

液相色谱分析法模块之 任务7 果汁中防腐剂含量的测定及方法验证

教学任务

- 完成果汁中防腐剂含量的测定
- 对该方法进行验证

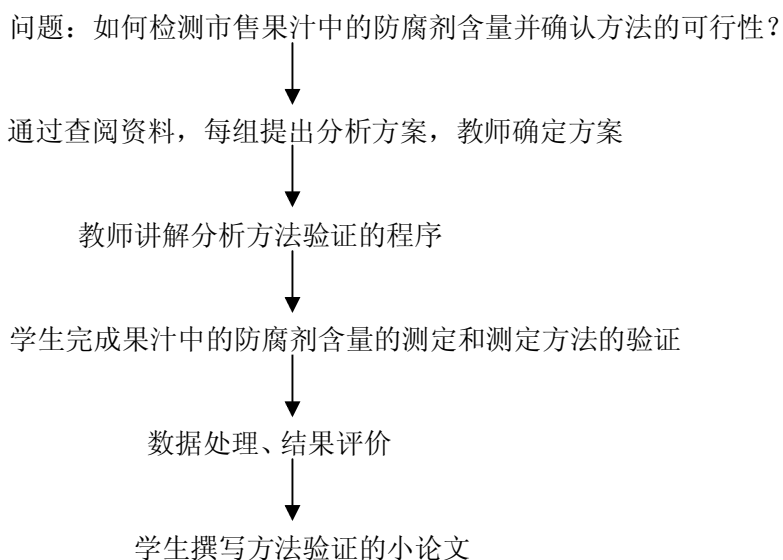
教学方法

- 引探与讲练结合

教学学时

- 每20人一个学习组，4人一台液相色谱仪，分组循环操作，整个任务需16学时。

教学设计



课程引入

- 问题：如何测定果汁中的防腐剂（苯甲酸和山梨酸）含量？
(上次课结束后即布置并安排学生在课后查阅资料)
- 学生根据所查资料提出解决方案并进行现场讨论，教师检查方案的合理性。
(教师参与讨论，提出建议。)
- 学生确定分析方案：“采用外标法测定果汁中的防腐剂含量”
- 如何验证该方案是合理可行的？
(查阅资料，参考实验室质量控制，提出验证方案，教师讲解相关知识)

分析方法验证的内容

- 果汁中防腐剂含量的定量问题：本项目的测定采用“外标法”进行定量。
- 标准对照品的浓度应与样品中所测定组分的量相一致。

- 问题：如何验证本方案的可行性与准确性？
- 实验方法的灵敏度，检出限，稳定性等是衡量实验方法优劣的主要指标。

□ 灵敏度：工作曲线的斜率 $S = \frac{dA}{dC}$ 或 $S = \frac{dA}{dm}$ 。

□ 检出限：能给出 3 倍标准偏差的吸光度所对应的待测元素浓度。 $D_c = \frac{C \times 3\sigma}{A}$ 。

□ 精密度：用于评价方法的精确性，常用相对标准偏差表示：

$$RSD = \frac{\sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\bar{x}}$$

□ 回收率：用于评价方法的准确度，常用回收率表示

$$\text{回收率} = \frac{\text{加标测定值} - \text{未加标测定值}}{\text{加标量}} \times 100\%$$

回收率越接近 100% 方法越准确。

最终的分析方案和分析方法验证方案的确立

（学生讨论，教师最终确立方案）

学生完成项目任务

- 查阅资料，讨论并汇总资料，确定分析方案；溶液配制（流动相、标准溶液等）（此工作需 6 学时）
- 完成果汁中苯甲酸和山梨酸的标准曲线的制作、精密度、回收率、检测限的测定及果汁中防腐剂（苯甲酸和山梨酸）含量的测定（此工作需 6 学时）

实验结果集中展示

- 每组选出一名代表介绍本组的实验设计，实验结果，实验验证的情况。其他组同学对他们的实验提出问题，进行评价，由组内成员解答。
- 讨论总结实验的成功与不足，找出原因，提出解决方法。（教师参与讨论）
- 撰写方法验证的小论文