分子内、分子间相互作用创造了条件。

分子在低波数区的许多简正振动往往涉及分子中全部原子，不同的分子的振动方式彼此不同，这使得红外光谱具有像指纹一样高度的特征性，称为指纹区。利用这一特点，人们采集了成千上万种已知化合物的红外光谱，并把它们存入计算机中，编成红外光谱标准谱图库。只需把测得未知物的红外光谱与标准库中的光谱进行比对，就可以迅速判定未知化合物的成份。

当代红外光谱技术的发展已使红外光谱的意义远远超越了对样品进行简单的常规测试并从而推断化合物的组成的阶段。红外光谱仪与其它多种测试手段联用衍生出许多新的分子光谱领域，例如，色谱技术与红外光谱仪联合为深化认识复杂的混合物体系中各种组份的化学结构创造了机会；把红外光谱仪与显微镜方法结合起来，形成红外成像技术，用于研究非均相体系的形态结构，由于红外光谱能利用其特征谱带有效地区分不同化合物，这使得该方法具有其它方法难以匹敌的化学反差。

常用于化合物的鉴定，未知化合物的结构分析，化合物的定量分析，化学反应动力学、晶变、相变、材料拉伸与结构的瞬变关系研究。工业流程与大气污染物的连续检测，在煤炭行业对游离二氧化硅的监测。卫生检疫，制药，食品，环保，公安，石油，化工，光学镀膜，光通信，材料科学等诸多领域珠宝行业的检测。

四、 特点

1. 只需三个分束器即可覆盖从紫外到远红外的区段；
2. 专利干涉仪，连续动态调整，稳定性极高；
3. 可实现LC/FTIR、TGA/FTIR、GC/FTIR等技术联用；
4. 智能附件即插即用，自动识别，仪器参数自动调整；
5. 光学台一体化设计，主部件对针定位，无需调整。

五、 注意事项

1. 测定时实验室的温度应在15~30℃，相对湿度应在65%以下，所用电源应配备有稳压装置和接地线。
2. 如所用的是单光束型傅里叶红外分光光度计(目前应用最多)，实验室里的CO₂含量不能太高，因此实验室里的人数应尽量少，无关人员最好不要进入，还要注

意适当通风换气。

3. 如供试品为盐酸盐，因考虑到在压片过程中可能出现的离子交换现象，标准规定用氯化钾(也同溴化钾一样预处理后使用)代替溴化钾进行压片，但也可比较氯化钾压片和溴化钾压片后测得的光谱，如二者没有区别，则可使用溴化钾进行压片。

4. 为防止仪器受潮而影响使用寿命，红外实验室应经常保持干燥，即使仪器不用，也应每周开机至少两次，每次半天，同时开除湿机除湿。特别是霉雨季节，最好是能每天开除湿机。

5. 红外光谱测定最常用的试样制备方法是溴化钾(KBr)压片法(药典收载品种90%以上用此法)，因此为减少对测定的影响，所用KBr最好应为光学试剂级，至少也要分析纯级。使用前应适当研细(200目以下)，并在120℃以上烘4小时以上后置干燥器中备用。如发现结块，则应重新干燥。制备好的空KBr片应透明，与空气相比，透光率应在75%以上。

6. 压片法时取用的供试品量一般为1~2mg，因不可能用天平称量后加入，并且每种样品的对红外光的吸收程度不一致，故常凭经验取用。一般要求所测得的光谱图中绝大多数吸收峰处于10%~80%透光率范围在内。最强吸收峰的透光率如太大(如大于30%)，则说明取样量太少；相反，如最强吸收峰为接近透光率为0%，且为平头峰，则说明取样量太多，此时均应调整取样量后重新测定。

7. 测定用样品应干燥，否则应在研细后置红外灯下烘几分钟使干燥。试样研好并具在模具中装好后，应与真空泵相连后抽真空至少2分钟，以使试样中的水分进一步被抽走，然后再加压到0.8~1GPa(8~10T/cm²)后维持2~5min。不抽真空将影响片子的透明度。

8. 压片时KBr的取用量一般为200mg左右(也是凭经验)，应根据制片后的片子厚度来控制KBr的量，一般片子厚度应在0.5mm以下，厚度大于0.5mm时，常可在光谱上观察到干涉条纹，对供试品光谱产生干扰。

9. 压片时，应先取供试品研细后再加入KBr再次研细研匀，这样比较容易混匀。研磨所用的应为玛瑙研钵，因玻璃研钵内表面比较粗糙，易粘附样品。研磨时应按同一方向(顺时针或逆时针)均匀用力，如不按同一方向研磨，有可能在研磨过程中使供试品产生转晶，从而影响测定结果。研磨力度不用太大，研磨到试样中

不再有肉眼可见的小粒子即可。试样研好后，应通过一小的漏斗倒入到压片模具中(因模具口较小，直接倒入较难)，并尽量把试样铺均匀，否则压片后试样少的地方的透明度要比试样多的地方的低，并因此对测定产生影响。另外，如压好的片子上出现不透明的小白点，则说明研好的试样中有未研细的小粒子，应重新压片。

10. 压片用模具用后应立即把各部分擦干净，必要时用水清洗干净并擦干，置干燥器中保存，以免锈蚀。

作业布置：

1. 红外光谱法的基本原理是什么？
2. 红外光谱法的应用及注意事项有哪些？

参考资料：

《仪器分析》栾崇林主编 化学工业出版社 2015 年

《现代仪器分析》刘约权主编 高等教育出版社 2006 年

第四章 原子吸收分光光度法

授课章节	第四章：原子吸收分光光度法				
课时安排	4	授课方式	讲授+自学	授课类型	理论课
教学主要内容：					
<ol style="list-style-type: none">1. 分析对象及应用领域2. 仪器基本部件3. 仪器基本部件的作用4. 仪器基本部件的原理5. 分析流程6. 分析方法					
课程思政：					
<ol style="list-style-type: none">1. 科学世界观和辩证唯物主义思想的树立：通过教学内容，帮助学生树立正确的科学世界观和辩证唯物主义思想。2. 科研思维与创新能力培养：在教学中融入科研思维和创新能力培养，激发学生的创新精神和科学探索能力。					
教学三维目标及要求					
<ol style="list-style-type: none">1. 知识目标：（1）理解仪器的基本原理；（2）熟知仪器的分析对象与应用领域；（3）了解仪器的基本组成部件；（4）掌握仪器的分析方法和实验技术；（5）理解相关应用实例2. 能力目标：能自主开展小型食品化学研究，解决食品加工、储藏、运输中的化学问题；能够通过实验操作和数据处理的整个过程获得熟练的动手能力。3. 素养目标：能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。					

