

《仪器分析实验》教学大纲

实验名称：仪器分析实验

学 分：1.5 分

学 时：24 学时

适用专业：化学化工类专业

执 笔 人：黄剑平

审 订 人：龚银香

一、实验目的与任务

《仪器分析实验》的授课对象主要是化学化工类专业的学生，与《仪器分析》的教学同步进行而又相对独立。目的在于使学生加深理解仪器分析的基本原理，掌握仪器分析的主要方法，了解常用仪器的用途，训练并掌握基本操作，提高学生分析问题和解决问题的能力，培养实事求是的科学态度，为后续课程的学习以及将来从事的教学和科研工作打下良好的基础。

二、教学基本要求

1. 掌握常用分析仪器的工作原理及基本操作。
2. 掌握常用的仪器分析方法及应用。
3. 掌握仪器分析中数据处理的基本方法。
4. 了解常用分析仪器的性能及常见故障的判断和处理方法。

三、实验项目与类型

序号	实验项目	学时	实验类型		必做	选做	备注
			基本性	综合性			
1	气路系统的连接、检漏、载气流速的测量与校正	4	√				三选二
2	醋酸甲酯、环己烷、甲醇等混合样品的色谱测定	4	√			√	
3	有机氯农药的检测	4	√				
4	离子选择性电极测定氟离子含量	4	√		√		
5	极化曲线的测定	4	√				三选一
6	循环伏安法判断电极过程	4	√			√	
7	溶出伏安法测定水中微量铅和镉	4	√				
8	紫外分光光度法测定水中总酚的含量	4		√		√	二选一
9	紫外-可见分光光度法测定苯甲酸离解常数 pKa	4		√			
10	荧光光度分析法测定维生素B ₂	4		√			二选一
11	荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸	4		√		√	

四、实验教学内容及学时分配

实验一 气路系统的连接、检漏、载气流速的测量与校正

(4 学时)

[键入文字]

1. 目的要求

了解气相色谱仪的结构，熟悉各单元组件的功能；熟悉气路系统，掌握检验方法；掌握载气流速的测量和校正方法。

2. 方法原理

气路系统是气相色谱仪中极为重要的部件。气路系统必须保持清洁、密闭，各调节、控制部件的性能必须正常可靠。

载气流速是影响色谱分离的重要操作之一，必须经常测定。色谱仪上的转子流量计，用以测量气体体积流速，但转子高度与流速并非简单的线性关系，且与介质有关。故需用皂膜流量计加以校正。

3. 仪器与试剂

气相色谱仪，气源，秒表，皂膜流速计；NaOH 等。

4. 掌握要点

气相色谱仪的基本结构与操作方法；载气流速的测量和校正方法。

5. 实验内容

- (1) 正确选择减压表。
- (2) 准备净化管
- (3) 管道的连接
- (4) 检漏
- (5) 载气流速的测定及校正

实验二 醋酸甲酯、环己烷、甲醇等混合样品的色谱测定

(4 学时)

1. 目的要求

掌握色谱定量分析的原理；了解校正因子的含义、用途和测定方法；学会面积归一化定量方法。

2. 方法原理

色谱定性是用保留值。色谱定量分析的依据是，在一定条件下，被测物质的重量 w 与检测器的响应值成正比。

3. 仪器与试剂

气相色谱仪（附 TCD、FID），微量注射器（1 μ L、5 μ L）；甲醇，醋酸甲酯，环己烷。

4. 掌握要点

色谱定量分析的原理与方法；气相色谱仪的使用方法。

5. 实验内容

- (1) 定性分析
- (2) 测量校正因子
- (3) 定量分析

实验三 有机氯农药的检测

(4 学时)

1. 目的要求

掌握保留值定性和直接比较法定量的方法；掌握分离度的计算方法；学习 ECD 检测器的使用方法。

2. 方法原理

混合试样在汽化室瞬间汽化，载气携带样品进入色谱柱。由于各组分在两相间分配系数不同，经多次分配后，按时间顺序流出色谱柱，进入检测器，检测器将各组分的浓度信号转变成电信号，在色谱流出曲线中表示为色谱峰面积，峰面积与载气中组分的浓度呈正比。在一定的色谱条件下，可以用保留值进行定性，用峰面积进行定量。

3. 仪器与试剂

气相色谱仪，ECD 检测器； α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC 标准溶液，丙酮等

4. 掌握要点

色谱法定量检测有机氯农药的原理与方法；ECD 检测器的使用方法。

5. 实验内容

(1) 进标准样，确定保留时间，计算峰面积

(2) 进未知样，确定保留时间，计算峰面积

(3) 数据处理

实验四 离子选择性电极测定氟的含量

(4 学时)

