



# 四川理工学院课程实施大纲

课程名称：仪器分析/**Instrumental Analysis**

授课班级：生物专业 2015 级本科生

任课教师：吕永军

工作部门：化学工程学院

联系方式：yongjunlv@qq.com

联系电话：13547395309，校内短号 62130

四川理工学院 制

2017 年 2 月

# 《仪器分析》课程实施大纲

## 基本信息

课程代码:

课程名称: 仪器分析 (Instrumental Analysis)

学 分: 1.5

总 学 时: 24

学 期: 第 5 学期

上课时间: 10-15 周 周一 1-2 节、周三 3-4 节 (注: 教务处安排)

上课地点: N1-409; N1-421 (注: 教务处安排)

答疑时间和方式: 课前、课间或课后;

课堂、电话或 QQ 答疑

答疑地点: 授课教室或第二实验楼 5089

授课对象: 生物 2015 级 本科生

任课教师: 吕永军

工作部门: 化学工程学院

QQ 号 码: 153320525

联系电话: 13547395309, 校内短号 62130

# 目 录

1. 教学理念.....	1
1.1 关注学生的发展.....	1
1.2 关注教学的有效性.....	1
1.3 关注教学的策略.....	1
1.4 关注教学价值观.....	1
2. 课程介绍.....	2
2.1 课程的性质.....	2
2.2 课程在学科专业结构中的地位、作用.....	2
2.3 课程的前沿及发展趋势.....	2
2.4 学习本课程的必要性.....	2
3. 教师简介.....	3
3.1 教师的职称、学历.....	3
3.2 教育背景.....	3
3.3 研究方向（兴趣）.....	3
4. 先修课程.....	3
5. 课程目标.....	3
6. 课程内容.....	4
6.1 课程的内容概要.....	4
6.2 教学重点、难点及参考学时.....	5
7. 课程教学实施.....	6
7.1 教学内容第一讲.....	6
7.2 教学内容第二讲.....	8
7.3 教学内容第三讲.....	12
7.4 教学内容第四讲.....	16
7.5 教学内容第五讲.....	18
7.6 教学内容第六讲.....	26
7.7 教学内容第七讲.....	29
7.8 教学内容第八讲.....	37
7.9 教学内容第九讲.....	41
7.10 教学内容第十讲.....	44
8. 课程要求.....	51
9. 课程考核方式及评分规程.....	51
10. 学术诚信规定.....	53
11. 课堂规范.....	53
12. 课程资源.....	53
13. 其他必要说明.....	54
14. 合作备忘录.....	54

# 1. 教学理念

## 1.1 关注学生的发展

学生是学习的主体，开展教学是实现学生自我发展的主要手段。教师开展教学的目的是更好的为学生服务，提升学生自身的科学文化素质和专业文化素质，协助学生探索自我，发现自我，进而实现自我，提高学生的全面素质。关注学生的“主体地位”，发展人的主观能动性，追求人的全面发展。在教学过程中，注意角色的分配互换，避免剥夺学生自主学习的权力，体现以学生为本的教学理念。

## 1.2 关注教学的有效性

在所有的教学活动中，“教”与“学”的有机统一和密不可分的，要使教教学活动顺利有效进行，就要求教师和学生双方具有足够的热情，相互合作，最终保证教学过程的顺利实施。授课过程中，教师必须要有激情，才能激发学生的听课兴趣，因为学习兴趣会直接影响一节课的教学效果，俗话说“兴趣是最好的老师”。教师要创设各种情境诱发学生的求知欲；教师是提出矛盾，引起学生的疑惑；教师以生动的实例，描述枯燥的概念，使比较抽象的内容变得通俗形象；教师利用思辨问题或实验结论作引导，这样既可激发学生的学习兴趣又可启发学生的思考。另一方面，同样要要求学生有足够的求知渴望，发挥自我的主观能动性，学习观念由“要我学”转变为“我要学”。最终保证教学过程的有效进行。

## 1.3 关注教学的策略

在课堂教学中，我将运用各种有效策略，激发学生求知欲，使学生爱学，使学生能学，提高课堂教学效益，为学生终身发展奠定良好的基础。毛泽东说过：“策略是党的生命”，同样在教学过程中，策略也发挥着关键作用。系统的分析教材，准确地把握知识之间的纵横联系，把握每个知识点在教材系统中所处的位置，在充分理解后，做出准确定位。创造宽松的教学环境，实现良好的教学互动，注重学生学习情感体验的及时反馈。

## 1.4 关注教学价值观

在强调学习基本知识的过程中，潜移默化地培养学生积极的人生态度，正确的价值观、人生观和科学的世界观，使学生在知识学习的过程中学会正确的价值选择，逐步具有社会责任感，努力为人民服务，树立远大理想。教师应该在思想观念上实现重大转变，

充分利用教材和各种有用信息对学生培养。以宽松的课堂教学氛围，以幽默的话语、尊重和赞赏，正确引导与启发学生，使学生在会心的笑容中轻松掌握知识与方法，并敢于表达自己的情感体验及对自己、同伴、或老师作出合理的评价，使每个学生在这方面都能得到更好的发展。

## 2. 课程介绍

### 2.1 课程的性质

仪器分析是分析化学最为重要的组成部分，是应用化学、环境安全工程、化学工程与工艺专业的生的一门重要专业基础课。本课程涉及分析方法是依据物质的物理性质或物理化学性质对物质的组成、结构、信息进行表征和测量而建立起来的，是学生必须掌握的现代分析测试技术。本课程对学生知识的学习、运用能力和综合素质的培养具有十分重要的作用。

### 2.2 课程在学科专业结构中的地位、作用

仪器分析课程作为材料化学与工艺专业的必修课程，使学生掌握现代实验室测试及表征的常规分析方法，是有利的分析检测工具，为其他学科提供丰富的检测数据，进而为其提供直接的实验理论依据。要求学生熟练掌握各类仪器分析方法的基本原理、测定方法以及仪器的重要组成部分，并了解分析方法的对象和过程，为以后工作、科研及进一步深造做好必要的铺垫。

### 2.3 课程的前沿及发展趋势

随着科技的发展和社会的进步，分析化学将面临更深刻、更广泛和更激烈的变革。现代分析仪器的更新换代和仪器分析新方法、新技术的创新与应用，是这些变革的重要内容。因此，仪器分析在高等院校分析化学课程中所处的地位日趋重要。现代仪器分析的发展也正想着更高灵敏度、复杂体系的快速分离分析、微型化及微型环境的测定、生物大分子的实时在线无损检测、自动化智能化等方向飞速发展。

### 2.4 学习本课程的必要性

仪器分析是化学、医学、生命科学等相关专业的重要基础课程，该课程的教学对于培养学生的实践能力和独立创新能力的培养具有重要作用。也是大学毕业生以后从事相关分析测试工作、科研及进一步深造所必备的一项基本能力，因此，熟练掌握各类仪器分

析方法的基本原理、测定方法以及仪器的重要的组成部分，对当代大学生来讲，是很有必要的。

## 3. 教师简介

### 3.1 教师的职称、学历

任课教师：吕永军；职称：副教授；学历：博士

### 3.2 教育背景

2006/09-2011/07，中国科学院兰州化物所，分析化学，理学博士

2002/09-2006/07，河南大学，材料化学，工学学士

### 3.3 研究方向（兴趣）

超分子化学

分析化学

表面活性剂化学

## 4. 先修课程

《分析化学》、《无机化学》、《物理化学》、《有机化学》

## 5. 课程目标

通过本门课程的学习，掌握仪器分析的基础知识、基本理论、基本技能，受到一定的科学实验训练，具备运用所学知识正确选择分析方法的能力，以及进行简单分析方法研发的能力。

1. 通过本课程知识的系统学习，培养学生解决实际问题的能力，具备运用所学知识正确选择分析方法的能力，依据实际工作需要，研究开发简单的新分析方法的能力；

2. 通过学习一些不同模块的基本分析方法，具备在不同场合选用不同分析方法处理实际问题的能力；

3. 通过对基本原理、基本实验的讲授，培养学生从分析方法的基本原理出发，观察、分析、综合、归纳众多影响因素，从中找出问题的主要方面，运用所学知识解决分析问题的科学思维能力和创新思维能力；

4. 通过本课程学习，培养学生的自学能力和独立工作能力，能根据所处理问题的需要，寻找、阅读有关手册、参考书、文献资料并理解其内容。

## 6. 课程内容

### 6.1 课程的内容概要

表 1 仪器分析课程的内容概要

章节	教学内容	教学要求
第一章 绪论	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 仪器分析的内容和分类;</li> <li>2. 仪器分析方法的特点;</li> <li>3. 仪器分析在科学研究中的作用以及仪器分析的发展趋势。</li> </ol>	了解仪器分析的发展历程、发展趋势; 掌握仪器分析的定义, 分类及仪器分析方法的特点。
第二章 紫外可见吸收光谱分析	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 概述;</li> <li>2. 光吸收的基本定律;</li> <li>3. 分光光度法及仪器;</li> <li>4. 显色反应及其影响因素;</li> <li>5. 光度测量误差和测量条件的选择;</li> <li>6. 常用几种定量分析方法;</li> <li>7. 光度法测定络合物的组成及弱酸的离解常数。</li> </ol>	了解吸收光谱的定义; 掌握吸收定律的公式、应用及摩尔吸光系数的物理意义; 掌握紫外可见分光光度计的基本结构及测定原理; 了解显色反应过程及影响因素; 掌握光谱定量分析方法; 了解光谱法测定解离常数。
第三章 电位分析法	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 电位分析法概要;</li> <li>2. 指示电极与参比电极;</li> <li>3. 电位法测定溶液的 pH 值;</li> <li>4. 测定离子活(浓)度的方法;</li> <li>5. 电位滴定法。</li> </ol>	了解电分析法基本原理; 掌握电极的分类、指示电极、参比电极概念及特点; 掌握溶液 pH 值测定方法; 了解膜电位、离子选择性电极和选择性系数。
第四章 气相色谱分析	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 气相色谱法概述;</li> <li>2. 气相色谱分析理论基础;</li> <li>3. 色谱分离条件的选择;</li> <li>4. 固定相及其选择;</li> <li>5. 气相色谱检测器;</li> <li>6. 气相色谱定性方法;</li> <li>7. 气相色谱定量方法。</li> </ol>	了解气相色谱的发展概述; 掌握色谱分析的基本术语、分离原理及定性和定量分析方法; 了解塔板理论、速率理论、色谱仪器部件及色谱操作条件的选择; 了解流动相和固定相及色谱检测器的限制和性能。
第五章 高效液相色谱分析	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 高效液相色谱法的特点;</li> <li>2. 高效液相色谱法的主要类型;</li> <li>3. 液相色谱法固定相;</li> <li>4. 液相色谱法流动相;</li> <li>5. 高效液相色谱仪。</li> </ol>	掌握液相色谱的基本原理以及固定相和流动相的种类和选择原则; 了解液相色谱的部件和流程及其在工业生产和科学研究中的应用。
第六章 原子吸收光谱法	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 原子吸收光谱分析概述;</li> <li>2. 原子吸收光谱分析基本原理;</li> <li>3. 原子吸收分光光度计;</li> <li>4. 定量分析方法。</li> </ol>	掌握原子吸收光谱的定义、分析原理(峰值吸收); 了解原子吸收的特点和应用, 以及标准曲线测定方法。

## 6.2 教学重点、难点及参考学时

表2 仪器分析课程教学重点、难点及参考学时

章节	参考学时	教学重点、难点
第一章 绪论	2 学时	<b>重点、难点：</b> 仪器分析的概念、仪器分析的分类及特点。
第二章 紫外可见吸收光谱分析	6 学时	<b>重点：</b> 1. 吸收定律； 2. 摩尔吸光系数； 3. 定量分析法。 <b>难点：</b> 1. 吸收定律； 2. 光度测量误差和测量条件的选择； 3. 光度法测定络合物的组成及弱酸的离解常数。
第三章 电位分析法	4 学时	<b>重点：</b> 1. 参比电极； 2. 指示电极； 3. pH 实用定义。 <b>难点：</b> 1. 离子选择性电极的分类及响应机理； 2. 测定离子活（浓度）的方法。
第四章 气相色谱分析	6 学时	<b>重点：</b> 1. 气相色谱分析法的原理过程； 2. 气相色谱定性及定量分析方法； 3. 操作条件的选择。 <b>难点：</b> 1. 色谱基本理论；

第五章 高效液 相色谱 分析	2 学时	2. 定性、定量分析方法； 3. 气相色谱检测器。  <b>重点：</b> 1. 高效液相色谱分析法的原理过程； 2. 固定相和流动相的选择原则。  <b>难点：</b> 1. 固定相和流动相的选择原则。
第六章 原子吸 收光谱 法	2 学时	<b>重点：</b> 1. 原子吸收光谱分析的原理过程及定量分析方法。  <b>难点：</b> 1. 峰值吸收测量原理； 2. 定量分析方法。

## 7. 课程教学实施

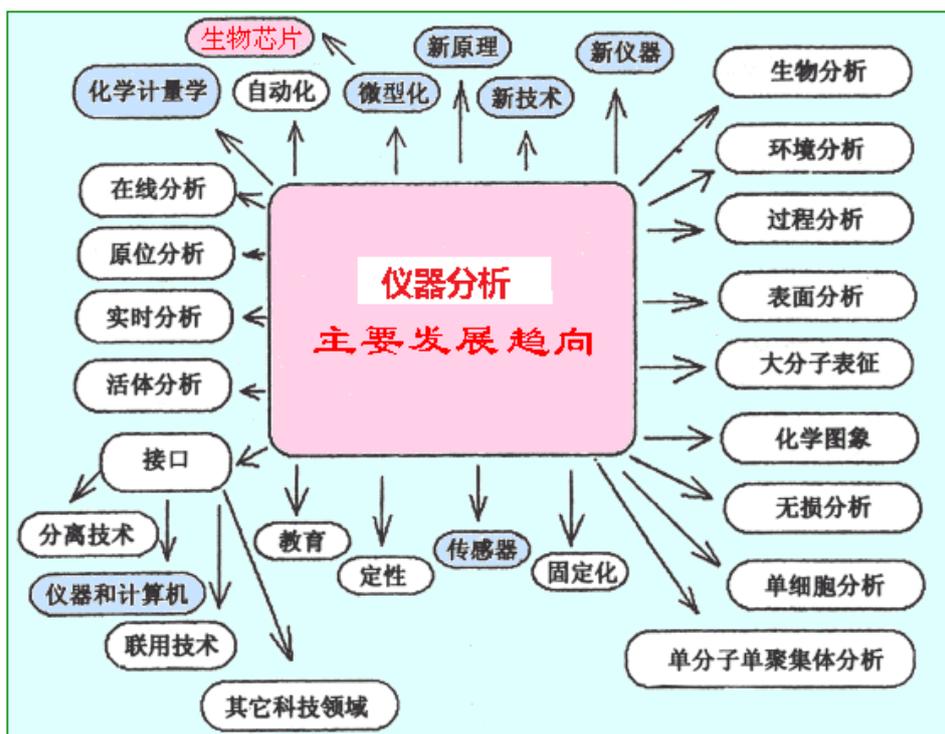
### 7.1 教学内容第一讲

学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	1/2	
<b>本讲教学目标</b>						
(1) 了解本门课程性质及学习本门课程的重要性和必要性； (2) 掌握仪器分析的定义、分类及特点； (3) 了解仪器分析学科的发展过程； (4) 了解仪器分析法的特点，发展趋势。						
<b>本讲教学内容</b>						
<b>知识点：</b> 仪器分析方法的定义、分类及特点。 <b>重点：</b> 仪器分析的定义及分类。 <b>难点：</b> 仪器分析法的发展过程及发展趋势。						
<b>本讲教学过程及教学方法</b>						