教学重点、难点：

仪器的基本原理、分析方法和实验技术

教学过程：

原子吸收分光光度法

一、 概述

原子吸收分光光度法的测量对象是呈原子状态的金属元素和部分非金属元素，是由待测元素灯发出的特征谱线通过供试品经原子化产生的原子蒸气时，被蒸气中待测元素的基态原子所吸收，通过测定辐射光强度减弱的程度，求出供试品中待测元素的含量。

二、 原理

原子吸收分光光度法的测量对象是呈原子状态的金属元素和部分非金属元素，是由待测元素灯发出的特征谱线通过供试品经原子化产生的原子蒸气时，被蒸气中待测元素的基态原子所吸收，通过测定辐射光强度减弱的程度，求出供试品中待测元素的含量。原子吸收一般遵循分光光度法的吸收定律，通常借比较对照品溶液和供试品溶液的吸光度，求得供试品中待测元素的含量。

三、 原子吸收光谱仪基本部件

1. 原子吸收分光光度计一般由四大部分组成，即光源（单色锐线辐射源）、试样原子化器、单色仪和数据处理系统（包括光电转换器及相应的检测装置）。
2. 原子化器主要有两大类，即火焰原子化器和电热原子化器。火焰有多种火焰，目前普遍应用的是空气—乙炔火焰。电热原子化器普遍应用的是石墨炉原子化器，因而原子吸收分光光度计，就有火焰原子吸收分光光度计和带石墨炉的原子吸收分光光度计。前者原子化的温度在 $2100^{\circ}\text{C} \sim 2400^{\circ}\text{C}$ 之间，后者在 $2900^{\circ}\text{C} \sim 3000^{\circ}\text{C}$ 之间。
3. 火焰原子吸收分光光度计，利用空气—乙炔测定的元素可达30多种，若使用氧化亚氮—乙炔火焰，测定的元素可达70多种。但氧化亚氮—乙炔火焰安全性较差，应用不普遍。空气—乙炔火焰原子吸收分光光度法，一般可检测到

PPm级(10⁻⁶), 精密度1%左右。国产的火焰原子吸收分光光度计, 都可配备各种型号的氢化物发生器(属电加热原子化器), 利用氢化物发生器, 可测定砷(As)、锑(Sb)、锗(Ge)、碲(Te)等元素。一般灵敏度在ng/ml级(10⁻⁹), 相对标准偏差2%左右。汞(Hg)可用冷原子吸收法测定。

4. 石墨炉原子吸收分光光度计, 可以测定近50种元素。石墨炉法, 进样量少, 灵敏度高, 有的元素也可以分析到pg/mL级。

四、应用实例

原子吸收光谱分析现已广泛用于各个分析领域, 主要有四个方面: 理论研究; 元素分析; 有机物分析; 金属化学形态分析。

1. 理论研究中的应用:

原子吸收可作为物理和物理化学的一种实验手段, 对物质的一些基本性能进行测定和研究。电热原子化器容易做到控制蒸发过程和原子化过程, 所以用它测定一些基本参数有很多优点。用电热原子化器所测定的一些元素离开机体的活化能、气态原子扩散系数、解离能、振子强度、光谱线轮廓的变宽、溶解度、蒸气压等。

2. 元素分析中的应用:

原子吸收光谱分析, 由于其灵敏度高、干扰少、分析方法简单快速, 现已广泛地应用于工业、农业、生化、地质、冶金、食品、环保等各个领域, 目前原子吸收已成为金属元素分析的强有力工具之一, 而且在许多领域已作为标准分析方法。原子吸收光谱分析的特点决定了它在地质和冶金分析中的重要地位, 它不仅取代了许多一般的湿法化学分析, 而且还与 X- 射线荧光分析, 甚至与中子活化分析有着同等的地位。

目前原子吸收法已用来测定地质样品中 70 多种元素, 并且大部分能够达到足够的灵敏度和很好的精密度。钢铁、合金和高纯金属中多种痕量元素的分析现在也多用原子吸收法。原子吸收在食品分析中越来越广泛。食品和饮料中的 20 多种元素已有满意的原子吸收分析方法。生化和临床样品中必需元素和有害元素的分析现已采用原子吸收法。有关石油产品、陶瓷、农业样品、药物和涂料中金属元素的原子吸收分析的文献报道近些年来越来越多。水体和大气等环境样品的微量金属元素分析已成为原子吸收分析的重要领域之一。利用间接原子吸收法

尚可测定某些非金属元素。

3. 有机物分析中的应用:

利用间接法可以测定多种有机物。8- 羟基喹啉(Cu)、醇类(Cr)、醛类(Ag)、酯类(Fe)、酚类(Fe)、联乙酰(Ni)、酞酸(Cu)、脂肪胺(Co)、氨基酸(Cu)、维生素 C(Ni)、氨基甲酸(Co)、雷米封(Cu)、甲酸奎宁(Zn)、有机酸酐(Fe)、苯甲基青霉素(Cu)、葡萄糖(Ca)、环氧化物水解酶(PbO、含卤素的有机化合物(Ag)等多种有机物, 均通过与相应的金属元素之间的化学计量反应而间接测定。

4. 金属化学形态分析中的应用:

通过气相色谱和液体色谱分离然后以原子吸收光谱加以测定, 可以分析同种金属元素的不同有机化合物。例如汽油中 5 种烷基铅, 大气中的 5 种烷基铅、烷基硒、烷基肿、烷基锡, 水体中的烷基肿、烷基铅、烷基揭、烷基汞、有机铬, 生物中的烷基铅、烷基汞、有机锌、有机铜等多种金属有机化合物, 均可通过不同类型的光谱原子吸收联用方式加以鉴别和测定。

五、 故障排除

一、总电源指示灯不亮

故障原因

1. 仪器电源线断路或接触不良
2. 仪器保险丝熔断
3. 保险管接触不良

排除方法

1. 将电源线接好, 压紧插头
2. 更换保险丝
3. 卡紧保险管使接触良好

二、初始化中波长电机出现"X"

