



新世纪高等学校教材

化学系列教材

分析化学实验 (II)

唐波 主编



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
北京师范大学出版社

FENXI
HUAXUE
SHIYAN

新世纪高等学校教材

化学系列教材

分析化学实验 (II)

FENXI HUAXUE SHIYAN

唐 波 主 编

山东师范大学 河南师范大学 合 编



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
北京师范大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验. Ⅱ / 唐波主编. — 北京: 北京师范大学出版社, 2015. 2

(新世纪高等学校教材, 化学系列教材)

ISBN 978-7-303-18501-6

I. ①分… II. ①唐… III. ①分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 024402 号

营销中心电话 010-58802181 58805532

北师大出版社高等教育分社网 <http://gaojiao.bnup.com>

电子信箱 gaojiao@bnupg.com

出版发行: 北京师范大学出版社 www.bnup.com

北京新街口外大街 19 号

邮政编码: 100875

印刷: 北京中印联印务有限公司

经销: 全国新华书店

开本: 170 mm×230 mm

印张: 9

字数: 161 千字

版次: 2015 年 2 月第 1 版

印次: 2015 年 2 月第 1 次印刷

定价: 18.00 元

策划编辑: 范 林

责任编辑: 刘文平

美术编辑: 焦 丽

装帧设计: 焦 丽

责任校对: 李 菡

责任印制: 陈 涛

版权所有 侵权必究

反盗版、侵权举报电话: 010-58800697

北京读者服务部电话: 010-58808104

外埠邮购电话: 010-58808083

本书如有印装质量问题, 请与印制管理部联系调换。

印制管理部电话: 010-58800825

前言

仪器分析发展至今,涵盖了光分析、电化学分析、色谱分析及波谱分析等诸多现代仪器分析方法,已成为研究各种化学理论及解决工农业生产、材料、环境、医学等领域中许多实际问题不可缺少的手段。仪器分析实验作为一门实践类课程,对学生加深理解仪器分析的基本原理,掌握它们的基本实验方法和操作技术,提高动手能力及综合素质,以及了解仪器分析在实际生产、生活中的应用都是非常重要的。

本书为分析化学理论课程的配套实验教材。主要包括光、电、色谱、热分析等基础仪器分析实验,共42个实验,每个实验包括实验目的、实验原理、仪器和试剂、实验步骤、数据处理、思考题等内容。

本书由山东师范大学、河南师范大学共同编写,唐波教授任主编。其中,现代仪器分析简介、气相色谱法、高效液相色谱法、电导分析法、核磁共振波谱法、X射线分析法、热分析法由河南师范大学编写,其他色谱法及联用技术、电位分析法、库仑分析法、伏安分析法、紫外—可见分光光度法、荧光分光光度法、红外吸收光谱法、原子发射光谱法、原子吸收光谱法由山东师范大学编写。在编写过程中,得到了许多从事分析化学工作的教师和实验技术人员的支持和帮助,特此致谢。

由于编者学识水平有限,书中难免存在错漏之处,敬请专家、读者批评指正。

编者
2015年1月

目 录

导 言 现代仪器分析简介 /1

第 1 章 气相色谱法 /4

- 实验 1 气相色谱柱的评价与分离条件的
选择 4
- 实验 2 气相色谱法测定乙醇中微量水分
..... 6

第 2 章 高效液相色谱法 /9

- 实验 3 高效液相色谱法测定饮料中的
山梨酸和苯甲酸 10
- 实验 4 高效液相色谱法测定饮料中
咖啡因的含量 12
- 实验 5 苯酚类化合物的高效液相
色谱分析 15
- 实验 6 复方阿司匹林中有效成分的
高效液相色谱分析 17
- 实验 7 高效液相色谱柱效能的评定 ... 19

第 3 章 其他色谱法及联用技术 /22

- 实验 8 毛细管电泳分离测定饮料中的
防腐剂 25
- 实验 9 毛细管电泳激光诱导荧光
分离检测氨基酸 26

实验 10	未知物的色—质联用分析	29
-------	-------------------	----

第 4 章 电位分析法 /31

实验 11	乙酸的电位滴定分析及其解离常数的测定	31
实验 12	自动电位滴定法测定自来水中的氯离子含量 ...	34
实验 13	离子选择性电极法测定牙膏中游离氟的含量 ...	35

