

YOUJI ZUFEN FENXI
GONGZUOYE

有机组分分析

工作页

主 编 谢良汉

 北京理工大学出版社
BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

有机组分分析工作页

主 编 谢良汉

副主编 韩衍蝶

 **北京理工大学出版社**
BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

版权专有 侵权必究

图书在版编目 (CIP) 数据

有机组分分析工作页 / 谢良汉主编. —北京: 北京理工大学出版社, 2014. 5
ISBN 978 - 7 - 5640 - 9171 - 2

I. ①有… II. ①谢… III. ①化学分析—教材 IV. ①O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 099741 号



出版发行 / 北京理工大学出版社有限责任公司

社 址 / 北京市海淀区中关村南大街 5 号

邮 编 / 100081

电 话 / (010) 68914775 (总编室)

82562903 (教材售后服务热线)

68948351 (其他图书服务热线)

网 址 / <http://www.bitpress.com.cn>

经 销 / 全国各地新华书店

印 刷 / 北京通县华龙印刷厂

开 本 / 787 毫米 × 1092 毫米 1/16

印 张 / 8

字 数 / 188 千字

版 次 / 2014 年 5 月第 1 版 2014 年 5 月第 1 次印刷

定 价 / 24.00 元

责任编辑 / 钟 博

文案编辑 / 钟 博

责任校对 / 周瑞红

责任印制 / 边心超

图书出现印装质量问题, 请拨打售后服务热线, 本社负责调换

中等职业教育改革发展示范学校建设成果

编委会

主任 桂昕

副主任 杨胜兴 吕志勇 王运平 李会诚

委员 王清杰 张蓉 施忠健 张峭 高宇斌

黄良勇 莫亚平 范海青

本书编写组

主编 谢良汉

副主编 韩衍蝶

参编 黄志勇 王小丽 陈蕾 吴宣 林珊

主审 李会诚

前 言

人才是我国经济社会发展的第一资源，技能人才是人才队伍的重要组成部分。本书以推进以职业活动为导向，以校企合作为基础，以综合职业能力培养为核心，理论教学与技能操作融会贯通的一体化课程教学改革。结合本专业特点，本书采用“任务引领型课程”模式，按“从完成简单工作任务到完成复杂工作任务”的职业成长过程，编排由易到难的综合性学习任务。本书让学生经历完整的工作过程，通过反思得到隐性知识，提升解决复杂问题的能力（包括通用能力与专业能力），最终获得对综合职业能力形成过程极为重要的“工作过程知识”。本书的重点是将“工作情境”的内容具体化，将其以“学习任务”的形式展示，并对其进行教学化处理。

本书主要内容为：针对仪器分析岗位能力的提升，在学习有机组分定性定量分析过程中，查阅国家标准和文献，选择液相色谱、红外光谱等测定方案；流动相配制、色谱柱选择、标准溶液配制、固体样品制备等操作；外标法等定量计算方法、红外光谱解析；使用液相色谱、红外光谱仪、仪器工作站完成检测任务；高效液相色谱仪等度、高压梯度系统的选择配置；按说明书的要求进行调试、技术参数验证、维护保养仪器；判断并解决检测过程中出现的问题。

本书内容的编排以工作页的形式，以“任务引领”为教学设计原则，力求改变把知识、技能与工作任务相剥离的传统格局，不仅在形式上打破传统教材的编写模式，而且在内容上突破了传统教材的结构体系，让学生在完成工作任务的过程中学习相关知识，发展综合职业能力。

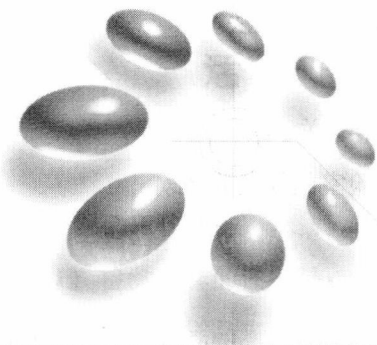
在采用行动导向教学法实施教学时，教师须引导学生进行主动、全面和合作式的学习，“行动”是为达到学习目标而进行的有意识的行为，而不是简单的重复性操作。