用幻灯片给出知识要点：

- 学习《仪器分析》的重要性
- 仪器分析的定义及分类
- 仪器分析的发展历程
- 仪器分析的特点
- 仪器分析的发展趋势

- (1) 通过介绍当前我国的食品安全事件（举例法）
- (2) 介绍仪器分析的定义（讲授法）
- (3) 介绍仪器分析的种类（图例举例法）
- (4) 介绍仪器分析的发展历程（图例讲授法）
- (5) 介绍仪器分析的特点（举例法“三个优点，两个缺点”）
- (6) 讲解仪器分析的发展趋势（图示法，如下图）



对学生的基本要求：

1. 做好笔记；
2. 课后复习，课前预习；
3. 按时完成作业

本讲师生互动

引导学生学习仪器分析课程的兴趣，从化学分析着手引入仪器分析的概念，向学生传达这样的理念：仪器分析是现代工业生产和科学研究不可或缺的手段。作为工科化学化工专业学生，应对仪器分析方法有一定程度的了解。

**本讲作业安排及课后反思**

课后作业：

1. 仪器分析的特点。
2. 仪器分析的用途。

作业递交时间：下一次课前交。

课后反思：学习仪器分析的目的是什么？

**课前准备情况及其他相关特殊要求**

要求学生回顾分析化学的相关知识。

**本讲教学单元的参考资料**

本课程使用教材：第一章“绪论”部分，P1-3。

**7.2 教学内容第二讲**

学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	2/2	
<b>本讲教学目标</b>						
(1) 掌握光吸收的基本定律：朗伯-比尔定律；						
(2) 了解分光光度仪的工作过程和构造。						
<b>本讲教学内容</b>						
<b>知识点：</b>						
1. 光的概念；						
2. 光吸收的基本定律；						
3. 分光光度法及仪器。						
<b>重点和难点：</b> 朗伯-比尔定律。						
<b>本讲教学过程及教学方法</b>						

**教学方法：**多媒体教学结合书面板书，课堂提问。

**教学过程：**

回顾上次课的内容，接下来开始讲授光分析。

1. 电磁波的基本性质；（讲授法）

电磁波谱是将各种电磁辐射按照波长或频率的大小顺序排列所成的图或表。

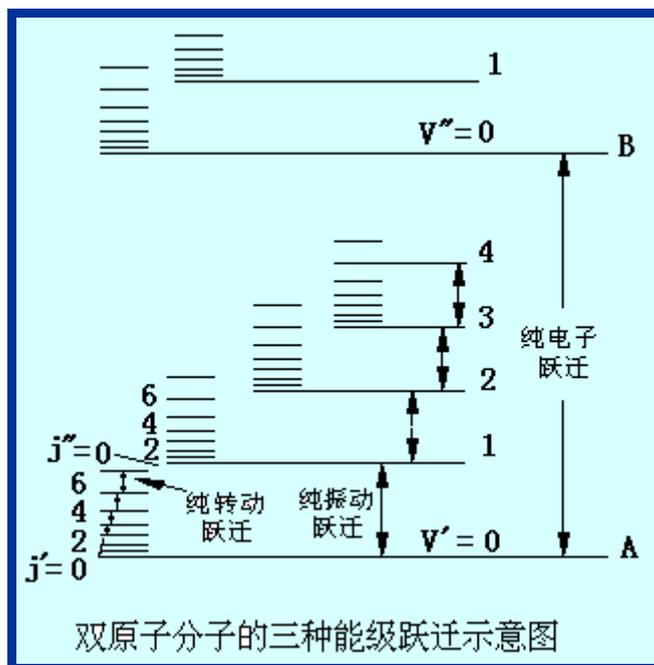
**$\gamma$  射线  $\rightarrow$  X 射线  $\rightarrow$  紫外光  $\rightarrow$  可见光  $\rightarrow$  红外光  $\rightarrow$  微波  $\rightarrow$  无线电**

波

长

2. 分子吸收光谱的产生；（讲授法）

分子光谱产生于分子能级的跃迁，分子能级比较复杂，因而分子光谱也比较复杂。根据光谱产生的机理不同，分子光谱可分为分子吸收光谱、分子发光光谱和拉曼光谱。



3. 有机化合物的紫外—可见吸收光谱；（讲授法）

分子的紫外-可见光谱法是利用物质的分子对紫外和可见光谱区（一般认为 200~800nm）辐射能的吸收来研究物质的组成和结构的一种仪器分析方法。

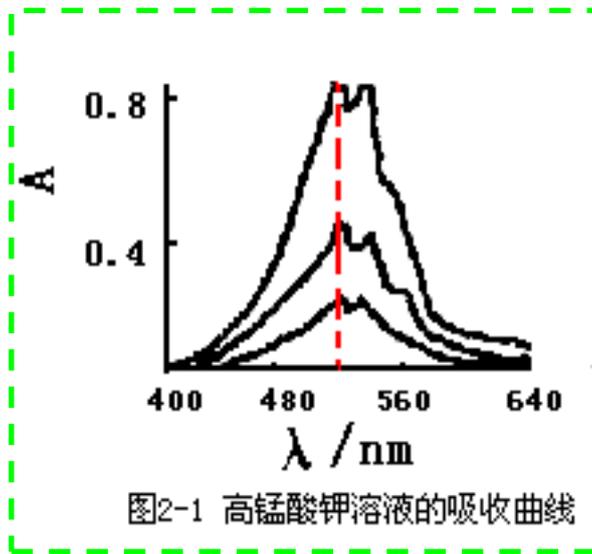
分子在紫外-可见光区的吸收与其电子结构紧密相关，这种分子吸收光谱产生于价电子和分子轨道上的电子在电子能级间的跃迁，故属于电子光谱。（此处特别强调）

4. 吸收曲线（吸收光谱）及最大吸收波长；（举例法、讲授法）

吸收曲线：每一种物质对不同波长光的吸收程度是不同的。如果我们让各种不同波长的光分别通过被测物质，分别测定物质对不同波长光的吸收程度。以波长为横坐

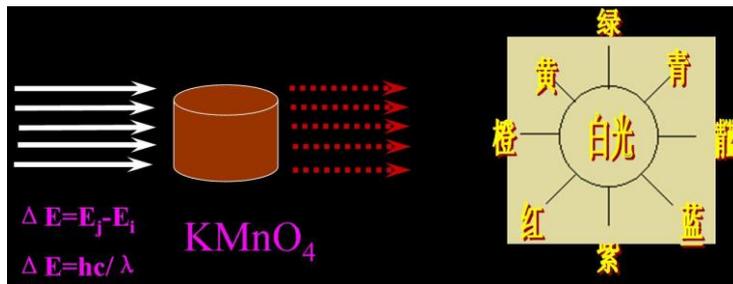
标，吸收程度为纵坐标作图所得曲线。

例：紫红色高锰酸钾溶液  $\lambda_{\max} = 525 \text{ nm}$



特别提示：吸收曲线的作用：定量分析的基础。

5. 光的选择性吸收与物质颜色的关系；（讲授法，重点介绍）



物质颜色的产生：是由其主要吸收光的互补色光决定的。

6. 光吸收的基本定律——朗伯—比耳定律；

$$A = -\lg T = Kbc ; \text{（讲授法）}$$

从朗伯-比耳定律引申出透光率和吸光度的概念。

基本概念：当强度为  $I_0$  的一定波长的单色入射光束通过装有均匀待测物的溶液介质时，该光束将被部分吸收  $I_a$ ，部分反射  $I_r$ ，余下的则通过待测物的溶液  $I_t$ ，即有：

$$I_0 = I_a + I_t + I_r$$

如果吸收介质是溶液（测定中一般是溶液），式中反射光强度主要与器皿的性质及溶液的性质有关，在相同的测定条件下，这些因素是固定不变的，并且反射光强度一般很小。所以可忽略不记，这样：

$$I_0 = I_a + I_t$$

即：一束平行单色光通过透明的吸收介质后，入射光被分成了吸收光和透过光。

待测物的溶液对此波长的光的吸收程度可以透光率  $T$  和 吸光度  $A$  用来表示。

透光率——透光率表示透过光强度与入射光强度的比值，用  $T$  来表示，计算式为： $T = I_t / I_0$

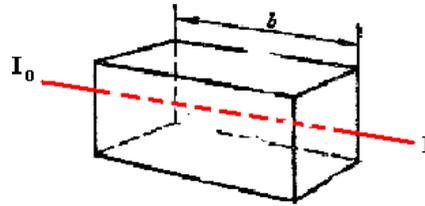


图2-2 光通过溶液示意图

$T$  常用百分比 ( $T\%$ ) 表示。

吸光度——透光率的倒数的对数叫吸光度。用  $A$  表示：

$$A = -\lg T$$

7. 吸收定律的适用条件：（讲授法）

(1) 必须是使用单色光为入射光；

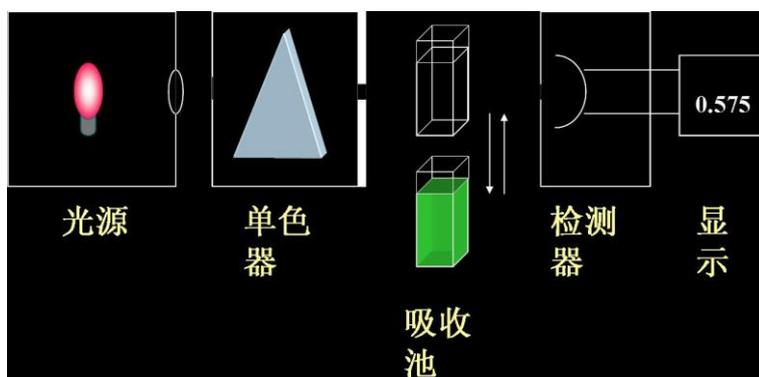
(2) 溶液为稀溶液；

(3) 吸收定律能够用于彼此不相互作用的多组分溶液。它们的吸光度具有加合性，且对每一组分分别适用，即：

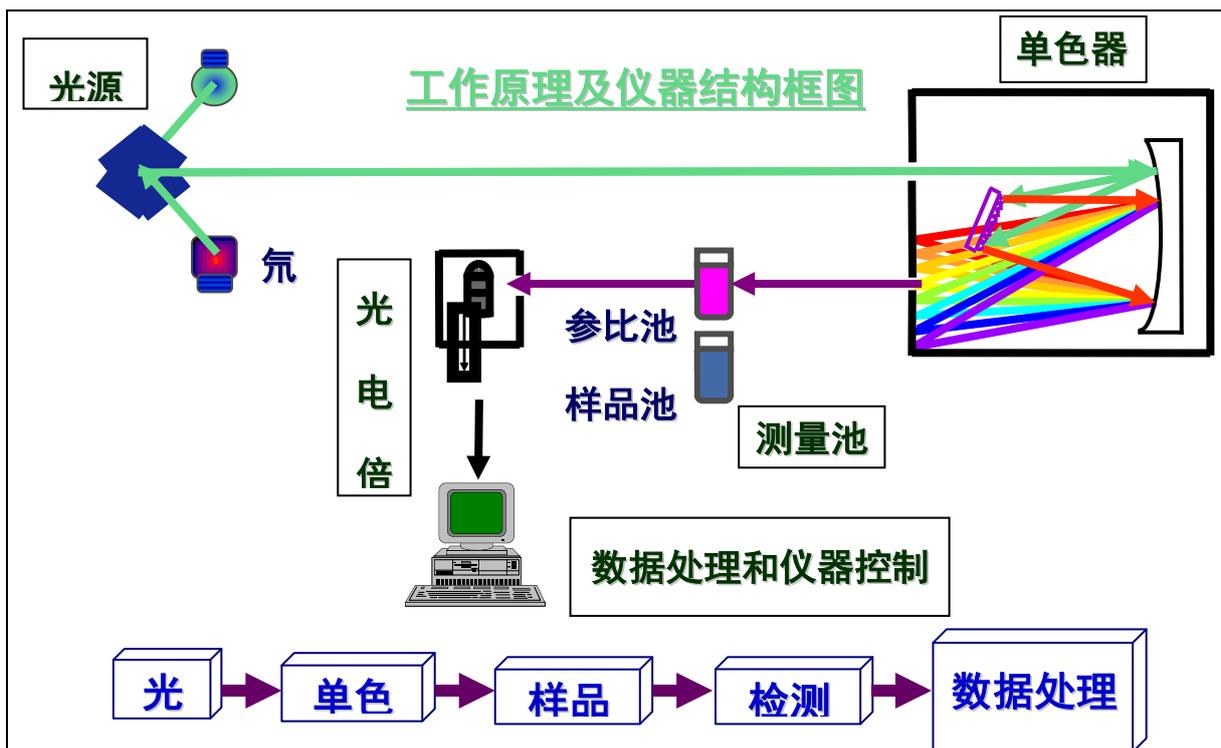
$$A_{\text{总}} = A_1 + A_2 + A_3 \dots + A_n = \epsilon_1 b c_1 + \epsilon_2 b c_2 + \epsilon_3 b c_3 \dots + \epsilon_n b c_n$$

(4) 吸收定律对紫外光、可见光、红外光都适用。

8. 分光光度法及仪器：（图片显示）



9. 分光光度计的主要部件和工作原理。（图片显示）



#### 本讲师生互动

课堂提问：朗伯-比尔定律的适用条件，加深对光吸收定律的理解。

讨论：在测试具体的样品之前为什么要确定最大吸收波长？

#### 本讲作业安排及课后反思

1. 作业：教材 p44 思考题：1 和 2。递交作业时间：下一次课课前。

2. 课后反思：紫外-可见光吸收的基本原理是什么？

#### 课前准备情况及其他相关特殊要求

课前准备：要求学生预习光分析的相关内容。

#### 本讲教学单元的参考资料

王炳强主编.《仪器分析-光谱与电化学分析技术》(第一版).北京:化学工业出版社,2010,第二章.