第 5 章 库仑分析法 /39

实验 14	库仑滴定法测定维生素 C	39
实验 15	库仑滴定法测定砷	41

第 6 章 伏安分析法 /44

实验 16	循环伏安法研究铁氰化钾和抗坏血酸的电极 反应过程	45
实验 17	循环伏安法测定亚铁氰化钾	48
实验 18	阳极溶出伏安法测定水中铅和镉	50
实验 19	恒电位沉积金纳米颗粒修饰电极催化测定 多巴胺	53

第 7 章 电导分析法 /57

实验 20	电导法测定水质纯度	57
实验 21	电导滴定法测定食醋中乙酸含量	59

第 8 章 紫外—可见分光光度法 /61

实验 22	工业 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 中微量铁的测定	67
实验 23	分光光度法测定溴百里酚蓝的 pK_a 值	70
实验 24	二阶导数光谱法测定维生素 B_6 片的含量	73
实验 25	分光光度法测定水样中总磷	75
实验 26	分光光度法同时测定钢样中铬锰双组分	78
实验 27	紫外分光光度法测定水中的亚硝酸盐氮	82
实验 28	有机化合物的吸收光谱及溶剂效应	85
实验 29	差值吸收光谱法测定废水中的微量苯酚	87

第 9 章 荧光分光光度法 /90

- 实验 30 荧光分析法测定邻羟基苯甲酸和间羟基苯甲酸
混合物中二组分的含量 90
- 实验 31 同步荧光法同时测定色氨酸、酪氨酸和
苯丙氨酸 92
- 实验 32 荧光分光光度法测定维生素 B₂ 的含量 94

第 10 章 红外吸收光谱法 /97

- 实验 33 红外光谱法测定苯甲酸钠 100
- 实验 34 液体有机化合物结构测定 102

第 11 章 原子发射光谱法 /105

- 实验 35 微波感生等离子体原子发射光谱测定
水样中铜和镉 106
- 实验 36 电感耦合等离子体发射光谱法测定水中磷 ... 107

第 12 章 原子吸收光谱法 /110

- 实验 37 原子吸收光谱法测定球墨铸铁中的镁 110
- 实验 38 火焰原子吸收分光光度法测定废水中的镉、
铜、铅和锌 113
- 实验 39 原子吸收光谱法测定人发中的锌 116

第 13 章 核磁共振波谱法 /119

- 实验 40 测定化合物分子结构和互变异构体的
相对含量 121

第 14 章 X 射线分析法 /124

- 实验 41 二氧化钛的 X 射线粉末衍射分析 128

第 15 章 热分析法 /132

- 实验 42 热重—差热分析法研究 CuSO₄ · 5H₂O 的
脱水过程 134

导 言 现代仪器分析简介

仪器分析是以物质的物理或物理化学性质为基础而建立起来的分析方法。通过仪器分析方法可以进行物质的组成、含量、结构分析,还可以用于物质的价态分析,表面、微区和薄层分析以及获得其他相关的化学信息。采用这类分析方法进行测量时需要使用特殊或昂贵的分析仪器,故称为仪器分析法。随着仪器分析的发展和应用,它已经成为重要的分析测试方法,而且成为强有力的科学研究手段及分析化学发展的主流。

仪器分析的分类方法很多。若根据分析的基本原理分类,主要有光学分析法、电化学分析法、色谱法,还有其他分析方法。一般来说,仪器分析方法主要包括光、电、色三大分析方法。这些方法一般都有独立的方法原理及理论基础。

光学分析法是基于能量作用于物质后产生电磁辐射信号或电磁辐射与物质相互作用后产生辐射信号的变化而建立起来的一类分析方法。这类方法属于一种物理方法,分为光谱法和非光谱法。

光谱法是以物质与辐射(或能量)相互作用后,引起辐射波长或辐射强度等的变化进行分析的方法。如物质产生的发射、物质对光的吸收、拉曼散射等。光谱法包括原子发射光谱法、原子吸收光谱法、紫外—可见吸收光谱法、红外吸收光谱法、荧光光谱法和核磁共振波谱法。

非光谱法不是以辐射的波长作为特征信号,而仅仅是以测量辐射的某些基本性质的变化来进行分析的方法。如反射、折射、干涉、偏振等。

电化学分析法是利用样品溶液在电极上的电化学性质及其变化规律进行分析的方法。电化学性质用电化学参数(如电压、电导、电流、电量等)来表达。电化学分析法是一种物理化学方法,包括电导分析法、电位分析法、电解和库仑分析法、极谱和伏安分析法等。