编 者
2014.1

目 录

学习任务一 汽水饮料中苯甲酸防腐剂的定性分析（高效液相色谱法）	1
活动一 领取任务（标准、采样）	3
活动二 编制工作计划	7
活动三 实验前的准备工作	18
活动四 实施与反思	22
活动五 总结评价	27
学习任务二 汽水中苯甲酸的定量分析（高效液相色谱法）	30
活动一 领取任务（标准）	32
活动二 编制工作计划	34
活动三 实验前的准备工作	41
活动四 实施与反思	43
活动五 总结评价	47
学习任务三 苯甲酸、山梨酸测定精密度实验（等度 LC 系统认证）	49
活动一 领取任务（标准）	51
活动二 制定工作计划	53
活动三 测定前的准备工作	56
活动四 实施与反思	58
活动五 测后工作（仪器维护、报告）	61
活动六 总结评价	62
学习任务四 咖啡因测定精密度试验（梯度 LC 系统认证）	66
活动一 领取任务（标准）	68
活动二 制定工作计划	73

活动三 测定前的准备工作	78
活动四 实施与反思	81
活动五 测后工作（仪器维护、报告）	83
活动六 总结评价	84
学习任务五 乙醇红外吸收光谱测定	87
活动一 领取任务（标准）	89
活动二 制定计划	94
活动三 测定前的准备工作	96
活动四 实施测定	98
活动五 测后工作（仪器维护、报告）	99
活动六 总结评价	101
学习任务六 苯甲酸红外吸收光谱测定及图谱解析	103
活动一 领取任务（标准）	104
活动二 制定计划	109
活动三 测定前的准备工作	111
活动四 实施测定	112
活动五 测后工作（仪器维护、报告）	113
活动六 总结评价	116



学习任务一

汽水饮料中苯甲酸防腐剂的定性分析（高效液相色谱法）

学习情境描述

苯甲酸、山梨酸是常用的食品添加剂。食品中苯甲酸、山梨酸的测定有气相色谱法、高效液相色谱法（HPLC）等。本学习任务采用 HPLC 法，其具有方法简便、灵敏度高、选择性好、线性范围广等优点。

将样品加温除去二氧化碳和乙醇，调 pH 至接近中性，过滤后将样品放进高效液相色谱仪，色谱分离后，根据保留时间和峰面积进行定性和定量分析。

学习目标

通过本学习任务，在教师的指导下，以小组合作的方式，你应该能够：

- (1) 查阅岛津 LC 系统、工作站说明书，查到色谱工作站的工作程序框图。
- (2) 复述岛津高效液相色谱仪（Lab Solution/LC solution 15C）的基本构造，确认工作流程。
- (3) 按标准方法，列举所需仪器及试剂，确认苯甲酸防腐剂定性分析（色谱法定性分析一般思路）的工作计划。
- (4) 配制指定标准中的相关试剂，识别色谱常见辅助设备并能正确进行过滤和脱气等前处理操作。
- (5) 按标准色谱条件设置仪器参数。
- (6) 按岛津高效液相色谱 LC 工作站（Lab Solution/LC solution 15C）的操作流程对样品进行定性分析并出具相应的色谱图报告，并从色谱图中指出重要分析信息。

- (7) 查到对色谱仪及辅助设备日常简单维护保养的要点。
- (8) 通过案例说明高效液相色谱的分离原理及定性分析的方法。
- (9) 通过案例解释分离度的定义及测定意义。
- (10) 复述色谱柱对各组分选择性的好坏与哪些因素有关。
- (11) 在工作过程中，按照“6S”管理方法进行化验室的规范管理。

工作质控点

导向工作岗位，明确岛津高效液相色谱 LC 工作站 (Lab Solution/LC solution 15C) 的操作流程，设置在分析中要使用的仪器参数及监视分析仪器当前的状态信息。

