



博 学 而 笃 志

切 问 而 近 思

# 《仪器分析和物理化学实验（上）》

## 实验指导课

(化学系)

雷 杰

[jielei@fudan.edu.cn](mailto:jielei@fudan.edu.cn)

Tel: 65642796; Office: 化学楼332

2014.02.26



## ➤ 主要内容:

- 一、课程特点（重要性、与之前实验异同）；
- 二、课程内容（教材、教学形式、实验室条件等）；
- 三、实验课要求（预习、实验、报告等）；
- 四、自带样品要求；
- 五、实验成绩；
- 六、网上资源；
- 七、学生评教相关。



# 一、课程特点



## 仪器分析在分析化学中的地位

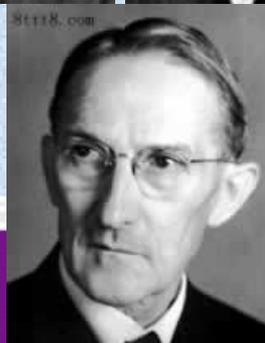
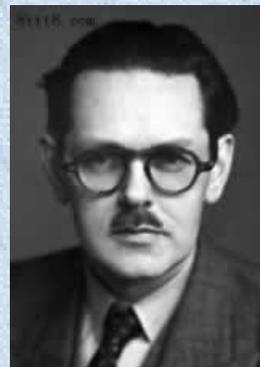
- ✓ 20世纪初，“一门技术” → “一门科学”；
- ✓ 20世纪40年代，化学分析为主 → 仪器分析为主；

一系列重大科学发现，为仪器分析的建立和发展奠定基础。

(1) Bloch F (布洛赫) 和 Purcell E M (珀塞尔)；建立了核磁共振测定方法；**1952**年诺贝尔物理奖；

(2) Martin A J P 和 Syngge R L M；建立了气相色谱分析法；**1952**年诺贝尔化学奖；

(3) Heyrovsky J，建立极谱分析法，**1959**年诺贝尔化学奖。

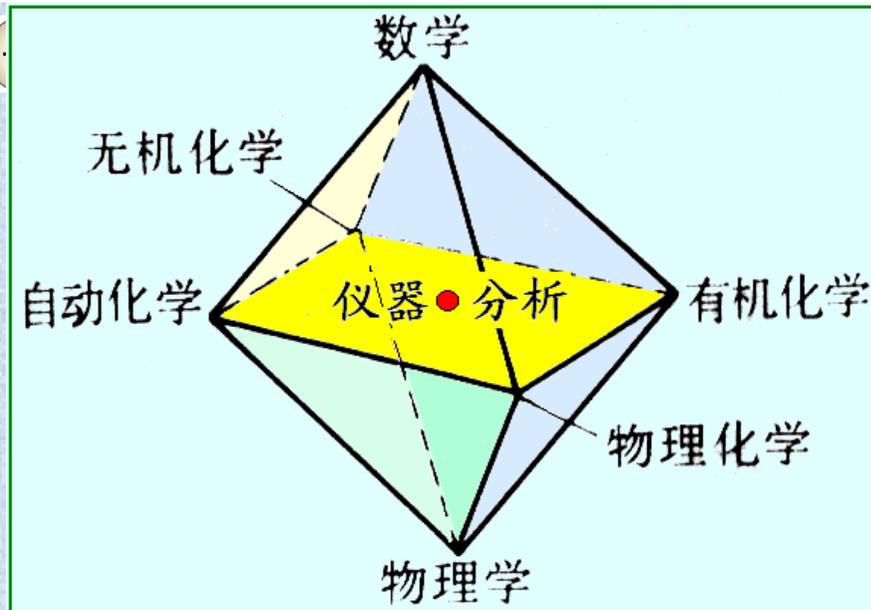




## ✓ 20世纪80年代

多学科交叉渗透；  
计算机应用的迅速发展。

- (1) 计算机控制的分析数据采集与处理；  
实现分析过程的连续、快速、实时、智能；  
促进化学计量学的建立。
- (2) 化学计量学；  
利用数学、统计学的方法设计选择最佳分析条件，  
获得最大程度的化学信息。
- (3) 以计算机为基础的新仪器的出现；  
傅里叶变换红外；色-质联用仪。





