

普通高等教育“十三五”规划教材

江苏高校品牌专业建设工程资助项目（TAPP）资助

# 仪器分析实验

唐仕荣 主编



化学工业出版社

普通高等教育“十三五”规划教材  
江苏高校品牌专业建设工程资助项目(TAPP) 资助

# 仪器分析实验

唐仕荣 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书共 7 章内容,包括仪器分析实验基本知识、电化学分析法、分子光谱分析法、原子光谱分析法、色谱分析法、其他仪器分析方法(气相色谱-质谱联用分析法、热重分析法、示差扫描量热法)和计算机在仪器分析实验中的应用。每种仪器分析方法在简要介绍仪器组成与结构的基础上,重点介绍了相关实验技术以及常用仪器的操作规程与日常维护。精选了 55 个实验,涵盖仪器分析的基础实验和部分综合设计性实验,便于学有余力的学生开展研究性实验。

本书可作为化学、化工、食品、材料、环境等相关专业的仪器分析实验教材,亦可供从事分析、检验等工作的科研工作者、技术人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

仪器分析实验/唐仕荣主编. —北京:化学工业出版社, 2016.6

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-122-26743-6

I. ①仪… II. ①唐… III. ①仪器分析-实验-高等学校-教材 IV. ①0657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2016)第 072840 号

---

责任编辑:魏 巍 赵玉清

装帧设计:关 飞

责任校对:宋 玮

---

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 刷:北京永鑫印刷有限责任公司

装 订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 13¼ 字数 326 千字 2016 年 6 月北京第 1 版第 1 次印刷

---

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

---

定 价:28.00 元

版权所有 违者必究

## 《仪器分析实验》编写人员名单

主 编：唐仕荣

副主编：刘 青 苗敬芝 刘 辉

参 编：陈尚龙 巫永华 田 林

李 昭 李 靖

# 前言

现代分析测试手段是我们认识客观物质世界的眼睛，是从事化学、化工、材料、生物、医药、食品、环境等领域专业研究和生产实践中不可缺少的关键环节，是当代相关专业本科生和研究生必须具备的基本科研素质，越来越多的科研工作和生产实践离不开仪器分析。仪器分析及实验课程早已成为各高等院校化学类及相关专业必修的公共基础课。

目前已有多种仪器分析实验类教材出版，但是大多数侧重于分析方法和实验项目介绍，对于影响各分析方法准确性的实验因素及相关实验技术缺乏较系统的分析，也缺乏常用仪器设备的操作规程和维护保养等方面的知识介绍。因此，我们编写了这本《仪器分析实验》。

编写过程中，我们分析了教育部本科教学指导委员会对仪器分析实验课程的基本要求、应用型本科院校的仪器设备实际情况和多年仪器分析实验教学改革结果，同时参考了国内外的一些优秀的仪器分析实验教材、专著和文献。仪器分析方法涵盖电化学、分子光谱、原子光谱、色谱和其他新的技术等，具有完整的知识体系。在编写中我们力争做到精选内容、难度适宜，既符合工科仪器分析实验大纲的基本要求，具有一定的理论基础，又注重理论联系实际，具有较强的适用性。

本书有如下几个特点：（1）将方法原理与实验技术紧密结合，用原理指导实验，通过实验加深对原理的理解；（2）对每种仪器分析方法都详细介绍了常用仪器的操作规程与日常维护，旨在告诉学生，仪器不仅要会使用，平时的维护和保养也十分重要；（3）内容上突出“精”，强调实验操作，同时本书介绍的多为常用的分析仪器；（4）实验内容满足教学基本要求，教师有着较多的选择；（5）仪器设备方面精选国产仪器，同时兼顾适用面广泛的进口仪器，符合应用型本科院校中仪器设备的特点规律。

本书由唐仕荣任主编，刘青、苗敬芝、刘辉任副主编。第一章由苗敬芝编写；第二章由陈尚龙和李靖编写；第三章由陈尚龙、李昭和田林编写；第四章由刘青和刘辉编写；第五章由巫永华和唐仕荣编写；第六章由巫永华和刘青编写；第七章由唐仕荣编写。全书由唐仕荣和刘青统稿、定稿。