### 7.3 教学内容第三讲

学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	3/2	

#### 本讲教学目标

- (1) 掌握显色反应及其影响因素；
- (2) 掌握光度测量误差和测量条件的选择。

## 本讲教学内容

### 知识点：

- (1) 显色反应及其影响因素；
- (2) 光度测量误差和测量条件的选择；
- (3) 常用几种定量分析方法。

### 重点和难点：

- (1) 显色反应及其影响因素；
- (2) 光度测量误差。

## 本讲教学过程及教学方法

**教学方法：**多媒体教学结合书面板书，课堂提问。

### 教学过程：

对朗伯-比尔定律做简单的回顾，接下来进行下面内容的讲授：

#### 1. 显色反应和显色剂

问题引导：为什么可见光光度法分析样品的制备要有显色反应这个步骤，哪些样品必须要进行显色处理？

概念：(1) 显色反应：在光度分析中将试样中的待测组分转变成有色化合物的反应叫显色反应。

(2) 显色剂：与待测组分生成有色化合物的试剂叫显色剂。

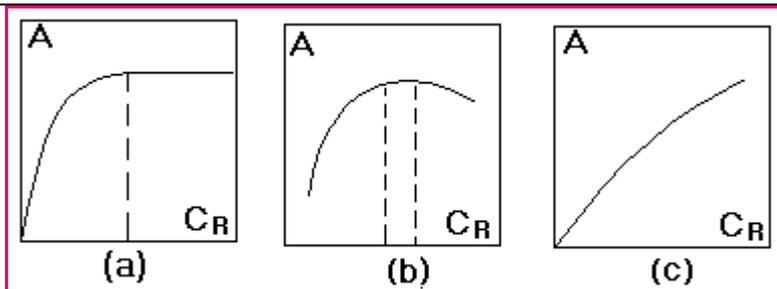
知识点：显色反应的种类，显色剂的种类。

#### 2. 选择显色反应的标准

- (1) 选择性要好；
- (2) 灵敏度要高；
- (3) 有色化合物的组成要恒定，化学性质稳定；
- (4) 显色剂的颜色与有色化合物的颜色差别要大；
- (5) 反应的条件要易于控制。

#### 3. 影响显色反应的因素

- (1) 显色剂用量；
- (2) 溶液酸度；
- (3) 显色时间；
- (4) 温度；
- (5) 溶剂的影响；
- (6) 干扰离子的影响和消除方法。



以上影响因素对显色反应的具体影响是什么？上述

对学生进行提示：任何分析方法都有误差，上述因素对测量的影响属于什么误差？（答案：化学因素引起的误差。）

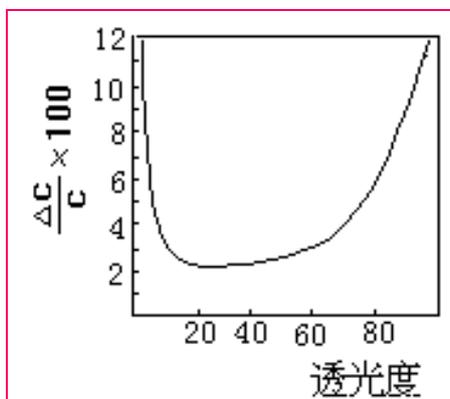
#### 4. 光度测量误差和测量条件的选择

光度分析的误差来源于两方面：一方面是各种化学因素引入的误差；另一方面是仪器测量不准引入的误差。对于化学因素，前面已经讲过，现在我们来看仪器测量不准引入的误差。

光度计的测量误差：

$$\frac{dc}{c} = \frac{dT}{T \ln T}$$

下表列出了在一定 $\Delta T$ 时不同透光率所对应的浓度误差：



在透光率等于 **0.368** 时，误差最小。在实际操作中，透光率应控制在 20~60%，或吸光度控制在 **0.2~0.7**。

提问：T=0.368 时，A=?

#### 5. 常用几种定量分析方法

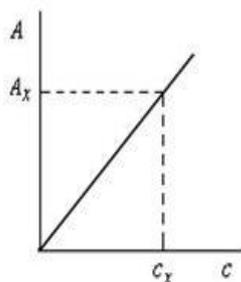
##### (1) 单组份定量方法

单组份定量方法包括标准曲线法和标准对比法。

标准曲线法：

配制一系列浓度不同的标准溶液，显色后，用相同规格的比色皿，在相同条件下

测定各标液的吸光度，以标液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标作图，理论上应该得到一条过原点的直线，称为标准曲线。然后取被测试液在相同条件下显色、测定，根据测得的吸光度在标准曲线上查出其相应浓度从而计算出含量，如图所示。



## (2) 多组分定量方法

由于吸光度具有加合性，因此可以在同一试样中测定多个组分。X、Y 组分最大吸收波长不重叠，相互不干扰，可以按两个单一组分处理。X、Y 相互干扰，此时可通过解联立方程组求得 X 和 Y 的浓度。

习题讲解：

(1) 已知某化合物的相对分子量为 251，将此化合物用乙醇作溶剂配成浓度为  $0.150 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$  溶液，在 480nm 处用 2.00 cm 吸收池测得透光率为 39.8%，求该化合物在上述条件下的摩尔吸光系数和吸光系数。

## 本讲师生互动

课堂提问：(1) 显色反应的作用是什么？加深学生对分光光度基本分析步骤的理解。

(2) 具体测量时，透光率在什么值时，误差最小？溶液透光率接近 100%，怎么办？

## 本讲作业安排及课后反思

作业：教材 p44 思考题 5；习题 4、7、9。提交时间：下一次课课前。

综合训练：查阅资料，设计测试方案：紫外分光光度法测定苯甲酸含量，要求写出实验方法、原理、分析步骤、数据处理方法。

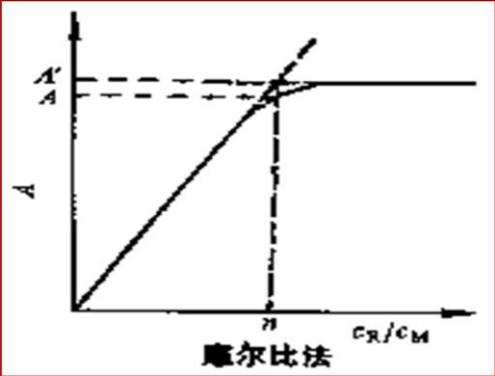
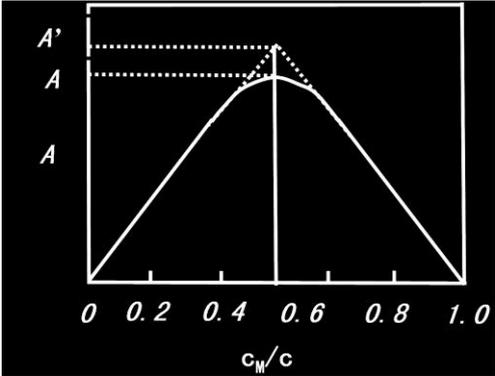
## 课前准备情况及其他相关特殊要求

课前准备：简单回顾上一个教学单元的内容。

## 本讲教学单元的参考资料

王炳强主编. 《仪器分析-光谱与电化学分析技术》(第一版). 北京: 化学工业出版社, 2010, 第二章.

## 7.4 教学内容第四讲

学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	4/2	
<b>本讲教学目标</b>						
(1) 掌握光度法测定络合物的组成及弱酸的离解常数。						
<b>本讲教学内容</b>						
<b>知识点:</b>						
(1) 光度法测定络合物的组成;						
(2) 光度法测定弱酸的离解常数。						
<b>重点和难点:</b>						
(1) 光度法测定弱酸的离解常数。						
<b>本讲教学过程及教学方法</b>						
<b>教学方法:</b> 多媒体教学结合书面板书, 课堂提问。						
<b>教学过程:</b>						
对上一讲内容做简单的回顾, 接下来进行下面内容的讲授:						
(1) 络合物组成的测定						
饱和法						
连续变化法(又称 Job 法)						
 <p>摩尔比法</p>			(图片显示)			
						
应用: 络合物离解常数的测定:						
离解度: $\alpha = \frac{A - A'}{A}$						
络合物的条件稳定常数: $MR \rightleftharpoons M + R$						
总浓度 c						

平衡浓度  $c(1-\alpha)$   $c\alpha$   $c\alpha$

$$K'_{\text{稳}} = \frac{[MR']}{[M'] \times [R']} = \frac{1-\alpha}{c\alpha^2}$$

## (2) 弱酸弱碱离解常数的测定 (重点讲授)

在分析化学中所用的指示剂或显色剂大多是有机弱酸或弱碱,若它们的酸色形和碱色形的吸收曲线不重叠,就可能用分光光度法测定其离解常数。该法特别适用于溶解度较小的有机弱酸或弱碱。

设有一元弱酸  $HA$ , 其离解反应如下:



$$K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]}$$

$$pK_a = pH - \lg \frac{[A^-]}{[HA]}$$

$$c_{HA} = [HA] + [A^-]$$

$$[HA] = \frac{c_{HA} \times [H^+]}{K_a + [H^+]}$$

$$[A^-] = \frac{c_{HA} \times K_a}{K_a + [H^+]}$$

分光光度法测离解常数: (难点, 推导过程需详细介绍)

设用 1.0 cm 吸收池, 在特定波长下测得试液的吸光度为  $A$ , 则:

$$A = \varepsilon_{HA} \times [HA] + \varepsilon_{A^-} \times [A^-] = \varepsilon_{HA} \times \frac{c_{HA} \times [H^+]}{K_a + [H^+]} + \varepsilon_{A^-} \times \frac{c_{HA} \times K_a}{K_a + [H^+]}$$

其中,  $c_{HA}$  为分析浓度, 令  $A_{HA} = \varepsilon_{HA} \times c_{HA}$ ,  $A_{A^-} = \varepsilon_{A^-} \times c_{A^-}$ , 分别为弱酸在高酸度和强碱性时的吸光度, 溶液中该弱酸则几乎全部分别以  $HA$  或  $A^-$  形式存在 (此处强调为什么可以这样推导)。吸光度可以写做:

$$A = \frac{A_{HA} \times [H^+] + A_{A^-} \times K_a}{K_a + [H^+]} \Rightarrow K_a = \frac{A_{HA} - A}{A - A_{A^-}} \times [H^+] \Rightarrow pK_a = -\lg \left( \frac{A_{HA} - A}{A - A_{A^-}} \right) + pH$$

根据上述公式, 启发学生思考: 用分光光度法测得弱酸离解常数需要测定哪些参数, 如何设计测定方案?

### 本讲师生互动

课堂提问: (1) 饱和法和连续变化法的适用条件?

<b>本讲作业安排及课后反思</b>
教材 p44 习题 11。本章结束，作小结。递交时间：下一次课课前。
<b>课前准备情况及其他相关特殊要求</b>
课前准备：简单回顾上一教学单元内容。
<b>本讲教学单元的参考资料</b>
王炳强主编. 《仪器分析-光谱与电化学分析技术》(第一版). 北京：化学工业出版社，2010，第二章.

## 7.5 教学内容第五讲

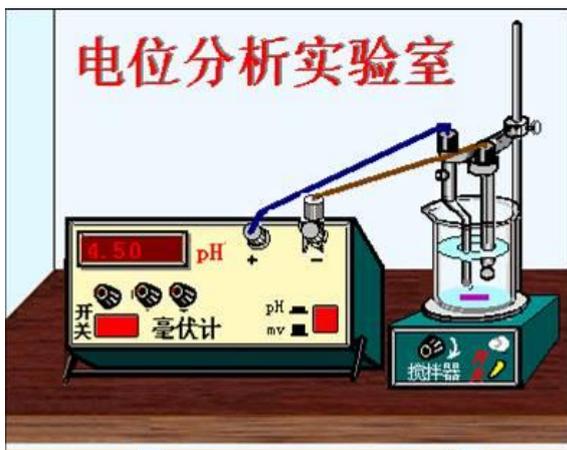
学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	5/2	
<b>本讲教学目标</b>						
(1) 掌握指示电极与参比电极的概念； (2) 掌握电位法测定溶液的 pH 值。						
<b>本讲教学内容</b>						
<b>知识点：</b>						
(1) 电位分析法的原理； (2) 指示电极与参比电极。						
<b>重点：</b>						
(1) 电位分析法的概念，能斯特方程式； (2) 参比电极；指示电极； (3) 电位法测定溶液的 pH 值。						
<b>难点：</b>						
(1) 能斯特方程，电位的概念； (2) 膜电位的响应机理，离子选择性电极的性能参数； (3) pH 的测定原理，pH 的实用定义。						
<b>本讲教学过程及教学方法</b>						
<b>教学方法：</b> 多媒体教学结合书面板书，课堂提问。						
<b>教学过程：</b>						
(1) 电位分析法概要 以测定化学电池两电极间的电位差或电位差的变化为基础的电化学分析法叫电						

位分析法。

电位分析法的种类：

直接电位法：根据电极电位与待测组分活度之间的关系，利用测得的电位差值（或电极电位值）直接求得待测组分的活度（或浓度）的方法。

电位滴定法：当滴定反应平衡常数较小，滴定突跃不明显，或试液有色、浑浊，用指示剂终点法有困难时，可以采用电位滴定法，即根据滴定过程中等当点附近的电位突跃来确定终点。



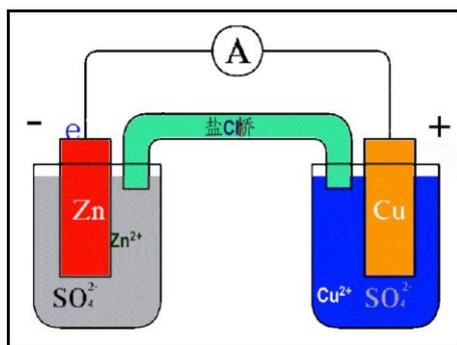
## (2) 电位分析法的理论基础

电位分析法是利用电极的电极电位与待测组分的活度之间的关系来进行测定的。能斯特方程式：

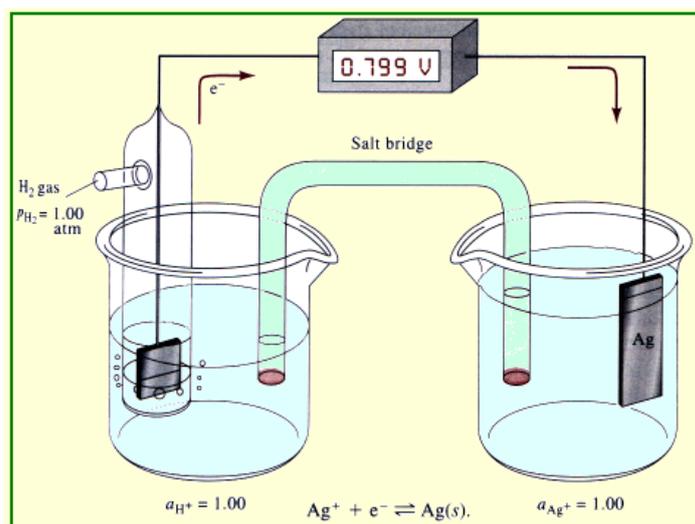
$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln \frac{a_A^a a_B^b \cdots}{a_C^c a_D^d \cdots}$$

### 电极电位的产生（举例法）

两种导体接触时，其界面的两种物质可以是固体-固体，固体-液体及液体-液体。因两相中的化学组成不同，故将在界面处发生物质迁移。若进行迁移的物质带有电荷，则在两相之间产生一个电位差。如锌电极浸入  $\text{ZnSO}_4$  溶液中，铜电极浸入  $\text{CuSO}_4$  溶液中。



因为任何金属晶体中都含有金属离子自由电子，一方面金属表面的一些原子，有一种把电子留在金属电极上，而自身以离子形式进入溶液的倾向，金属越活泼，溶液越稀，这种倾向越大；另一方面，电解质溶液中的金属离子又有一种从金属表面获得电子而沉积在金属表面的倾向，金属越不活泼，溶液浓度越大，这种倾向也越大。这两种倾向同时进行着，并达到暂时的平衡：

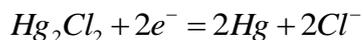
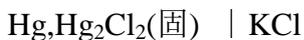


若金属失去电子的倾向大于获得电子的倾向，达到平衡时将是金属离子进入溶液，使电极上带负电，电极附近的溶液带正电；反之，若金属失去电子的倾向小于获得电子的倾向，结果是电极带正电而其附近溶液带负电。因此，在金属于电解质溶液界面形成一种扩散层，亦即在两相之间产生了一个电位差，这种电位差就是电极电位。实验表明：金属的电极电位大小与金属本身的活泼性，金属离子在溶液中的浓度，以及温度等因素有关。铜与  $\text{CuSO}_4$  界面所产生的电极电位小于锌与  $\text{ZnSO}_4$  界面所产生的电极电位。 $\text{Zn}^{2+}(\text{Cu}^{2+})$  浓度越大，则平衡时电极电位也越大。

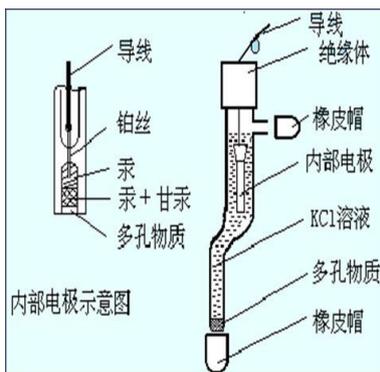
(3) 指示电极与参比电极（重点讲授，难点在于如何理解指示电极和参比电极的概念，为什么在电位分析中要用到参比电极和指示电极，其作用是什么。）

