



普通高等教育“十二五”规划教材

# 仪器分析实验

首都师范大学

《仪器分析实验》教材编写组 编



科学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

# 仪器分析实验

首都师范大学《仪器分析实验》教材编写组 编

科学出版社

北京

## 内 容 简 介

全书共六篇 23 章。第一篇概述包括仪器分析实验室规则、仪器分析实验预习和实验报告、实验数据记录和处理、分析仪器的性能参数和分析方法的评价；第二篇光谱分析法包括原子吸收分光光度法、电感耦合等离子体原子发射光谱法、电感耦合等离子体质谱法、原子荧光光谱法、紫外-可见分光光度法、分子荧光光谱分析法和近红外光谱法；第三篇电化学分析法包括电位分析法和离子选择电极、极谱分析法、伏安分析法和电化学计时分析法；第四篇色谱分析法包括气相色谱法、液相色谱法和毛细管电泳法；第五篇波谱和电镜技术包括质谱法、核磁共振波谱法、红外光谱法、拉曼光谱法和电子显微镜。每章均介绍了仪器组成、基本操作、测量条件选择和注意事项等，共 41 个实验。第六篇为综合设计实验，包括 8 个实验题目以及综合设计实验要求。

本书可作为高等学校化学及相关专业本科生和研究生教材，也可供分析化学及相关专业科研技术人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

仪器分析实验 / 首都师范大学《仪器分析实验》教材编写组编. —北京: 科学出版社, 2016.1

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-03-046904-5

I. ①仪… II. ①首… III. ①仪器分析-实验-高等学校-教材 IV. ①O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2016)第 004440 号

责任编辑: 郭慧玲 丁 里 / 责任校对: 何艳萍

责任印制: 徐晓晨 / 封面设计: 迷底书装

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

北京京华虎彩印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2016 年 1 月第 一 版 开本: 720 × 1000 B5

2016 年 1 月第一次印刷 印张: 17

字数: 349 000

定价: 45.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

# 前 言

仪器分析实验是化学及相关专业本科生的必修基础课。该实验独立开课，对于培养学生掌握基础和先进的分析化学实验技术和技能，培养学生的动手能力和创新意识发挥着重要的作用。

近年来，随着仪器分析的内容不断丰富，理论课和实验课的教学内容都有大幅度增加，新的分析仪器也带动了实验技术的更新。为了适应这种情况，编者感到有必要编写一本既有较广的适用性，又注重体现新技术、新方法的教材，使学生既能掌握经典的方法，又能了解仪器分析的最新发展。

本书编写注重以下几点：

(1) 在内容上避免与仪器分析理论教材重复，注重突出实验方法和技能，各种分析仪器的基本操作方法、基本参数的设定和仪器的调试，以及各种参数对实验的影响等内容，以加强学生对仪器使用、基本测定方法和参数优化等内容的理解。

(2) 引入近年来新的仪器分析方法，不再保留目前很少使用的方法。本书选编了电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)、气相色谱-质谱(GC-MS)、液相色谱-质谱(LC-MS)和毛细管电泳等较新的仪器分析实验，也选编了用化学计量学解析光谱数据，进行样品的分类和鉴别的相关实验。

(3) 选编了一些实际样品测定的国家或行业标准分析测试方法，注重实际应用，使学生把所学与所用联系起来。

参加本书编写工作的有朱若华(第1~4章和第8章)、张兰(第5~7章)、陈郑博(第9章)、刘月英(第10章)、相玉红(第11章和第22章)、邹洪(第12、13章)、林雨青(第14、15章)、叶能胜(第16~18章)、李中锋(第19~21章)、李凯(第23章)。全书由朱若华教授统稿、定稿，张卓勇教授审阅。

编 者

2015年10月

# 目 录

## 前言

## 第一篇 概 述

第 1 章 仪器分析实验室规则	3
1.1 实验室安全	3
1.2 化学试剂的规格和实验用气体钢瓶的使用	4
1.3 实验室用水	7
1.4 分析仪器使用规定	7
第 2 章 仪器分析实验预习和实验报告	9
2.1 实验前准备和预习报告	9
2.2 实验数据记录	9
2.3 实验报告撰写格式和要求	10
第 3 章 实验数据记录和处理	14
3.1 有效数字、不确定度和误差的传递	14
3.2 异常值的判断与处理的原则和方法	17
3.3 校正曲线和回归方程	20
3.4 分析结果的表示	25
第 4 章 分析仪器的性能参数和分析方法的评价	26
4.1 分析仪器的性能参数	26
4.2 分析方法的评价	28