活动一 领取任务（标准、采样）

1. 明确工作任务

(1) 检测工作的任务是：_____，解决_____问题。

(2) 检测的样品来源是：_____；

采集样品地点为：_____；

采集样品数量为：_____。

(3) 采样标准依据为：_____；

检测参考标准为：_____。

2. 项目分析（采集信息、确认检验方法）

(1) 阅读标准及相关资料，完成下面的问题。

① 标准中规定的测定方法_____。

② 认识固定相、流动相，如图 1-1 所示。

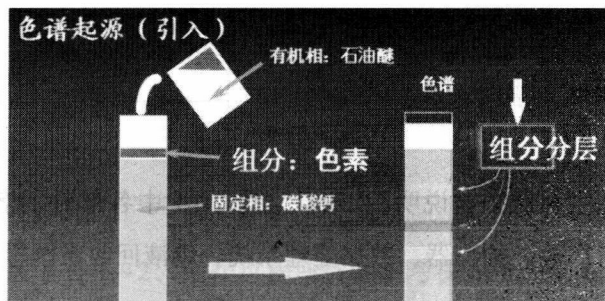


图 1-1 固定相、流动相示意

图中，固定相是_____；流动相是_____。

③ 标准中的检测方法原理（分析流程）。

高效液相色谱法是指一种用_____为流动相的色谱分离分析方法。

它是在经典色谱理论的基础上，采用高压泵、化学键合固定相高效分离柱、高灵敏专用检测器等新实验技术建立的一种液相色谱分析法。

如图 1-2 所示，输液泵将_____以稳定的流速（或压力）输送至分

析体系，在_____之前通过进样器将样品导入，流动相将样品带入色谱柱，在色谱柱中各组分因在固定相中的分配系数或吸附力大小的_____而被_____，并依次随流动相流至_____，检测到的信号被送至数据系统记录、处理或保存。

将样品加温除去二氧化碳和乙醇，调 pH 至接近中性，过滤后将其放进高效液相色谱仪，色谱分离后，根据_____和_____进行定性和定量分析。

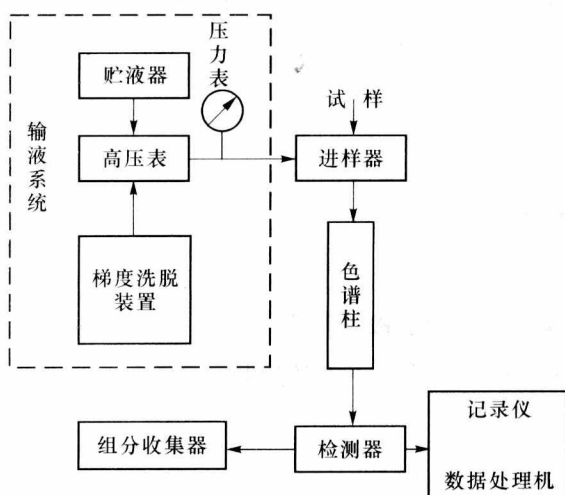


图 1-2 检测流程

(2) 认识高效液相色谱仪。

① 结构部件图。

根据色谱流程图，对照实物说明图 1-3、图 1-4 中各部件的名称（主要由储液器、泵、进样器、色谱柱、检测器、数据处理系统、废液回收系统等几部分组成）。

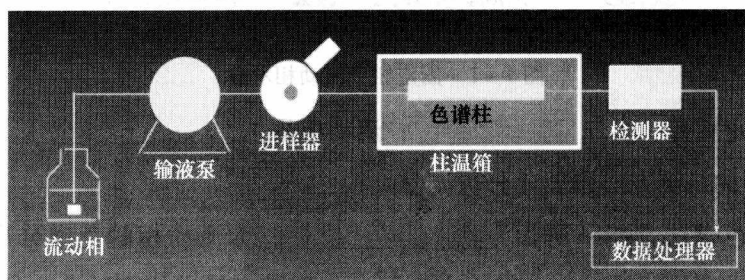


图 1-3 液相色谱流程图

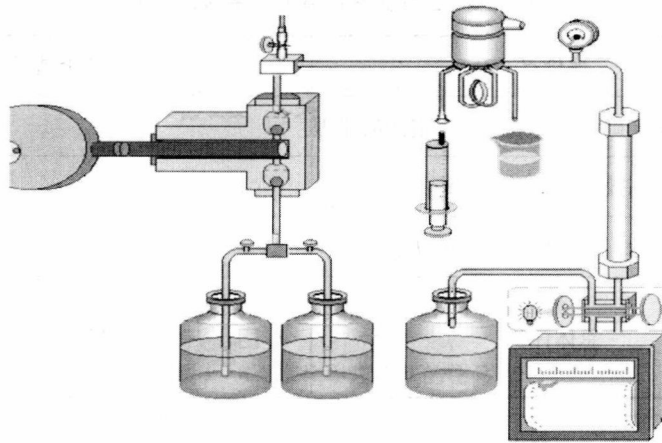


图 1-4 结构部件

② 结构组成及功能（表 1-1）。

表 1-1 结构组成及功能

序号	结构部件	功能	备注
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

学习过程评价表见表 1-2，工作过程所需知识考核评价表见表 1-3。

表 1-2 学习过程评价表

序号	评价点	评价结果
1	学习习惯和态度良好	
2	主动与他人沟通与交流	
3	清楚标准（文献）的查阅方法	
4	在学习过程中记录笔记	
	总体评价	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>