色谱分析法是利用混合物中各组分在互不相溶的两相(固定相和流动相)中吸附能力、分配系数或其他亲和作用的差异而建立的分离、测定方法。色谱分

析是一种分离分析方法,通常分为气相色谱和液相色谱。其中包括高效液相色谱、离子色谱、超临界流体色谱等。

除了上述分析方法外,还有其他分析方法,如质谱分析法、热分析法、电泳法以及其他方法。质谱分析法是利用样品被电离为离子碎片后,按照不同离子及碎片的质荷比(m/z)进行分析和确定物质结构的方法。热分析法是利用物质的质量、体积、热导、反应热等与温度的关系进行分析的方法。电泳法是利用离子在电场中迁移速度不同进行分析的方法。

仪器分析具有下述特点:(1)灵敏度高,检测限低,比较适合于微量、痕量和超痕量分析。其灵敏度比化学分析法高得多。如原子吸收光谱法的检测限可达 10^{-9} g(火焰式)和 10^{-12} g(非火焰式),原子发射光谱法的检测限可达 10^{-9} g,离子选择性电极法的检测限可达 10^{-8} g,气相色谱分析法的检测限可达 $10^{-8} \sim 10^{-12}$ g,极谱法的检测限可达 $10^{-8} \sim 10^{-11}$ g 等。可见仪器分析法的灵敏度是很高的,其检测限一般都在 ppm、ppb 级,甚至可达 ppt、ppf 级。因此,对于含量很低的组分,则更具独特之处。特别适用于微量及痕量成分的分析,这对于超纯物质的分析、环境监测以及生命科学研究具有重要意义。例如,电子工业中用的半导体材料单晶硅,要求 $\text{Si}\% > 99.999\ 999\%$,而在剩余的 $0.000\ 001\%$ 的杂质中要求检测出 20 余种杂质元素的含量。这样高的要求,化学分析法根本无法解决,只能借助于仪器分析方法解决。又如,高纯氧化钇(Y_2O_3)中 74 种杂质元素的总含量 $< 10^{-1}$ g/g,用火花源质谱法可一一报告出结果。(2)选择性好。许多仪器分析方法可以通过选择或调整测定的条件,可以不经分离、掩蔽而同时测定混合的组分。(3)操作简便,分析速度快。(4)易于实现自动化和智能化。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),故易于连接电子计算机,实现自动化。(5)应用范围广,除可用于定性、定量分析外,也可用于结构分析、价态分析、状态分析、微区和薄层分析,还可测定有关的物理化学常数。

除了上述优点,仪器分析也存在一定的局限性:(1)多数仪器分析的相对误差较大,准确度不高,一般不适合常量和高含量组分的分析。相对误差一般在 $2\% \sim 5\%$,有的甚至更差,如发射光谱分析的相对误差为 $5\% \sim 20\%$ 。但其绝对误差很小,对于微量成分(低含量组分)的分析,完全可以满足要求。但有些分析方法的准确度是很高的,如电解和库仑分析法(相对误差可小至 0.02%)。(2)仪器分析所用的仪器一般价格较高,甚至很昂贵,有的仪器工作

条件要求较高。

随着现代科学技术的发展及样品组成越来越复杂,单一的分析技术常无法满足要求,因此,仪器联用或几种方法的结合已经成为当今仪器分析的重要发展方向之一。其中特别是分离方法(色谱法)与各种检测方法(红外光谱、质谱、核磁共振等)的联用,有可能汇集各种方法的优点,弥补不足,从而更好地完成分析任务,展现了仪器分析在各自领域的巨大生命力。

分析化学是一门信息科学,信息的采集和处理是仪器分析的另一个发展方向或任务。因此,计算机已经和现代分析仪器密不可分,成为其重要组成部分。计算机在现代分析仪器中的应用使得分析信息的采集和高速处理朝着更准确、更快速、智能化的方向发展。