故障原因

1. 空心阴极灯是否安装
2. 光路中有物体遮挡
3. 通信系统联系中断

排除方法

1. 重新安装灯
2. 取出光路中的遮挡物
3. 重新启动仪器

三、元素灯不亮

故障原因

1. 电源线是否脱焊
2. 灯电源插座是否松动
3. 灯坏了

排除方法

1. 重新安装灯
2. 更换灯位
3. 换灯

四、寻峰时能量过低，能量超上限

故障原因

1.元素灯不亮 2.元素灯位置不对 3.灯老化

排除方法

1.重新安装空心阴极灯 2.重设灯位 3.更换新灯

五、点击“点火”，无高压放电打火

故障原因

1.空气无压力 2.乙炔未开启 3.废液液位低 4.乙炔泄漏，报警

排除方法

1.检查空压机 2.检查乙炔出口压力 3.加入蒸馏水 4.关闭紧急灭火

六、测试基线不稳定、噪声大

故障原因

1.仪器能量低，倍增管负压高 2.波长不准确 3.元素灯发射不稳定

排除方法

1.检查灯电流 2.寻峰是否正常 3.更换已知灯

七、标准曲线弯曲

故障原因

1.光源灯失气 2.工作电流过大 3.废液流动不畅 4.样品浓度高

排除方法

1.更换灯或反接 2.减小电流 3.采取措施 4.减小试样浓度

八、分析结果偏高

故障原因

1.溶液固体未溶解 2.背景吸收假象 3.空白未校正 4.标液变质

排除方法

1.调高火焰温度 2.在共振线附近重测 3.使用空白 4.重配标液

九、分析结果偏低

故障原因

1.试样挥发不完全 2.标液配制不当 3.试样浓度太高 4.试样被污染

排除方法

1.调整撞击球和喷嘴相对位置 2.重配标液 3.降低试样浓度 4.消除污染

作业布置:

- 1、 原子吸收分光光度计的基本原理和部件
- 2、 应用情况如何?
- 3、 常见的仪器故障排除。

参考资料:

主要参考书:

《仪器分析》 栾崇林主编 化学工业出版社 2015 年

《现代仪器分析》 刘约权主编 高等教育出版社 2006 年

章诒学. 原子吸收光谱仪器发展现状探究[J]. 光谱仪器与分析,2006,Z1:27-32

李昌厚. 原子吸收分光光度计仪器及应用: 科学出版社, 2006

冯念伦,孙铁军,刘玲玲. 原子吸收光谱分析仪器原理及组成[J]. 医疗卫生装备,2006,11:62-63

J.A.C.Broekaert ,姚建明. 原子吸收光谱仪器:商品介绍 [J]. 分析试验室,1983,06:84-92.

第五章 气相色谱分析法

授课章节	第五章：气相色谱分析法				
课时安排	4	授课方式	讲授+自学	授课类型	理论课
教学主要内容： <ol style="list-style-type: none">1. 分析对象及应用领域2. 仪器基本部件3. 仪器基本部件的作用4. 仪器基本部件的原理5. 分析流程6. 分析方法					
课程思政： <ol style="list-style-type: none">1. 职业素养和科学精神教育：通过教学实践，强化学生的职业素养和科学精神，培养学生的工匠精神和科研精神。2. 社会主义核心价值观和爱国主义教育：在教学中融入社会主义核心价值观和爱国主义教育，增强学生的国家认同感和民族自豪感。3. 绿色化学与生态文明：结合课程内容，向学生传递水环境保护的重要性，培养学生的环保意识和社会责任感。					
教学三维目标及要求 <ol style="list-style-type: none">1. 知识目标：（1）理解仪器的基本原理；（2）熟知仪器的分析对象与应用领域；（3）了解仪器的基本组成部件；（4）掌握仪器的分析方法和实验技术；（5）理解相关应用实例2. 能力目标：能自主开展小型食品化学研究，解决食品加工、储藏、运输中的化学问题；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。3. 素养目标：能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。					

教学重点、难点：

仪器的基本原理、分析方法和实验技术

教学过程：

色谱法是一种分离技术。它以其具有高分离效能、高检测性能、分析时间快速而成为现代仪器分析方法中应用最广泛的一种方法。它的分离原理是，使混合物中各组分在两相间进行分配，其中一相是不动的，称为固定相，另一相是携带混合物流过此固定相的流体，称为流动相。

一、色谱法分类

按流动相的物态，色谱法可分为气相色谱法(流动相为气体)和液相色谱法(流动相为液体)；再按固定相的物态，又可分为气固色谱法(固定相为固体吸附剂)、气液色谱法(固定相为涂在固体上或毛细管壁上的液体)、液固色谱法和液液色谱法等。

按固定相使用的形式，可分为柱色谱法(固定相装在色谱柱中)、纸色谱法(滤纸为固定相)和薄层色谱法(将吸附剂粉末制成薄层作固定相)等。

按分离过程的机制，可分为吸附色谱法(利用吸附剂表面对不同组分的物理吸附性能的差异进行分离)、分配色谱法(利用不同组分在两相中有不同的分配来进行分离)、离子交换色谱法(利用离子交换原理)和排阻色谱法(利用多孔性物质对不同大小分子的排阻作用)等。

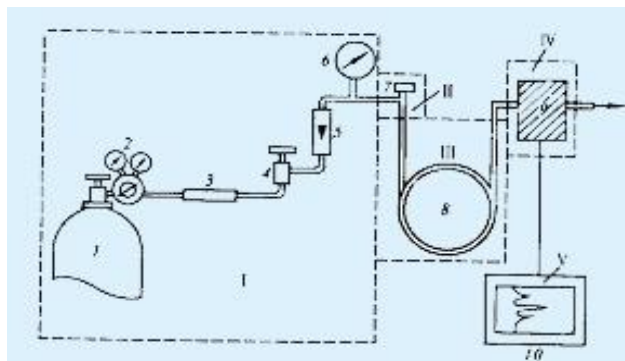


图2-1 气相色谱流程图

1. 高压钢瓶 2. 减压阀 3. 载气净化干燥管
4. 针形阀 5. 流量计 6. 压力表 7. 进样器
8. 色谱柱 9. 检测器 10. 记录仪

二、气相色谱分析

气相色谱法是利用气体作为流动相的一种色谱法。在此法中，载气(是不与被测物作用，用来载送试样的惰性气体，如氢、氮等)载着欲分离的试样通过色谱柱中的固定相，使试样中各组分分离，然后分别检测。其简单流程如图 2-1 所示。