## 参比电极

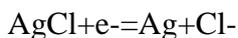
### 1. 甘汞电极



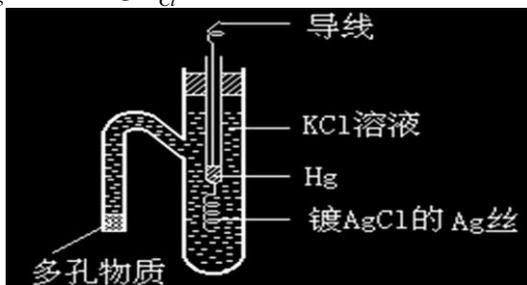
$$\varphi_{\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{Hg}} = \varphi_{\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{Hg}}^\circ - \frac{0.059}{2} \lg a_{\text{Cl}^-}$$



### 2. 银-氯化银电极



$$\varphi_{\text{AgCl}/\text{Ag}} = \varphi_{\text{AgCl}/\text{Ag}}^\circ - 0.059 \lg a_{\text{Cl}^-}$$



## 指示电极

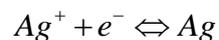
(特别强调, 参比电极和指示电极的作用)

### 1. 金属-金属离子电极

第一类电极: 金属与其离子的溶液处于平衡状态所组成的电极。用(M | Mn+)表示。

电极反应为:  $\text{Mn}^{++} + ne^- = \text{M}$

- 其电极电位可由下式计算:
- $E_{\text{Mn}^+/M} = E_0 + (0.059/n) \lg a_{\text{Mn}^+}$
- 例如 Ag+|Ag 电极



$$\varphi_{\text{Ag}^+/\text{Ag}} = \varphi_{\text{Ag}^+/\text{Ag}}^\circ + 0.059 \lg a_{\text{Ag}^+}$$

### 2. 金属-金属难溶盐电极

属于第二类电极：由金属及其难溶盐及与含有难溶盐相同阴离子溶液所组成的电极。表示为  $M/M_nX_m, X^n$ ，电极反应为： $M_nX_m + me = nM + mX^{n-}$

- 常用的有  $Ag/AgCl$ 、甘汞电极 ( $Hg/Hg_2Cl_2$  电极)。
- 对于甘汞电极，其电极反应为：
- $Hg_2Cl_2 + 2e^- = 2Hg + 2Cl^-$

$$\varphi_{Hg_2Cl_2/Hg} = \varphi_{Hg_2Cl_2/Hg}^\theta - 0.05916 \lg a(Cl^-)$$

甘汞电极的电极电位取决于电极内参比溶液中的  $a_{Cl^-}$ ，当  $a_{Cl^-}$  一定，甘汞电极的电极电位恒定。

### 3. 第三类电极

- ❖ 由金属与两种具有相同阴离子的难溶盐或难解离的配离子组成的电极体系
- ❖ 如：汞-草酸亚汞-草酸钙-钙离子电极
- ❖  $Hg | Hg_2C_2O_4 | CaC_2O_4 | Ca^{2+}$
- ❖ 存在如下平衡：
- ❖  $Hg_2C_2O_4 \rightleftharpoons Hg_2^{2+} + C_2O_4^{2-}$
- ❖  $Hg_2^{2+} + 2e^- = 2Hg$
- ❖  $Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} = CaC_2O_4$

三式相加  $Hg_2C_2O_4 + Ca^{2+} + 2e^- = 2Hg + CaC_2O_4$

- ❖ 25°C 时电极电位

$$\begin{aligned} \varphi &= \varphi_{Hg^{2+}/Hg}^\theta + \frac{0.059}{2} \lg a(Hg^{2+}) \\ &= \varphi_{Hg^{2+}/Hg}^\theta + \frac{0.059}{2} \lg a \frac{K_{SP1}}{a(C_2O_4^{2-})} \\ &= \varphi_{Hg^{2+}/Hg}^\theta + \frac{0.059}{2} \lg K_{SP1} - \frac{0.059}{2} \lg a(C_2O_4^{2-}) \\ &= \varphi_{Hg^{2+}/Hg}^\theta + \frac{0.059}{2} \lg K_{SP1} - \frac{0.059}{2} \lg K_{SP2} + \frac{0.059}{2} \lg a(Ca^{2+}) \\ &= K + \frac{0.059}{2} \lg a(Ca^{2+}) \end{aligned}$$

### 4. 零类电极

由惰性金属与含有可溶性的氧化和还原物质的溶液组成的电极，称为零类电极。

电极反应  $Fe^{3+} + e^- = Fe^{2+}$

$$\varphi_{Fe^{3+}/Fe^{2+}} = \varphi_{Fe^{3+}/Fe^{2+}}^\theta + 0.05916 \lg \frac{a(Fe^{3+})}{a(Fe^{2+})}$$

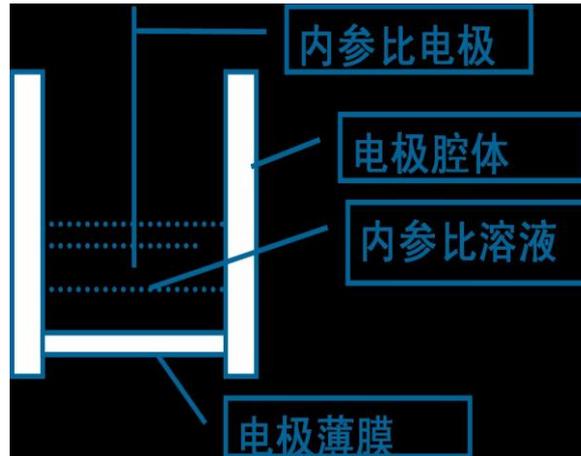
与前两类不同，惰性电极不参加电子得失，只转递电子。

• **膜电极**（离子选择性电极）（重点，着重讲授 pH 玻璃膜电极）

基本概念：离子选择性电极是一类具有薄膜的电极。其电极薄膜具有一定的膜电位，膜电位的大小就可指示出溶液中某种离子的活度，从而可用来测定这种离子。

电极构造：

离子选择性电极基本上都是由薄膜、内参比电极、内参比溶液、电极腔体构成。



离子选择性电极的电极电位：对阳离子，电极电位为：

$$E = K + \frac{0.059}{n} \lg a_M$$

对阴离子，电极电位为：

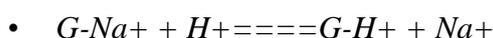
$$E = K - \frac{0.059}{n} \lg a_N$$

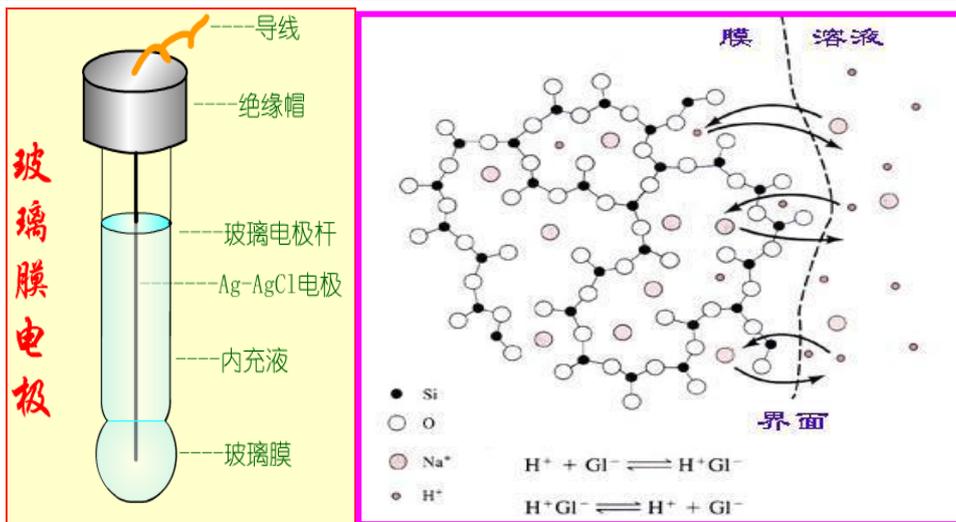
式中：E 为离子选择性电极的电极电位；K 为常数； $a_M$ 、 $a_N$  为阳离子和阴离子的活度；n 为离子的电荷数。

**玻璃膜电极**

响应机理（膜电位的产生）：

当球状玻璃膜的内外玻璃表面与水溶液接触时， $Na_2SiO_3$  晶体骨架中的  $Na^+$  与水中的  $H^+$  发生交换：





$$\begin{aligned}
 E_{\text{膜}} &= E_{\text{外}} - E_{\text{内}} \\
 &= (K_1 + 0.0592 \lg \frac{a_{\text{H}^+, \text{外}}}{a_{\text{H}^+, \text{外表面}}}) \\
 &\quad - (K_2 + 0.0592 \lg \frac{a_{\text{H}^+, \text{内}}}{a_{\text{H}^+, \text{内表面}}}) \\
 &= K + 0.0592 \lg a_{\text{H}^+, \text{外}} = K - 0.0592 \text{ pH}
 \end{aligned}$$

pH 玻璃电极的电极电位:

$$\begin{aligned}
 E_{\text{玻}} &= E_{\text{内参}} + E_{\text{膜}} = \\
 &E_{\text{内参}} + K - 0.0592 \text{ pH}_{\text{试}}
 \end{aligned}$$

• 电位法测定溶液 pH 的基本原理:

电位法测定溶液的 pH，是以玻璃电极作指示电极，饱和甘汞电极作参比电极，浸入试液中组成原电池:

$$E = E_{\text{甘}} - E_{\text{玻}}$$

$$\begin{aligned}
 E &= E_{\text{甘}} - K_{\text{玻}} + 0.0592 \text{ pH}_{\text{试}} \\
 &= K' + 0.0592 \text{ pH}_{\text{试}}
 \end{aligned}$$

难溶盐晶体膜电极

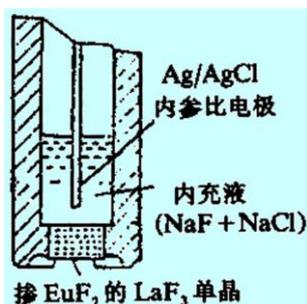
晶体膜电极的敏感膜一般为难溶盐加压或拉制成的薄膜。

根据膜的制备方法可分为单晶膜电极和多晶膜电极两类。

单晶膜电极: 电极的整个晶体膜是由一个晶体组成, 如  $\text{F}^-$  电极;

多晶膜电极: 电极的整个晶体膜是由多个晶体在高压下压制组成, 如  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  等离子选择性电极的晶体膜分别用相应的卤化银或硫化物晶体压制而成。

氟离子选择性电极是目前最成功的单晶膜电极。结构为：



将氟化镧单晶片封在硬塑料管的一端，内充溶液为 0.1~0.01mol/LNaF 和 0.1mol/L NaCl，内参比电极为 Ag/AgCl 电极。

它的电极电位可由下式计算：

$$\phi_{\text{膜}} = K - 0.059 \lg a_{\text{F}^-} = K + 0.059 \text{pF}$$

酸度影响：OH<sup>-</sup>与 LaF<sub>3</sub> 反应释放 F<sup>-</sup>，使测定结果偏高；H<sup>+</sup>与 F<sup>-</sup>反应生成 HF 或 HF<sup>2-</sup>降低 F<sup>-</sup>活度，使测定偏低。

(4) 选择性系数 K<sub>ij</sub> : 
$$\phi_{\text{膜}} = K \pm \frac{0.059}{n} \lg [a_i + K_{ij} (a_j)^{\frac{z_i}{z_j}}]$$

(5) 电位法测定溶液的 pH 值

pH 的实用定义(比较法确定待测溶液的 pH): 
$$\text{pH}_x = \text{pH}_s + \frac{E_x - E_s}{2.303RT / F}$$

### 本讲师生互动

课堂提问：(1) 电位分析与光度分析的区别？

(2) 玻璃膜电极的机理是什么？

讨论：

a. 对阳离子响应的电极，K 后取正号；对阴离子响应的电极，K 后取负号；

b. K<sub>ij</sub> 称之为电极的选择性系数；其意义为：在相同的测定条件下，待测离子和干扰离子产生相同电位时待测离子的活度 a<sub>i</sub> 与干扰离子活度 a<sub>j</sub> 的比值：

$$K_{ij} = a_i / a_j$$

c. 通常 K<sub>ij</sub> << 1, K<sub>ij</sub> 值越小，表明电极的选择性越高。

例如：K<sub>ij</sub>=0.001 时，意味着干扰离子 j 的活度比待测离子 i 的活度大 1000 倍时，两者产生相同的电位。

d. 选择性系数严格来说不是一个常数，在不同离子活度条件下测定的选择性系数值各不相同。

e.  $K_{ij}$  仅能用来估计干扰离子存在时产生的测定误差或确定电极的适用范围。

$$\text{相对误差}\% = K_{ij}(a_j)^{\frac{z_i}{z_j}} / a_i \times 100\%$$

### 本讲作业安排及课后反思

教材 p189 思考题 1、2、3，习题 7。递交时间：下一次课课前。

课后反思：如何利用电位分析法测定水中的氟离子浓度？

提醒学生下一堂课将进行中期小测验，时间为 20 分钟。

### 课前准备情况及其他相关特殊要求

课前准备：简单回顾电化学相关知识。

### 本讲教学单元的参考资料

王炳强主编.《仪器分析-光谱与电化学分析技术》(第一版).北京:化学工业出版社,2010,第五章.