## 第二篇 光谱分析法

第 5 章 原子吸收分光光度法	37
5.1 原子吸收分光光度计的组成和测量过程	37
5.2 原子吸收分光光度计使用指南	40
5.3 PE-AA800 原子吸收分光光度计操作规程	41
实验 1 石墨炉原子吸收分光光度法测定废水中的铅	45
实验 2 悬浮进样-石墨炉原子吸收分光光度法直接测定化妆品中的铅	47
第 6 章 电感耦合等离子体原子发射光谱法	51
6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪的组成	51

6.2	电感耦合等离子体原子发射光谱法测量的基本过程和测量条件的选择	52
6.3	ICP-AES 光谱仪操作规程	53
	实验 3 ICP-AES 同时测定自来水中的钙、镁、铁	54
	实验 4 微波消解 ICP-AES 法测定婴幼儿配方乳粉中 9 种微量元素	57
<b>第 7 章</b>	<b>电感耦合等离子体质谱法</b>	<b>60</b>
7.1	ICP-MS 仪器的基本组成	60
7.2	测量的基本过程和测量条件的选择	61
7.3	Agilent 7500ce 电感耦合等离子体质谱仪操作规程	62
	实验 5 ICP-MS 定量测定水样中的多种微量元素	65
	实验 6 ICP-MS 全定量测定茶叶中的铜和铅	67
<b>第 8 章</b>	<b>原子荧光光谱法</b>	<b>70</b>
8.1	原子荧光光谱仪的基本组成和测量条件的选择	70
8.2	原子荧光光谱仪操作的基本步骤和注意事项	71
8.3	Lumina 3300 原子荧光光谱仪操作规程	72
	实验 7 氢化物原子荧光光谱法测定生活饮用水及其水源中的铅	74
	实验 8 原子荧光光谱法测定水果中的砷	76
<b>第 9 章</b>	<b>紫外-可见分光光度法</b>	<b>79</b>
9.1	紫外-可见分光光度计组成和测量条件的选择	79
9.2	使用紫外-可见分光光度计的注意事项	80
9.3	TU1810 紫外-可见分光光度计操作方法	81
9.4	UV2550PC 紫外-可见分光光度计操作方法	83
	实验 9 差值吸收光谱法测定废水中微量苯酚	85
	实验 10 紫外-可见分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E	87
<b>第 10 章</b>	<b>分子荧光光谱分析法</b>	<b>90</b>
10.1	荧光分光光度计的基本组成	90
10.2	荧光分光光度计的基本操作步骤和主要参数选择	91
10.3	F-4500 荧光分光光度计的使用说明	92
10.4	FLS920 稳态/瞬态荧光光谱仪的使用说明	94
	实验 11 邻、间和对羟基苯甲酸的荧光性质研究	99
	实验 12 分子荧光光谱分析法测定阿司匹林中乙酰水杨酸的含量	101
	实验 13 时间相关单光子计数法测定罗丹明 B 的寿命	103
	实验 14 相对法测定水杨酸的量子产率	105
<b>第 11 章</b>	<b>近红外光谱法</b>	<b>108</b>
11.1	近红外光谱仪的基本组成和测量条件的选择	108
11.2	近红外光谱分析的一般步骤	109

11.3 模型的建立及预测	110
11.4 近红外光谱法常用的仪器	112
11.5 使用近红外光谱仪的注意事项	113
实验 15 近红外光谱仪在橄榄油品质分析和掺杂量检测中的应用	113
实验 16 近红外光谱法鉴定不同产地的柑橘	116