三、气相色谱仪组成

I. 载气系统; II. 进样系统; III. 色谱柱和柱箱; IV. 检测系统; V. 记录系统。

四、气相色谱分析的基本原理

1. 气-固色谱分析：固定相是一种具有多孔及较大表面积的吸附剂颗粒。试样由载气携带进入柱子时，立即被吸附剂所吸附。载气不断流过吸附剂时，吸附着的被测组分又被洗脱下来。这种洗脱下来的现象称为脱附。脱附的组分随着载气继续前进时，又可被前面的吸附剂所吸附。随着载气的流动，被测组分在吸附剂表面进行反复的物理吸附、脱附过程。由于被测物质中各个组分的性质不同，它们在吸附剂上的吸附能力就不一样，较难被吸附的组分就容易被脱附，较快地移向前面。容易被吸附的组分就不易被脱附，向前移动得慢些。经过一定时间，即通过一定量的载气后，试样中的各个组分就彼此分离而先后流出色谱柱。

2. 气-液色谱分析：固定相是在化学惰性的固体微粒(此固体是用来支持固定液的，称为担体)表面，涂上一层高沸点有机化合物的液膜。这种高沸点有机化合物称为固定液。在气-液色谱柱内，被测物质中各组分的分离是基于各组分在固定液中溶解度的不同。当载气携带被测物质进入色谱柱，和固定液接触时，气相中的被测组分就溶解到固定液中去。载气连续进入色谱柱，溶解在固定液中的被测组分会从固定液中挥发到气相中去。随着载气的流动，挥发到气相中的被测组分分子又会溶解在前面的固定液中。这样反复多次溶解、挥发、再溶解、再挥发。由于各组分在固定液中溶解能力不同。溶解度大的组分就较难挥发，停留在

柱中的时间长些，往前移动得就慢些。而溶解度小的组分，往前移动得快些，停留在柱中的时间就短些。经过一定时间后，各组分就彼此分离。

3. 分配系数：在一定温度下组分在两相之间分配达到平衡时的浓度比称为分配系数 K 。

$$K = (\text{组分在固定相中的浓度}) / (\text{组分在流动相中的浓度}) = C_s / C_M$$

一定温度下，各物质在两相之间的分配系数是不同的。气相色谱分析的分离原理是基于不同物质在两相间具有不同的分配系数，两相作相对运动时，试样中的各组分就在两相中进行反复多次的分配，使原来分配系数只有微小差异的各组分产生很大的分离效果，从而各组分彼此分离开来。

4. 分配比（容量因子）：以 k 表示，是指在一定温度、压力下，在两相间达到分配平衡时，组分在两相中的质量比： $k = m_s / m_M$

5. 分配比 k 与分配系数 K 的关系：

$$K = \frac{c_s}{c_M} = \frac{m_s / V_s}{m_M / V_M} = k \frac{V_M}{V_s} = k \cdot \beta$$

由式可见：

(1) 分配系数是组分在两相中浓度之比，分配比则是组分在两相中分配总量之比。它们都与组分及固定相的热力学性质有关，并随柱温、柱压的变化而变化。

(2) 分配系数只决定于组分和两相性质，与两相体积无关。分配比不仅决定于组分和两相性质，且与相比有关，亦即组分的分配比随固定相的量而改变。

(3) 对于一给定色谱体系(分配体系)，组分的分离最终决定于组分在每相中的相对量，而不是相对浓度，因此分配比是衡量色谱柱对组分保留能力的参数。

(4) 组分在柱内的线速度 u_s 将小于 u ，则两速度之比称为滞留因子 R_s ：

$$R_s = u_s / u$$

五、定性方法：

根据色谱保留值进行定性分析

(1) 根据保留时间（或保留体积）

(2) 根据相对保留值 γ_{21}

(3) 保留指数: 是一种重现性较其它保留数据都好的定性参数。保留指数 I 是把物质的保留行为用两个紧靠它的标准物(一般是两个正构烷烃)来标定, 并以均一标度(即不用对数)来表示。某物质的

$$I=100\left(\frac{\lg X_i - \lg X_z}{\lg X_{z+1} - \lg X_z} + Z\right)$$

算而得:

式中 X 为保留值, 可以用调整保留时间 t'_R , 调整保留体积 V'_R 或相应的记录纸的距离表示。i 为被测物质, Z, Z+1 代表具有 Z 个和 Z+1 个碳原子数的正构烷烃。被测物质的 X 值应恰在这两个正构烷烃的 X 值之间, 即 $X_z < X_i < X_{Z+1}$ 。正构烷烃的保留指数则人为地定为它的碳数乘以 100, 例如正戊烷、正己烷、正庚烷的保留指数分别为 500, 600, 700。因此, 欲求某物质的保留指数, 只要与相邻的正构烷烃混合在一起(或分别的), 在给定条件下进行色谱实验, 然后按公式计算其指数。

与其它方法结合的定性分析法

(1) 与质谱、红外光谱等仪器联用

(2) 与化学方法配合进行定性分析

利用检测器的选择性进行定性分析

六、气相色谱定量方法

在一定操作条件下, 分析组分 i 的质量(m_i)或其在载气中的浓度是与检测器的响应信号(色谱图上表现为峰面积 A_i 或峰高 h_i)成正比的, 可写作:

$$m_i = f_i \cdot A_i$$

一、峰面积测量法

1. 峰高乘半峰宽法

$$A = h \cdot Y_{1/2} \quad A = 1.065h \cdot Y_{1/2}$$

2. 峰高乘峰底宽度法

3. 峰高乘平均峰宽法

$$A = h \times \frac{(Y_{0.15} + Y_{0.85})}{2}$$

4. 峰高乘保留值法

$$A = h \cdot Y_{1/2} = h \cdot b \cdot t_R$$

b 可以约去，于是： $A = h \cdot Y_1/2 = h \cdot tR$

5. 积分仪

二、定量校正因子

色谱定量分析是基于被测物质的量与其峰面积的正比关系。但是由于同一检测器对不同的物质具有不同的响应值，所以两个相等量物质出的峰面积往往不相等，这样就不能用峰面积来直接计算物质的含量。为了使检测器产生的响应信号能真实地反映物质的含量，就要对响应值进行校正，因此引入“定量校正因子”。

$$m_i = f'_i A_i \text{ 或 } f'_i = m_i/A_i$$

1. 质量校正因子 f_m	$f_m = \frac{f'_{i(M)}}{f'_{j(M)}} = \frac{A_j m_i}{A_i m_j}$
2. 摩尔校正因子 f_M	$f_M = \frac{f'_{i(M)}}{f'_{j(M)}} = \frac{A_j m_i M_j}{A_i m_j M_i} = f'_M \frac{M_j}{M_i}$
3. 体积校正因子 f_V	$f_V = \frac{f'_{i(V)}}{f'_{j(V)}} = \frac{A_j m_i M_j \times 22.4}{A_i m_j M_i \times 22.4} = f'_M$