## 仪器分析的具体应用领域

**社会：** 体育（兴奋剂）、生活产品质量（食品添加剂、农药残留量、鱼新鲜度）、安检（海关）、烟草方面等等；

**化学：** 新化合物的结构表征；分子层次上的分析方法；

**生命科学：** 蛋白组学、DNA测序、活体检测；

**环境科学：** 环境监测、污染物分析；

**材料科学：** 新材料、结构与性能；

**药物：** 天然药物的有效成分与结构、构效关系研究；

**外层空间探索：** 微型、高效、自动、智能化仪器研制。



## 一些仪器公司(随录)

美国安捷伦 (Agilent) -HPLC;

美国瓦里安 (Varian)-GC、荧光分光光度计-已被安捷伦和布鲁克公司收购;

美国赛默飞世尔 (ThermoFisher) -FTIR(Nicolet);

美国戴安 (Dionex)、瑞士布鲁克 (Bruker);

日本日立 (Hitachi) - 荧光分光光度计; 日本岛津 (Shimadzu);

上海精密科学仪器有限公司-酸度计、电极等;

上海棱光、上海光谱;

北京普析通用-紫外-可见分光光度计;

北京北分瑞利-摄谱仪、原子吸收分光光度计。

仪器信息网 <http://www.instrument.com.cn/>



## 仪器分析实验在仪器分析中的作用

- ✓ 理论指导实验、实验验证和发展理论
- ✓ 科学作风、独立的工作能力、团队合作精神等
- ✓ 实验方案的设计、实验操作和技能、实验数据的处理和谱图解析、**实验结果的表述**等
- ✓ “数据提供者”、“问题解决者”



## 📖 实验安排、教学形式等

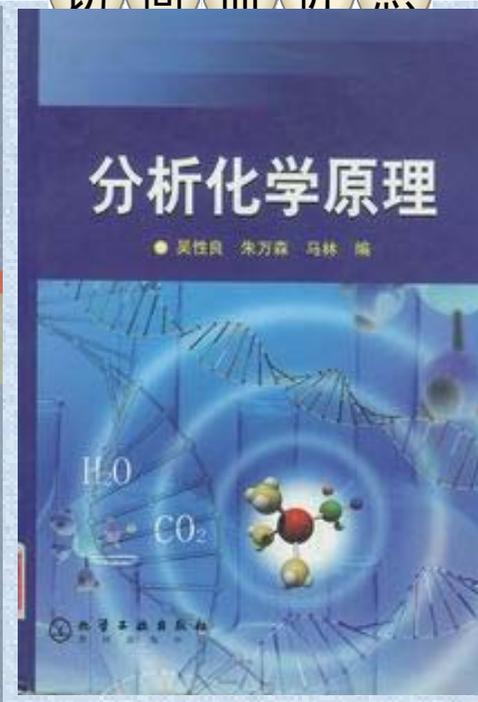
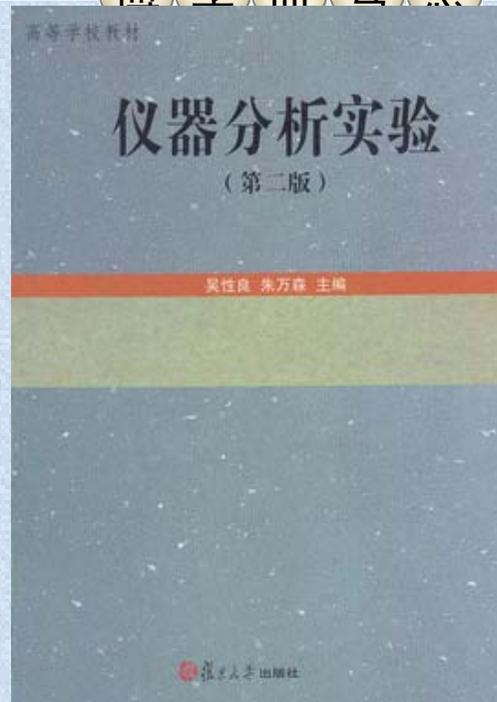
- 实验时间(6学时): 上午: 8:00 ~ 11:35; 下午: 13:30~15:10
- 总共9个实验 (第1~17周); 大家根据个人需要在第6-9周的空闲时间补做没有安排到的实验, 需要提前四个人一组跟带教老师预约、安排时间。
- 学生四人一组轮换 (详见实验安排表);
- 每个教师带教1~2个实验, 尽快适应教师。