随着科学技术的不断发展和各学科的相互渗透,将会不断出现新的分析方法和新的分析技术。相信仪器分析将为人类获取物质信息带来无限生机和希望。

第 1 章 气相色谱法

色谱法是一种分离技术。气相色谱法(gas chromatography, GC)是采用气体(载气)作为流动相的一种色谱法。当流动相携带欲分离的混合物流经固定相时,由于混合物中各组分的性质不同,与固定相作用的程度也有所不同,因而组分在两相间具有不同的分配系数,经过相当多次的分配之后,各组分在固定相中的滞留时间有长有短,从而使各组分依次流出色谱柱而得到分离。

气相色谱中常用的载气有氮气、氢气等,这类气体自身不与被测组分发生反应,当试样组分随载气通过色谱柱而得到分离后,根据流出组分的物理或物理化学性质,可选用合适的检测器予以检测,得到电信号随时间变化的色谱流出曲线,也称色谱图。根据色谱组分峰的出峰时间(保留值)可进行色谱定性分析;而峰面积或峰高则与组分的含量有关,可用以进行色谱定量分析。

气相色谱分析法是一种高效能、选择性好、分析速度快、灵敏度高、操作简便以及应用范围广泛的分离分析方法。只要在气相色谱适用的温度范围内,具有 20~1 300 Pa 蒸气压或沸点在 500 °C 以下,热稳定性好,相对分子质量在 400 以下的物质,原则上均可以采用气相色谱法进行分析。

实验 1 气相色谱柱的评价与分离条件的选择

【实验目的】

1. 掌握气相色谱仪的使用方法,熟悉色谱柱性能的评价方法。
2. 理解柱效与载气流速的关系和柱温对色谱分离结果的影响。
3. 学会选择合适的分离条件。

【实验原理】

气相色谱条件对分离有很大的影响,所谓气相色谱条件是指进行色谱分析时所用的色谱柱类型、柱温、载气种类和载气流速、检测器类型和检测器的温度、进样方式和温度等。色谱分离条件的选择是一个复杂的问题。在实际工作

中,常常是选择适当检测方式后,先确定固定相和色谱柱,然后再优化载气流速和柱温,最终在尽可能短的分析时间内获得满意的分离效果。因此,本实验的目的是学习选择最佳色谱分离的载气流速和柱温的优化方法。

根据范·第姆特方程:

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

以 H 对 $\bar{u}$ 作图, H 有极小值,此值所对应的载气流速 $\bar{u}_{\text{opt}}$ 即为最佳流速。

柱温影响组分在两相中的保留行为,使容量因子 k' 改变,从而改变组分的保留时间 t_R 。因此,通过改变柱温可调节色谱选择性 α 和分离度 R 等,从而实现在最短的时间内获得最佳分离效果的目的。

【仪器和试剂】

1. 仪器

气相色谱仪(附氢焰检测器);色谱柱:1.5 m×3 mm(固定相:5%OV-101);微量注射器。

2. 试剂

乙酸乙酯-丁酸乙酯-戊酸乙酯混合样品。

【实验步骤】

1. 载气流速对柱效的影响

开机,按照操作步骤将仪器调至所需工作状态,进样温度:180℃,柱温:100℃。柱前压在0.6 MPa,0.8 MPa,1.0 MPa,1.2 MPa和1.4 MPa下,每次进0.8 μL样品,记录色谱图。相关数据信息填入表1-1。

表 1-1 最佳流速实验结果

柱前压/MPa	0.6	0.8	1.0	1.2	1.4
t_R (保留时间)					
R (分离度)					
$W_{1/2}$ (半峰宽)					
A (峰面积)					
H (理论塔板高度)					

2. 柱温对分离度的影响

根据步骤1的结果,选择最佳流速后,分别在柱温100℃,110℃,120℃3个温度下,注入0.5 μL样品,记录色谱图。相关数据信息填入表1-2。

表 1-2 最佳柱温实验数据记录

柱温(T_c)/ $^{\circ}\text{C}$	100	110	120
t_R (保留时间)			
R (分离度)			
A (峰面积)			

【数据处理】

1. 根据表中数据, 计算不同载气流速时的理论塔板高度 H , 将实验结果填入表 1-1。

2. 绘制 $H-\bar{u}$ 曲线, 确定最佳载气流速。

3. 根据表 1-2, 综合分析速度及分离效率两种因素, 确定最佳柱温。

4. 根据上述数据处理及实验结果, 确定最佳实验条件。

【思考题】

1. 载气流速和柱温对分离有哪些影响? 实际工作中应如何选择?