三、几种常用的定量计算方法

1. 归一化法

假设试样中有 n 个组分，每个组分的质量分别为 m_1, m_2, \dots, m_n ，各组分含量的总和 m 为 100%，其中组分 i 的质量分数可按下式计算：

$$w_i = m_i/m \times 100\% = \frac{m_i}{m_1 + m_2 + \dots + m_i + \dots + m_n} \times 100\%$$
$$= \frac{A_i f_i}{A_1 f_1 + A_2 f_2 + \dots + A_i f_i + \dots + A_n f_n} \times 100\%$$

若各组分的 f 值近似或相同，例如同系物中沸点接近的各组分，则上式可简化为：

$$w_i = \frac{A_i}{A_1 + A_2 + \dots + A_i + \dots + A_n} \times 100\%$$

该法优点是：简便、准确，当操作条件、如进样量、流速等变化时，对结果

影响小。

2. 内标法

内标法是将一定量的纯物质作为内标物，加入到准确称取的试样中，根据被测物和内标物的质量及其在色谱图上相应的峰面积比，求出某组分的含量。例如要测定试样中组分 i (质量为 m_i) 的质量分数 w_i ，可于试样中加入质量为 m_s 的内标物，试样质量为 m ，则：

$$\begin{aligned}n_i &= f_i A_i & m_s &= f_s A_s \\m_i/m_s &= A_i f_i / A_s f_s & m_i &= A_i f_i / A_s f_s \cdot m_s \\w_i &= m_i/m \times 100\% = A_i f_i / A_s f_s \cdot m_s / m \times 100\%\end{aligned}$$

一般常以内标物为基准，则 $f_s=1$ ，此时计算可简化为：

$$w_i = A_i / A_s \cdot m_s / m \cdot f_i \times 100\%$$

七、气相色谱分析的特点及其应用

气相色谱分析是一种高效能、选择性好、灵敏度高、操作简单、应用广泛的分析、分离方法。

气相色谱分析可以应用于分析气体试样，也可分析易挥发或可转化为易挥发的液体和固体，不仅可分析有机物，也可分析部分无机物。一般地说，只要沸点在 500 以下，热稳定良好，相对分子质量在 400 以下的物质，原则上都可采用气相色谱法。目前气相色谱法所能分析的有机物，约占全部有机物的 15%~20%，而这些有机物恰是目前应用很广的那一部分，因而气相色谱法的应用是十分广泛的。

对于难挥发和热不稳定的物质，气相色谱法是不适用的。

作业布置：

- 1、气相色谱仪的工作原理。
- 2、气相色谱的定性和定量方法。

3、气相色谱法的特点及应用。

参考资料:

主要参考书:

《仪器分析》 栾崇林主编 化学工业出版社 2015 年

第六章 高效液相色谱法

授课章节	第六章：高效液相色谱法				
课时安排	4	授课方式	讲授+自学	授课类型	理论课
教学主要内容： <ol style="list-style-type: none">1. 分析对象及应用领域2. 仪器基本部件3. 仪器基本部件的作用4. 仪器基本部件的原理5. 分析流程6. 分析方法					
课程思政： <ol style="list-style-type: none">1.职业素养和科学精神教育：通过教学实践，强化学生的职业素养和科学精神，培养学生的工匠精神和科研精神。2.社会主义核心价值观和爱国主义教育：在教学中融入社会主义核心价值观和爱国主义教育，增强学生的国家认同感和民族自豪感。3.绿色化学与生态文明：结合课程内容，向学生传递水环境保护的重要性，培养学生的环保意识和社会责任感。					
教学三维目标及要求： <ol style="list-style-type: none">1. 知识目标：（1）理解仪器的基本原理；（2）熟知仪器的分析对象与应用领域；（3）了解仪器的基本组成部件；（4）掌握仪器的分析方法和实验技术；（5）理解相关应用实例2. 能力目标：能自主开展小型食品化学研究，解决食品加工、储藏、运输中的化学问题；能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。3. 素养目标：能了解食品专业发展前景，充分发挥食品检验检测技术专业优势，同时，培养从事食品专业的责任感，为国家食品安全奉献个人的力量。					

教学重点、难点：

仪器的基本原理、分析方法和实验技术

教学过程：

高效液相色谱法

一、 高效液相色谱的特点

(1) 高压：液相色谱法以液体为流动相（称为载液），液体流经色谱柱，受到阻力较大，为了迅速地通过色谱柱，必须对载液施加高压。

(2) 高速：高效液相色谱法所需的分析时间较之经典液相色谱法少得多，一般少于 1h 。

(3) 高效：近来研究出许多新型固定相，使分离效率大大提高。

(4) 高灵敏度：高效液相色谱已广泛采用高灵敏度的检测器，进一步提高了分析的灵敏度。

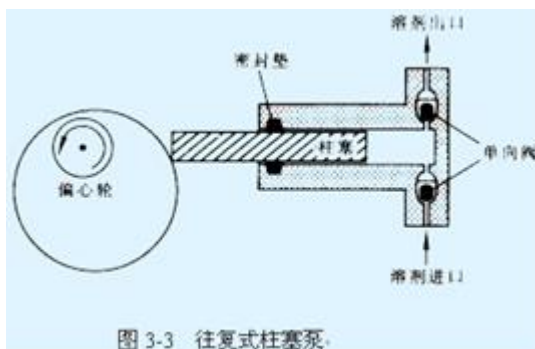
(5) 气相色谱法与高效液相色谱法的比较：气相色谱法虽具有分离能力好，灵敏度高，分析速度快，操作方便等优点，但是受技术条件的限制，沸点太高的物质或热稳定性差的物质都难于应用气相色谱法进行分析。而高效液相色谱法，只要求试样能制成溶液，而不需要气化，因此不受试样挥发性的限制。对于高沸点、热稳定性差、相对分子量大（大于400以上）的有机物（这些物质几乎占有有机物总数的75%~80%）原则上都可应用高效液相色谱法来进行分离、分析。研究食品风味的重要性。