## 7.6 教学内容第六讲

学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	6/2	
<b>本讲教学目标</b>						
(1) 掌握指测定离子活(浓)度的方法;						
(2) 掌握电位法测定溶液的 pH 值。						
<b>本讲教学内容</b>						
<b>知识点:</b>						
(1) 电位分析法的原理;						
(2) 电位滴定终点的确定方法。						
<b>重点和难点:</b>						
(1) 标准曲线法、标准加入法;						
(2) 电位滴定终点的确定方法。						
<b>本讲教学过程及教学方法</b>						

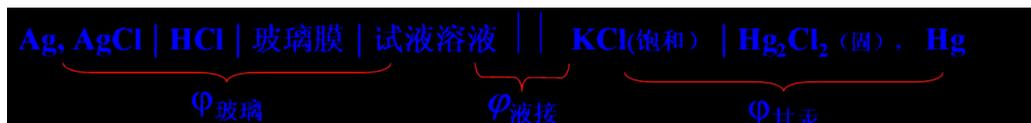
教学方法：多媒体教学结合书面板书，课堂提问。

教学过程：

### (1) 电位分析法测定 pH 原理与方法

指示电极：pH 玻璃膜电极

参比电极：饱和甘汞电极



pH 的实用定义(比较法确定待测溶液的 pH):

两种溶液:pH 已知的标准缓冲溶液 s 和 pH 待测的试液 x, 测定各自的电动势为:

$$E_s = K'_s + \frac{2.303RT}{F} \text{pH}_s \quad ; \quad E_x = K'_x + \frac{2.303RT}{F} \text{pH}_x$$

若测定条件完全一致, 则  $K'_s = K'_x$ , 两式相减得:

$$\text{pH}_x = \text{pH}_s + \frac{E_x - E_s}{2.303RT / F}$$

### (2) 测定离子活(浓)度的方法

- 标准曲线法

用测定离子的纯物质配制一系列不同浓度的标准溶液, 并用总离子强度调节缓冲溶液 (Total Ionic Strength Adjustment Buffer 简称 TISAB) 保持溶液的离子强度相对稳定, 分别测定各溶液的电位值, 并绘制  $E - \lg c_i$  关系曲线。

- 标准加入法

(重点介绍)

设某一试液体积为  $V_0$ , 其待测离子的浓度为  $c_x$ , 测定的工作电池电动势为  $E_1$ , 则:

$$E_1 = K + \frac{2.303RT}{nF} \lg(x_i \gamma_i c_x)$$

式中:  $x_i$  为游离态待测离子占总浓度的分数;  $\gamma_i$  是活度系数,  $c_x$  是待测离子的总浓度。

往试液中准确加入一小体积  $V_s$ (约为  $V_0$  的 1/100) 的用待测离子的纯物质配制的标准溶液, 浓度为  $c_s$ (约为  $c_x$  的 100 倍)。由于  $V_0 > V_s$ , 可认为溶液体积基本不变。

$$\text{浓度增量为: } \Delta c = c_s V_s / V_0$$

再次测定工作电池的电动势为  $E_2$ :

$$E_2 = K + \frac{2.303RT}{nF} \lg(x_2 \gamma_2 c_x + x_2 \gamma_2 \Delta c)$$

可以认为  $\gamma_2 \approx \gamma_1$ ,  $x_2 \approx x_1$ , 则电位变化量:

$$\Delta E = E_2 - E_1 = \frac{2.303RT}{nF} \lg\left(1 + \frac{\Delta c}{c_x}\right)$$

$$\text{令: } S = \frac{2.303RT}{nF};$$

$$\text{则: } \Delta E = S \lg\left(1 + \frac{\Delta c}{c_x}\right)$$

$$\therefore c_x = \Delta c (10^{\Delta E/S} - 1)^{-1}$$

### (3) 电位滴定法

每滴加一次滴定剂, 平衡后测量电动势。

滴定过程的关键: 确定滴定反应的化学计量点时, 所消耗的滴定剂的体积。

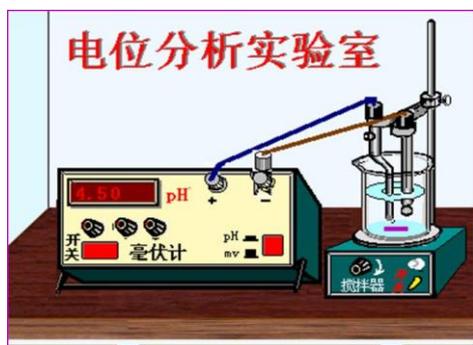
寻找化学计量点所在的大致范围。

突跃范围内每次滴加体积控制在 0.1mL。

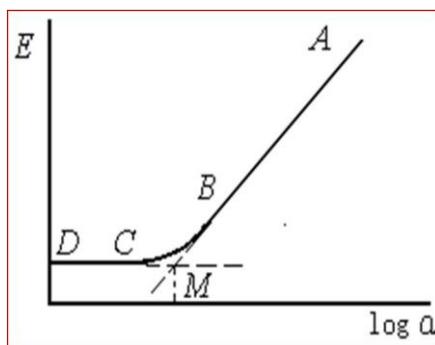
滴定剂用量(V)和相应的电动势数值(E), 作图得到滴定曲线。

将滴定的突跃曲线上的拐点作为滴定终点, 该点与化学计量点非常接近。

- 电位滴定装置与滴定曲线

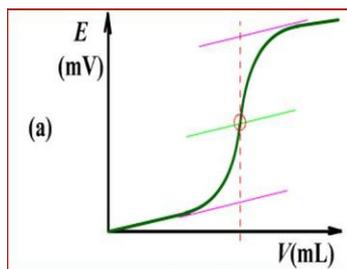


滴定装置

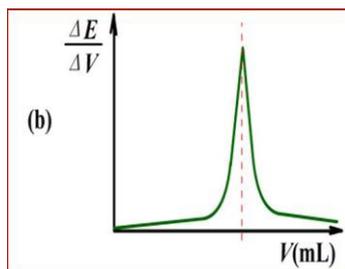


电位与活度关系曲线

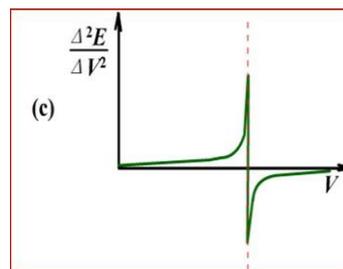
- 通常采用三种方法来确定电位滴定终点:



E-V 曲线法



$\Delta E / \Delta V - V$  曲线法



$\Delta^2 E / \Delta V^2 - V$  曲线法

**习题讲解:** (1) 用 pNa 玻璃膜电极( $K_{Na^+, K^+}=0.001$ )测定 pNa=3 的试液时, 如试液中含有 pK=2 的钾离子, 则产生的误差是多少?

(2) 将钙离子选择电极和饱和甘汞电极插入 100.00 mL 水样中, 用直接电位法测定水样中的  $Ca^{2+}$ 。25℃时, 测得钙离子电极电位为 -0.0619V(对 SCE), 加入 0.0731mol/L 的  $Ca(NO_3)_2$  标准溶液 1.00 mL, 搅拌平衡后, 测得钙离子电极电位为 -0.0483 V(对 SCE)。试计算原水样中  $Ca^{2+}$  的浓度?

**本讲师生互动**

课堂提问: (1) 总离子强度调节缓冲溶液的作用?

课堂讨论: 当测的是阴离子时, 标准加入法浓度公式的表达式是什么?

**本讲作业安排及课后反思**

作业: 教材 p189 习题 6、7。本章结束, 做小结。

综合训练: 乙酸的电位滴定分析及其离解常数的测定, 设计实验方案, 写出实验原理、步骤、数据处理。

课后反思: pH 的实用定义, 如何利用电位分析法测定离子的活度。

**课前准备情况及其他相关特殊要求**

课前准备: 简单回顾上一单元的教学内容。

**本讲教学单元的参考资料**

王炳强主编. 《仪器分析-光谱与电化学分析技术》(第一版). 北京: 化学工业出版社, 第五章. .

**7.7 教学内容第七讲**

学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	7/2	

**本讲教学目标**

- (1) 掌握气相色谱分析理论中的基本概念;
- (2) 了解色谱分离条件的选择。

**本讲教学内容**

**知识点：**

- (1)气相色谱法概述；
- (2)气相色谱分析理论基础；
- (3)色谱分离条件的选择。

**重点：**

- (1) 色谱分离原理；
- (2) 色谱流出曲线及相关术语，塔板理论，速率理论；
- (3) 色谱分离条件的选择。

**难点：**

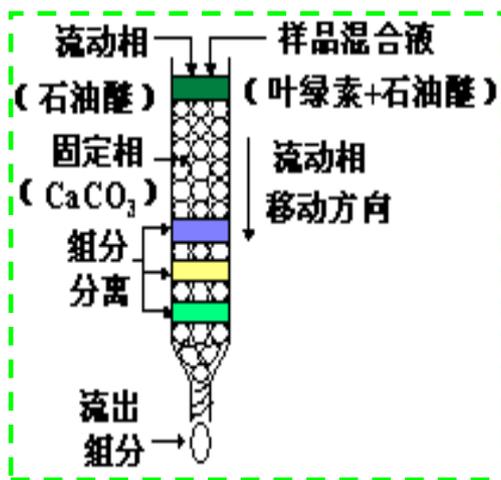
- (1) 分配系数的概念；
- (2) 塔板理论，分离度的概念，色谱柱性能评价；
- (3) 固定液的选择。

**本讲教学过程及教学方法**

**教学方法：**多媒体教学结合书面板书，课堂提问。

**教学过程：**

- (1) **气相色谱法概述** （引导学生了解色谱分离的概念，色谱分离与常规萃取、蒸馏的区别）

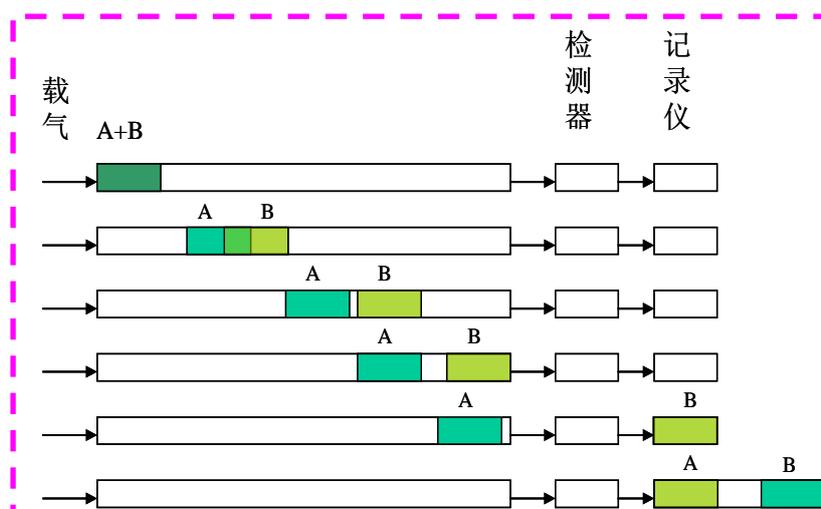


Tsweet 分离叶绿素示意图

概念：色谱法也叫层析法，它是一种高效能的物理分离技术，将它用于分析化学并配合适当的检测手段，就成为色谱分析法。

气相色谱过程：待测物样品被蒸发为气体并注入到色谱分离柱柱顶，以惰性气体（指不与待测物反应的气体，只起运载蒸汽样品的作用，也称载气）将待测物样品蒸

汽带入柱内分离。



其分离原理是基于待测物在气相和固定相之间的吸附-脱附(气固色谱)和分配(气液色谱)来实现的。因此可将气相色谱分为气固色谱和气液色谱。

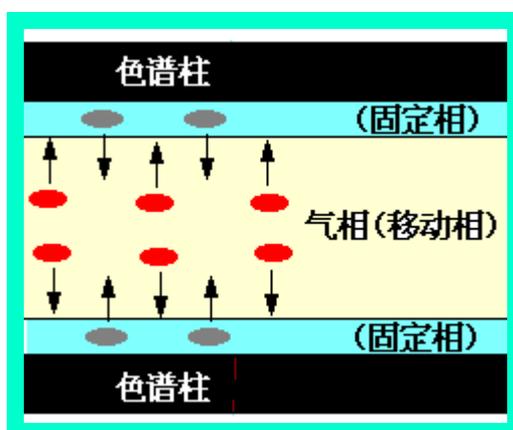
气固色谱: 利用不同物质在固体吸附剂上的物理吸附-解吸能力不同实现物质的分离。

由于活性(或极性)分子在这些吸附剂上的半永久性滞留(吸附-脱附过程为非线性的), 导致色谱峰严重拖尾, 因此气固色谱应用有限。只适于较低分子量和低沸点气体组分的分离分析。

气液色谱: 通常直接称之为气相色谱。它是利用待测物在气体流动相和固定在惰性固体表面的液体固定相之间的分配原理实现分离。

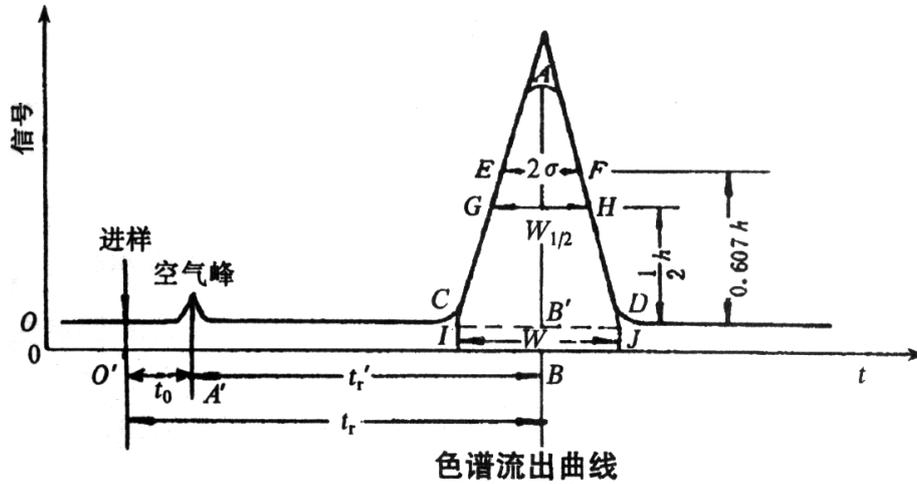
分配系数  $K$  (难点和重点, 色谱分离的基础)

$$K = \frac{\text{组分在固定相中的浓度}}{\text{组分在流动相中的浓度}} = \frac{c_s}{c_m}$$



## (2) 气相色谱分析理论基础

色谱流出曲线：试样经色谱柱获得分离，按先后次序经过检测器时，检测器就将流动相中各组分浓度变化转变成电信号，由记录仪记录下信号—时间曲线，称为色谱流出曲线或色谱图。

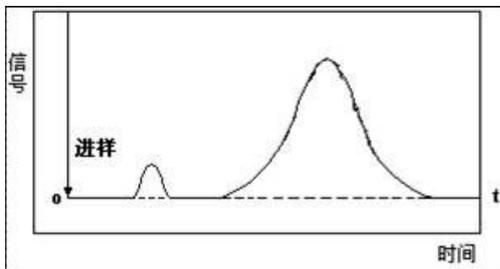


### 色谱相关术语

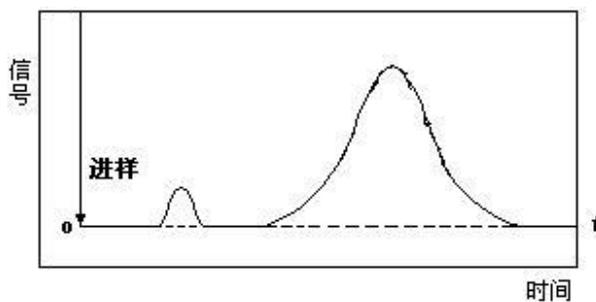
由色谱流出曲线可直接得到的相关术语：

- **基线**：在色谱操作条件下，仅有流动相通过检测器时，由记录仪得到的信号—时间曲线。

基线漂移：基线随时间定向缓慢地变化。



- **色谱峰**：流动相带着组分通过检测器时，由记录仪得到的信号—时间曲线。



峰底(Peak base)：从峰的起点到峰的终点之间连线。

峰高(Peak height): 峰的顶点至峰底的距离,用  $h$  表示。

峰面积 (Peak area): 峰与峰底所包围的面积, 用  $A$  表示。

色谱峰区域宽度(Peak width)。

#### • 色谱时间

色谱时间主要有:

死时间  $t_M$ : 不被固定相吸附或溶解的惰性组分, 从进样到出峰的峰顶点之间测得的时间, 用  $t_M$  表示。

保留时间  $t_R$ : 从进样到组分的峰顶点出现时所用的时间, 用  $t_R$  表示。

调整保留时间  $t_{R'}$ : 调整保留时间是指从组分的保留时间扣除死时间后的时间, 用  $t_{R'}$  表示。 $t_{R'} = t_R - t_M$

#### • 色谱体积

色谱体积主要有:

死体积: 死体积指色谱柱填充固定相后的空隙体积, 又指在死时间内流动相流经色谱柱的体积。死体积通常用  $V_m$  表示。

$$V_m = t_M \times F_C$$

$F_C$  表示流动相的体积流速 (mL/min)

保留体积: 保留体积指从进样开始, 到检测器中样品浓度最大时, 流动相流经色谱柱的体积。通常用  $V_R$  表示。

$$V_R = t_R \times F_C$$

调整保留体积: 调整保留体积指保留体积扣除死体积后的体积。通常用  $V_{R'}$  表示。

$$V_{R'} = t_{R'} \times F_C$$

#### • 相对保留值

相对保留值指某组分  $i$  与基准组分  $s$  的调整保留值之比。通常用  $r_{is}$  表示。也叫选择因子  $k$

$$r_{is} = \frac{t'_{R(i)}}{t'_{R(s)}} = \frac{V'_{R(i)}}{V'_{R(s)}}$$

色谱的流出曲线图可以解决的主要问题

- 1) 色谱峰出现的位置决定于物质的性质, 根据色谱峰的位置可对组分进行**定性**;
- 2) 色谱峰的面积和峰高是组分浓度或含量的量度, 故根据色谱峰的面积或峰高, 可对组分进行**定量**;
- 3) 根据色谱峰的位置及其宽度, 可以对色谱柱的分离情况进行**评价**。