2. 影响保留值重现性的因素主要有哪些?

实验 2 气相色谱法测定乙醇中微量水分

.....

【实验目的】

1. 学习掌握气相色谱仪的基本操作。

2. 熟悉内标法分析无水乙醇中水的含量的原理。

【实验原理】

在科学研究和化工生产中, 常常测定有机试剂中的微量水分。较常见的方法主要有卡尔·费休法和气相色谱法。本实验通过气相色谱法测定乙醇试剂中的微量水分, 定量的方法是内标法。内标法是色谱分析中一种常用的、准确度高的定量方法。其基本原理是: 准确称取一定量的被测样品($m_{\text{试样}}$), 加入一定量某种纯物质作为内标物(m_s), 混匀后进行气相色谱分析。根据色谱图上被测组分的峰面积(A_i)和内标物的峰面积(A_s)与其对应的质量之间的关系, 便可求出待测组分的含量。内标法的特点是不要求样品中所有组分都出峰, 定量结果比较准确, 不必准确进样。该法适合测定微量组分, 特别是微量杂质的测定。本实验用气相色谱法测定无水乙醇试剂中的微量水分, 根据水和乙醇的沸

点等性质不同将它们分离。用甲醇作内标物，在无水乙醇样品中加入与杂质水分相当的内标物甲醇，根据杂质峰与甲醇峰峰面积之比，便可计算出无水乙醇中杂质水分的含量。

$$\frac{m_i}{m_s} = \frac{f_i A_i}{f_s A_s} \quad (1)$$

$$w_i \% = \frac{m_i}{m_{\text{试样}}} \times 100 \% = \frac{m_s}{m_{\text{试样}}} \cdot \frac{f_i A_i}{f_s A_s} \times 100 \% \quad (2)$$

【仪器和试剂】

1. 仪器

气相色谱仪(附热导池检测器)；色谱柱：GDX-203，2 m×3 mm；1 μL 微量注射器。

2. 试剂

无水甲醇(色谱纯，内标物)；无水乙醇(先用无水硫酸镁去除无水乙醇中的水，得到纯的无水乙醇)，作溶剂用；超纯水；普通乙醇样品(被测物)。

【实验步骤】

1. 色谱参考条件

柱温：120 ℃，汽化室温度：150 ℃，检测器温度：140 ℃，桥电流：150 mA。

2. 水和甲醇相对因子的测定

分别称取超纯水及内标物甲醇各 0.250 0 g，混合后，用无水乙醇作溶剂，稀释，定容于 100 mL 容量瓶中，密封并摇匀。待气相色谱仪基线平直时，吸取 1 μL 上述溶液注入汽化室进行分离和分析。平行测定 3 次，将色谱图中水、甲醇的保留时间和峰面积记录在表 1-3 中。

3. 样品溶液的配制和测定

准确量取 100 mL 待测普通乙醇样品，在分析天平上精确称量其质量(精确至 0.000 1 g)。另用差减法精密称取无水甲醇 0.250 0 g，加入已称重的普通乙醇样品中混合均匀，供分析用。在与测定水和甲醇相对校正因子相同的色谱条件下，吸取 1 μL 进行色谱分析。平行测定 3 次，将色谱图中水、甲醇的保留时间和峰面积记录在表 1-4 中。依照内标法的计算公式，求出普通乙醇样品中水的含量。

【数据处理】

1. 相对校正因子测定数据(见表 1-3)

表 1-3 相对校正因子测定数据

组分	t_R/min				A				$\frac{f_{\text{水}}}{f_{\text{甲醇}}}$
	1	2	3	平均值	1	2	3	平均值	
甲醇									
水									

2. 样品溶液测定数据(见表 1-4)

表 1-4 样品溶液测定数据

组分	t_R/min				A				$\frac{f_{\text{水}}}{f_{\text{甲醇}}}$
	1	2	3	平均值	1	2	3	平均值	
甲醇 (内标物)									
水 (被测物)									

【思考题】

1. 气相色谱(热导池)分析技术的优点和缺点有哪些?
2. 气相色谱分析的定量方法还有哪些? 内标法和面积归一化法定量有何异同点?