### 第三篇 电化学分析法

第 12 章 电位分析法和离子选择电极	121
12.1 电位分析法仪器组成和基本操作方法	121
12.2 PHSJ-4A 型实验室酸度计使用说明	122
12.3 PHS-2C 精密酸度计的使用	124
实验 17 氟离子选择电极直接电位法测定牙膏中的氟	125
第 13 章 极谱分析法	129
13.1 极谱分析法仪器的基本组成	129
13.2 测量条件的选择和干扰消除	130
13.3 JP-2 型示波极谱仪操作方法	131
实验 18 极谱分析中干扰的消除	132
实验 19 单扫描示波极谱法同时测定铅和镉	134
第 14 章 伏安分析法	137
14.1 伏安分析仪器的基本组成	137
14.2 电极的分类和组成	138
14.3 电极的处理和制备	139
14.4 电化学工作站的基本操作步骤	142
14.5 电化学测试体系的检查和注意事项	146
实验 20 循环伏安法测定铁氰化钾的电极反应过程	147
实验 21 修饰电极的制备及对抗坏血酸的电化学催化行为的研究	149
第 15 章 电化学计时分析法	152
实验 22 恒电流库仑法测定砷	153

### 第四篇 色谱分析法

第 16 章 气相色谱法	157
16.1 气相色谱仪的组成和测量条件的选择	157
16.2 气相色谱仪基本操作步骤和注意事项	159
16.3 气相色谱-质谱联用仪的基本组成	159
16.4 GC7890A 气相色谱仪操作程序和使用注意事项	160

16.5	气相色谱-质谱联用仪操作规程	162
实验 23	气相色谱法分析苯系物含量	163
实验 24	气相色谱-质谱联用法检测方便面中的抗氧化剂	166
实验 25	气相色谱-质谱联用法检测饮料中的山梨酸、苯甲酸	169
<b>第 17 章</b>	<b>液相色谱法</b>	<b>173</b>
17.1	液相色谱仪的组成和测量条件的选择	173
17.2	岛津 LC20A 液相色谱仪操作流程和注意事项	176
17.3	Waters2695 液相色谱仪操作规程	177
17.4	Agilent Technologies 6400 系列液相色谱-质谱联用系统操作方法	179
实验 26	高效液相色谱仪的基本操作和基本参数测定	180
实验 27	高效液相色谱法测定化妆品中防腐剂的含量	183
实验 28	液相色谱-串联质谱测定动物源性食品中莱克多巴胺和克伦特罗的含量	185
<b>第 18 章</b>	<b>毛细管电泳法</b>	<b>189</b>
18.1	毛细管电泳仪的组成	189
18.2	毛细管电泳法测量条件的选择	190
18.3	毛细管电泳仪操作规程	191
实验 29	高效毛细管电泳法测定化妆品中防腐剂的含量	192
实验 30	毛细管电泳法测定中药活性成分生物碱光学异构体	194
<b>第五篇 波谱和电镜技术</b>		
<b>第 19 章</b>	<b>质谱法</b>	<b>199</b>
19.1	质谱仪的基本结构	199
19.2	质谱仪的主要性能指标	201
19.3	质谱法的应用	202
19.4	质谱仪常见问题及解决方法	204
实验 31	GC-MS 定性分析有机混合物	204
实验 32	天然产物中挥发油成分分析(GC-MS)	206
<b>第 20 章</b>	<b>核磁共振波谱法</b>	<b>208</b>
20.1	核磁共振波谱法的基本原理	208
20.2	核磁共振波谱仪	209
20.3	Varian VNMR5 600 MHz 核磁共振波谱仪	212
实验 33	单纯化合物 $^1\text{H}$ NMR 的结构鉴定	214
实验 34	$^1\text{H}$ NMR 谱定量测定波兰伏特加酒中的乙醇含量	216
实验 35	缔合常数 $K_a$ 的测定	219



第 21 章 红外光谱法	223
21.1 红外光谱的特征参数	223
21.2 红外光谱仪的类型和组成	226
21.3 TENSOR Series 傅里叶变换红外光谱仪使用方法	228
实验 36 红外光谱法测定有机化合物的结构	230
实验 37 醛和酮的红外光谱	232
实验 38 红外光谱的校正——薄膜法聚苯乙烯红外光谱的测定	233
第 22 章 拉曼光谱法	235
22.1 拉曼光谱的产生原理	235
22.2 拉曼光谱仪的基本结构	236
22.3 拉曼光谱仪的操作程序与注意事项	237
实验 39 拉曼光谱的测定和分析以及快速检测食用油掺假的研究	239
第 23 章 电子显微镜	242
23.1 透射电子显微镜	242
23.2 扫描电子显微镜	246
实验 40 利用透射电镜观察纳米三角 Ag	250
实验 41 利用扫描电镜观察 Ag 纳米线	253
<b>第六篇 综合设计实验</b>	
参考文献	260