1. 目的要求

掌握用氟离子选择电极测定微量氟的原理和方法；学习离子计的使用方法。

2. 方法原理

离子选择电极电位法测定氟含量操作简便，干扰少，不必进行预处理，故已成为氟的常规分析方法。

甘汞电极电位在测定中保持不变，氟离子选择电极电位在测定中随氟离子浓度的变化而变化，通过测量电池电动势可以测定 F^- 离子的浓度。当 F^- 离子的浓度在 $1\sim 10^{-6}$ mol/L 范围内时，氟电极电位与 pF (F^- 离子浓度的负对数) 成直线关系。因此可用标准曲线法或标准加入法进行测定。

3. 仪器与试剂

PB-10 离子计，氟离子选择电极，甘汞电极，电磁搅拌器，容量瓶，移液管，吸耳球，小烧杯；氟标准溶液，TISAB (总离子强度调节缓冲溶液)；自来水样。

4. 掌握要点

用氟离子选择电极测定微量氟的原理和方法；离子计的使用方法。

5. 实验内容

(1) 氟离子选择电极的准备

(2) 仪器调校

(3) 标准曲线的绘制

(4) 水样中 F^- 活度的测定

(5) 清洗电极

实验五 极化曲线的测定

(4 学时)

1. 目的要求

掌握用“三电极”法测定不可逆电极过程的电极电势；通过氢在铂电极上的析氢超电势的测量加深理解超电势和极化曲线的概念；了解控制电势法测量极化曲线的方法。

2. 方法原理

测量极化曲线有两种方法：控制电流法与控制电势法 (也称恒电流法与恒电势法)。控制电势法是通过改变研究电极的电极电势，然后测量一系列对应于某一电势下的电流值。由于电极表面状态在未建立稳定状态前，电流会随时间改变，故一般测出的曲线为“暂态”极化曲线。本实验采用控制电势法测量极化曲线：控制电极电势以较慢的速度连续改变，并测量对应该电势下的瞬时电流值，以瞬时电流对电极电势作图得极化曲线。外推可得 H_2 在铂电极上的析出电势。

3. 仪器与试剂

DJS-292 型恒电位仪一台；甘汞电极一只；铂电极两只 (用电导电极替代)；

鲁金毛细管—盐桥一只；250ml 烧杯 2 个； $0.5 \text{ mol} / \text{dm}^3 \text{ H}_2\text{SO}_4$ 溶液；饱和 KCl 溶液。

4. 掌握要点

控制电势法测量极化曲线的原理；确定氢的析出电势。

5. 实验内容

[键入文字]

- (1) 制备盐桥；
- (2) 连接电化学实验装置；
- (3) 测量开路电压；
- (4) 平衡电位的设置；
- (5) 调节并测量极化电压和电流；
- (6) 依次调节内给定电位；记录相应的极化电压和电流。

实验六 循环伏安法判断电极过程

(4 学时)

1. 目的要求

了解电化学工作站仪器的基本构造和使用方法；掌握伏安扫描测定法，理解并掌握循环伏安法判断电极行为的原理和方法。

2. 方法原理

铁氰化钾溶液在循环伏安激励信号的作用下将发生氧化-还原反应。峰电流与被测物浓度成正比，与扫描速率 v 有关。

根据阳极峰电位和阴极峰电位之差和氧化峰电流与还原峰电流之比，可判断电极在铁氰化钾溶液中的可逆性。

3. 仪器与试剂

电化学分析仪及其配套电极；无水乙醇（分析纯）， KNO_3 ， $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 等。

4. 掌握要点

电化学工作站仪器的基本构造和使用方法；循环伏安法判断电极行为的原理和方法。

5. 实验内容

- (1) 电极预处理；
- (2) 打开操作界面，选择 CV(循环伏安法)方法，输入合适的参数，记录扫描结果；
- (3) 记录不同扫描速率下体系的循环伏安曲线及峰值；
- (4) 选择 LSV（线性扫描伏安法），改变扫描速度进行扫描；
- (5) 结果处理。

实验七 溶出伏安法测定水中微量铅和镉

(4 学时)

1. 目的要求

熟悉溶出伏安法的基本原理；掌握同位镀汞阳极溶出法的技术特点和汞膜电极的使用方法；了解废液中汞、铅的处理方法。

2. 方法原理

溶出伏安法的测定包含两个基本过程。即首先将工作电极控制在某一条件下，使被测物质在电极上富集，然后施加线性变化电压于工作电极上，使被富集的物质溶出，同时记录电流（或者电流的某个关系函数）与电极电位的关系曲线，根据溶出峰电流（或者电流函数）的大小来确定被测物质的含量。

3. 仪器和试剂

LK2005A 电化学工作站及其配套电极系统，磁力搅拌器，秒表，容量瓶；铅离子标准储备溶液，镉离子标准储备溶液，硝酸汞溶液，盐酸，纯氮气等。

4. 掌握要点

溶出伏安法的基本原理；同位镀汞阳极溶出法的技术特点和汞膜电极的使用方法。

5 实验步骤

- (1) 预处理工作电极
- (2) 配制试液
- (3) 测定

[键入文字]

(4) 结果处理

实验八 紫外分光光度法测定水中总酚的含量

(4 学时)