由于编者水平有限，编写时间仓促，书中疏漏在所难免，恳请专家和读者批评指正。

编者

2016年1月

# 目录

## ① 仪器分析实验基本知识 / 1

1.1	仪器分析地位与作用 .....	1
1.2	实验须知 .....	1
1.2.1	仪器分析实验室操作守则 .....	1
1.2.2	仪器分析实验室安全规则 .....	2
1.3	实验室一般知识 .....	3
1.3.1	实验室用水的规格与制备 .....	3
1.3.1.1	实验室用水的规格 .....	3
1.3.1.2	实验室用水的制备 .....	3
1.3.2	常用玻璃器皿的洗涤 .....	4
1.3.2.1	洗涤方法 .....	4
1.3.2.2	常用洗液的配制 .....	4
1.3.3	化学试剂 .....	5
1.3.3.1	化学试剂的级别 .....	5
1.3.3.2	试剂的保管和使用 .....	5
1.3.4	气体钢瓶的使用及注意事项 .....	6
1.4	数据记录与数据处理 .....	7
1.4.1	有效数字 .....	7
1.4.2	误差与偏差 .....	7
1.4.3	回归分析 .....	8
1.4.3.1	直线回归方程的建立及相关系数 .....	8
1.4.3.2	定量分析方法 .....	8
1.4.4	控制和消除误差的方法 .....	10
1.5	电子天平的正确使用 .....	11
1.5.1	上海精密 FA2104N 天平操作规程 .....	11
1.5.2	梅特勒-托利多 EL204 天平操作规程 .....	12

## ② 电化学分析法 / 13

2.1	电位分析法 .....	13
2.1.1	仪器组成与结构 .....	13
2.1.2	实验技术 .....	13

2.1.3	常用仪器的操作规程与日常维护 .....	14
2.1.3.1	PHS-3C 型 pH 计操作规程 .....	14
2.1.3.2	pH 计及相关电极的日常维护 .....	14
2.1.3.3	ZDJ-400 全自动多功能滴定仪操作规程 .....	16
2.1.3.4	多功能滴定仪的日常维护 .....	17
2.1.4	实验 .....	17
实验 2-1	碳酸饮料 pH 值的测定 .....	17
实验 2-2	乙酸的电位滴定分析及其离解常数的测定 .....	19
实验 2-3	啤酒中总酸的测定 .....	21
实验 2-4	饮用水中氟离子含量的测定 .....	22
实验 2-5	电位滴定法测定酱油中氨基酸总量 .....	25
<b>2.2</b>	<b>电导分析法</b> .....	26
2.2.1	仪器组成与结构 .....	26
2.2.2	实验技术 .....	27
2.2.3	常用仪器的操作规程与日常维护 .....	28
2.2.3.1	雷磁 DDSJ-308A 型电导率仪操作规程 .....	28
2.2.3.2	电导率仪及电极的日常维护 .....	29
2.2.4	实验 .....	30
实验 2-6	饮用水及盐酸溶液电导率的测定 .....	30
实验 2-7	饮用水中溶解氧的测定 .....	31
实验 2-8	食醋中乙酸含量的测定 .....	33
<b>2.3</b>	<b>极谱、伏安分析法</b> .....	36
2.3.1	仪器组成与结构 .....	36
2.3.1.1	硬件的结构与组成 .....	36
2.3.1.2	软件功能 .....	36
2.3.2	实验技术 .....	37
2.3.2.1	可提供的电化学方法 .....	37
2.3.2.2	影响金属钝化的因素 .....	37
2.3.3	常用仪器的操作规程与日常维护 .....	37
2.3.3.1	LK2005A 电化学工作站操作规程 .....	37
2.3.3.2	电化学工作站的日常维护 .....	38
2.3.4	实验 .....	38
实验 2-9	阳极极化曲线的测量 .....	38
实验 2-10	阴极极化曲线的测量 .....	40
实验 2-11	电解法制备普鲁士蓝膜修饰电极及电化学行为研究 .....	41
实验 2-12	线形扫描伏安法测定氧化锌试剂中的微量铅 .....	42

### ③ 分子光谱分析法 / 44

<b>3.1</b>	<b>紫外-可见分光光度法</b> .....	44
3.1.1	仪器组成与结构 .....	44
3.1.2	实验技术 .....	46
3.1.2.1	标准曲线的偏离 .....	46

