

一、氟离子选择电极测定氟 (5410 P154)

1. 配 F-标准溶液 (pF=3.00, 4.00, 5.00, 6.00)

①第一份 pF=3.00: 准确移取 10mL pF=2.00 的 F-标准溶液+10mL TISAB, 用去离子水定容至 100mL;

②第二份 pF=4.00: 准确移取 10mL 第一份溶液+9mL TISAB, 定容至 100mL;

③第三份 pF=5.00: 准确移取 10mL 第二份溶液+9mL TISAB, 定容至 100mL;

2. 被测水样的配制: 准确移取 50mL 待测自来水+ 10mL TISAB 溶液后定容至 100mL。

3. 测量: (测量的电脑操作: 开关-测量-pX 测量)

用蒸馏水清洗至空白电位 (>320V): 小烧杯里装蒸馏水, 把电极放在烧杯里晃烧杯清洗电极, 洗完测一测;

测标准 (20-25ml): 用被测液润洗烧杯和电极三次, 测量时由低浓度向高浓度(pF5-pF3)进行, 每换一个溶液都要润洗; 再次用蒸馏水清洗至空白电位 (>320V)

用待测未知自来水质样润洗烧杯和电极三次后测量待测自来水电位。

4. 数据处理: Excel 做 ϕ -pF 曲线, 根据未知样的 ϕ 计算浓度

5. 对此直线进行拟合, 选择 Analysis- Fitting -Fit Linear -open Dialog 得对话框, 下拉后选择 Find X Y, 得右图对话框, 选 OK

6. 在 A(Y)栏内输入待测溶液的电位差数值, 回车, 在 B(X)栏内得待测溶液的 pF 值。然后根据待测液被稀释的倍数, 算出其氟离子浓度。

二、电位滴定法测定弱酸解常数 (5410 P158)

1. 清洗电极 (F3)

2. 擦拭

3. 清洗干净后置于 50ml 酸溶液中, 加入搅拌子

4. 打开 ZDJ-4 软件, 选择预滴定, 为 pH 型滴定—终止滴定

5. 记录数据

6. 继续放大曲线, 找到 10.78ml 时候 pH 值, 为 8.64

7. 结束

数据处理: ★

三、循环伏安法判断电极过程 (进门右手边) 5411**P173**

1. 电极的预处理。将金圆盘电极表面抛光, 然后用蒸馏水清洗, 待用。

2. 电解池中加入 10^{-3} mol/L $K_3Fe(CN)_6$ 和 0.5mol/L KNO_3 各 5ml, 插入金圆盘指示电极、铂丝辅助电极和饱和甘汞电极, 通 N_2 除 O_2 。

3. 打开电化学工作站

4. 打开 App-【T】键-左上【线性扫描循环伏安法】-【P】-起始电位改为 (-0.2), 第一折返电位改为 (0.8), 扫描段数: 2 段, 根据要求改速率 0.1V/s (注意单位), 量程 1e-5

5. 运行结束

6. 平滑度选择 9 点

7. 全屏显示

8. 保存

9. 测量 (自动测量)

10. 记录峰电位峰电流半峰面积

11. 以不同扫描速率: 10mV/s、40mV/s、60mV/s、80mV/s、100mV/s 和 200mV/s, 分别记录从+0.8~-0.2V 扫描, 记录循环伏安图。

12. 以 20mV/s 扫描速率, 从+0.8~-0.2V 扫描, 分别记录

1.00×10^{-5} mol/L、 1.00×10^{-4} mol/L、 1.00×10^{-3} mol/L、

1.00×10^{-2} mol/L $K_3Fe(CN)_6$ +0.5mol/L KNO_3 溶液的循环伏安图。

13. 数据处理: ★

四、库仑滴定分析 (P142 进门左手边) 5411 P142

1. 电解池中加入 5ml 0.1mol/L 的 KI 溶液, 加入适量去离子水, 加入几滴未知浓度的 $Na_2S_2O_3$ 溶液

2. 打开背后开关, 等待仪器自检

3. 设置搅拌速度-确定

4. 选择滴定方式-第一步预滴定-按确定

5. 参数设置调节电解电流为 1mA, 设定指示电极的直流电压为 50~100mA, 点击【自动滴定】, 上面数字是指示电位, 下面是滴定时间。接近预滴定等当点时, 电位变化快, 停止自动报

