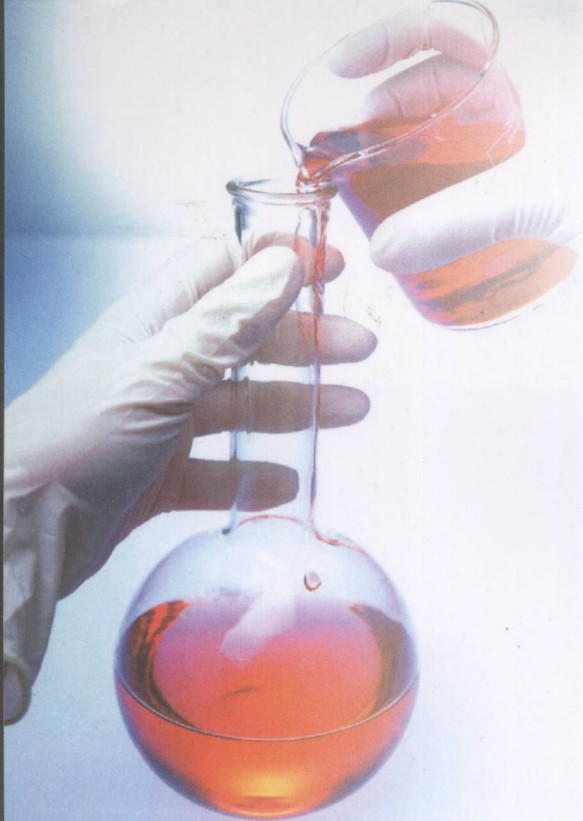


江苏省精品教材配套实验



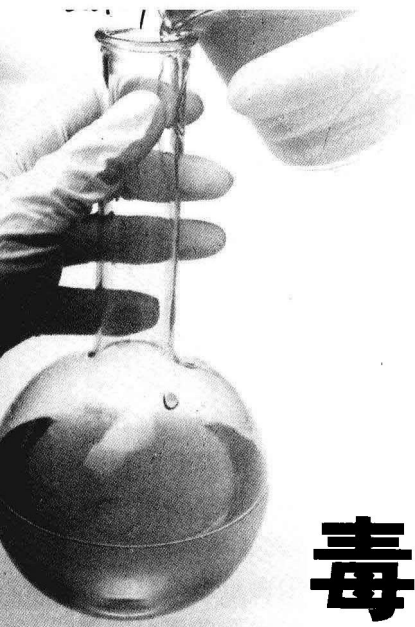
蔡锡兰 吴国萍 编著

毒物及微量物证 分析实验

DUWU JI WEILIANG WUZHENG FENXI SHIYAN

 南京大学出版社

江苏省精品教材配套实验



毒物及微量物证 分析实验

编 著 蔡锡兰 吴国萍
审 校 鞠焜先

● 南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

毒物及微量物证分析实验/蔡锡兰,吴国萍编著. —南京:
南京大学出版社,2009.9

ISBN 978-7-305-06337-4

I. 毒… II. ①蔡… ②吴… III. ①毒物—法医学鉴定—
高等学校—教材 ②物证—法医学鉴定—高等学校—教材
IV. D919.2

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 131602 号

出 版 者 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号 邮 编 210093
网 址 <http://www.NjupCo.com>
出 版 人 左 健

书 名 毒物及微量物证分析实验
编 著 蔡锡兰 吴国萍
责任编辑 蔡文彬 编辑热线 025-83686531

照 排 南京南琳图文制作有限公司
印 刷 南京人民印刷厂
开 本 787×1092 1/16 印张 19.25 字数 477 千
版 次 2009 年 9 月第 1 版 2009 年 9 月第 1 次印刷
ISBN 978-7-305-06337-4
定 价 33.00 元

发行热线 025-83594756
电子邮箱 Press@NjupCo.com
Sales@NjupCo.com(市场部)

* 版权所有,侵权必究

* 凡购买南大版图书,如有印装质量问题,请与所购
图书销售部门联系调换

前 言

近年来,毒物及微量物证分析的技术发展极为迅速,相关研究已经深入到分子水平。在毒物及微量物证分析方面,仅仅掌握传统的分离和分析技术已不适应分析工作的需要。为此,通过结合 1986 年以来在多个专业实施的《毒物及微量物证分析实验》教学实践,吸取国内外新的分离和分析技术,不断开发具有新颖性、创造性和实用性的实验内容,编成本实验教材。该教材与学院相关理论教材供法化学、刑事科学技术、刑事侦查、治安等专业配套使用,并可供从事毒物及微量物证分析工作的相关人员参考。