3.1.2.2	溶剂对紫外吸收光谱的影响 .....	46
3.1.2.3	定性分析 .....	47
3.1.2.4	有机化合物分子结构的推断 .....	47
3.1.2.5	纯度检查 .....	48
3.1.2.6	定量测定 .....	48
3.1.3	常用仪器的操作规程与日常维护 .....	49
3.1.3.1	723C 可见分光光度计操作规程 .....	49
3.1.3.2	TU-1810 紫外-可见分光光度计操作规程 .....	49
3.1.3.3	T6 紫外-可见分光光度计操作规程 .....	50
3.1.3.4	分光光度计的日常维护 .....	50
3.1.3.5	比色皿的选择、使用及清洗 .....	51
3.1.4	实验 .....	52
实验 3-1	邻二氮菲分光光度法测定微量铁 .....	52
实验 3-2	有机化合物的紫外吸收光谱及溶剂对其吸收光谱的影响 .....	53
实验 3-3	饮料中苯甲酸钠的测定 .....	54
实验 3-4	紫外吸收光谱测定蒽醌粗品中蒽醌的含量和摩尔吸光系数 $\epsilon$ .....	57
实验 3-5	肉制品中亚硝酸盐含量的测定 .....	59
实验 3-6	双波长法同时测定维生素 C 和维生素 E 的含量 .....	60
<b>3.2</b>	<b>荧光光谱法</b> .....	<b>62</b>
3.2.1	仪器组成与结构 .....	62
3.2.2	实验技术 .....	63
3.2.2.1	荧光参数 .....	63
3.2.2.2	荧光分析的常用方法 .....	63
3.2.2.3	荧光分析技术 .....	63
3.2.2.4	荧光强度的影响因素 .....	64
3.2.3	常用仪器的操作规程与日常维护 .....	65
3.2.3.1	970CRT 荧光分光光度计操作规程 .....	65
3.2.3.2	日立 F-2700 荧光分光光度计操作规程 .....	66
3.2.3.3	荧光分光光度计的日常维护 .....	66
3.2.4	实验 .....	66
实验 3-7	荧光分光光度法测定维生素 B <sub>2</sub> 的含量 .....	66
实验 3-8	荧光分光光度法测定乙酰水杨酸和水杨酸 .....	68
实验 3-9	荧光分光光度法测定药物中奎宁的含量 .....	69
<b>3.3</b>	<b>红外光谱法</b> .....	<b>71</b>
3.3.1	仪器组成与结构 .....	71
3.3.1.1	色散型红外光谱仪 .....	71
3.3.1.2	傅里叶变换红外光谱仪 .....	72
3.3.2	实验技术 .....	74
3.3.2.1	样品处理 .....	74
3.3.2.2	影响红外光谱谱图质量的因素 .....	75
3.3.3	红外光谱仪的操作规程与日常维护 .....	76
3.3.3.1	Bruker ALPHA 红外光谱仪的操作规程 .....	76
3.3.3.2	压片机的操作规程 .....	77



3.3.3.3 红外光谱仪的日常维护 .....	77
3.3.4 实验 .....	78
实验 3-10 常见有机物的红外光谱分析 .....	78
实验 3-11 红外光谱法分析未知化合物的官能团 .....	79
实验 3-12 红外光谱法分析高分子材料聚乙烯 .....	81
实验 3-13 红外光谱法分析不同种类食用油 .....	82
实验 3-14 红外光谱法分析燕麦片的品质 .....	83

## 4 原子光谱分析法 / 84

<b>4.1 原子发射光谱法</b> .....	84
4.1.1 仪器组成与结构 .....	84
4.1.2 实验技术 .....	85
4.1.2.1 样品预处理 .....	85
4.1.2.2 测定方法 .....	86
4.1.2.3 背景干扰及扣除 .....	86
4.1.2.4 光谱定量分析测定条件的选择 .....	86
4.1.3 常用仪器的操作规程与日常维护 .....	87
4.1.3.1 Optima 7300DV 型电感耦合等离子体发射光谱仪操作规程 .....	87
4.1.3.2 原子发射光谱仪日常维护 .....	87
4.1.4 实验 .....	87
实验 4-1 原子发射光谱法定性分析金属或合金中的杂质元素 .....	87
实验 4-2 原子发射光谱法测定蜂蜜中钾、钠、钙、铁、锌、铝、镁等元素的含量 .....	91
<b>4.2 原子吸收光谱法</b> .....	92
4.2.1 仪器组成与结构 .....	93
4.2.2 实验技术 .....	95
4.2.2.1 样品预处理 .....	95
4.2.2.2 测定条件的选择 .....	96
4.2.2.3 干扰及其消除技术 .....	96
4.2.3 常用仪器的操作规程与日常维护 .....	97
4.2.3.1 TAS-990AFG 型火焰原子吸收分光光度计操作规程 .....	97
4.2.3.2 TAS-990AFG 型石墨炉原子吸收分光光度计操作规程 .....	98
4.2.3.3 原子吸收光谱仪的维护与保养 .....	99
4.2.4 实验 .....	100
实验 4-3 火焰原子吸收光谱法测定天然水中钙、镁的含量 .....	100
实验 4-4 石墨炉原子吸收光谱法测定牛奶中微量铜的含量 .....	102
实验 4-5 食品中钙、铜、铁、锌等金属离子的测定 .....	103
实验 4-6 火焰原子吸收法测定钙时磷酸根的干扰及其消除 .....	104
<b>4.3 原子荧光光谱法</b> .....	105
4.3.1 仪器组成与结构 .....	106
4.3.2 实验技术 .....	106
4.3.2.1 样品制备 .....	106
4.3.2.2 测定条件的选择 .....	107

4.3.3	常用仪器的操作规程与日常维护	107
4.3.3.1	AFS-3100 原子荧光分光光度计操作规程	107
4.3.3.2	原子荧光分光光度计的的日常维护	108
4.3.4	实验	109
实验 4-7	氢化物-原子荧光光谱法测定水中的铅	109
实验 4-8	氢化物-原子荧光光谱法测定食品中的砷	110