二、 高效液相色谱仪的结构

高效液相色谱仪一般都具备贮液器、高压泵、梯度洗提装置、进样器、色谱柱、检测器、恒温器、记录仪等主要部件。

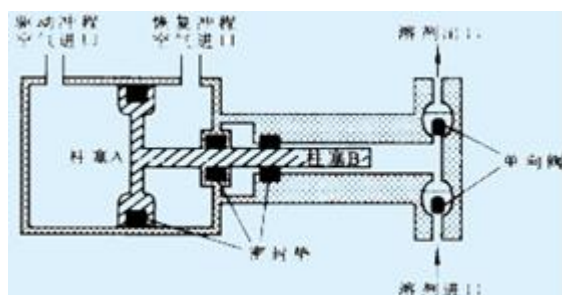
1. 高压泵

(1) 往复式柱塞泵



当柱塞推入缸体时，泵头出口（上部）的单向阀打开，同时，流动相进入的单向阀（下部）关闭，这时就输出少量的流体。反之，当柱塞向外拉时，流动相入口的单向阀打开，出口的单向阀同时关闭，一定量的流动相就由其储液器吸入缸体中。这种泵的特点是不受整个色谱体系中其余部分阻力稍有变化的影响，连续供给恒定体积的流动相。

(2) 气动放大泵



其工作原理是：压力为 p_1 的低压气体推动大面积（ S_A ）活塞 A，则在小面积（ S_B ）活塞 B 输出压力增大至 p_2 的液体。压力增大的倍数取决于 A 和 B 两活塞的面积比，如果 A 与 B 的面积之比为 50 : 1，则压力为 $5 \times 10^5 \text{Pa}$ 的气体就可得到压力为 $250 \times 10^5 \text{Pa}$ 的输出液体。这是一种恒压泵。

2. 梯度洗脱

梯度洗脱，就是载液中含有两种（或更多）不同极性的溶剂，在分离过程中按一定的程序连续改变载液中溶剂的配比和极性，通过载液中极性的变化来改变被分离组分的分离因素，以提高分离效果。梯度洗脱可以分为低压梯度（也叫外梯度）和高压梯度（或称内梯度系统）。

3. 进样装置

- (1) 注射器进样装置 (2) 高压定量进样阀

4. 色谱柱

常用的标准柱型是内径为 4.6 或 3.9mm, 长度为 15~30cm 的直形不锈钢柱。填料颗粒度 5~10 μ m, 柱效以理论塔板数计大约 7000~10000。

5. 检测器

(1) 紫外光度检测器

它的作用原理是基于被分析试样组分对特定波长紫外光的选择性吸收, 组分浓度与吸光度的关系 遵守比尔定律。

(2) 荧光检测器

荧光检测器是一种很灵敏和选择性好的检测器。荧光检测器的结构及工作原理和荧光光度计相似。

(3) 差示折光检测器

差示折光检测器是借连续测定流通池中溶液折射率的方法来测定试样浓度的检测器。溶液的折射率是纯溶剂(流动相)和纯溶质(试样)折射率乘以各物质的浓度之和。因此溶有试样的流动相和纯流动相之间折射率之差表示试样在流动相中的浓度。

(4) 电导检测器

其作用原理是根据物质在某些介质中电离后所产生电导变化来测定电离物质含量。

三、 高效液相色谱法的原理

储液器中的流动相被高压泵打入检测系统, 样品溶液经进样器进入流动相, 被流动相载入色谱柱(固定相)内, 由于样本溶液中的各组分在两相中具有不同的分配系数, 在两相中作相对运动时, 经过反复多次的“吸附-解吸”的分配过程, 各组分在移动速度上产生较大的差别, 被分离成单个组分依次从柱内流出, 通过检测器时, 样本浓度被转换成电信号传送到记录仪, 数据以图谱形式输出检测结果。

根据分离机制的不同, HPLC 原理可分为液固吸附色谱法、液液分配色谱法(正相与反相)、离子交换色谱法及分子排阻色谱法。

1. 液固吸附色谱法

液固吸附色谱法中, 固定相为固体吸附剂, 根据各组分吸附能力差异而使组

分得以分离。常用的吸附剂为硅胶或氧化铝，大多数用于非离子型化合物。吸附色谱固定相可以分为极性和非极性两大类。对流动相的要求为：

- 1) 选用的溶剂应当与固定相互不相溶，并能保持色谱柱的稳定性。
- 2) 选用的溶剂应有高纯度，以防所含微量杂质在柱中积累，引起柱性能的改变。
- 3) 选用的溶剂性能应与所使用的检测器相匹配，如果使用紫外吸收检测器，就不能选用在检测波长下有紫外吸收的溶剂；若使用示差折光检测器，就不能用梯度洗脱。
- 4) 选用的溶剂应对样品有足够的溶解能力，以提高测定的灵敏度。
- 5) 选用的溶剂应具有低的黏度和适当低的沸点。
- 6) 应尽量避免使用具有显著毒性的溶剂，以保证工作人员的安全。

液固色谱法是以表面吸附性能力为依据的，所以它常用于分离极性不同的化合物，也能分离那些具有相同极性基团，但数量不同的样品。

2. 液液分配色谱法

固定相为液体，根据被分离的组分在流动相和固定相中的溶解度不同而分离。依固定相和流动相的极性不同可分为正相色谱法和反相色谱法。正相色谱法采用极性固定相，流动相为相对非极性的疏水性溶剂，常用于分离中等极性和极性较强的化合物；反相色谱法一般用非极性固定相，流动相为水或缓冲溶液，适用于分离非极性和极性较弱的化合物。其中，反相色谱应用最广。

3. 离子交换色谱法

固定相是离子交换树脂。树脂上可电离离子与流动相中具有相同电荷的离子及被测组分的离子进行交换，根据各离子与离子交换基团具有不同的电荷吸引力而分离。

4. 分子排阻色谱法

分子排阻色谱法又称凝胶色谱法，它是按照分子尺寸大小顺序进行分离的一种色谱方法。分子排阻色谱法的固定相凝胶是一种多孔性的聚合材料，有一定的形状和稳定性，利用分子筛对分子量大小不同的各组分排阻能力的差异而完成分离。根据所用流动相的不同，凝胶色谱法可以分为两类：即用水溶剂做流动相的凝胶过滤色谱法(GFC)与用有机溶剂如四氢呋喃做流动相的凝胶渗透色谱法