毒物及微量物证分析以现代分析的实验手段,将一个待分析对象从样品中分离出来,随后或在分离的同时对毒物及微量物证单个(或多个)组成进行定性和定量分析,确定其组成和含量。实验课是实施理论教学最有效的形式。在实验课程中,可培养学生运用科学方法,按照认识过程进行学习,即在获得知识和技术的同时,学会科学方法和思维,从而具有自学、分析和解决问题的能力。为达到此目标,本教材在体现实验课程的任务与独立的教学体系的同时,又体现启发性与研究性。在编写时注意减少验证性,增加研究性实验内容。

本教材共分两篇。第一篇为总论,便于学生更好地掌握基本分析法,为毒物及微量物证分析打下扎实的基础,共包括三章。第一章介绍毒物及微量物证分析实验的一般知识,第二章阐述毒物及微量物证分析程序,第三章归纳实验中常用的基本分析法,包括近代色谱法、红外光谱、紫外-可见光谱、核磁共振谱和质谱,这些方法是测定有机化合物结构的快速且有效的方法,对生物物质的结构解析十分重要。第三章内容相对独立和完整,可根据教学要求提前或推迟讲授,也可结合具体实验讲授或学生自学。第二篇是实验部分,包括三章共 40 个实验,即第四章的毒物分析实验,第五章的物证分析实验和第六章的综合设计实验。第五章主要是掌握毒物及物证分析的基本技能和方法。通过第六章的综合设计实验的训练,可以拓宽、深化实验中获得的知识和技术,引导学生设计、研究实验,提高分析和解决实际问题的能力。为帮助学生学好这一门课程,在多数实验内容的后面安排了一些思考题。为避免内容重复,有关仪器的使用在第一章介绍。附录内容便于学生查阅相关资料。

教材内容具有一定的深度和广度,根据教学实践提供了实验所需学时,以供参考。教材采用法定计量单位。凡在实验中加 * 号的内容,可根据检材提供的情况、教学学时数取舍,或供学生课外阅读。

在教材编写过程中,江苏警官学院周亚红教授、刘景宁教授和南京市刑科所左跃先主任提出了宝贵建议,并得到江苏警官学院法化学教研室及实验室教师们的大力支持,在此谨向他们表示衷心的感谢。

由于时间仓促、编者水平有限,不妥之处在所难免,恳请批评指正。

编 者
于江苏警官学院
2008 年 8 月

参考文献

- [1] 武汉大学主编. 分析化学. 高等教育出版社, 1992.
- [2] 公安部人民警察干部学校. 毒物分析, 物证分析. 群众出版社, 1979.
- [3] 卢凤荃主编. 毒物分析实验. 警官教育出版社, 1997.
- [4] 李淑英主编. 物证分析实验. 警官教育出版社, 1993.
- [5] 清华大学分析化学教研室编. 现代仪器分析. 清华大学出版社, 1983.
- [6] 徐婉, 陈源世等著. 常见毒物的微量分析. 群众出版社, 1982.
- [7] 王涨富编. 毒物快速系列分析手册. 安徽科学技术出版社, 1986.
- [8] 吴瑾光主编. 近代傅立叶变换红外光谱技术及应用(上、下卷). 科学技术文献出版社, 1994.
- [9] 于世林, 李寅蔚主编. 波谱分析法. 重庆大学出版社, 1994.
- [10] 史景红, 马熙中主编. 色谱分析法. 重庆大学出版社, 1995.
- [11] 郭德济主编. 光谱分析法. 重庆大学出版社, 1994.
- [12] 沈敏主编. 体内滥用药物分析. 法律出版社, 2003.