## 5 色谱分析法 / 112

5.1	气相色谱法	112
5.1.1	仪器组成与结构	112
5.1.2	实验技术	113
5.1.2.1	样品制备	113
5.1.2.2	色谱柱填充、老化及评价	113
5.1.2.3	气相色谱分离条件的选择	114
5.1.3	常用仪器的操作规程与日常维护	116
5.1.3.1	天美 GC7890 气相色谱仪操作规程	116
5.1.3.2	福立 GC9790 气相色谱仪操作规程	117
5.1.3.3	岛津 GC2014A 气相色谱仪操作规程	117
5.1.3.4	Agilent-7890A 气相色谱仪操作规程	117
5.1.3.5	全自动氢气发生器的使用	118
5.1.3.6	进样器的使用、进样操作及清洗	118
5.1.3.7	气相色谱仪的日常维护	119
5.1.4	实验	121
实验 5-1	气相色谱分析条件的选择和色谱峰的定性鉴定	121
实验 5-2	气相色谱法测定苯系物混合样品的含量	123
实验 5-3	气相色谱法测定酒中乙醇的含量	125
实验 5-4	毛细管气相色谱法分离白酒中微量香味化合物	126
实验 5-5	食品中有机磷残留量的气相色谱分析	127
5.2	高效液相色谱法	129
5.2.1	仪器组成与结构	129
5.2.2	实验技术	130
5.2.2.1	溶剂处理技术	130
5.2.2.2	样品制备	130
5.2.2.3	分离方式的选择	131
5.2.2.4	流动相选择与处理	131
5.2.2.5	衍生化技术	132
5.2.3	常用仪器的操作规程与日常维护	132
5.2.3.1	依利特 P1201 高效液相色谱仪操作规程	132
5.2.3.2	Agilent 1100 高效液相色谱仪操作规程	134
5.2.3.3	岛津 LC-20ATvp 高效液相色谱仪操作规程	135
5.2.3.4	六通进样阀的使用与保养	135
5.2.3.5	高效液相色谱仪的日常维护	136
5.2.4	实验	137

实验 5-6	高效液相色谱法测定饮料中咖啡因的含量 .....	137
实验 5-7	高效液相色谱法测定食品中苯甲酸和山梨酸的含量 .....	138
实验 5-8	高效液相色谱法检测常见的食品添加剂 .....	139
实验 5-9	高效液相色谱法测定土壤中的多环芳烃 .....	141
实验 5-10	高效液相色谱法正相拆分麻黄碱对映体 .....	142
<b>5.3</b>	<b>离子色谱法 .....</b>	<b>143</b>
5.3.1	仪器组成与结构 .....	144
5.3.2	实验技术 .....	144
5.3.2.1	去离子水制备及溶液配制 .....	144
5.3.2.2	流动相的选择 .....	144
5.3.2.3	定性方法 .....	145
5.3.2.4	定量方法 .....	145
5.3.3	常用仪器的操作规程与日常维护 .....	145
5.3.3.1	Dionex ICS-900 离子色谱仪操作规程 .....	145
5.3.3.2	离子色谱仪的日常维护 .....	146
5.3.4	实验 .....	147
实验 5-11	离子色谱法测定水样中无机阴离子的含量 .....	147
实验 5-12	离子色谱法测定矿泉水中钠、钾、钙、镁等离子的含量 .....	149
实验 5-13	离子色谱法测定葡萄酒中有机酸的含量 .....	150
<b>5.4</b>	<b>高速逆流色谱法 .....</b>	<b>151</b>
5.4.1	仪器组成与结构 .....	151
5.4.2	实验技术 .....	152
5.4.2.1	溶剂体系的选择 .....	152
5.4.2.2	样品制备 .....	154
5.4.2.3	高速逆流色谱仪的影响因素 .....	155
5.4.3	常用仪器的操作规程与日常维护 .....	155
5.4.3.1	AKTA prime 高速逆流色谱仪操作规程 .....	155
5.4.3.2	高速逆流色谱仪的日常维护 .....	156
5.4.4	实验 .....	156
实验 5-14	利用逆流色谱纯化芦荟中蒽醌类活性成分 .....	156
实验 5-15	利用逆流色谱制备分离大豆中的大豆异黄酮 .....	157

## ⑥ 其他仪器分析方法 / 159

<b>6.1</b>	<b>气相色谱-质谱联用分析法 .....</b>	<b>159</b>
6.1.1	仪器组成与结构 .....	159
6.1.2	实验技术 .....	159
6.1.2.1	灵敏度和分辨率的测试方法 .....	159
6.1.2.2	GC-MS 的调谐及性能测试 .....	161
6.1.2.3	GC-MS 分析条件的选择 .....	161
6.1.2.4	GC-MS 提供的信息及相关分析技术 .....	161
6.1.2.5	定性分析 .....	163
6.1.2.6	定量分析 .....	163