(GPC)。

四、 高效液相色谱法的应用

高效液相色谱法只要求样品能制成溶液，不受样品挥发性的限制，流动相可选择的范围宽，固定相的种类繁多，因而可以分离热不稳定和非挥发性的、离解的和非离解的以及各种分子量范围的物质。

与试样预处理技术相配合，HPLC 所达到的高分辨率和高灵敏度，使分离和同时测定性质上十分相近的物质成为可能，能够分离复杂相体中的微量成分。随着固定相的发展，有可能在充分保持生化物质活性的条件下完成其分离。

HPLC 成为解决生化分析问题最有前途的方法。由于 HPLC 具有高分辨率、高灵敏度、速度快、色谱柱可反复利用，流出组分易收集等优点，因而被广泛应用到生物化学、食品分析、医药研究、环境分析、无机分析等各种领域。高效液相色谱仪与结构仪器的联用是一个重要的发展方向。

液相色谱- 质谱联用技术受到普遍重视，如分析氨基甲酸酯农药和多核芳烃等；液相色谱- 红外光谱联用也发展很快，如在环境污染分析测定水中的烃类，海水中的不挥发烃类，使环境污染分析得到新的发展。

作业布置：

- 1、 高效液相色谱法的特点有哪些？
- 2、 高效液相色谱仪的原理及构造如何？

参考资料：

主要参考书：

《仪器分析》 栾崇林主编 化学工业出版社 2015 年

《现代仪器分析》 刘约权主编 高等教育出版社 2006 年

漆小平, 邱广斌, 崔景辉. 医学检验仪器. 北京: 科学出版社, 2014: 311-315

丛玉隆, 黄柏兴, 霍子凌. 临床检验装备大全(第 2 卷)仪器与设备. 北京: 科学出版社, 2015: 457-459

2011 年第 12 号中国国家标准批准发布公告.中国国家标准化管理委员会[引用日期 2016-04-21

第七章 气、液相色谱-质谱联用法

授课章节	第七章：气、液相色谱-质谱联用法				
课时安排	4	授课方式	讲授+自学	授课类型	理论课
教学主要内容：					
<ol style="list-style-type: none">1. 分析对象及应用领域2. 仪器基本部件3. 仪器基本部件的作用4. 仪器基本部件的原理5. 分析流程6. 分析方法					
课程思政：					
<ol style="list-style-type: none">1. 守正创新与科学素养：通过化学知识解决日常生活中的实际问题，增强学生的专业认同感，培养学生的科学文化素养。2. 责任担当与家国情怀：通过讲述科学家的故事，培养学生的爱国主义情怀和民族自信，激发学生科技报国的家国情怀和使命担当。					

教学三维目标及要求

1. 知识目标: (1) 理解仪器的基本原理; (2) 熟知仪器的分析对象与应用领域; (3) 了解仪器的基本组成部件; (4) 掌握仪器的分析方法和实验技术; (5) 理解相关应用实例

2. 能力目标: 能自主开展小型食品化学研究, 解决食品加工、储藏、运输中的化学问题; 能够通过实验操作和数据处理的全过程获得熟练的动手能力。

3. 素养目标: 能了解食品专业发展前景, 充分发挥食品检验检测技术专业优势, 同时, 培养从事食品专业的责任感, 为国家食品安全奉献个人的力量。

教学重点、难点:

仪器的基本原理、分析方法和实验技术

教学过程:

气、液相色谱-质谱联用法

一、气相-质谱分析概述

气相色谱对有机化合物具有有效的分离、分辨能力, 而质谱则是准确鉴定化合物的有效手段。由两者结合构成的色谱-质谱联用技术, 可以在计算机操控下, 直接用气相色谱分离复杂的混合物(如原油、岩石抽提物)样品, 使其中的化合物逐个地进入质谱仪的离子源, 可用电子轰击, 或化学离子化等方法, 使每个样品中所有的化合物都离子化。

气相色谱质谱联用仪广泛应用于环保行业、电子行业、纺织品行业、石油化工、香精香料行业、医药行业、农业及食品安全等领域; 环境中有机污染物分析(空气、水质、土壤中污染分析); 农残、兽残、药残分析; 香精香料香气成分分析; 纺织品行业中的有害物质检测。

二、气相质谱仪的仪器构造

（一）真空系统：2级真空：

机械泵和涡轮分子泵

机械泵一般时前级真空，也就是在机械泵把真空降到一定水平后才启动涡轮分子泵，以保护分子泵。所以仪器从大气压到真空合适的状态一般要经过一段时间的。

（二）进样系统：

从分离装置来的组分（气体或者液体）或者从直接进样杆进液体或者固体样品。

（三）离子源

离子源：主要作用是使欲分析的样品实现离子化，尤其是中性物质带上电荷。

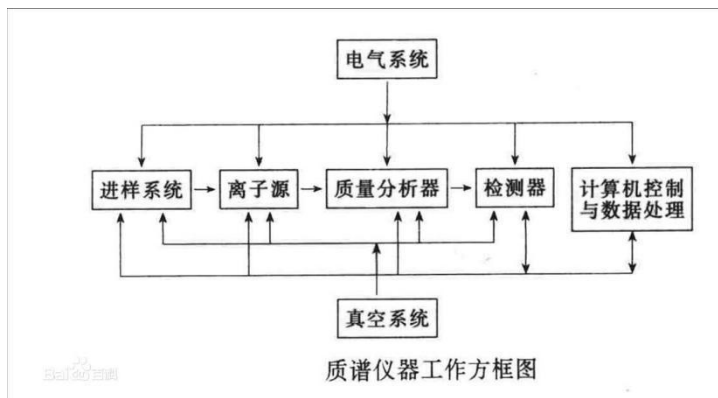
样品本身性质的差异，决定了离子化的方式不能有万能的离子源，离子源的类型也是多种多样。

（四）质量分析器

质量分析器是质谱仪的核心部件，因此常以质量分析器的类型来命名一台质谱仪。

（五）检测器：目前是光电倍增器应用较广。

（六）采集数据和控制仪器的工作站



三、气相质谱法的应用

气相色谱-质谱联用技术利用了气相色谱优良的分选性和质谱鉴定的高选择性，可实现复杂文物体系中有机物的定性及定量测定。分析取样量少，检出限可达纳克级，减少了对文物的破坏，在文物有机分析中占据不可比拟的优势。气相色谱-质谱分析虽然结果准确可靠，但相对于光谱分析等方法其预处理、分析步骤都较为复杂。因此，选择有效的样品预处理及色谱分离条件直接影响到分析结果的准确性。