# 第一篇 概述

仪器分析实验是化学及相关专业本科生的必修课程，教学内容包括光谱分析、色谱分析和电化学分析方面的大中型仪器工作原理、操作方法、分析应用和数据处理。

由于部分大型仪器的台数有限，仪器分析实验的安排一般采取所有实验同时开设，学生按2~3人/组(视具体条件也可4~5人/组)通过循环或预约的方式参与实验。通过仪器分析实验，学生能够学会正确使用分析仪器，并对仪器的结构、性能和测量原理及适用样品有更好的了解，同时对仪器分析的理论和方法有更深入的理解。

不同于基础化学实验室，仪器分析实验涉及大型仪器的使用、气体钢瓶的使用和特殊仪器的使用，在实验室安全方面既要遵守一般的实验室安全管理规定，又要注意其特殊性。因此，在进行实验前，必须首先了解实验室安全规则和相关问题。



# 第 1 章 仪器分析实验室规则

## 1.1 实验室安全

由于涉及各种化学试剂和气体的存放和使用，因此化学实验存在潜在的危险。实验室在管理和规定中对化学试剂和仪器的使用给出了明确的说明和提示，但是如果使用不当，仍有可能发生危险。因此，每一位进入实验室的人员，要本着为自己和实验室安全负责的态度，认真了解和遵守实验室的安全操作规程。

在仪器分析实验中，经常使用有腐蚀性、易燃、易爆、易挥发或有毒的化学试剂和溶剂，处理样品需要加热、加压和使用微波设备，分析仪器运行需要气体钢瓶、有机溶剂以及煤气、水、电等。为确保实验的正常进行和人身安全，仪器分析实验室制订了完备的安全规则。

(1) 实验前应对实验内容和实验涉及的仪器、试剂和气体及其危险性有一定的了解。进入实验室必须了解实验室的布局、灭火设施的位置和电闸的位置，了解一旦发生事故的逃生路线。

(2) 进入实验室必须穿着洁净的实验服，不能光脚穿凉鞋或短裤、短裙。一是防止实验中的各种化学试剂溅射到身上以及裸露的肌肤上；二是避免从室外带进大量灰尘等可能对实验有影响的物质。必要时要戴手套和护目镜，避免有毒的溶液或加热时产生的气体、蒸气或超细颗粒进入眼睛。实验时最好不要佩戴隐形眼镜，因为蒸气、液体或一些外来物质可能会附着在眼镜上，长发应扎紧。

(3) 实验室应保持室内整齐、干净。不能将毛刷、抹布扔在水槽中。禁止将固体物质、玻璃碎片等扔入水槽，以免造成下水道堵塞，此类物质以及废纸、废屑应放入废纸箱或实验室规定存放的地方。废酸、废碱应小心倒入废液缸，切勿倒入水槽内，以免腐蚀下水管。

(4) 实验室内严禁饮食、吸烟，一切化学药品禁止入口。实验完毕必须洗手。水、电、加热设备包括烘箱、水浴回流装置、电热板等使用完毕应立即关闭。如需过夜，应征得实验室管理人员同意，并放置明确标识，注明实验时间、实验人员，并应定时检查设备运行情况。离开实验室时，应仔细检查水、电、气、门、窗是否均已关好，还要检查所用的气体钢瓶等是否关好。

(5) 使用电器设备时，应特别细心，切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用，以免触电。

(6) 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性，切勿溅在皮肤或衣服上。使用浓  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 、

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、HClO<sub>4</sub>、氨水时，均应在通风橱中操作。夏天，打开浓氨水瓶盖之前，应先将氨水瓶放在自来水流水下冷却后，再行开启。

使用 CCl<sub>4</sub>、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时，一定要远离火焰和热源。使用完毕将试剂瓶塞严，放在阴凉处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰或热源(如煤气灯或电炉)上加热，而应水浴加热。