6.1.3	常用仪器的操作规程与日常维护 .....	163
6.1.3.1	Agilent 7890-5975 气-质联用仪操作规程 .....	163
6.1.3.2	气-质联用仪的日常维护 .....	165
6.1.4	实验 .....	166
实验 6-1	天然产物提取物中挥发性成分的气-质联用分析 .....	166
实验 6-2	空气中有机污染物的分离及测定 .....	167
<b>6.2</b>	<b>热重分析法</b> .....	169
6.2.1	仪器组成与结构 .....	170
6.2.2	实验技术 .....	170
6.2.2.1	样品制备 .....	170
6.2.2.2	热重分析的影响因素 .....	171
6.2.3	常用仪器的操作规程与日常维护 .....	171
6.2.3.1	Waters Q-50 热重分析仪操作规程 .....	171
6.2.3.2	热重分析仪的日常维护 .....	172
6.2.4	实验 .....	172
实验 6-3	热重分析法研究五水硫酸铜的脱水过程 .....	172
实验 6-4	热重分析法研究草酸钙的分解过程 .....	173
<b>6.3</b>	<b>示差扫描量热法</b> .....	174
6.3.1	仪器组成与结构 .....	174
6.3.2	实验技术 .....	175
6.3.2.1	样品制备 .....	175
6.3.2.2	转变温度精度的影响因素 .....	175
6.3.3	常用仪器的操作规程与日常维护 .....	176
6.3.3.1	Waters Q-20 示差扫描量热仪操作规程 .....	176
6.3.3.2	示差扫描量热仪的日常维护 .....	176
6.3.4	实验 .....	177
实验 6-5	示差扫描量热仪测定聚合物的玻璃化转变温度 .....	177
实验 6-6	示差扫描量热仪测定聚合物的熔点和结晶温度 .....	178

## 7 计算机在仪器分析实验中的应用 / 180

<b>7.1</b>	<b>Excel 在实验数据处理中的应用</b> .....	180
7.1.1	Excel 数据的输入及公式的建立 .....	180
7.1.2	利用 Excel 绘制标准曲线等图形 .....	181
7.1.3	Excel 在方差分析中的应用 .....	183
<b>7.2</b>	<b>Origin 在实验数据处理中的应用</b> .....	185
<b>7.3</b>	<b>Design Expert 在实验设计中的应用</b> .....	192
7.3.1	响应面优化法简介 .....	192
7.3.2	响应面优化数据处理软件 Design-Expert 简介 .....	193
7.3.3	数据处理实例 .....	194

## 参考文献 / 199

# 1

## 仪器分析实验基本知识

### 1.1 仪器分析地位与作用

仪器分析是通过仪器测量物质的物理或物理化学性质来确定物质化学组成及含量的方法。仪器分析是以多种基础自然科学、技术科学与系统科学为基础发展起来的多学科交叉与融合的一门综合性学科,已成为研究各种化学理论和解决实际问题的重要手段,对基础化学、环境化学、生物化学、食品化学、生命科学及材料化学等学科发展起到了极大的促进作用。仪器分析是高等学校食品、生物、化学、化工、环境、材料等专业的重要基础课。熟悉和掌握各种现代仪器分析的原理和操作技术是相关专业学生必备的基本素质。

近年来,随着科学技术的发展,仪器分析方法也越来越完善,新的仪器分析技术也推动了各行各业的发展和社会的进步。在能源领域中,石油、煤炭等资源的勘探、冶炼等需要仪器分析;在轻工行业中,造纸、纺织、印刷等需要仪器分析;在食品行业中,仪器分析在食品分析中占有非常重要的地位,尤其是近年来越来越严峻和迫切需要解决的食品安全问题,使人们对仪器分析在灵敏度、检测速度等方面提出了更高的要求;在农业上,农药、化肥等需要仪器分析进行检测,各种作物和果蔬产品的蛋白、糖分等营养成分和农药残留、重金属等有害成分的分析检测需要仪器分析;在医药行业中,医学检测实际上就是利用仪器分析检测各种疾病,药物分析是药物生产和使用过程中非常重要的一个环节,其主要手段也是仪器分析;在环境领域,环境监测是环境保护的重要组成部分,仪器分析则是环境监测的重要手段;在当前迅速发展的材料领域,各种新材料的研究、生产和使用都广泛用到了仪器分析。因此,仪器分析在国民经济众多行业中起着越来越重要的作用。