表 1-3 工作过程所需知识考核评价表

序号	评价点	评价结果
1	能用分析流程准确说明高效液相色谱法的原理	
2	能说出高效液相色谱的结构部件	
3	根据图示,能说出各部件的功能	
	总体评价	<input type="checkbox"/>  <input type="checkbox"/>  <input type="checkbox"/> 

活动二 编制工作计划

(1) 查阅标准、说明书、相关资料。

① 明确在工作过程中须检认哪些药品、仪器部件，填入表 1-4。

表 1-4 工作中应检认的物品

序号	物品名称	规格型号	单位	用量	备注

② 认识过滤辅助设备（图 1-5）。

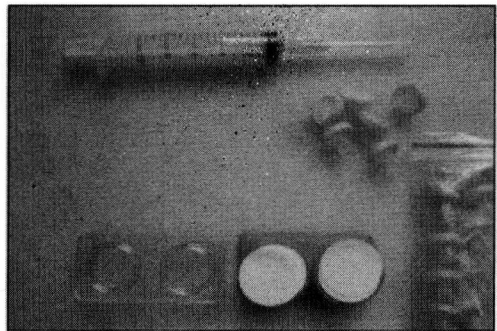
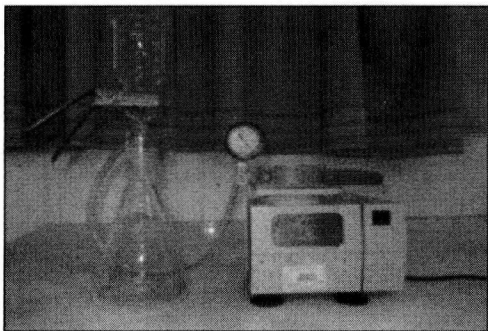


图 1-5 过滤辅助设备

写出操作步骤及注意事项。

③ 认识超声波脱气辅助设备（图 1-6）。

写出操作步骤及注意事项。



图 1-6 超声波脱气辅助设备

④ 认识贮液罐及吸滤头 (图 1-7、图 1-8)。



图 1-7 贮液罐

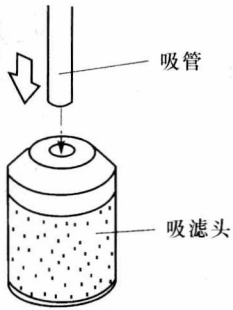


图 1-8 吸滤头

写出操作注意事项。

(2) 查阅标准及相关说明书。

① 明确色谱条件，填入表 1-5。

表 1-5 色谱条件

项目	参数

② 认识色谱柱 (图 1-9)。

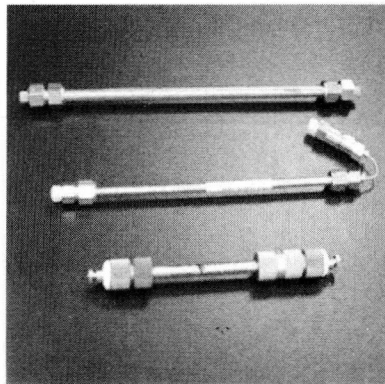
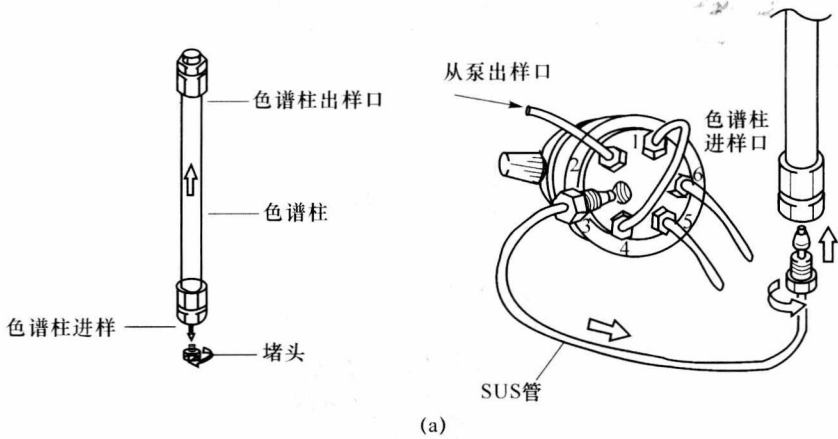


图 1-8 色谱柱

(a) 结构; (b) 实物