## 二、课程内容

### 1. 教材

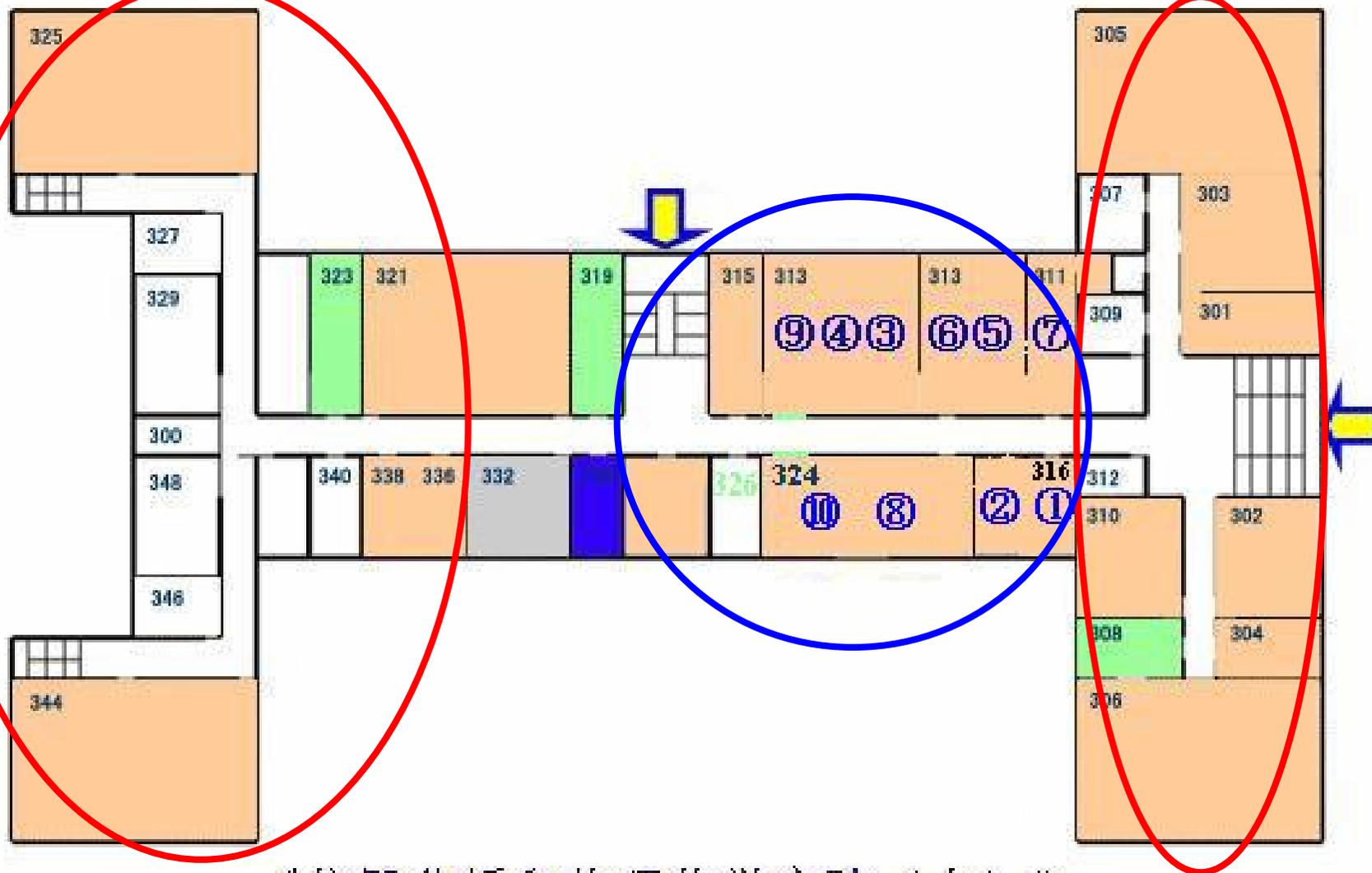
- 《仪器分析实验》（第二版），  
吴性良、朱万森 主编，复旦大学出版社，2008；
- 《分析化学原理》，  
吴性良 等，化学工业出版社，2004、2010。