(7) 热、浓的 HClO<sub>4</sub> 遇有机物易发生爆炸。如果试样为有机物，应先用浓硝酸加热，使其与有机物发生反应，有机物被破坏后再加入 HClO<sub>4</sub>。蒸发 HClO<sub>4</sub> 所产生的烟雾易在通风橱中凝聚，如经常使用 HClO<sub>4</sub>，通风橱应定期用水冲洗，以免 HClO<sub>4</sub> 的凝聚物与尘埃、有机物作用，引起燃烧或爆炸，造成事故。微波消解装置禁止使用 HClO<sub>4</sub> 为消解溶剂，除非该设备特别注明可以使用 HClO<sub>4</sub>，但仍要注意使用浓度的限制。

(8) 使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒品时应特别小心。剧毒化合物的领取应遵守国家的相关规定。在使用过程中，氰化物不能接触酸，因为二者作用会产生剧毒的 HCN！氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中，使其转化为亚铁氰化铁盐，然后作废液处理，严禁直接倒入下水道或废液缸中。其他有毒溶液必须存放在废液缸中，金属汞要密封保存，作为废液登记，集中由专门的处理公司处理。

(9) 含有多环芳香烃、多氯联苯、农药残留标准溶液等有毒和致癌的有机化合物和重金属的溶液尽管浓度很低，但危害极大，严禁直接倒入下水道，应收集到实验室内专门的废液缸中，集中处理。

(10) 实验过程如发生火情，应首先切断电源，在允许的情况下尽快移除周围的易燃物质，如有机溶剂、钢瓶和其他易燃物质。火情不严重时，应根据起火的原因进行针对性灭火。汽油、乙醚等有机溶剂着火时，用砂土扑灭，绝对不能用水，否则反而会扩大燃烧面积；导线或电器着火时，不能用水或 CO<sub>2</sub> 灭火器，应首先切断电源，用 CCl<sub>4</sub> 灭火器灭火，并根据火情决定是否要向消防部门报告。如火情严重，应立即报警，尽快撤离实验室，通过安全通道离开起火建筑。

(11) 酸或碱不慎溅到皮肤或眼内，应立即用大量水冲洗，眼睛应用洗眼器冲洗，然后用 50 g/L 碳酸氢钠溶液(酸腐蚀时采用)或 50 g/L 硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗，最后用水冲洗。如不小心发生烫伤，可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏，严重者应立即送医院治疗。

## 1.2 化学试剂的规格和实验用气体钢瓶的使用

### 1.2.1 化学试剂的规格

化学试剂的种类繁多，规格和纯度都不相同，分类方法和依据标准也不尽相同。我国常规的化学试剂一般分为四个级别，见表 1-1。

表 1-1 常见化学试剂分级

类别	名称	英文缩写/全称	标签颜色	纯度和适用范围
一	优级纯	G.R. guaranteed reagent	绿色	>99.8%，痕量分析和科学研究工作
二	分析纯	A.R. analytical reagent	红色	>99.7%，常规的定性和定量分析实验
三	化学纯	C.R. chemical reagent	蓝色	适用于一般的化学合成、制备实验和教学实验
四	实验试剂	L.R. laboratory reagent	棕色或其他颜色	一般的化学实验辅助试剂

一、二、三级试剂是依据国家标准(GB)、行业标准(HB)或企业标准(QB)制备的，因此在外包装上都表示了相应的标准号，一些优级纯试剂是基准试剂，同样采用绿色标签，但标签表明为基准物质。

仪器分析实验一般使用分析纯和优级纯试剂。除使用常规试剂外，还有较为特殊的试剂，在灵敏度比较高的仪器分析实验中，要使用专门纯度的试剂和溶剂，常见的是光谱级试剂和色谱级试剂。

在光谱测量中，使用的标准物质通常为光谱级试剂，这类试剂的主成分纯度不一定比分析纯高，但其中的光谱干扰杂质的含量极低，不会干扰待测物质光谱的测定。在一些灵敏度很高的原子光谱仪器测量中，要使用超纯试剂作为标准物质，如等离子体-质谱(ICP-MS)所用的标准物质，对主成分纯度要求很高，绝大多数杂质元素含量应低于0.1 ng/g；等离子体发射光谱(ICP-AES)纯级试剂中，绝大多数杂质元素含量低于1 ng/g；原子吸收分光光度法使用的光谱纯级试剂中，绝大多数杂质元素含量低于10 ng/g。一些金属离子试剂是一定浓度的标准溶液。在使用光谱级试剂时，配制溶液所用的酸必须是优级纯，所用的水必须是超纯水。