第2章 高效液相色谱法

高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)是以液体作为流动相的一种色谱分析法,它的基本概念及理论基础,如保留值、塔板理论、速率理论、容量因子和分离度等,与气相色谱法基本一致,但又有不同。高效液相色谱法与气相色谱法的主要区别可归结为以下几点:

(1)由于流动相的不同,在被测组分与流动相之间,流动相与固定相之间都存在着一定的相互作用力。

(2)由于液体的黏度较气体大2个数量级,使被测组分在液体流动相中的扩散系数比在气体流动相中小4~5个数量级。

(3)由于流动相的选择范围广泛,并可配制成二元或多元体系,满足梯度洗脱的需要,因而提高了高效液相色谱的分辨率。

(4)高效液相色谱采用3~10 μm 细颗粒固定相,使流动相在色谱柱上的渗透性大大减小,流动相阻力增大,必须借助高压泵输送流动相。

(5)高效液相色谱是在液相中进行的,对被测组分的检测,通常采用灵敏的湿法光度检测器,例如紫外检测器、示差折光检测器、荧光检测器等。

与气相色谱法相比较,高效液相色谱同样具有高灵敏、高效能和高速度的特点,但它的应用范围更加广泛。据估计,在自然界数百万种有机化合物中,仅有20%可以不经过化学预处理,直接采用气相色谱分析,而对于总数的75%~80%,则可采用高效液相色谱进行分离分析,特别是许多高沸点、难挥发、热稳定性差的物质,如生物化学制剂、金属有机络合物等物质的分离分析,尤须借助于高效液相色谱方法。目前,高效液相色谱法已得到越来越广泛的应用。

根据固定相的类型和分离机制,高效液相色谱可分为:化学键合相色谱、液一固吸附色谱、离子交换色谱和凝胶渗透色谱等类型。

高效液相色谱的定性和定量分析方法与气相色谱分析相似,在定性分析中,采用保留值定性,或与其他定性能力强的仪器分析方法,如质谱法、红外

吸收光谱法等联用。在定量分析中,采用内标法、外标法或测量峰面积的归一化法等定量方法,其中外标法定量应用较为广泛。

实验3 高效液相色谱法测定饮料中的山梨酸和苯甲酸

.....

【实验目的】

1. 了解高效液相色谱仪的组成及各部分的功能。
2. 掌握保留值定性和直接比较法定量的方法。
3. 掌握利用液相色谱进行分析的一般实验方法。

【实验原理】

苯甲酸(benzoic acid)类防腐剂是最常用的防腐剂,在食品中添加少量苯甲酸时,对人体并无毒害。但过量摄入防腐剂会对人体产生一定的毒性,过量摄入苯甲酸和苯甲酸钠,会影响肝脏酶对脂肪酸的作用。其次苯甲酸钠中过量的钠会对人身体健康产生影响,特别是对于心脏、肝、肾功能弱的人群而言,苯甲酸和苯甲酸钠的摄食是不适合的。因过量摄入苯甲酸和苯甲酸钠而身体健康受到影响的人群中还可能伴有代谢性酸中毒、惊厥和气喘等病症。苯甲酸在碳酸饮料中的使用量,国家标准也有严格限量。《食品添加剂使用卫生标准》(GB 2760—1996)规定苯甲酸在碳酸饮料中不得超过 $0.2\text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$ (以苯甲酸计)。

山梨酸(sorbic acid),化学名称为2,4-己二烯酸,对酵母、霉菌和许多真菌都具有抑制作用,是卫生组织推荐的高效安全的防腐保鲜剂。但是根据《食品添加剂使用卫生标准》,山梨酸在碳酸饮料和橙汁饮料中不得超过 $0.5\text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$ (以山梨酸计)。如果食品中添加的山梨酸超标严重,消费者长期服用,在一定程度上会抑制骨骼生长,危害肾、肝脏的健康。因此,国家规定限量使用这些添加剂。而此类添加剂在食品中残留量的检测也成为相关检验部门的一项重要工作。本实验采用反相液相色谱法,以 C_{18} 键合相色谱柱分离饮料中的山梨酸和苯甲酸,紫外检测器进行检测,以山梨酸和苯甲酸标准系列溶液的色谱峰面积对其质量浓度作标准曲线,再根据试样中的山梨酸和苯甲酸峰面积,由标准曲线算出其浓度。

【仪器和试剂】

1. 仪器

高效液相色谱仪、紫外检测器、 C_{18} 色谱柱、微量注射器、超声波清洗器。