目 录

第一篇 总 论

第一章 毒物及微量物证分析实验的一般知识.....	1
第一节 实验程序与要求.....	1
第二节 实验成绩的评定.....	2
第三节 实验室规则.....	3
第四节 实验室安全守则.....	4
第五节 实验室意外事故的处理.....	5
第六节 实验室常用小型仪器的使用及维护.....	6
第二章 毒物及微量物证分析工作程序	23
第一节 样品的采集	23
第二节 样品的送检与接收	28
第三节 样品的检验与检验结论的判断	29
第四节 检验工作中检材处理原则	38
第五节 各类前处理方法	39
第六节 分离与净化	66
第七节 定性分析	71
第八节 定量分析	74
第九节 定性定量分析的评价	75
第三章 实验常用的基本分析法	78
第一节 光谱法	78
一、原子发射光谱法.....	78
二、等离子发射光谱法.....	79
三、原子吸收光谱法.....	80
四、核磁共振波谱法.....	83
五、紫外-可见分光光度法	91
六、红外分光光度法.....	94
七、荧光分光光度法.....	97
第二节 色谱法	99

一、薄层色谱法	100
二、气相色谱法	109
三、高效液相色谱法	119
四、毛细管电泳法	128
第三节 质谱法	131
一、质谱仪及其工作原理	132
二、质谱中的主要离子	134
三、质谱的解析	136
四、质谱联用技术	137
第四节 免疫测定法	141
一、基本原理	141
二、放射免疫测定法	145
三、免疫酶测定法	148
四、荧光免疫测定	149
五、动物急性中毒试验法	149

第二篇 实 验

第四章 毒物分析实验	155
实验一 氰化钾的定性定量检验	155
实验二 亚硝酸根离子的含量测定	157
实验三 常见水溶性无机及金属毒物的定性检验	160
实验四 常见挥发性毒物的检验	164
实验五 气质联用分析尿样中的阿普唑仑	168
实验六 液相色谱法检验阿片类毒品	170
实验七 红外光谱法鉴别缴获的海洛因	171
实验八 毒品的生理实验及快速检测	173
实验九 安眠镇静类药物的薄层定性检验	174
实验十 生物检材中安眠镇静药的 GC 或 GC/MS 检验	179
实验十一 海洛因及其代谢物的固相萃取和检验	183
实验十二 衍生化 SPE - GC/MS 法检验尿液、血液中的苯丙胺	187
实验十三 尿液中苯丙胺类 SPME - GC/MS 法的检验	189
实验十四 大麻酚类的检验	192
实验十五 生物检材内对硫磷及其代谢物的检验	195
实验十六 气质联用法测定有机磷农药	198
实验十七 氨基甲酸酯杀虫剂中毒检材的检验	200
实验十八 拟除虫菊酯杀虫剂中毒检材的检验	203
实验十九 气相色谱法定性、定量分析毒鼠强	206

实验二十 磷化锌的定性定量检验·····	208
实验二十一 血液、尿液中氟乙酰胺的 GC/MS 检验 ·····	211
第五章 物证分析实验 ·····	214
实验二十二 微波消解- ICP - OES 法测定土壤中的常量及微量元素 ·····	214
实验二十三 纸张的检验·····	216
实验二十四 浆糊胶水的检验·····	221
实验二十五 721 分光光度法测定粘合剂中的铝 ·····	225
实验二十六 常见圆珠笔油成分的检验·····	227
实验二十七 常见墨水字迹的检验·····	229
实验二十八 常见微量油类斑痕的检验·····	233
实验二十九 纺织物(线、绳、布)系统检验·····	235
实验三十 常见织物纤维形态的检验·····	237
实验三十一 红外光谱法检验化学纤维·····	240
实验三十二 红外光谱法鉴定橡胶种类·····	242
实验三十三 油漆物证的检验·····	244
实验三十四 常见物证色度差异的检验·····	251
实验三十五 常见炸药的定性与定量检验·····	253
实验三十六 红外光谱法定性检验塑料薄膜·····	257
第六章 综合设计实验 ·····	260
实验三十七 麻醉抢劫案中安眠药的检验·····	260
实验三十八 爆炸残留物的定性定量分析·····	261
实验三十九 未知毒物及毒品的检验·····	262
实验四十 未知物证的检验·····	266
附 录	
附录一 原子量表·····	273
附录二 常用酸碱的密度和浓度·····	274
附录三 常用缓冲溶液配制·····	274
附录四 特殊试剂的配制·····	275
附录五 毒物的血药浓度表($\text{mg} \cdot 100 \text{ mL}^{-1}$) ·····	275
附录六 毒物中毒急救表·····	278
附录七 尿液中滥用药物分析方法·····	280
附录八 毛发中滥用药物分析方法·····	288
附录九 国际管制药物·····	297
参考文献 ·····	300