### 1.2 实验须知

#### 1.2.1 仪器分析实验室操作守则

(1) 仪器分析实验室的仪器一般都较精密贵重,要正确使用并定时做好各种仪器的养护工作,定时通电、除湿。

(2) 各种仪器的使用都要征得实验室负责人同意后,方可使用。使用时要严格遵守仪器操作规程,违反操作规程造成仪器损坏的,按有关规定赔偿。

(3) 各光学仪器配置的比色皿不得与其他仪器上的比色皿互换使用, 使用完毕应洗净、晾干, 保护透光面。单色器上的防潮硅胶要及时更换, 保证具有吸湿性。

(4) 精密分析仪器应放置在固定的实验台上, 未经实验室负责人同意, 不得随意搬动或移动仪器到其他实验室。未经相关责任部门允许, 更不得将仪器设备随便外借。

(5) 仪器出现问题时应向实验室管理人员汇报, 由管理人员负责处理, 不得擅自拆卸或者变更元件。

(6) 分析仪器应建立完整的使用记录。仪器使用完毕要严格登记, 填好相关使用记录。

(7) 仪器使用完毕, 使用者应按规定对仪器加以清洁维护, 并将仪器恢复到最初状态。

(8) 仪器分析实验室要求工作环境整洁, 防尘防潮, 不得放置强酸、强碱及其他腐蚀性气体等化学试剂, 以防止仪器被腐蚀。

## 1.2.2 仪器分析实验室安全规则

(1) 不得在实验室内吸烟、进食或喝饮料。

(2) 浓酸和浓碱等具有腐蚀性, 配制溶液时, 应将浓酸浓碱注入水中, 不得反向操作。

(3) 从瓶中取用试剂后, 应立即盖好试剂瓶盖。绝不可将取出的试剂或试液倒回原试剂瓶内。

(4) 妥善处理实验中产生的有害固体或液体废弃物。应按照废弃物形态或污染性质分类回收, 然后根据《危险废物贮存污染控制标准》(GB 18597—2001)、《危险废物焚烧污染控制标准》(GB 18484—2001)、《危险废物填埋污染控制标准》(GB 18598—2001) 等国家标准自行或委托相关专业公司进行储存、焚烧、填埋等处理。实验室中通过下水道排放的废水需要经过科学处理, 并且符合《地表水环境质量标准》(GB 3838—2002) V类水质标准。

(5) 汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品使用时应特别小心。氰化物不能接触酸, 否则产生剧毒 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, 然后倒入回收器皿中。接触过化学药品后应立即洗手。

(6) 将玻璃管、温度计或漏斗插入塞子前, 用水或适当的润滑剂润湿, 用毛巾包好再插, 两手不要分得太开, 以免玻璃管等折断划伤手。

(7) 闻气味时应用手小心地将气体或烟雾扇向鼻子。取浓  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{HNO}_3$  等易挥发的试剂时, 应在通风橱内操作。开启瓶盖时, 绝不可将瓶口对着自己或他人的面部。夏季开启瓶盖时, 最好先用冷水冷却。如不小心溅到皮肤和眼内, 应立即用水冲洗, 然后用 5% 碳酸氢钠溶液 (酸腐蚀时采用) 或 5% 硼酸溶液 (碱腐蚀时采用) 冲洗, 最后用水冲洗。

(8) 使用有机溶剂 (乙醇、乙醚、苯、丙酮等) 时, 一定要远离火焰和热源。用后应将瓶塞盖紧, 放在阴凉处保存。

(9) 下列实验应在通风橱内进行: ①制备或反应产生具有刺激性的、恶臭的或有毒的气体 (如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{Br}_2$ 、 $\text{HF}$  等); ②加热或蒸发  $\text{HCl}$ 、 $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$  等溶液; ③溶解或消化试样。

(10) 如化学灼伤应立即用大量水冲洗皮肤, 同时脱去污染的衣服; 眼睛受化学灼伤或异物入眼, 应立即将眼睛睁开, 用大量水冲洗, 至少持续冲洗 15min, 如烫伤, 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。

(11) 进行加热操作或激烈反应时, 实验人员不得离开。

(12) 使用电器设备时应特别小心, 不能用湿的手接触电闸和电器插头。

(13) 使用精密仪器时,应严格遵守操作规程,仪器使用完毕后,将仪器各部分旋钮恢复到原来的位置,关闭电源。

(14) 发生事故时保持冷静,采取应急措施,防止事故扩大,如切断电源、气源等,并报告教师。

## 1.3 实验室一般知识

### 1.3.1 实验室用水的规格与制备

#### 1.3.1.1 实验室用水的规格

根据国家标准《分析实验室用水规格和试验方法》(GB/T 6682—2008)的规定,分析实验室用水有三个级别:一级水、二级水和三级水。

一级水的电导率(25℃)  $\leq 0.1 \mu\text{S}/\text{cm}$  (电阻率  $10 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ),用于有严格要求的分析实验,包括对微粒有要求的实验,如高效液相色谱用水。一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经过  $0.2 \mu\text{m}$  微孔滤膜过滤来制取。