6. 实线是滴定曲线, 虚线是一阶导数

7. 按终止键终止

8. 301.0s (预滴定时间) 267.2mV 滴定终点

9. 重新加入硫代硫酸钠溶液

10. 点击【预设终点滴定】, 设置重点为第二步中的等当点电位, 延时电位 1(预控点在等当点之前(低)的 20-30mA)

11. 每次加入 0.5ml 未知的 $Na_2S_2O_3$ 溶液, 重复滴定 3 次。

12. 数据处理: ★ 计算硫代硫酸钠浓度 $=it/96485V$ (mol/L), 计算标准偏差

五、气相色谱分析——热导池 (条件实验及其定性 /进门右手边) 5403

1. 先开载气(氮气): 总压阀逆时针打开-分压阀 (朝自己的) 顺时针打开 (2 大气压) (仪器后方也能看见压力)

2. 开仪器电源: 开关在侧面

3. 按仪器左上方柱温按钮→输入 50℃→按右下角确认

4. 按仪器左上方进样按钮→输入 120℃→按右下角确认

5. 按仪器上方检测按钮→输入 120℃→按右下角确认

6. 按仪器右上方量程按钮→输入 100mA→按右下角确认

7. 柱温 10℃一个点, 一个一个测

8. 点开应用程序, 选通道 1

9. 进样的同时要按按钮开始测定，进样 1.5 微升左右
 10. 看不到基线可以通过视图设置改变 y 轴起始点，让基线上去一点
 11. 上方有一个放弃进样的按钮，点击可以终止测定，适用于点错了没进样的情况
 12. 出现三个峰后即可停止进样。上方绿色方块停止进样的按钮，点击后会留下数据
 13. 之后点击上方“已完成进样”按钮，进入后双击刚刚测定的数据，进入查看数据情况
 14. 左上角“显示”→“积分结果”查看处理后信息
 15. 如果进样太少，不积分，可点击左上角“显示”→“积分参数”降低积分阈值
 16. 开 App-点【连接】-通道 1（一般默认就是）-【柱温程序】-输入一个温度（最佳 应该有默认）-【应用】
 17. 进样：进样同时按开始（开始键在仪器上 在小房子图标旁边）-出图后停止-截图
 18. 数据处理：对比判断化合物类型，通过对比保留时间可知出峰顺序为：CH₂Cl₂、CHCl₃、CCl₄。
- 计算每种物质的分离度★

六、气相色谱分析——氢火焰（定量测量） 5403

P230

1. 先开载气(氮气)：总压阀逆时针打开-分压阀顺时针打开（2 大气压）（仪器后方也能看见压力）
2. 开主机，开电脑，开空气发生器，等待仪器自检完成
3. 调数据：进样器 120℃，开启，柱箱 100℃开始，10℃一个点（考试会给定温度），开启，前检测器 120℃，开启。仪器灵敏度设置八次方。极性设置为 ON
4. 仪器屏幕点击【4】
5. 开电脑旁边的气（三个旋钮，代表氮气氢气空气，一般是开着的）
6. 在【检测器】里点火，用右箭头将点火的 OFF 变为 ON
7. 开 App【N2000 在线/online?】-不注册-通道 1-数据采集-查看基线-零点校正
8. 电压范围可设置为负值，以看到基线。时间范围设置为 10 分钟
9. 进样（1 微升）：先进样再按键再拔（按键是仪器上连得那个）
10. 上方有一个放弃进样的按钮，点击可以终止测定，适用于点错了没进样的情况
11. 出现两个峰后即可停止进样。上方停止进样的按钮，点击后会留下数据
12. 打开 App【N2000 离线】-【打开】-D 盘（N2000 样品 最后一组数据）（打开样品后弹出的窗口按“否”）
13. 设置积分方法，加大最小峰面积，消除毛刺
14. 点击报告编辑，获取数据（记得勾选分离度和塔