第一篇 总论

第一章 毒物及微量物证分析实验的一般知识

毒物及微量物证分析是以化学的基础理论为指导,以实验为基础,具体研究应用于刑侦分析新方法、新技术的一门专业学科。由于其较强的实践性,要掌握好毒物及微量物证分析的专业知识,必须加强实验教学。

实验教学可以巩固和充实学生在课堂上所学的基础理论和概念,并适当扩大知识面,使基础理论和专业知识的形象化,也能让学生了解这些理论和规律的应用条件和范围,较全面地反映化学现象的复杂性和多样性。

毒物及微量物证分析实验教学的主要目的是为了使全面了解毒物及微量物证分析的任务、作用和特点;学会各类常见毒物与微量物证的分析方法;掌握毒物及微量物证分析实验的操作技能,特别是先进分析仪器的使用;培养学生独立思考、独立工作和独立办案的能力,增强实践意识和学习主动性。

通过毒物及微量物证分析实验的学习,学生可以初步掌握科学研究的方法,形成良好的科学工作态度与习惯以及实事求是的作风,具备独立准备各种实验、组织实验和研究实验的能力,能够细致地观察现象、归纳和处理数据,开展毒物及微量物证的搜寻、包装、提取及分析鉴定,为学生进一步掌握专业知识成为合格的应用人才打下基础。

第一节 实验程序与要求

一、准备实验

1. 预习

预习实验教材是保证做好实验的一个重要环节。预习时应领会实验的目的、内容、有关原理、操作方法及注意事项等,并初步估计每一反应的预期结果,根据不同的实验及指导教师的要求做好预习报告。在预习实验报告中,要写好实验报告中的部分内容,为实验时及时、准确地记录实验现象与结果做好充分准备。对于实验内容后面的“思考题”预习时应认真思考。

2. 提问和检查

指导教师在实验开始前应进行集体或个别提问和检查,一方面了解学生的预习情况;另

一方面可以具体指导学生的学习方法。

3. 实验室准备

实验前擦净实验台,防止灰尘污染样品等。

二、实验过程

1. 严谨的科学态度

在实验中应具有严谨和实事求是的科学态度,按实验教材要求,严格认真进行各项实验操作。在实验中要善于观察和思考各种实验现象,如实做好实验记录。同时应深入思考,分析产生现象的原因。如有疑问,可相互讨论或询问教师。

2. 养成良好的实验习惯

要始终保持实验场所清洁、整齐和安静,自觉地节约使用试剂药品、水、电,并注意实验安全,减少环境污染。

3. 能力的培养

在实验中要独立完成各项实验操作,以培养自己分析问题和解决问题的能力。

4. 遵守实验室规则

实验时,学生应遵守实验室规则,严格按照实验教材上规定的方法、步骤及药品的用量进行实验,按仪器说明书步骤进行操作。如发现异常现象应及时报告教师,并接受指导。

三、数据整理

1. 实验报告

对实验所得结果和数据,及时如实进行整理、计算和分析,认真写好实验报告或鉴定书(见毒物及微量物证分析实验报告及分析鉴定书部分)。实验报告要求文字简练、书写整洁、数据完整、图表清晰、结论明确、实事求是。教师在接受报告时可以提出实验中的问题,对学生进行再次检查或提问。

2. 总结

善于总结实验中的经验教训。

3. 整理实验室

按实验室规则清理、洗涤、放置实验器皿,关闭电源、水源、气源和门窗,搞好实验室卫生。

第二节 实验成绩的评定

一、教学方法

本课程单独设课。开课后任课教师向学生讲授课程的性质、任务、要求、课程安排和进度、平时考核内容、期末考试办法、实验守则及实验室安全制度等。

毒物及微量物证分析实验的整个过程包括预习、课前讨论、实验操作、实验报告等四个环节。

预习课程可归纳为看、查、写三个步骤:阅读本书有关章节、有关教科书及参考资料;查

阅附录或有关手册,列出实验所需的常用数据;认真写好预习报告。

课前讨论是在实验前以适量的讲述和提问的形式,师生共同讨论,以掌握实验原理、操作要点和注意事项。观看操作录像,或由教师操作示范,使基本操作规范化。实验后组织课堂讨论,对实验现象、结果进行分析,对实验操作和素养进行评说,以达到提高的目的。

实验操作过程是实施实验教学的关键,每个实验要求在规定时间内由学生独立完成。老师应在实验室进行巡视,及时纠正学生的错误操作。学生遇到问题,要善于独立分析,力争自己解决;老师亦可提供指导。学生若实验失败,应找出原因,并重做实验。