二级水的电导率(25℃)  $\leq 1.0 \mu\text{S}/\text{cm}$  (电阻率  $1 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ),用于无机痕量分析等实验,如原子吸收光谱分析用水。可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

三级水的电导率(25℃)  $\leq 5.0 \mu\text{S}/\text{cm}$ ,用于一般的化学分析实验,可用蒸馏或离子交换等方法制取。

实验室使用的蒸馏水,为了保持纯净,要随时加塞,专用虹吸管内外均应保持干净。蒸馏水瓶附近不要存放浓  $\text{HCl}$ 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  等易挥发试剂,以防污染。

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中。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。

#### 1.3.1.2 实验室用水的制备

##### (1) 蒸馏水

将自来水在蒸馏装置中加热汽化,然后将蒸汽冷凝即得到蒸馏水。由于杂质离子一般不挥发,所以蒸馏水中所含杂质比自来水少得多,比较纯净,可达到三级水的指标,但很难排除二氧化碳的溶入,水的电阻率很低,达不到  $\text{M}\Omega$  级,不能满足许多新技术的需要。可以进行二次蒸馏提高水的纯度,一般情况下,经过二次蒸馏,能够除去单蒸水中的杂质。

##### (2) 去离子水

去离子水是使自来水或普通蒸馏水通过离子树脂交换后所得的水。制备时一般将水依次通过阳离子树脂交换柱、阴离子树脂交换柱、阴阳离子树脂混合交换柱,这样得到的水纯度比蒸馏水的纯度高,质量可达到二级或一级水指标,但不能完全除去有机物和非电介质,此法可获得十几  $\text{M}\Omega$  的去离子水,但因有机物无法去掉,TOC值和COD值可能比原水还高,因此可将去离子水重蒸馏以得到高纯水。

##### (3) 电渗析法

将离子交换树脂做成了膜,称电渗析。在电渗析过程中能除去水中电解质杂质,但对弱电解质去除效率低,它在外加直流电场作用下,利用阴阳离子交换膜分别选择性的允许阴阳离子透过,使一部分离子透过离子交换膜迁移到另一部分水中去,从而使一部分水纯化,另一部分水浓缩,再与离子交换法联用,可制得较好的实验室用纯水。

#### (4) 高纯水

高纯水指以纯水为水源，经离子交换、膜分离（反渗透、超滤、膜过滤、电渗析）除去盐及非电解质，使纯水中的电解质几乎完全除去，又将不溶解胶体物质、有机物、细菌等最大限度的去除。高水电阻率大于  $18\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ，或接近  $18.2\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$  极限值。

### 1.3.2 常用玻璃器皿的洗涤

#### 1.3.2.1 洗涤方法

分析化学实验中要求使用洁净的器皿，使用前必须对器皿充分洗净。常用的洗涤方法有以下几种。

(1) 刷洗：用水和毛刷洗涤除去器皿上的污渍和其他不溶性和可溶性杂质。

(2) 去污粉、肥皂、合成洗涤剂洗涤：洗涤时先将器皿用水湿润，再用毛刷蘸少许洗涤剂，将仪器内外洗刷一遍，然后用水边冲边刷洗，直至干净为止。

(3) 铬酸洗液洗涤：被洗涤器皿尽量保持干燥，倒少许洗液于器皿内，转动器皿使其内壁被洗液浸润（必要时可用洗液浸泡），然后将洗液倒回原装瓶内以备再用（若洗液的颜色变绿，则另作处理）。再用水洗去器皿残留的洗液，直至干净为止。

洗液具有强酸性、强氧化性，对衣服、皮肤、桌面、橡皮等有腐蚀作用，使用时要特别小心。

(4) 酸性洗液洗涤：根据器皿中污物的性质，可直接使用不同浓度的硝酸、盐酸和硫酸进行洗涤或浸泡，并可适当加热。

① 盐酸：是最常用的水垢清除剂，可以洗去附着在器皿上的氧化剂，如二氧化锰。大多数不溶于水的无机物也可以用它来洗。灼烧过沉淀的瓷坩埚，可用 1:1 盐酸洗涤后再用洗液洗。

② 硝酸：硝酸的稀溶液对水垢、铁锈和有机污垢具有很强的清洗能力。

(5) 碱性洗液洗涤：适用于洗涤油脂和有机物。因作用较慢，一般需要浸泡 24h 或浸煮。

① 氢氧化钠-高锰酸钾洗液：用此洗液洗过后，在器皿上会留下二氧化锰，需再用盐酸洗。

② 氢氧化钠（钾）-乙醇洗液：洗涤油脂的效力比有机溶剂高，但不能与玻璃器皿长期接触。使用碱性洗液时要特别注意，碱液有腐蚀性，不能溅到眼睛上。

(6) 有机溶剂洗液：用于洗涤油脂类、聚合体等有机污物。应根据污物性质选择适当的有机溶剂。常用的有三氯乙烯、二氯乙烯、苯、二甲苯、丙酮、乙醇、乙醚、三氯甲烷、四氯化碳、汽油、醇醚混合液等。一般先用有机溶剂洗两次，再用水冲洗，最后用酸或碱洗液洗，再用水冲洗。如洗不干净，可先用有机溶剂浸泡一定时间，然后再如上依次处理。