## 2. 本学期实验

- 实验一 离子选择性电极测定饮用水中的氟
- 实验二 阳极溶出法测定头发中的锌
- 实验三 光度-化学计量法测定饮料中混合色素的含量
- 实验四 荧光分光光度法测定面粉中的核黄素 ( $\text{VB}_2$ )
- 实验五 红外光谱的测绘和定性分析
- 实验六 原子吸收分光光度法测定奶粉中的钙
- 实验七 原子发射光谱摄谱法定性分析 (a:摄谱; b:查谱)
- 实验八 核磁共振法定量测定酚氨咖敏药片中各组分
- 实验九 气相色谱的保留值法定性分析及归一化法定量
- 实验十 毛细管气相色谱法测定野菊花挥发油中龙脑和樟脑的含量
- 实验十一 高效液相色谱法测定食品中的防腐剂和甜味剂
- 实验十二 毛细管区带电泳分析有机化合物的分离条件确定



3. 实验室平面图

《仪器分析和物理化学实验（上）》

实验室平面图

Exper

313房间

## 4. 实验室条件



# 324房间





## 三、实验课要求

### 📖 基本要求

- ✓ 化学实验安全知识：水、电、煤；  
(白大褂；跟理论课一样、手机关机、不迟到早退等等) (洗眼器：化学楼315房间)
- ✓ 已有知识 (移液管、容量瓶、离心机、pH试纸)； 仪器分析实验；
- ✓ 实验前，玻璃仪器自查；
- ✓ 实验结束，值日，签字 (玻璃仪器、大型仪器、抽查)

### 📖 预习要求

- ✓ 预习报告 (写法、预习时间、效果；课本改动等)
- ✓ **原子吸收**分光光度法测定**奶粉**中的**钙** 好奇心





## • 预习效果:

- ☺ 总原理及相关专业术语、相关仪器及其最新进展;
- ☺ 本类实验方法的优点、缺点、适用范围等;
- ☺ 具体到本次实验来讲解: 分离或者分析原理、仪器组成及各部件的要求(可否与其他仪器上同类装置互换?)。根据理论知识预测实验结果等;
- ☺ 关于本次实验的一些细节注意事项: 前期准备、溶液配制、仪器使用等等;
- ☺ 数据处理的一般方法及本次实验所用到的方法和注意事项。



## 举例说明：（实验一）

- 用吸量管取10 mL  $0.100 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的氟化钠标准溶液，和10mL TISAB溶液，在100 mL容量瓶内用去离子水稀释至刻度，摇匀，得含 $[\text{F}^-]$ 为 $10^{-2} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的溶液。再用逐级稀释法配制，得到浓度为 $10^{-2}$ ， $10^{-3}$ ， $10^{-4}$ ， $10^{-5}$ ， $10^{-6} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的一组标准溶液。逐级稀释时，只需加入9 mL TISAB溶液。

| 编号        | 1                  | 2            | 3            | 4            | 5            |
|-----------|--------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 浓度(mol/L) | $10^{-2}$          | $10^{-3}$    | $10^{-4}$    | $10^{-5}$    | $10^{-6}$    |
| NaF液      | 0.1 mol/L<br>10 mL | 1号样<br>10 mL | 2号样<br>10 mL | 3号样<br>10 mL | 4号样<br>10 mL |
| TISAB液    | 10 mL              | 9 mL         | 9 mL         | 9 mL         | 9 mL         |



## 实验要求

- ✓ 允许更改测量体系；
- ✓ 提问、讨论，以学生讲解为主 (口头表达, presentation) ；
- ✓ 如结果与理论预测不符，要能自己找出原因并设计实验来验证。

## 报告要求

类似论文形式 or 传统格式

善于总结 (书面表达, 基金申请等)



• 实验报告的基本结构:

☺ 实验目的;

☺ 实验原理;

☺ 仪器和试剂;

☺ 实验步骤;

☺ 实验记录 (教师签字 玻璃仪器、大型仪器);

☺ 实验结果or数据处理 (图、表等);

☺ 结论;

☺ 思考题;

☺ 参考文献。



预习报告

实验后的一周交报告，报告上交后的一周  
来取报告，不可以代取。



- 图表的正确表示:

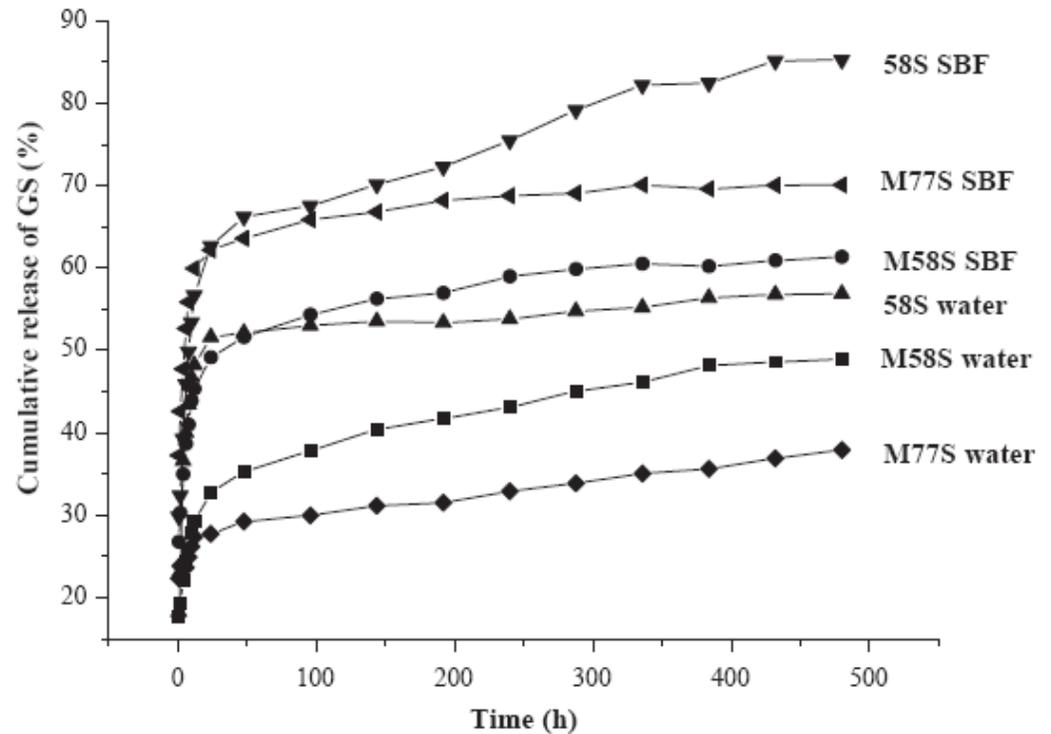


Fig. 6. The cumulative GS release from M77S, M58S and 58S in distilled water and SBF.

Table 1

Composition of human blood plasma, simulated body fluid (SBF) and modified SBF (mM)

| Types        | Na <sup>+</sup> | K <sup>+</sup> | Ca <sup>2+</sup> | Mg <sup>2+</sup> | Cl <sup>-</sup> | HCO <sup>-</sup> | HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> |
|--------------|-----------------|----------------|------------------|------------------|-----------------|------------------|--------------------------------|-------------------------------|
| Human plasma | 142.0           | 5.0            | 2.5              | 1.5              | 148.8           | 4.2              | 1.0                            | 0.5                           |
| SBF          | 142.0           | 5.0            | 2.5              | 1.5              | 103.0           | 27.0             | 1.0                            | 0.5                           |
| Modified SBF | 142.0+x         | 5.0            | 2.5              | 1.5              | 103.0           | 27.0             | 1.0                            | 0.5                           |

$x$  is the additional concentration of Na<sup>+</sup> added by the replacement of tris-(hydroxymethyl aminomethane) (Tris) using sodium hydroxide (NaOH) to eliminate the interference of the Tris-amino groups and adjust the pH value of SBF solution to 7.4.



## 四、自带样品

- 第**12/13**周为自带样品周（日常生活中、课题组、其他实验等）。
- 至少提前两周跟**12/13**周带教自己实验的老师商量，拟定方案。
- 自己设计样品，拟定方案。



## 五、实验成绩

- 预习、实验（态度、操作、速度）、报告、值日等
- 开放性实验（自带样品等）：CE、化学计量学-光学等
- 缺勤（病假、其他、旷课）
- **考试**（掌握简单的专业外语），比重占**30%**左右。

要有心理准备，与以往实验可能不同。



# 六、网上资源

- <http://www.chemistry.fudan.edu.cn/>
- <http://www.ecce.fudan.edu.cn/>
- <http://www.library.fudan.edu.cn/>