在色谱分析中所使用的流动相纯度应达到色谱级，主要目的是保护色谱柱质量和使用寿命，也保证检测器给出的基线平稳，得到可靠结果。气相色谱分析使用的高纯气体，保证气体中杂质含量极低，不对色谱峰测量产生干扰，同时保证气体中对色谱柱填料产生影响(强保留或产生化学反应)的杂质含量极低；液相色谱流动相也必须为色谱级的溶剂，溶剂中固体物质的含量以及在色谱柱有较强保留的杂质含量极低，必要时使用前用0.22 μm 或 0.45 μm 的滤膜过滤后使用，这样不仅保证测量的准确度和精密度，还保证了色谱柱的使用寿命，并有利于仪器的维护。

在进行农药残留、环境污染物分析时，所用的试剂是待测物质的标准品，可以是固体和溶液，对于毒性较大的化合物，试剂通常是标准溶液形式，可以是单一成分或混合物质的标准溶液。在进行农药残留分析中，使用的无机和有机溶剂需具有农药残留级的纯度。

在进行中草药及有效成分测定时，所研究的化合物标准通常使用液相色谱制备

提纯的对照品,主成分含量往往达不到分析纯的要求,但可作为中草药分析主要成分的参考物质。

## 1.2.2 实验室用气体钢瓶的使用

仪器分析实验中,仪器运行需要用到不同类型的气体,通常由气体钢瓶提供。不同的气体钢瓶有不同的颜色和标志,实验中常用的气体钢瓶标志见表 1-2。

表 1-2 仪器分析实验中常用的钢瓶颜色和标志

气体	钢瓶表面颜色	字样	字样颜色
O <sub>2</sub>	天蓝	氧	黑
H <sub>2</sub>	深绿	氢	红
N <sub>2</sub>	黑	氮	黄
He	灰	氦	白
Ar	灰	氩	绿
Air	黑	压缩空气	白
C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	白	乙炔	红

钢瓶使用时的安全注意事项如下:

(1) 气体钢瓶必须直立稳定放置,应有适当的固定措施,小型钢瓶应有钢瓶架,常规钢瓶应靠墙用皮带或铁链固定。

(2) 特殊钢瓶(如氢气等)不能放于室内,目前仪器分析实验一般情况下用氢气发生器代替气体钢瓶。火焰原子吸收实验用的乙炔钢瓶应放置在专门的气柜中,气柜带有报警装置,同时有排风口通往室外,一旦钢瓶有泄漏即可报警。在管路中应有阻止回火装置。使用时先开空气,再供乙炔气;关闭时先关闭乙炔气,后关空气。

(3) 实验中用的气体钢瓶都装有减压阀,并有压力表,如图 1-1 所示。

不可燃钢瓶开启时应先逆时针打开钢瓶上的阀门,图 1-1 中表头 1 显示钢瓶中的压力,再顺时针打开表头上的调压螺杆(或旋钮开关),直至表头 2 显示出口的气体压力为所需压力即可。

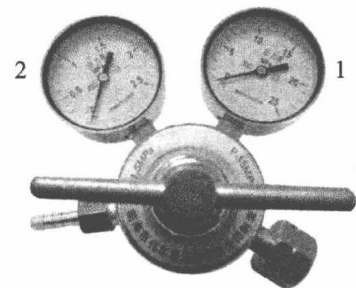


图 1-1 常规钢瓶减压阀

钢瓶使用完毕必须关闭阀门,先关闭钢瓶上的阀门,再逆时针松开表头上的开关至压力显示为零,如不及时关闭阀门,放出阀门中的气体,会损坏减压阀。实验完成离开实验室前要检查钢瓶表头是否为零。