板数等）

15. 数据处理：★

七、离子色谱法测定水中阴离子 5401 P251

1. 分别配制 1000mg/L 目标阴离子的标准储备液
2. 通过稀释，配制不同浓度的一系列标准溶液及混合液
3. 水洗三次注射器，样品洗三次（滤膜往外打水的时候要装上），
4. 中文机器：
5. 双击桌面 IRC 按钮进入界面
6. 建立分析方法、流速设定
7. 设定后点工作平台
8. 平衡
9. 启动平衡
10. 走出基线后 单次测量
11. 样品名称 样品类型
12. 开始
13. 取样一管，弹气泡，插到上面的进样口，推进去 样品不要拔出来!!!!!!
14. 点继续
15. 结束后点【平衡】-【停止】
英文机器：【Date】-【Resume】-进样-【Instruments】-右上角黄条重点【Ok】-曲线部分右键-【auto】-【size】-结束后【Data】-【stop】-? 结束了？我没用过我不知道
16. 数据处理：Excel
做每种物质保留时间与浓度曲线，根据未知试样的保留时间计算浓度。

八、高效反相液相色谱分析 5401 P250

1. 254nm
2. 体积比 88/12，A 棒 88%，B 棒 12%，1.0ml/min，点“设置”-泵启动
3. 先用甲醇润洗三次-用样品洗三次-吸 20 微升样品-注射-顺时针转-出图结束后-再转上去-再拔（不能直接点{泵停止}或{关闭页面}）
4. 数据处理：点击出来的新窗口，记录保留时间和峰面积
5. 流量减小后才能关机

6. 数 据 信号	保留时间 t _R /min	峰面积
7. 试样	3.698	1142766.4
	4.482	146788.4
混合样品		
萘	3.707	1262277.6

联苯	4.482	1019349.0
----	-------	-----------

(1) 确定未知样中各组分的出峰次序: 样品中萘先出峰, 联苯后出峰。

(2) 计算各组分的相对校正因子:

本实验中相对校正因子的计算以萘作为标准物, 从而 $f_{\text{萘}} = 1$,

$$f_{\text{联苯}}' = \frac{A_{\text{萘}}}{A_{\text{联苯}}} \cdot \frac{m_{\text{联苯}}}{m_{\text{萘}}}$$

$$= \frac{1262277.6}{1019349.0} \times \frac{0.02}{0.08}$$

(3) 计算样品中各组分的百分含量:

样品中萘的百分含量:

$$P_{\text{萘}} = \frac{A_{\text{萘}} f_{\text{萘}}'}{A_{\text{萘}} f_{\text{萘}}' + A_{\text{联苯}} f_{\text{联苯}}'} \times 100\%$$

$$= \frac{1142766.4 \times 1}{1142766.4 \times 1 + 146788.4 \times 0.31} \times 100\% = 96.17\%$$

样品中联苯的百分含量:

$$P_{\text{联苯}} = \frac{A_{\text{联苯}} f_{\text{联苯}}'}{A_{\text{萘}} f_{\text{萘}}' + A_{\text{联苯}} f_{\text{联苯}}'} \times 100\%$$

$$= \frac{146788.4 \times 0.31}{1142766.4 \times 1 + 146788.4 \times 0.31} \times 100\% = 3.83\%$$