復旦大學  
化學系

Department of Chemistry

- ▶ 本系概况
- ▶ 学科
- ▶ 科研
- ▶ 导师
- ▶ 本科生
- ▶ 研究生
- ▶ 实验中心
- ▶ 资料室
- ▶ 人事招聘
- ▶ English
- ▶ PCFP-XVII&NMS-III
- ▶ ACEPS-2



Internet Explorer

edu.cn/

復旦大學 CALIS CASHL CADAL NSTL SHELIB 上海研发服务平台 中国科技论文在线

復旦大學圖書館  
FUDAN UNIVERSITY LIBRARY

读者培训 图书馆咨询委员会 爱心书屋 读者之家

馆藏目录 个人借阅信息 留言板 医科馆 RSS

电子资源

版权声明  
MetaLib/SFX资源门户  
外文数据库  
中文数据库  
外文电子期刊  
中文电子期刊  
电子图书  
试用数据库  
光盘数据库  
学术站点导航  
教师校外访问

图书  
期刊  
会议文献  
学位论文  
专利文献  
标准  
报纸  
古籍  
年鉴  
教材与教参  
国内外图书馆

常用数据库链接

- 中国期刊全文数据库
- 万方数据资源系统
- 中文科技期刊数据库
- Web of Science
- ACS美国化学学会
- APS、AIP美国物理学会
- Blackwell电子期刊
- EBSCO全文数据库
- Elsevier
- EI Village 2
- IEEE/IEE Electronic Library
- John Wiley
- JSTOR过刊库
- Kluwer Online
- Nature全文在线
- OCLC FirstSearch
- PQDT学位论文
- Springer LINK电子期刊

本馆概况  
读者服务

本馆简介  
开放时间  
馆藏分布  
图书馆规则  
外国教材中心  
文科外版中心书库  
CASHL中心

图书借还  
文献传递  
馆际互借  
读者培训  
学科服务  
信息素养  
科技查新  
查收查引

or Chemical e



| 序号          | 指标                      | 非常好 | 好 | 一般 | 不好 | 很不好 |
|-------------|-------------------------|-----|---|----|----|-----|
| 1           | 本学期整体实验安排方式             |     |   |    |    |     |
| 2           | 实验内容涵盖的知识点（与理论课相互促进）    |     |   |    |    |     |
| 3           | 实验内容的实用性（解决实际问题）        |     |   |    |    |     |
| 4           | 实验内容的新颖性(反应学科前沿)        |     |   |    |    |     |
| 5           | 实验内容的趣味性                |     |   |    |    |     |
| 6           | 开设本门课程的必要性              |     |   |    |    |     |
|             |                         |     |   |    |    |     |
| 7           | 教师对教学内容掌握娴熟，运用自如        |     |   |    |    |     |
| 8           | 教师对教学很有热情               |     |   |    |    |     |
| 9           | 教师的教学方式（符合学生认知特征）       |     |   |    |    |     |
| 10          | 教师的教学语言科学、规范、清晰         |     |   |    |    |     |
| 11          | 教师乐意与我们交流、讨论等           |     |   |    |    |     |
| 12          | 教师鼓励我们独立思考              |     |   |    |    |     |
| 13          | 教师能关注、发现和鼓励学生学习中的创新行为   |     |   |    |    |     |
| 14          | 教师对实验报告 / 讨论等给予必要的反馈    |     |   |    |    |     |
|             |                         |     |   |    |    |     |
| 15          | 对学生在掌握本课程的内容方面          |     |   |    |    |     |
| 16          | 对学生在提高分析和解决问题能力方面       |     |   |    |    |     |
| 17          | 对学生在提高实验操作技能方面          |     |   |    |    |     |
| <b>E</b> 18 | 对学生在提高口头表达（参与交流、讨论）能力方面 |     |   |    |    |     |
| 19          | 对学生在提高书面表达（科技论文写作）能力方面  |     |   |    |    |     |

## 七、学生评教体系

**傅正文:** 抹云楼 212 房间, 电话: **65642522**

**沈建中:** 化学楼 120 室, 电话: **65642407**

**张 松:** 化学西楼 202 室, 电话: **65642138**

**赵 滨:** 化学楼 226 室, 电话: **55664820**

**樊惠芝:** 化学楼 330 室, 电话: **65643982**

**雷 杰:** 化学楼 332 室, 电话: **65642796**

**包慧敏:** 化学楼 226 室, 电话: **55664820**

**张晋芬:** 化学楼 234 室, 电话: **65642406**

1870