可燃气体的减压阀是专用的,打开减压阀的方向与上述相反,使用时必须仔细阅读说明,再进行操作。

(4) 无论气体是否可燃,都不能靠近热源、明火和暖气设备,不要在钢瓶附近进

行样品消解等较为剧烈的化学实验。避免阳光直射。如需搬动钢瓶，动作要稳，不能剧烈撞击钢瓶或在地上滚动。

(5) 钢瓶内气体不能完全用尽，应保持 0.2~1 MPa 的余压，需高于常压 (0.1 MPa)，否则将导致空气或其他气体进入钢瓶，再次充气时将影响气体的纯度，甚至发生危险。

### 1.3 实验室用水

水是配制溶液大量使用的溶剂，要保证分析结果的准确度和精密度，对实验用水有严格的要求。

分析化学实验用水分为三个级别：一级水、二级水和三级水。

一级水用于有严格要求的仪器分析实验，包括对颗粒有要求的实验，如高效液相色谱、ICP-MS、荧光和电化学分析用水。一级水可用二级水经过石英设备蒸馏水或离子交换混合床处理后，再经 0.2 μm 微孔滤膜过滤来制取。电导率 (25 °C) ≤0.01 mS/m，电阻率 (25 °C) ≥10 MΩ·cm，超纯水的电阻率可达 18.2 MΩ·cm，一级水和超纯水不能储存，应临用前制备，制备超纯水和一级水应使用具有较高纯度的一级水或二级水。

二级水用于无机痕量分析等实验，如原子吸收光谱分析用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等制得，电导率 (25 °C) ≤0.1 mS/m，电阻率 (25 °C) ≥1 MΩ·cm。

三级水用于一般的化学分析实验。三级水可用蒸馏、离子交换及电渗析的方法制备。

通常，普通蒸馏水保存在玻璃容器中，去离子水保存在聚乙烯塑料容器内，用于痕量分析的高纯水，如二次亚沸石英蒸馏水，则需要保存在石英或聚乙烯塑料容器中。

在常量分析中，一般使用去离子水或蒸馏水即可满足要求。在仪器分析实验中，因为分析方法灵敏度高，被测物质的含量低，所以必须使用二级 (通常称二次水) 及以上纯度的水。

在仪器分析和分析化学实验室内有专门制备超纯水的装置，在使用前应检查待处理的水源是否合格 (必须是二级以上的水)，连接是否漏水，开启设备等待出水满足一级水或超纯水质量后再收集出水。处理水的时候要有专人看管，以免跑水，既造成浪费，也影响实验室安全。

### 1.4 分析仪器使用规定

仪器分析实验要用到各种分析仪器，其中包括大型的分析仪器，这类仪器组成和结构复杂、价格昂贵、运行和维修成本较高。为了保证仪器正常运转，顺利完成



教学任务,在使用分析仪器时必须注意以下几点:

(1)实验前,应对仪器的基本组成有较好的了解,进入实验室后仔细观察仪器的外观,对照预习内容或实验教材上仪器的结构认识仪器的各个组成部分以及外接部件,如电源、气瓶和计算机等,注意观察各个部件的连接顺序,在此阶段,不要轻易触动仪器上的开关和按键。

(2)学会正确的开机和关机,注意开机前应做的准备工作和关机后应进行的后续工作。许多大型仪器的开机和关机都有严格的程序,如不按照正确的程序,会对仪器造成极大的损害。例如,较为简单的紫外-可见分光光度计或电位计,可以直接开机,至少预热 30 min 后才能进行测量。气相色谱仪则需要先通入气体,待气体流量达到要求后才能开机。一些分析仪器运行时温度较高,在关机后必须使仪器的散热风扇继续工作一段时间,温度接近室温后才能彻底切断电源,避免由于突然切断电源,热量不能及时散去导致仪器损坏。

大型分析仪器开机后,仪器都有自检功能,往往需要一段时间,要耐心等待,在自检过程中不能任意触动仪器上的按键或点击仪器运行软件上的各种图标。

(3)在仪器运行中,注意观察仪器面板或计算机操作软件中仪器信号的变化,如发现仪器信号变化异常(如突然消失或大幅度变化)或有报警的标志或声音出现,立即停止操作,及时报告指导教师进行处理。

(4)仪器的配件一般是该仪器专用的,不能随便互用、调换,否则会导致较大的测量误差,如比色皿、荧光杯、样品瓶等。

(5)实验结束后,应将所用仪器复原,清洗用过的器皿,整理实验室的各类设备和环境卫生。