样品预处理

文物样品大多为无机物和有机物所组成的混合体系，特别是千百年的老化降解、环境污染、微生物滋生等因素导致其成分复杂、杂质多。因此，气相色谱-质谱分析前样品的预处理尤为重要。通过预处理，分析对象应具有：

- (1) 良好的热稳定性和挥发性，一般在 250℃ 下可以气化；
- (2) 不含无机盐、酸等对色谱固定相产生破坏或影响分析准确性的无机物。一般样品的预处理包括提取净化、水解、衍生化等步骤。净化的目的在于排除无机物等的干扰；水解使高分子量化合物断链为小分子量化合物；衍生化则是为了满足色谱分析的需要，降低水解产物的极性和气化温度，增加待测物的化学稳定性。

文物中常出现的有机物包括胶结材料、保护涂层等，依据其化学成分可划分

为蛋白质、

脂类(油脂和类脂) 和糖类(碳水化合物) 等。常见的文物蛋白类有机物包括动物胶、鸡蛋和牛奶等，脂类有机物包括干性油、动物油脂、蜡、天然树脂等，碳水化合物则主要包括淀粉、蜂蜜、植物胶如阿拉伯树胶、桃胶、黄蓍胶等。各类物质化学性质有所差异，样品预处理方法也不尽相同。

发展趋势

由于气相色谱-质谱分析集高效分离和准确定量为一体，取样量小，越来越多地应用于文物有机物分析中。研究工作主要集中在样品预处理(包括净化、水解、衍生化) 、色谱分析条件选择和有机物鉴别模式建立等几个方面，实现了蛋白质、脂及多糖类文物有机物的鉴别，但该技术仍存在处理方法繁琐及杂质干扰等问题。随着研究工作的不断深入，在文物有机物分析鉴定方面出现了以下新的发展趋势：

(1)样品预处理步骤的简化: 一方面会缩短分析时间，另一方面也减少了处理过程中所引入的外界杂质。研究可以借鉴脂类分析中的热辅助-在线水解甲基化反应的思路，简化文物有机物预处理的步骤。

(2)复杂有机样品的同时测定: 例如，可利用脂类与蛋白质组分在特定溶剂中溶解度的显著差异将两者分离，再分别进行色谱测定。这样只需一次取样，却能同时测定其中多种有机物。做到了在减少文物取样量的前提下，获取最多的文物信息，更符合无损-微损文物分析的要求。

(3)文物样品中杂质的排除:文物样品成分复杂，除目标分析物外，常含有较多未知的无机及有机成分。

如何确定干扰物的成分并选择适宜的排除方法，直接影响到分析结果的准确性，是文物分析必须解决的关键问题，可针对文物样品所含杂质的不同，选择性地采取化学试剂、萃取法、层析法等进行分离以排除杂质的干扰。

四、液相-质谱联用法概述

液相色谱-质谱联用仪（liquid Chromatograph Mass Spectrometer），简称 LC-MS，是液相色谱与质谱联用的仪器。它结合了液相色谱仪有效分离热不稳定性及高沸点化合物的分离能力与质谱仪很强的组分鉴定能力。是一种分离分析复杂有机混合物的有效手段。

液相色谱-质谱联用仪是液相色谱与质谱联用的仪器。它结合了液相色谱仪有效分离热不稳定性及高沸点化合物的分离能力与质谱仪很强的组分鉴定能力。是一种分离分析复杂有机混合物的有效手段。联机的关键是适用接口的开发，必须在试样组分进入离子源前去除溶剂，目前，多采用履带式加热传送带。不足之处在于：①沸点与溶剂相近或低的组分不能测；②某种意义上失去了 HPLC 分离热不稳定性物质的优点；③溶剂很难挥发尽，本底效应高，不利于分辨。因此，LC/MS 正处于发展阶段，应用还不够普遍。

五、液相质谱仪的原理及特点

液相色谱-质谱仪，是指样品中各组分经高效液相色谱仪分离后先后经适用的接口导入质谱仪中，被离子源电离成具有一定质荷比的碎片离子，由质量分析器分离而被检测，最后由计算机处理得到碎片离子组成的单一组分的质谱图，再由质谱图鉴定出该组分的结构组成。

液相色谱和质谱连接，可以增加额外的分析能力，能够准确鉴定和定量像细胞和组织裂解液，血液，血浆，尿液和口腔液等复杂样品基质中的微量化合物。高效液相色谱质谱系统（ABSciex Eksigent LC / MS 和 LC / MS / MS）提供了一些独特的优势，包括：

快速分析和流转所需的最少样品准备

高灵敏度并结合可分析多个化合物能力，甚至可以跨越化合物的种类

高精度度，高分辨率鉴定和量化目标分析物。

六、液质的应用

检测土壤污染，特别是评估人、动物和植物暴露于的土壤环境，并且尝试降低这种长期暴露，是必须进行的 [3] 。

气相色谱 (GC)和液相色谱 (LC)配备质谱(MS)被广泛应用于土壤检测和分析。特别是液相色谱配备三重四级杆质谱仪(LC/MS/MS)，为土壤样品中的中等极性、极性和离子型化合物的痕量分析提供了很多优势。一些 LC/MS/MS 土壤分析具体应用包括：

鉴定和定量有目标多残留物质和一般未知物质，低至 ng/L 的水平

高选择性，保证的污染物识别的可靠性

最少的样品制备，保证快速的分析方法和结果的转换

为污染物检测提供高的灵敏度，减少化合物衍生化的需求

土壤有机物检测，提供最多的相关数据结果

作业布置：

1. 气相质谱的原理及仪器构造如何？
2. 液相质谱的原理及仪器构造如何？

参考资料：

《仪器分析》栾崇林主编 化学工业出版社 2015 年

《现代仪器分析》刘约权主编 高等教育出版社 2006 年

地球科学辞典-甘肃省地矿局

气相色谱-质谱分析在文物有机物鉴定中的应用. 中国知网

液相色谱质谱联用仪. 天瑞仪器. 2010-03-02

液相色谱仪与液相质谱检测器. absciex

使用 LC/MS/MS 进行土壤检测分析. absciex 官网. 2014-01-09