(2) 色谱柱效能

(重点介绍)

(3) 塔板理论

(重点介绍)

### 基本假设

- (1) 每一个平衡过程间隔，平衡可迅速达到；
- (2) 将载气看作成脉动（间歇）过程；
- (3) 试样组分沿色谱柱方向的扩散可忽略；
- (4) 每次分配的分配系数相同。

$$\text{柱效能指标: } n_{\text{理论}} = 5.54 \left( \frac{t_R}{Y_{1/2}} \right)^2 = 16 \left( \frac{t_R}{Y} \right)^2$$

$$\text{理论塔板高度 } H \text{ 为: } H_{\text{理论}} = \frac{L}{n_{\text{理论}}}$$

由于死时间的存在，常用有效塔板  $n$  有效或有效塔板高度  $H$  有效作为色谱柱的效能指

$$\text{标, 其计算公式为: } n_{\text{有效}} = 5.54 \left( \frac{t_R - t_M}{Y_{1/2}} \right)^2 = 5.54 \left( \frac{t'_R}{Y_{1/2}} \right)^2 = 16 \left( \frac{t'_R}{Y} \right)^2$$

$$H_{\text{有效}} = \frac{L}{n_{\text{有效}}}$$

$$R = \frac{t'_{R(2)} - t'_{R(1)}}{\frac{1}{2}(Y_1 + Y_2)}$$

### 分离度 $R$ :

当  $R=0.8$  时，二组分分离程度可达 89%。

当  $R=1.0$  时，二组分分离程度可达 98%，只有很少部分重合，可认为二组分刚好分开；

当  $R=1.5$  时，二组分分离程度可达 99.7%，可认为二组分已完全分离。

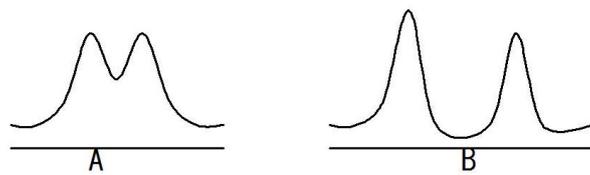
### 分离度的影响因素

分离度  $R$  的定义并没有反映影响分离度的诸因素。实际上，分离度受理论柱效 ( $n$ )、选择因子 ( $\alpha$ ) 又叫相对保留值和容量因子 ( $k$ ) 三个参数的控制。

两相邻组分怎样才算达到完全分离？

1. 两峰之间必须有**足够的距离**。但若两峰之间有一定的距离，而每一个峰很宽，以致彼此严重交叠，如下图 A，则二组分仍无法分离。

2. 峰必须**很窄**。只有同时满足两个条件，二组分才算达到完全的分离，如下图 B。



色谱分离两种情况

①两峰间的距离由两组分在两相间的分配系数所决定。对于确定的组分，在一定的温度条件下，分配系数的大小取决于固定相的性质。即两峰间的距离受热力学因素控制。

色谱峰宽度由色谱柱效能所决定。即：

两峰间距离——受色谱柱内热力学因素控制(与组分在体系中分配相关)

谱峰宽度——受色谱柱内动力学因素决定(组分在体系两相间扩散和传质)

②柱效能的高低与组分在色谱柱中的运动情况有关，为了控制组分的分离，必须全面考虑色谱热力学和色谱动力学这两个因素，正确的选择固定相和色谱分离操作条件。

(如何理解热力学因素和动力学因素?)

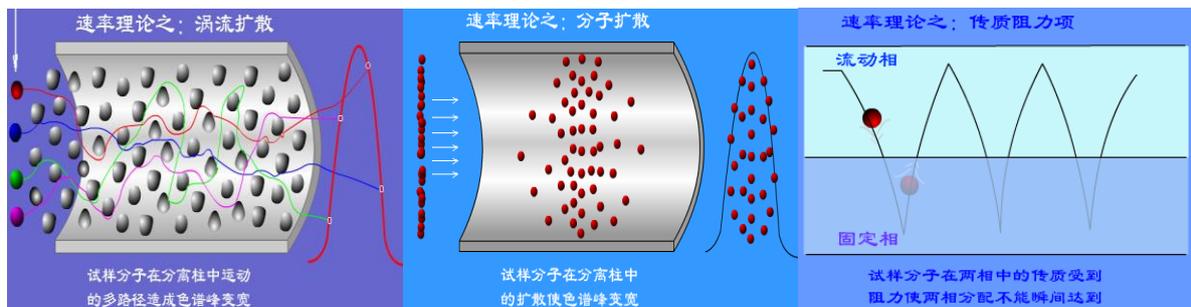
提示：塔板理论是一种半经验性理论。它用热力学的观点定量说明了溶质在色谱柱中移动的速率，解释了流出曲线的形状，并提出了计算和评价柱效高低的参数。但是，色谱过程不仅受热力学因素的影响，而且还与分子的扩散、传质等动力学因素有关，因此塔板理论只能定性地给出板高的概念，却不能解释板高受哪些因素影响；也不能说明为什么在不同的流速下，可以测得不同的理论塔板数，因而限制了它的应用。

### 速率理论

荷兰学者范第姆特 (Van Deemter) 于 1956 年提出了速率理论，指出涡流扩散、分子扩散及组分在气相中和液相中的传质阻力是造成色谱峰扩张使得柱效下降的原因。并从理论上归纳出了联系各影响因素的速率理论方程式：

$$H = A + \frac{B}{u} + Cu$$

速率理论中 A, B, C 三项的具体含义。



A—涡流扩散项；

B—分子扩散项；

C—传质阻力项

### (3) 色谱分离条件选择

载气及其流速的选择

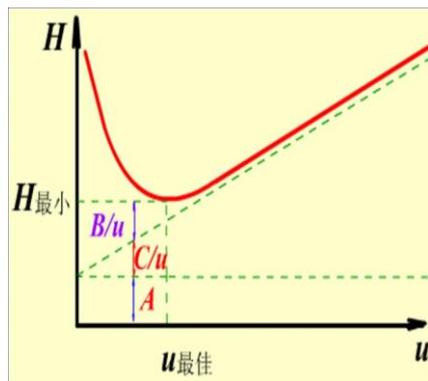
载气流速与柱效-最佳流速

载气流速高时:

传质阻力项是影响柱效的主要因素, 流速↑, 柱效↓, 下图曲线的右边。

载气流速低时:

分子扩散项成为影响柱效的主要因素, 流速↑, 柱效↓, 下图曲线的左边。



$H-u$  曲线与最佳流速:

$$u_{\text{最佳}} = \sqrt{\frac{B}{C}} \quad H_{\text{最小}} = A + 2\sqrt{BC}$$

柱温的选择: 使柱温控制在固定液的最高使用温度和最低使用温度范围之内。

低沸点组分峰易产生重叠, 柱温一般选择接近或略低于组分平均沸点时的温度。

程序升温。

担体粒度的选择

柱长和柱内径的选择

### 本讲师生互动

课堂提问:

- (1) 色谱的概念?
- (2) 色谱流出曲线的作用?
- (3) 最佳流速的推导。

### 本讲作业安排及课后反思

作业: 教材 p64 习题 6、7、17。下一次课上课之前交。

课后反思: 色谱分析的本质是什么, 根据色谱流出曲线可以得到哪些结果?

### 课前准备情况及其他相关特殊要求

课前准备：简单回顾上一单元的教学内容。

### 本讲教学单元的参考资料

苏立强主编. 《色谱分析法》(第一版).北京：清华大学出版社，2009，第二章.

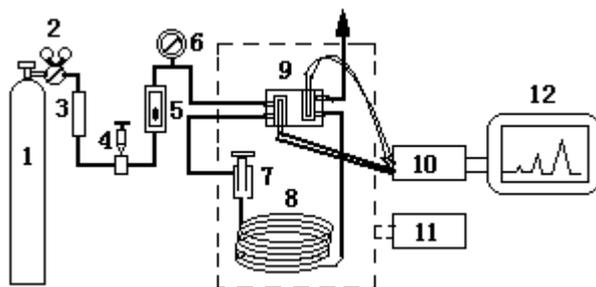
## 7.8 教学内容第八讲

学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	8/2	
<b>本讲教学目标</b> (1) 了解气相色谱固定相及其选择； (2) 气相色谱仪的构造； (2) 了解气相色谱检测器的种类和适用样品条件。						
<b>本讲教学内容</b> <b>知识点：</b> (1) 固定相及其选择； (2) 气相色谱检测器； (3) 程序升温技术。 <b>重点和难点：</b> (1) 固定液的选择； (2) 各种检测器的检测原理； (3) 程序升温技术。						
<b>本讲教学过程及教学方法</b> <b>教学方法：</b> 多媒体教学结合书面板书，课堂提问。 <b>教学过程：</b> (1) 气相色谱固定相 • 固体固定相 • 液体固定相 • 固定液 <span style="float: right;">(此处重点介绍)</span> ① 固定液的特点：固定液品种繁多，能得到较好的对称峰，固定液的用量可以任意变化，又易于涂敷组分保留值的重现性较好，色谱柱的寿命较长。 ② 固定液具备的条件：1) 蒸汽压要低，热稳定性要好—— <b>流失少</b> ； 2) 化学稳定性要好—— <b>不与其它物质反应</b> ；						

- 3) 溶解度要大——分配系数  $K$  适当;
- 4) 选择性要高。
- 5) 粘度和凝固点要低。
- ③ 组分与固定液分子间的相互作用力: 静电力, 诱导力, 色散力, 氢键力。
- ④ 固定液的特性及分类
- ⑤ 固定液的选择: 相似相溶原理选择。

## (2) 气相色谱仪的构造

气相色谱仪器流程由气路系统、进样系统、分离系统、检测系统、信号放大记录系统和温度控制系统组成, 其中分离系统和检测系统是色谱分析的重点。

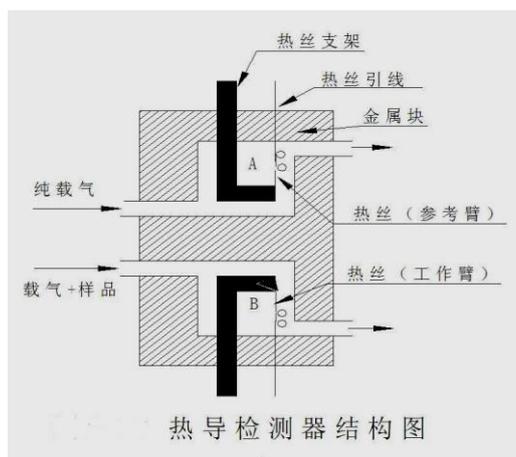


1-载气钢瓶; 2-减压阀; 3-净化干燥管; 4-针形阀; 5-流量计; 6-压力表; 7-进样器; 8-色谱柱;  
9-热导检测器; 10-放大器; 11-温度控制器; 12-记录仪;

## (3) 气相色谱检测器

\* 热导池检测器: 热导池检测器(TCD)是利用被测组分和载气的导热系数不同而响应的浓度型检测器。

(图示法讲解)



热导池检测器的特点:

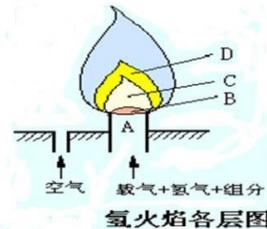
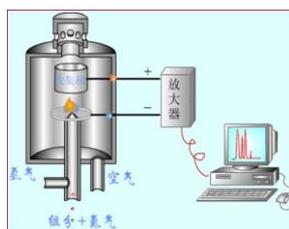
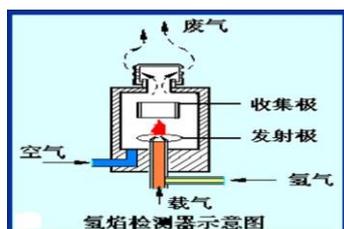
- 结构简单;
- 灵敏度适宜;

稳定性好；

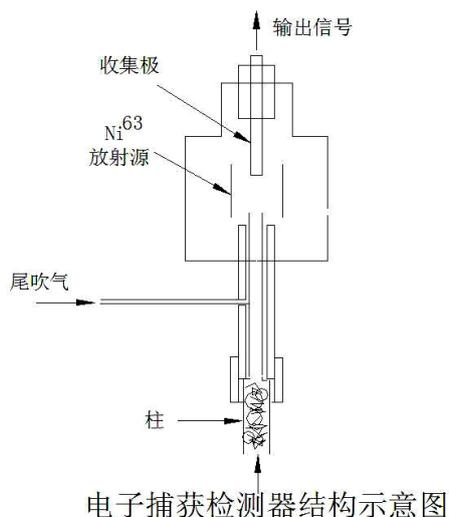
线性范围广；

检测挥发性的无机物和有机物。

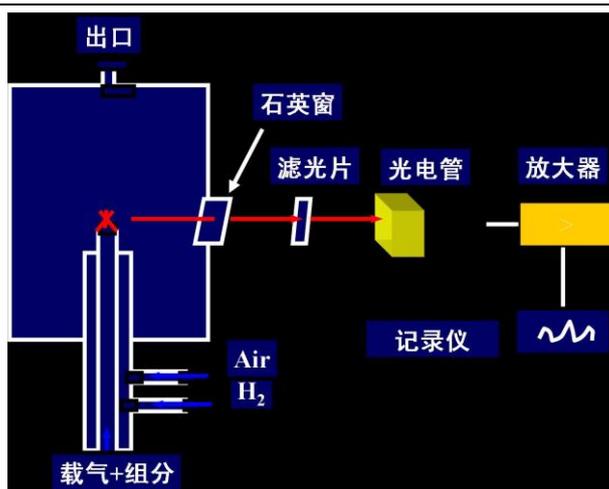
\* 氢火焰离子化检测器：氢火焰离子化检测器（FID）简称氢焰检测器，是目前应用最广泛，比较理想的一种质量型检测器。（图示法讲解）



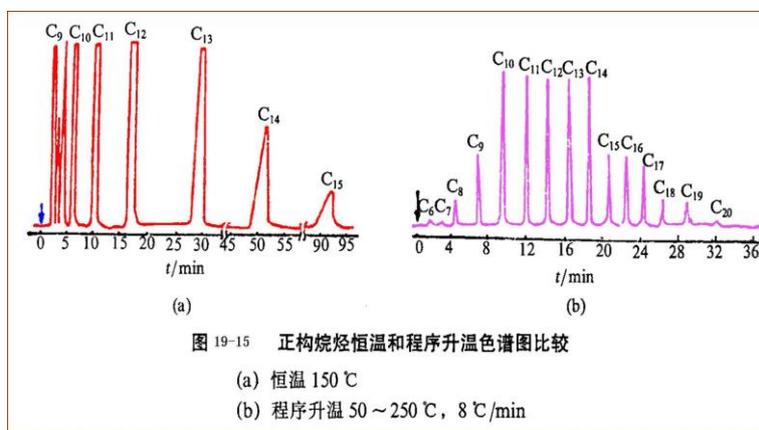
\* 电子捕获检测器：电子捕获检测器（ECD）是目前气相色谱中广泛应用的一种高灵敏度，高选择性的检测器。高选择性是指对具有电负性（分子或原子捕获电子产生负离子的机率）的物质，如含有卤、硫、磷、氮的物质有信号。（图示法讲解）