实验报告要求按一定格式书写,字迹端正。叙述应简明扼要,实验记录、数据处理,报告整齐清洁。同时表达系统检验和未知样品检验,分析产生误差的原因,提出自己的见解,对实验提出改进意见或建议。

二、成绩考核方法

本课程采用平时考核、期末考试来综合评定学生的成绩,着重考查学生基本操作的掌握程度、实验结果的准确度和精密度、灵活运用所学知识分析和解决问题的能力以及运用所学操作设计并完成实验的能力。

课程开设实验成绩累计均分为平时考核成绩,每个实验的评分包括:预习报告,实际操作,系统检验结果,未知样品检验结果,总结报告。

实验成绩实行百分制。

实验成绩:平时考核 40%,期末考试 60%。

第三节 实验室规则

(1) 实验前了解实验室安全守则及有关事项,遵守实验室各项制度,尊重教师的指导,实验时未经教师许可,不得擅自离开实验室。

(2) 实验前清点仪器。如发现有破损或缺少,应立即报告教师,按规定手续向实验室补领。实验时仪器如有损坏,亦应按规定手续向实验预备室换取新仪器。未经教师同意,不得拿用其他仪器。

(3) 实验室内谨防火灾、爆炸、中毒、触电等事故的发生,一旦发生事故应会妥善处理。

(4) 实验时保持肃静,集中思想,认真操作,仔细观察现象,如实记录结果,积极思考问题。认真处理数据,按时完成实验报告。

(5) 应保持实验室和桌面清洁整齐。火柴梗、废纸屑、废液、金属屑、用过或剩余检材等应投入废纸篓或倒入废液缸中,严禁投入或倒入水槽内,以防水槽和下水管道堵塞或腐蚀。

(6) 爱护国家财物,实验时要小心使用仪器和实验设备,注意节约水、电、试剂和药品。使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行,要谨慎细致,并做好使用登记。如仪器有故障,应立即停止使用,及时报告指导教师。

(7) 有毒药品及检材应妥善保管,安全使用。不准在实验室内用实验器皿饮用食物。

(8) 避免毒物、强酸、强碱等溅在皮肤和衣物上。使用挥发性毒物,有毒有机溶剂及挥发性酸、碱时,应在通风橱中进行。

(9) 药品应按规定量取用,自瓶中取出药品后,不得将药品倒回原瓶中,以免引入杂质;

取用药品后,应立即盖上瓶塞,以免搞错瓶塞,沾污药品;并随即将瓶放回原处。

(10) 使用电器时,应防止人体与电器带电部分直接接触,不能用湿手或手握湿物接触电插头;为防止触电,实验中应保持装置和设备的金属外壳等与地线的连接完好;实验后应拔下电源插头。

(11) 使用乙醚、氯仿、苯等有毒或易燃有机溶剂时要远离火源,用过的乙醚等有机溶剂应倒入回收瓶中,不要倒入水槽中。

(12) 实验完毕后将自己使用过的玻璃仪器清洗干净,放回原处。整理好桌面、公用仪器、试剂架,清洗水槽。值日同学要搞好实验室卫生,检查实验室电闸、水阀和气阀及门窗是否关闭,经教师允许后方可离开实验室。

第四节 实验室安全守则

毒物及微量物证分析实验中有很多是易燃、易爆、有毒、有腐蚀的化学药品。在实验时,首先必须在思想上十分重视安全问题,决不能麻痹大意。其次实验前应充分了解安全注意事项。在实验过程中要集中注意力,遵守操作规程,以避免事故的发生。

(1) 室内不准吸烟及吃任何食物。

(2) 加热试管时不要将试管口指向自己或别人,水浴挥发有机溶剂时不能离岗,不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出发生事故。嗅闻气体时,应用手轻拂气体,扇向自己后再闻。

(3) 使用酒精灯应随用随点,不用时盖上灯罩。不要用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯,以免酒精流出而失火。

(4) 室内不准点电炉取暖。未经电工允许不准拉接电线,离开实验室时电器设备应切断电源。

(5) 实验室不准留存易燃、易爆、剧毒、腐蚀性药品,高压气瓶要单独存放,气瓶室内严禁明火。

(6) 对能产生有刺激性或有毒气的实验,应在通风橱内进行。

(7) 对易燃物质,应尽可能远离火源。化学易燃品的包装容器发现破损、残缺、物品变质等情况应立即进行安全处理。

(8) 领用剧毒物品,严格按照剧毒物品管理制度的有关规定手续双人进行。领出的毒品不得私自转让、转借和处理。教学和科研剩余剧毒物品、危险品、溶液、空容器应当由领用人交回仓库妥善保管,不准遗留在现场或自行处理。