1. 目的要求

掌握紫外分光光度法测定酚的原理和方法；掌握应用紫外分光光度计进行定量分析的方法和基本操作。

2. 方法原理

苯具有环状共轭体系，由 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁在紫外吸收光区产生特征吸收带。有机溶剂、苯环上的取代基及其取代位置都可能对最大吸收峰的波长、强度和形状产生影响。具有苯环结构的化合物在紫外光区均有较强的特征吸收峰，在苯环上的部分取代基（助色团）使吸收增强，而苯酚在 270nm 处有特征吸收峰，在一定范围内其吸收强度与苯酚的含量成正比，符合 Lambert-Beer 定律，因此，可用紫外分光光度法直接测定水中总酚的含量。

3. 仪器与试剂

紫外-可见分光光度计，石英比色皿（1cm）一套，50mL 容量瓶，移液管等；苯酚标准溶液等。

4. 掌握要点

紫外分光光度法测定酚的原理和方法；紫外-可见分光光度计的使用方法。

5. 实验内容

- (1) 标准系列溶液的配制
- (2) 吸收曲线的测定
- (3) 标准曲线的测定
- (4) 水样的测定
- (5) 数据记录与处理

实验九 紫外-可见分光光度法测定苯甲酸离解常数 pKa

(4 学时)

1. 目的要求

掌握分光光度法测定苯甲酸离解常数 pK_a 的原理和方法；熟悉紫外-可见分光光度计的仪器构造和操作技术。

2. 方法原理

由于苯甲酸紫外吸收光谱随其溶液的 pH（即溶液中氢离子浓度）不同而变化，因此，可以利用紫外光谱测定其离解常数 pK_a 。

3. 仪器与试剂

紫外-可见分光光度计（UV-2450），pH 计，分析天平，容量瓶，吸量管，烧杯等；苯甲酸，醋酸钠，醋酸等。

4. 掌握要点

分光光度法测定苯甲酸离解常数 pK_a 的原理和方法；紫外-可见分光光度计的使用方法。

5. 实验内容

- (1) 仪器初始化，预热
- (2) 配制苯甲酸工作溶液
- (3) 苯甲酸溶液 pH 值的测定
- (4) 绘制紫外吸收扫描光谱图和确定最大吸收波长
- (5) 吸光度的测定
- (6) 数据处理

实验十 荧光光度分析法测定维生素B₂

(4 学时)

1. 目的要求

学习和掌握荧光光度分析法测定的基本原理和方法；熟悉荧光分光光度计的结构和使用方法。

2. 方法原理

在紫外或波长较短的可见光照射后，一些物质会发射出比入射光波长更长的荧光。以测量荧光的强度和波长为基础的分析方法叫做荧光光度分析法。荧光物质的荧光强度与浓度呈线性关系，据此测定荧光物质的含量。

3. 仪器与试剂

LS-55 型荧光分光光度计；VB₂标准溶液，VB₂药片，冰乙酸（AR）等。

4. 掌握要点

荧光光度分析法测定的基本原理和方法；荧光分光光度计的使用方法。

5. 实验内容

(1) 标准系列溶液的配制

(2) 标准溶液的测定

(3) 待测试样的测定

实验十一 荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸

(4 学时)

1. 目的要求

掌握荧光光度分析法的基本原理和方法；学习用荧光分析法进行多组分含量的测定。

2. 方法原理

邻-羟基苯甲酸（亦称水杨酸）和间-羟基苯甲酸分子组成相同，均含一个能发射荧光的苯环，但因其取代基的位置不同而具有不同的荧光性质。因此可以用于分别测定。

3. 仪器与试剂

LS-55 型荧光分光光度计，比色管，吸量管；邻-羟基苯甲酸标准溶液，间-羟基苯甲酸标准溶液，NaOH，HAc-NaAc 缓冲溶液等。

4. 掌握要点

荧光光度分析法的基本原理和方法；荧光分光光度计的使用方法。

5. 实验内容

(1) 标准系列溶液的配制

(2) 荧光激发光谱和发射光谱的测定

(3) 荧光强度测定

(4) 数据处理

五、考核办法

采用平时成绩+实验操作考试成绩的考核方式：总成绩=平时成绩×50%+实验操作考试成绩×50%。平时成绩以学生平时实验成绩综合为准，由实验预习 10%、实验操作 30%、实验结果 20%、实验报告 40%四部分构成。

六、实验教学指导书和参考书

1. 武汉大学主编. 分析化学（第四版）. 高等教育出版社，2000 年

2. 华中师范大学等校编. 分析化学实验（第三版）. 高等教育出版社，2001 年

3. 赵文宽，张悟铭，王长发等编. 仪器分析实验. 高等教育出版社，1997 年

4. 万益群，倪永年主编. 仪器分析实验（第三版）. 江西高校出版社，2003 年

5. 高庆宇编. 仪器分析实验. 中国矿业出版社，2002 年

6. 山东大学编. 仪器分析实验. 化学工业出版社, 2006 年