\* 火焰光度检测器（FPD）：火焰光度检测器是一种对含硫、含磷化合物具有高选择性和高灵敏度的检测器，它能检测 ppm 和 ppb 级的硫、磷化合物，可用于大气中痕量污染物，特别是硫化合物的分析，对农产品和水中痕量有机硫、磷农药残余物的分析。（图示法讲解）



(3) 程序升温技术：程序升温是指按预先设定的程序对色谱柱箱进行控温操作（温度由低到高）。



### 本讲师生互动

课堂提问：

- (1) 固定液的选择原理是什么？
- (2) 程序升温技术有何优点？

### 本讲作业安排及课后反思

作业：教材 p103 习题 3、12。递交时间：下一次上课之前交。

课后反思：各类检测器的适用样品特征。

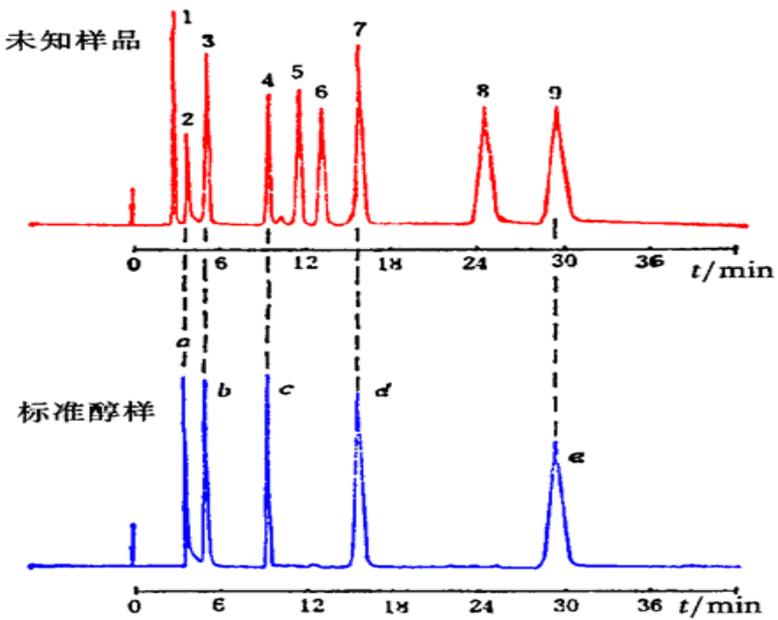
### 课前准备情况及其他相关特殊要求

课前准备：回顾上一单元教学内容，督促学生提交作业。

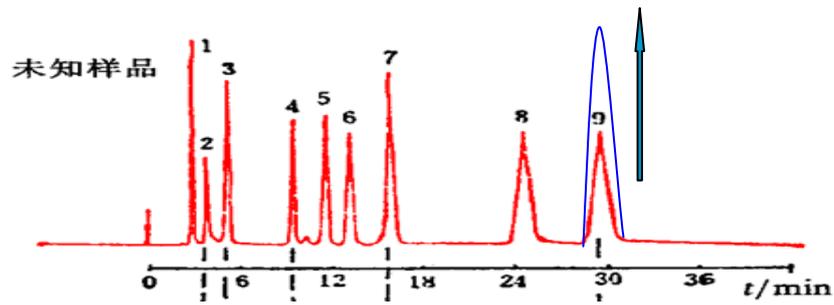
### 本讲教学单元的参考资料

苏立强主编. 《色谱分析法》(第一版).北京：清华大学出版社，2009，第三章.

## 7.9 教学内容第九讲

学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	9/2	
<b>本讲教学目标</b> (1) 了解气相色谱定性方法; (2) 掌握气相色谱定量方法。						
<b>本讲教学内容</b> <b>知识点:</b> (1) 气相色谱定性方法; (2) 气相色谱定量方法。 <b>重点:</b> (1) 归一法和内标法。						
<b>本讲教学过程及教学方法</b> <b>教学方法:</b> 多媒体教学结合书面板书, 课堂提问。 <b>教学过程:</b> (1) 气相色谱定性方法 (课堂讲授) 1.1 利用保留时间和保留体积定性 <div style="text-align: center;">  <p>未知样品</p> <p>标准醇样</p> <p>0 6 12 18 24 30 36 t/min</p> </div> <p>用已知纯物质与未知样品对照比较进行定性分析</p> <p>1 ~ 9 — 未知物的色谱峰    a — 甲醇峰    b — 乙醇峰</p> <p>      c — 正丙醇峰    d — 正丁醇峰    e — 正戊醇峰</p>						

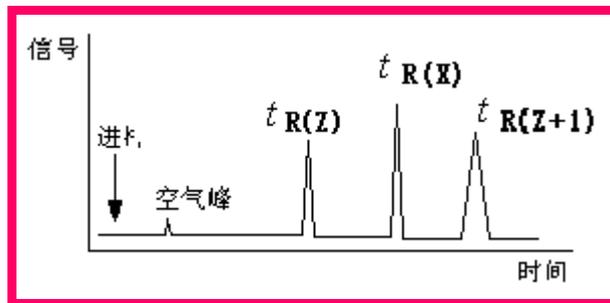
### 1.3 利用加入已知物增加峰高定性



### 1.4 利用双柱定性

### 1.5 利用文献的保留值数据定性

$$I_x = 100 \left[ \frac{\lg t'_{R_x} - \lg t'_{R_z}}{\lg t'_{R_{z+1}} - \lg t'_{R_z}} + z \right]$$



利用选择性检测器进行定性分析

与其它仪器结合定性

### (2) 气相色谱定量方法

(课堂讲授结合板书)

色谱定量分析的依据：在一定的操作条件下，检测器的响应信号（色谱图上的峰面积或峰高）与进入检测器的组分  $i$  的重量或浓度成正比。

即：

$$A_i = s_i m$$

或  $m_i = A_i / s_i = f_i A_i$

#### ① 峰面积的测量方法

校正因子的表示法

定量方法

归一化的计算公式为：

$$P_i \% = \frac{m_i}{m_1 + m_2 + \dots + m_n} \times 100\% = \frac{f_i'}{\sum_{i=1}^n (f_i' A_i)} \times 100\%$$

式中：为几个组分中  $i$  组分的峰面积校正因子。

内标法：

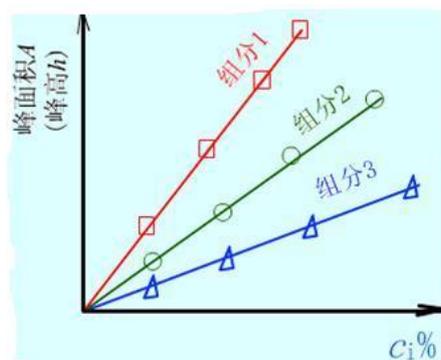
$$m_i = f_i \cdot A_i \qquad m_s = f_s \cdot A_s$$

$$\frac{m_i}{m_s} = \frac{A_i \cdot f_i}{A_s \cdot f_s} \qquad m_i = \frac{A_i \cdot f_i}{A_s \cdot f_s} \cdot m_s$$

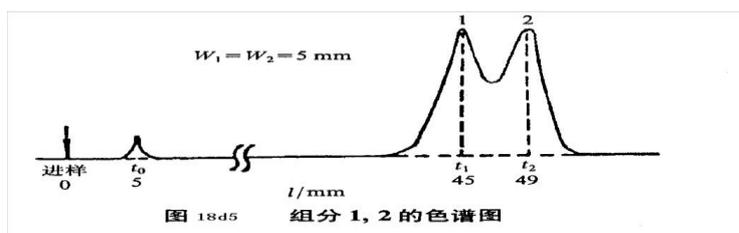
$$C_i \% = \frac{m_i}{m} \times 100\% = \frac{A_i \cdot f_i \cdot m_s}{A_s \cdot f_s \cdot m} \times 100\%$$

试样中加入内标物重量  $m_s$  已知，称取的试样重  $m$  已知，故样品中  $\frac{m_s}{m}$  是已知的。

外标法：外标法又称已知样校正法或标准曲线法。



**习题讲解：**（1）有一根 1m 长的柱子，分离组分 1 和 2 得到如图。图中横坐标  $l$  为记录笔走纸距离。若欲得到  $R=1.2$  的分离度，有效塔板数应为多少？色谱柱要加到多长？



（2）已知物质 A 和 B 在一个 30.0cm 柱上的保留时间分别为 16.40 和 17.63min. 不被保留组分通过该柱的时间为 1.30 分钟. 峰宽为 1.11 和 1.21min, 计算：

- ①柱分辨本领；
- ②柱的平均理论塔板数目；
- ③塔板高度；
- ④达到 1.5 分离度所需的柱长度；

<b>本讲师生互动</b>
课堂提问： (1) 校正因子的概念？ (2) 归一法和内标法的使用条件是什么？
<b>本讲作业安排及课后反思</b>
作业：教材 p64 习题 14、20、21。本章结束，做小结。布置学生查阅资料，了解气相色谱的应用。 课后反思：色谱分析的步骤和方法。
<b>课前准备情况及其他相关特殊要求</b>
课前准备：回顾上一单元教学内容，提出本讲的主要教学内容。
<b>本讲教学单元的参考资料</b>
苏立强主编. 《色谱分析法》(第一版). 北京：清华大学出版社，2009，第二章，第三章.

## 7.10 教学内容第十讲

学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	10/2	
<b>本讲教学目标</b>						
(1) 高效液相色谱分析法的分离原理； (2) 定性定量分析方法。						
<b>本讲教学内容</b>						
<b>知识点：</b>						
(1) 高效液相色谱法的特点； (2) 高效液相色谱法的主要类型； (3) 液相色谱法固定相； (4) 液相色谱法流动相； (5) 高效液相色谱仪。						
<b>重点：</b>						
(1) 高效液相色谱分析法的原理过程； (2) 固定相和流动相的选择原则。						

**难点:**

- (1) 固定相和流动相的选择原则;
- (2) 正相色谱和反相色谱的概念。

**本讲教学过程及教学方法**

**教学方法:** 多媒体教学结合书面板书, 课堂提问。

**教学过程:**

**(1) 高效液相色谱法的特点**

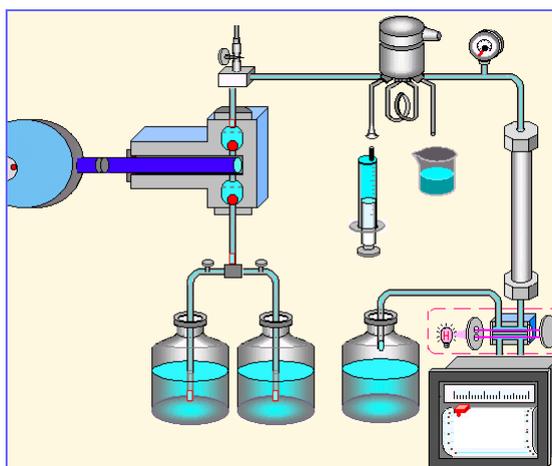
**与气相色谱相比**

高沸点、热不稳定有机化合物及生化试样的高效分离分析方法。

a. 气相色谱法分析对象只限于分析气体和沸点较低的化合物, 它们仅占有机物总数的 20%。对于占有机物总数近 80% 的那些高沸点、热稳定性差、摩尔质量大的物质, 目前主要采用高效液相色谱法进行分离和分析。

b. 气相色谱采用流动相是惰性气体, 它对组分没有亲和力, 即不产生相互作用力, 仅起运载作用。而高效液相色谱法中流动相可选用不同极性的液体, 选择余地大, 它对组分可产生一定亲和力, 并参与固定相对组分作用的剧烈竞争。因此, 流动相对分离起很大作用, 相当于增加了一个控制和改进分离条件的参数, 这为选择最佳分离条件提供了极大方便。

c. 气相色谱一般都在较高温度下进行的, 而高效液相色谱法则经常可在室温条件下工作。



**(2) 高效液相色谱法的主要类型**

反相与正相高效液相色谱

- 反相高效液相色谱：固定相极性<流动相极性
- 正相高效液相色谱：固定相极性>流动相极性

离子交换色谱：是在有机高聚物或硅胶上接枝有机季胺或磺酸基团的阴、阳离子交换剂，以含盐的水溶液作流动相的色谱方法。

离子色谱：分析无机和有机离子的重要方法。

其它高效液相色谱模式：离子对色谱、体积排阻色谱、疏水作用色谱、胶束液相色谱等。

### （3）液相色谱法固定相

液固吸附色谱固定相：极性和非极性

液液分配色谱固定相：类似于 GC 填充柱的固定相

键合相色谱固定相：“固定液”是以化学键的形式与基体结合

离子色谱固定相

排阻色谱固定相

### （4）液相色谱法流动相

流动相的选择

流动相的特性

流动相类别

### （5）高效液相色谱梯度洗脱技术

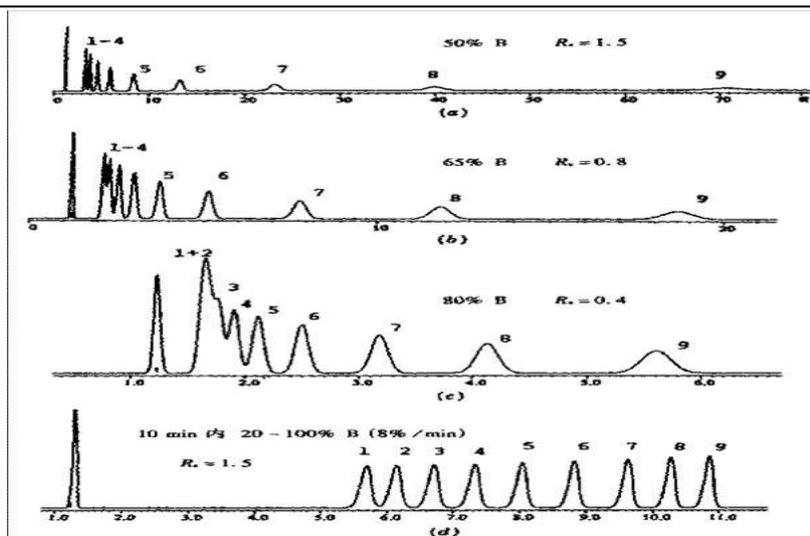
单一洗脱剂：

等度洗脱：流动相的  $k$  值恒定

梯度洗脱：改变流动相的  $k$  值 （此处提示学生梯度洗脱与程序升温的区别）

梯度变化速率

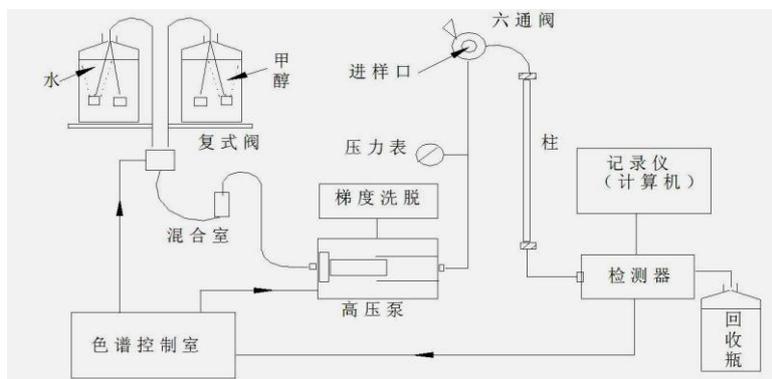
梯度范围



等度洗脱和梯度洗脱分离度对比

### (6) 高效液相色谱仪

高效液相色谱仪器结构：色谱仪器的流程由液体流动相的输液系统、进样系统、分离系统、检测系统、信号放大记录系统组成，其中高压泵、色谱柱和检测系统是高效液相色谱的主要部件。



### 本讲师生互动

#### 课堂提问：

(1) 正相色谱和反相色谱的流出顺序比较？

### 本讲作业安排及课后反思

作业安排：教材 p129 习题 6、7、9、12。

课后反思：液相色谱和气相色谱的分离条件的选择有何不同？

### 课前准备情况及其他相关特殊要求

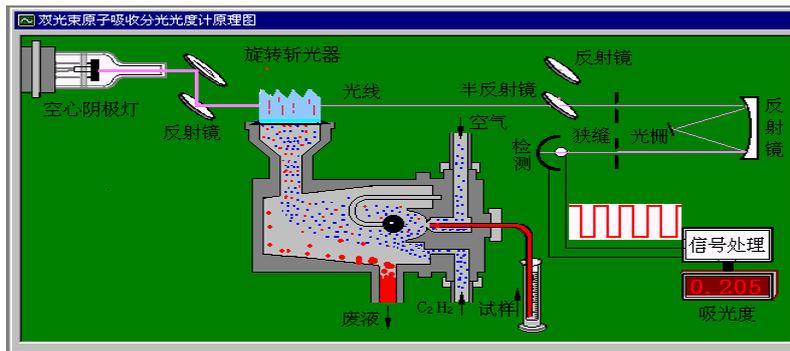
课前准备：回顾气相色谱的相关知识，提出本讲的主要内容。

### 本讲教学单元的参考资料

苏立强主编. 《色谱分析法》(第一版).北京:清华大学出版社, 2009, 第四章.