(9) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在衣服、皮肤、尤其眼睛上。稀释浓硫酸时应将浓硫酸慢慢倒入水中,而不能将水向浓硫酸里倾倒,以免溅出发生事故。

(10) 有毒药品如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷、汞的化合物等,特别注意不得进入口内或接触伤口,也不能将有毒药品随便倒入下水道。实验完毕后应及时清理废纸、废液、脏物。

(11) 使用电器设备和大型仪器时,操作人员必须严格按照操作规程进行,不得擅自离岗。

(12) 对违反规章制度、造成不良后果者,要追究其责任。

(13) 实验完毕,切断水、电源,关闭门窗后方可离开实验室。

第五节 实验室意外事故的处理

实验人员经常与水、电、煤气、玻璃器材、易燃、易爆、易腐蚀及有毒物品等接触,如不慎发生事故或受到伤害,应保持沉着冷静并及时采取相应措施予以处理。

一、着火

若因酒精、苯或乙醚等引起桌上着火,先将一切易燃物品移置远处,然后将火扑灭。如火不大,可用湿抹布等盖上使之熄灭。实验室中备有砂桶,可与水混溶的起火物如酒精等,可用水扑灭;不能与水混合的起火物如乙醚等,则用砂扑灭。衣服着火,切勿奔跑,以免火势加大,可用湿工作服等物盖上或立即卧地滚转或迅速以大量水扑灭。

若遇电器设备着火,必须先切断电源,再用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。

实验室一般配备以下灭火器:

(1) 四氯化碳灭火器:用于扑灭电器内或电器附近之火,使用时只须连续抽动筒,四氯化碳即会由喷嘴喷出。四氯化碳不能在狭小和通风不良的实验室中应用,因为它在高温时要生成剧毒的光气;此外,四氯化碳和金属钠接触也会发生爆炸。

(2) 二氧化碳灭火器:是实验室中最常用的一种灭火器,它的钢筒内装有压缩的液态二氧化碳,使用时打开开关,二氧化碳气体即会喷出,用以扑灭有机物及电器设备的着火。使用时应注意,一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上。因喷出的二氧化碳压力骤然降低,温度也骤降,手若握在喇叭筒上易被冻伤。

(3) 泡沫灭火器:内部分别装有含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液,使用时将筒身颠倒,两种溶液即反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝及大量二氧化碳。因灭火器筒内压力突然增大,大量二氧化碳泡沫喷出。非大火通常不用泡沫灭火器,因事后处理较麻烦。

无论用何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心扑灭。

二、伤害

1. 电击伤

电击伤俗称触电,是电流通过人体所引起的损伤。因此发生电击伤时,应先使触电者脱离电源,可切断电源或用木棍或其他绝缘物撬开电线,然后检查伤员呼吸和心跳情况,在必要时,立即进行人工呼吸,及时请医生诊治。

2. 烧伤

烧伤也称为烫伤或灼伤。皮肤为火灼伤,切勿用水冲洗,在灼伤处抹上高锰酸钾溶液或苦味酸溶液或烫伤油膏等。若眼睛皮肤被灼伤,绝大多数情况下均可用水冲洗或根据药品的性质加以适当的处理后,用5%硼酸软膏或凡士林涂之,强酸用5%碳酸氢钠洗涤,强碱用5%硼酸或1%醋酸洗涤;溴伤用酒精冲洗,再用2%硫代硫酸钠溶液洗,然后用蘸有甘油的棉花擦。眼睛被药品灼伤,用水冲洗后,请医生处理。

3. 炸伤

其急救措施基本同烧伤处理,但炸伤后往往大量出血,应迅速以干净纱布紧压其上,或用橡皮管将伤口上部扎紧,防止流血,再请医生处理。

4. 割伤

被玻璃割伤时,伤口内若有玻璃碎片,须先挑出,用蒸馏水洗后涂上红药水并包扎。大伤口则应先按紧主血管以防止大量出血,急送医院。

三、中毒

1. 吸入气体

若吸入氯气、氯化氢气体中毒者,可即吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒;若吸入硫化氢气体而感到不适或头晕时,应立即到室外呼吸新鲜空气,解开衣领及钮扣,或送医院处理。