九、分光光度法测定水中总铁(进门右手边 好像不让带书) 5404 P67 不能看资料

1. 双击打开 UVWin App, 弹出用户名密码直接确定, 等待仪器初始化(十几分钟)
2. 配空白试剂作为参比: 加入 1 mL 10% 盐酸羟胺溶液, 加入 2 mL 0.15% 1,10-二氮菲溶液和 5 mL 乙酸钠溶液, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。
3. 【光谱扫描】-【参数设置或 F4】输入波长范围 600-400-【基线】-导出文件-得到最大波长(主波长)
4. 左侧【定量测量】-上方【参数设置图标】或【F4】设置主波长并选择重复测量 3 次
5. 两边放上空白-【校零】
6. 配标准溶液: 取 5 个 50 mL 容量瓶, 用吸量管分别加入 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液 2.00 mL (0.4 $\mu\text{g/mL}$)、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL, 1 mL 10% 盐酸羟胺溶液, 2 mL 0.15% 1,10-二氮菲溶液, 5 mL 乙酸钠溶液, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。在选定最大吸收波长 λ_{max} 下, 用 1 cm 比色皿, 以试剂空白为参比, 测定各溶液吸光度。绘制 A-c 标准曲线。
7. 取出靠近自己的比色皿放入标准样, 点击【开始】, 在弹出的对话框中填浓度-【确定】, 从低浓度到高浓度依次测完 (0.4-2.0 $\mu\text{g/mL}$)

8. 配未知样: 铁含量的测定取未知铁试样 10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 10% 盐酸羟胺溶液、2 mL 0.15% 1,10-二氮菲溶液和 5 mL 乙酸钠溶液, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。在与标准曲线同样条件下测量其吸光度。

9. 点下面的未知样品框, 放上未知样品点击开始进行测量

数据处理 Excel

做 Abs 与波长曲线, 得出最大波长, 最大波长在 TXT 里有

做 Abs 与浓度曲线, 得回归方程, 计算浓度

十、有机化合物紫外吸收光谱及溶剂的影响 5404

P81 不能看资料

1. 开电脑, 开仪器, 开 APP
2. 溶剂润洗 2 个比色皿 3 次, 两个比色皿都加入参比溶液, 毛玻璃朝向自己插入
3. 点击【光谱扫描】(在左边)
4. 【F4】-调波长范围(乙醇是 230-280, 去离子水是 200-360, 溶剂性质实验中是 210-350)-【确定】-【基线】
5. 把外面(靠近我们)的参比换成未知-【开始】
6. 选中得出的图的文件(在左边)-左上角【峰值检出】图标
7. 保存-导出数据-2 个数据都保存为 txt
8. 数据处理: Excel 根据数据做谱图, 横坐标波长范围, 纵坐标 abs
邻甲苯酚结论: 酸性条件下波峰向波长较短的方向移动。
异丙叉丙酮结论: 大极性溶剂使曲线波动减小
找出峰值波长

十一、原子吸收光谱法测定自来水中镁 5419 P53

1. 开气: 先开助燃气(空气)(在电脑旁边那个), 再开燃气乙炔(燃气瓶是交叉放置的 用扳手开逆时针/往里推转开)(如果选灯的话选 NO.5)
2. 工作灯预热灯电流是 2mA, 光谱带宽 0.4nm, 流量 1500ml/min, 燃烧器高度 6mm, 位置 3.0, 点击【下一步】
3. 【寻峰】-【关闭】-改变峰值-点下一步
4. 在界面 3: 【样品】-单位 $\mu\text{g/mL}$, 一共五个浓度
5. 设置完毕后【点火】
6. 点然后, 将毛细进样管放入蒸馏水中, 点【校零】
7. 点击【样品 1】-点击【测量】, 直接点【开始】就可以开始测量下一个数据
8. 5 个标准样品由低到高测定后, 再用蒸馏水校零, 等读数稳定后就开始标准溶液测试
9. 测待测样 1, 测完再校零
10. 关闭燃气(顺时针), 再关助燃气
11. 数据处理: Excel 根据镁标准液系列吸光度值, 以

吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制镁标准曲线，作出回归方程，计算出相关系数。

十二、荧光光谱分析（进门右） 5408

1. 配溶液，分别加入 0、1、2、3、4ml 的 $1\mu\text{g/ml}$ 的罗丹明 B，加去离子水定容。
2. 原液（浓度高的）润洗比色皿 3 次，取原液，四面擦干插入仪器
3. 打开操作软件【Fl...】-等待自检完成 ready
4. 打开右上【method】键-【general】页面-【measurement】-选择【wavelength scan】-【instrument】页面-【scan mode】-选择{emission 发射}-【EX WL】调为 555nm-【EM Start WL】调为 560nm-【EM End WL】调为 600nm-【scan speed】调为 300（这个视频上说 1500 应该无所谓）-monitor 1500【确定】
5. 打开右边第四个图标【measure】-自动出图后找到 EM 发射峰值波长 1. 574nm
6. 找最佳激发波长：【method】-【scan mode】新选择{excitation 激发}-【EM WL】设为上面一步中找到的峰值波长 1.-【EX Start】和【EX End WL】比前面的峰值波长 1 要小就行。
7. 【measure】-出图后根据下面的数据确定 EX 峰值波长 2. 找到最强的激发峰 555nm
8. 定量测量：【method】-【general】选【photometry】-【instrument】-填入前面测得的两个最佳波长-【standards】设置 4 组浓度 2 4 6 8-【monitor】3000【确定】
9. 第一个标准溶液用去离子水洗三遍，溶液润洗，放进仪器。
10. 【measure】-yes-ok，
11. 标准全部测完后，去离子水洗比色皿，再用未知溶液润洗，按左下角 sample，测未知。
12. 全部测完 5 个
13. 结果处理：Excel 作图算浓度

十三、醛和酮的红外光谱分析（进门左） 5408

P94

1. 无水乙醇冲洗仪器，红外灯下烘干
2. 样品准备：研磨*2（混合物 1:100KBr）-压片：先压固体混合物的片，再压纯 KBr 往上滴加苯甲醛？烘干
3. 压片机里面先放垫片（光面朝上），取研细的粉末铺在上面一勺多点，另外一个垫片光面朝下，压实，放顶针，有直角的一面朝下，压到十吨左右，停一停，取下来，先拿下来上面银色的部分，顶针朝下，垫圈放上去，轻轻施加压力，把顶针压起来，得到压片
4. 用勺子把压片移到样品架上
5. 空白样品架放入仪器
6. 电脑操作：打开 APP 输入密码 OPUS
7. 【测量】（一个绿色的试管图标）-【高级测量】-【高级设置】-分辨率 4 波数，扫描次数 8 次，保存数据 4000-600【结果谱图】-{transmittance 透光率}-【接受退出】

8. 【测量】-【基本设置】-【测量背景单通道】（注意右下角绿色进度条）
9. 把压片装好，放入仪器。
10. 【测量样品单通道】（右下角进度条）
11. 谱图处理：【基线校正】图标（右数第五个）-【校正】
12. 标峰：【标峰】{左上角第二行第二个图标}-【开启交互模式】-出现一条线，往上拖动，线下面的峰都可以被标到，标最大的三四个峰-双击确定-【保存】-右键-【单峰检索】标小峰-右键退出

十四、台式核磁共振波谱仪 5411 P115

1. 注入样品：不用洗，空打几次针管，吸取 0.3-0.5ml 未知试样，排气泡，in 注入推动针管
2. 打开【火狐】浏览器——输入 IP 地址（默认不用输入）
3. 【Script】-【one pulse】-【start run】-【download data】-从右上角下载文件中打开
4. 数据处理：
 - 取消背景网格（三个√全部取消）
 - 放大（左上放大镜加号图标）
 - 【处理】-相位校正（选手动，在蓝色框里左键调主峰（最高的那个）使其对称，右键小峰）
 - 【处理】-基线-全自动
 - 【分析】-参考-参考-最右调为 1ppm（是最右边的峰，不是最高的）
 - 【分析】-标峰-逐个标最高峰
 - 【积分】-手动
 - 右击积分-编辑积分-归一化-最大的调为 3，其他的不动
5. 数据分析：根据最终谱图判断物质；乙苯/乙醇/乙酸乙酯