## 7.11 教学单元十一

学院	教师姓名	课程名称	学分/学时	课程性质	课次/学时	日期
材化学院	吕永军	仪器分析	1.5/22	专业必修	11/2	
<b>本讲教学目标</b> (1) 了解原子吸收光谱分析的基本原理; (2) 了解原子吸收光谱仪的主要构件 (3) 了解原子吸收光谱定量分析方法。						
<b>本讲教学内容</b>						
<b>知识点:</b> (1) 原子吸收光谱法的峰值吸收原理。 (2) 原子吸收光谱分析的原子化装置。 (3) 原子吸收光谱定量分析方法(标准曲线法和标准加入法)。						
<b>重点:</b> (1) 原子吸收光谱分析的原理过程; (2) 原子吸收光谱分析的定量分析方法;						
<b>难点:</b> (1) 峰值吸收测量原理; (2) 标准加入法。						
<b>本讲教学过程及教学方法</b>						
<b>教学方法:</b> 多媒体教学结合书面板书, 课堂提问。						
<b>教学过程:</b> <b>(1) 原子吸收光谱分析概述</b> 原子吸收光谱法(AAS)是基于被测元素的基态原子在蒸气状态时对其特征谱线的吸收程度而建立的分析方法。 <b>优点:</b> 1.检出限低、灵敏度高, 约为 $10^{-10}$ - $10^{-14}$ g; 2.准确度高; 3.选择性好; 4.测定元素多; 5.用样量少, 分析速度快。 <b>缺点:</b> 1.测定不同元素用不同的灯, 不太方便; 2.多数非金属不能直接测定。						



## (2) 原子吸收光谱分析基本原理

光源发射待测元素的特征谱线,通过原子化器中待测元素的原子蒸汽时,部分被吸收,透过部分经分光系统和检测系统即可测得该特征谱线的吸收程度即吸光度。根据吸光度与浓度的线性关系,即可求出待测物质的含量。

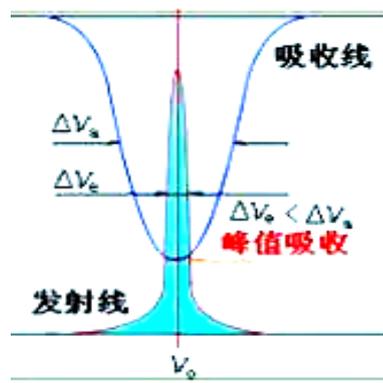
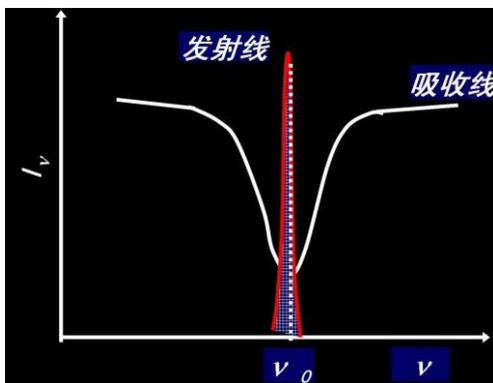
## (4) 原子吸收的测量:

- 锐线光源: 能够发射谱线宽度很窄的原子线光源,使吸收线和发射线变成同类线,强度相近,吸收前后发射线的强度变化明显,准确测量。

要求: 1.发射线宽度小于吸收线 (小); 2.辐射足够强 (强)

3.辐射足够稳定 (稳);

4.辐射光谱足够纯 (纯)



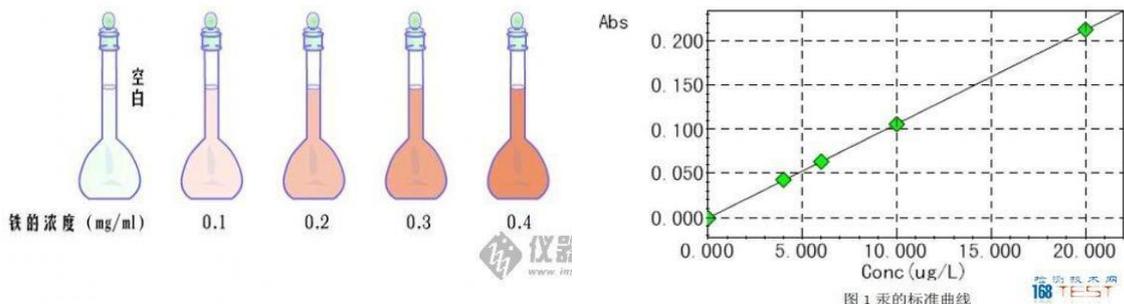
## (5) 原子吸收分光光度计

## (6) 定量分析方法

原子吸收光谱法是一种元素定量分析方法,它可以用于测定 60 多种金属元素和一些非金属元素的含量。

**标准曲线法:** 配制一系列不同浓度的待测元素标准溶液,在选定的条件下分别测定其吸光度,以测得的吸光度 A 为纵坐标,浓度为横坐标作图,得到标准曲线。

**标准加入法:** 取两份体积相同的试样溶液,设为 A 和 B,在 B 中加入一定量的待测元素,然后分别将 A 和 B 稀释到相同体积,再分别测定其吸光度。



### (7)、仪器的主要四大部件

1.光源：发射待测元素的特征谱线，常用空心阴极灯

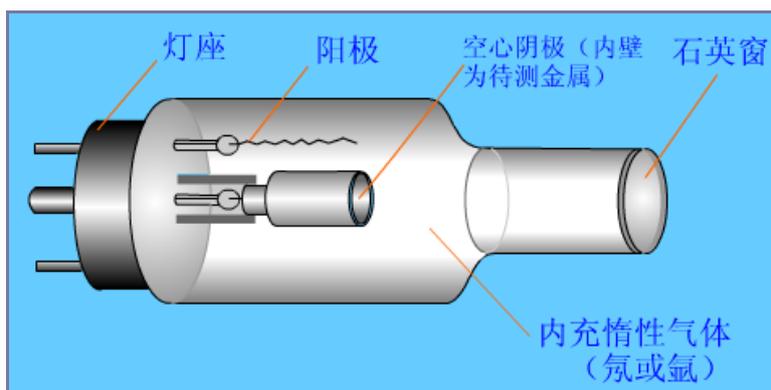
2.原子化器：将待测元素转化为基态原子。

1) 火焰原子化：火焰加热

2) 石墨炉原子化：电加热

3.分光系统：将待测元素的分析线和干扰线分开。

4.检测系统：将分出的光信号转为电信号，并以吸光度的形式显示出来，常用光电倍增管。



### 本讲师生互动

课堂提问：

原子吸收光谱和紫外-可见光吸收有何不同？

### 本讲作业安排及课后反思

作业：教材 p222 习题 1、6、7。

课后反思：锐线光源的概念。

### 课前准备情况及其他相关特殊要求

课前准备：回顾分光光度的相关知识。

### 本讲教学单元的参考资料

张扬祖编.《原子吸收光谱分析应用基础》(第一版).上海：华东理工大学出版社，2007，116-138.

## 8. 课程要求

### 8.1 学生自学要求

要求学生在课前做预习，并对学过的关联课程做复习。

### 8.2 课外阅读要求

要求学生阅读紫外吸收光谱法、电位法、色谱法、原子吸收光谱分析相关的文献或专著，并写出读书报告。

### 8.3 课堂讨论要求

教师提问，学生进行回答；学生提问，教师进行讲解。

### 8.4 课程实践要求

本课程主要讲述仪器分析方法的原理，在实践方面还要结合仪器分析实验这门课程进行。

## 9. 课程考核方式及评分规程

### 9.1 出勤、作业、报告

#### 一、出勤要求

课堂是学习的主要场所，课堂学习是学生获取知识、培养能力、提高素质的主要渠道。学生的高出勤率是创造良好学习氛围、形成良好学习风气、提高综合素质的必要条件。所以，本课程对学生的出勤做出如下具体要求：

a) 学生须按时上课。因故不能按时上课的，事先必须请假，不得事后补假。未请假或请假未准而擅自不出勤者，均以旷课论。旷课一次考勤成绩为零分；累计旷课两次者取消考试资格。

b) 学生不得迟到或无故早退，迟到或无故早退一次扣考勤成绩相应分值，迟到或无故早退累计达三次视为旷课一次，即考勤成绩为零分。

#### 二、作业及报告要求

任课教师根据讲课内容及进度，适当布置习题作业，要求题目多样化，尽量避免布置简单套用公式的习题，学生通过完成习题来掌握本课程的知识，并达到课程教学目标的要求。在习题数量方面，建议2学时课堂教学对应1-2道习题的课后作业。

学生必须按时完成作业（报告），且须保质保量，不得抄袭，若发现雷同作业（报告），则当次作业（报告）计为零分。此外作业最好做在作业本上，要求字迹工整清晰。

出勤、作业、报告作为平时成绩的依据，出勤占 30%、作业占 50%、报告占 20%。

## 9.2 成绩的构成及评分规则说明

(1) 作为专业必修课：平时作业考查，期终卷面考试。

平时成绩占 30-40%，期末考试卷面成绩占 70-60%。以百分制计分，60 分为及格，满分为 100 分。上述两项成绩均以百分制记录。其中，平时成绩根据考勤、课堂互动及作业完成情况评定，任课教师可灵活掌握此三项的计分形式及其所占权重。

(2) 作为专业选修课：平时成绩占 100%。分五级制：优秀、良好、中等、及格、不及格。

## 9.3 考试形式及说明

本课程采取书面、笔试、闭卷考试形式，卷面满分 100 分，试卷考试时间为 120 分钟。在课程教学全面结束约一周后，由教学管理部门统一安排考试时间及地点。

试卷命题应根据本课程授课内容的范围进行。命题要求严谨、难度适宜，应有适当内容的覆盖面，注重综合知识与应用能力的考核。试卷格式必须符合学校教务处的规范要求。

试卷考核层次由以下四个部分组成：

(1) 认识与记忆 ① 对仪器分析课程中的基本概念、定义、名词的重现与复述；  
② 对仪器分析课程的基础知识、基本理论的认识与记忆。

(2) 理解与判断 ① 准确理解仪器分析课程的基本理论知识。② 能正确区分仪器分析课程中易混淆的概念，能运用基本知识和基本理论对仪器分析课程的一些理化检验问题做出准确的判断。

(3) 掌握与应用 ① 牢固掌握仪器分析课程基本知识；② 牢固掌握仪器分析课程基本理论和基本技能，并能熟练运用于样品的理化检验工作。

(4) 分析与综合 ① 能从仪器分析课程基本知识和基本理论出发，运用演绎归纳等方法推论、分析、论证解决某些实际问题。② 掌握各类理化检验方法，能针对实际样品的采集、检验设计较合理的采样方法或检测方法。

本课程的补考规定按照学校相关要求执行，补考对象如下：

(1) 学期期末考试成绩低于 60 分者参加（重修者除外）。

(2) 学期期末成绩达到 60 分到 74 分的学生也可以自愿参加，最终成绩取最高成绩，学生成绩中有补考记录。

(3) 办理缓考手续者。

(4) 因特殊原因没能参加期末考试者。

## 10. 学术诚信规定

考试作弊、协助他人作弊、杜撰数据信息、抄袭（包括抄袭他人作业、抄袭教辅资料答案）、学术剽窃，这些行为皆视为违反学术诚信，其中作弊是指任何利用或企图利用不诚实、欺诈或未经认可的手段以力图获得学分的行为；抄袭是指窃取他人的作品当作自己的，包括完全照抄他人作品和在一定程度上改变其形式或内容的行为。学术剽窃是指把他人的观点表达成自己的，而不注明引用来源的行为。

学术诚信问题零容忍，学生抄袭或其他欺诈行为一经证实，该课程成绩将被判不及格，

情节严重者将上报学校。请同学们高度重视学术诚信问题，对自己负责，严格要求自己，遵守四川理工学院相关的管理规范要求。

## 11 课堂规范

11.1 学生课堂纪律与礼仪：依据四川理工相关规定

11.2 任课教师课堂规范：依据四川理工相关规定

## 12 课程资源

12.1. 建议教材：朱明华、胡坪主编、《仪器分析》（第四版）。高等教育出版社，2010.

12.2. 参考书：

【1】董慧茹等，《仪器分析》。化学工业出版社，2000.

【2】夏之宁主编，《光分析化学》。重庆大学出版，2004.

【3】赵藻藩主编，《仪器分析》。北京：高等教育出版社，1990.

12.3. 专业学术专著：

[1]D. A. Skoog,《Principles Of Instrumental Analysis》(5th ed.), Harcourt College, 1998.

[2]《原子吸收光谱分析的原理、技术和应用》，清华大学出版社，2004.

[3]傅若农，顾峻岭. 近代色谱分析. 北京：国防工业出版社，1998.

[4]陈培榕，邓勃. 现代仪器分析实验与技术. 北京：清华大学出版社，1999.

[5]李景虹，《自组装膜电化学》，高等教育出版社，2002.

[6]王俊德，商振华，郁蕴璐. 高效液相色谱法. 北京：中国石化出版社，1992.

#### 12.4. 专业刊物

本课程主要相关的中文专业期刊包括：

《色谱》、《现代科学仪器》、《波谱学杂志》、《分析化学》、《应用化学》、《分析仪器》、《波谱学杂志》、《光谱学与光谱分析》等，

英文刊物包括：

Talanta、Journal of Molecular Spectroscopy、Analytica Chimica Acta、Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy、Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy、Analytical Chemistry、Chromatographia、Ultramicroscopy、Journal of Chromatography A-B 等

建议学有余力的学生选择其中的刊物阅读，借此拓宽自身知识面和学术视野。

#### 12.5. 网络课程资源

浙江师范大学仪器分析精品课程：

<http://course.zjnu.cn/inanal/>

中山大学分析化学精品课程：

<http://ce.sysu.edu.cn/echemi/ac/instrumentalviedo/Index.aspx>

清华大学精品课程：

<http://qcourse.tsinghua.edu.cn/eol/jpk/course/layout/frame/index.jsp?courseId=1223>

郑州大学《仪器分析》精品课程网站：

<http://wuhua.zzedu.cn/public/course.asp?sta=3>

#### 12.6. 课外阅读资源：

中国知网，美国化学会期刊，英国皇家化学会期刊

## 13. 其他必要说明

由于本门课程内容繁杂，建议适当增加课时量。

## 14. 合作备忘录

14.1. 合作双方阅读课程实施大纲，理解其内容；

14.2. 合作双方同意遵守课程实施大纲中的各项内容，并签字。