除以上洗涤方法外，还可以根据污物性质对症下药。如要洗去氯化银沉淀，可用氨水；硫化物沉淀，可用盐酸和硝酸；衣服上的碘斑，可用 10% 硫代硫酸钠溶液；高锰酸钾溶液残留在器壁上所产生的棕色污斑，可用硫酸亚铁的酸性溶液等。

不论用上述哪种方法洗涤器皿，最后都必须用自来水冲洗，再用蒸馏水或去离子水荡洗三次。洗涤干净的器皿，放去水后，内壁只应留下均匀一薄层水。

#### 1.3.2.2 常用洗液的配制

(1) 铬酸洗液：将 5g 重铬酸钾用少量水加热溶解、冷却，慢慢加入 80mL 浓硫酸，搅



拌，冷却后贮存在磨口试剂瓶中，防止吸水而失效。

(2) 氢氧化钠-高锰酸钾洗液：4g 高锰酸钾溶于少量水中，加入 100mL 10% 氢氧化钠溶液。

(3) 氢氧化钠-乙醇溶液：120g 氢氧化钠溶解在 120mL 水中，再用 95% 的乙醇稀释至 1L。

(4) 硫酸亚铁酸性洗液：含少量硫酸亚铁的稀硫酸溶液，此液不能放置，否则  $\text{Fe}^{2+}$  会氧化而失效。

(5) 醇醚混合物：乙醇和乙醚 1:1 混合。

### 1.3.3 化学试剂

#### 1.3.3.1 化学试剂的级别

试剂的纯度对分析结果准确度的影响很大，不同的分析工作对试剂纯度的要求也不相同。因此，必须了解试剂的分类标准，以便正确使用试剂。

优级纯 (guaranteed reagent, GR)，属于一级品，标签为深绿色，适用于精密科学研究和痕量元素分析，可作为基准物质。

分析纯 (analytical reagent, AR)，属于二级品，质量略逊于优级纯试剂，标签为金光红，用于一般分析试验（配制定量分析中的普通试液）。

化学纯 (chemically pure, CP)，属于三级品，标签为中蓝色，用于要求较低的分析实验和要求较高的合成实验。

高纯试剂：高纯试剂是指试剂中对成分分析或含量分析干扰的杂质含量极微小、纯度很高的试剂。主要用来配制标准溶液。纯度以 9 来表示，如 99.99%、99.999%。高纯试剂种类繁多，标准也没有统一。按纯度来讲可分为高纯、超纯、特纯。光谱纯试剂是以光谱分析时出现的干扰谱线强度大小来衡量的，其中杂质含量低于光谱分析法的检出限，所以主要用作光谱分析中的标准物质。色谱纯试剂是在最高灵敏度下，以  $10^{-10}$  g 以下无色谱杂质峰来表示的，主要用作色谱分析的标准物质。

#### 1.3.3.2 试剂的保管和使用

化学试剂保管不善或使用不当极易变质或沾污。这往往是引起实验误差，甚至导致实验失败的重要原因之一，以致造成人力、物力的浪费。因此，按照一定的要求保管和使用试剂至为重要。

##### (1) 试剂的保管

① 实验室中常用的各种试剂种类繁多，性质各异，应分别进行存放。一般的试剂应该放置在阴凉、通风、干燥处，防止水分、灰分和其他物质的污染。

② 见光易分解的试剂，如硝酸银等应存放在棕色瓶内，最好用黑纸包裹。

③ 易氧化的试剂，如氯化亚锡、亚铁盐等和易风化或潮解的试剂，如氯化铝、无水碳酸钠、氢氧化钠等，应放置在密闭容器内，必要时用石蜡封口。用氯化亚锡、亚铁盐这类性质不稳定的试剂所配制的溶液，不能久放，应现用现配。

④ 易腐蚀玻璃的试剂，如氟化物、烧碱等，应保存在塑料容器内。

⑤ 易燃、易爆和剧毒试剂的保管，应当特别小心，通常需要单独存放。有机溶剂，特别是低沸点的有机溶剂，如乙醚、甲醇等易燃的药品要远离明火。高氯酸接触脱水剂如浓硫酸、五氧化二磷或乙酸酐，脱水后，会起火爆炸，所以要注意切不可将这些试剂与高氯酸混