2. 入口毒物

溅入口中毒物应立即吐出,用大量水冲洗口腔,如已吞下,应根据毒物的性质给以解毒,立即送医院。

第六节 实验室常用小型仪器的使用及维护

一、冰箱

冰箱是一种带有小型制冷装置的冷藏设备,毒物分析实验中常用于冷藏药品和检材等,并可制备少量实验用冰块。普通冰箱箱内大部分空间为冷藏室,一般温度控制在 10°C 以下,箱内上方有一个小的空间作为冷冻室。冷冻室温度控制在 $-10\sim 15^{\circ}\text{C}$ 范围,能快速冻结冰块,贮藏低温保存的物质。

使用冰箱应注意:冰箱内越靠近蒸发器的部位,温度越低,远离蒸发器的部位,温度较高,因而要按照冷藏物品对温度的不同要求,放在不同部位;箱中冷藏物品不得放置过满,物品之间要留有空隙,以便冷空气对流,使箱内温度尽量均匀;热物品须预先冷却到室温后,再放入箱中,否则不仅增高箱内温度,而且还会加重电冰箱的负载,导致机器损坏;在冷冻室中,不得放置食物,也不能把强酸、强碱或其他腐蚀品直接放入箱内。

冰箱放置离墙 10 cm 以保证冷凝器附近的空气对流,电源额定电压 220 V ,当地电源电压不符合要求时须另装稳压器稳压;冰箱若长期停用,须将里外擦净,箱门略留缝隙,放置在清洁、干燥通风的室内,避免日光直接照射,并远离热源。

二、电热恒温干燥箱

电热恒温干燥箱简称烘箱或干燥箱,是利用电热丝隔层加热使物体干燥的设备,毒物分析实验中常用于干燥玻璃器皿及活化薄层板等。烘箱适用于比室温高 $5\sim 300^{\circ}\text{C}$ (有的为 200°C)范围的恒温烘焙、干燥、加热等,恒温灵敏度通常为 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。箱内工作室有网状搁板,用以隔放试品,四壁和搁板涂以耐高温防锈蚀的银粉漆,箱顶有排气孔,便于热空气和蒸气逸出。排气孔中央备有温度计插孔,用以指示箱内温度。箱门为二道,里门是玻璃门(一般为耐高温不易破碎的钢化玻璃),外门是填有绝热层的金属隔热门。打开外门,便可通过玻璃门观察工作室工作情况。箱的底层有进气孔,便于干燥空气进入,促使蒸气逸出。另外还装有温度控制器等部件。

使用烘箱时应注意:烘箱应安装在室内干燥且水平处,防止震动和腐蚀;要注意安全用电,根据烘箱耗电功率安装足够容量的电源闸刀一只,选用足够粗的电源导线,并应有良好的接地线。放入试品时应注意:搁板的负重不能超过 15 kg,试品排列不能过密,散热板上不应放试品,以免影响热气向上流动,并禁止烘焙易燃、易爆和有腐蚀性的物品;恒温后一般不需人工监视,但为了防止控制器失灵,必须有人经常照看。当需观察工作室试品情况时,可开启外道箱门,透过玻璃门观察,但箱门以尽量少开为宜,以免影响恒温,特别是工作室温度在 200℃ 以上时,开启箱门有可能使玻璃门骤冷而破裂。有鼓风的烘箱,在加热和恒温过程中必须将鼓风机启开,否则影响工作室温度的均匀性和破坏试品。烘箱内外应经常保持清洁。

DG30 干燥箱的使用方法:

- (1) 合上自备专用电源开关,烘箱上电源指示灯亮。
- (2) 打开仪器工作电源开关(POWER)至“ON”的位置,数显温控仪显示屏显示温度值。
- (3) 取下保护罩,将“测量/设定”开关投向“设定”位置,旋转温度值设定旋钮,顺时针旋转显示值增大,逆时针旋转显示值减小,观察温度值显示屏上所显示的数字,直至旋到所需要的工作温度位,然后再将“测量/设定”开关拨向“测量”位置,盖上保护罩,此时,工作温度值设定完毕。
- (4) 根据用户需要选择加热功率,若选择工作温度较低,可将“加热功率选择开关”按至“LOW”的位置,若选择工作温度较高,可将“加热功率选择开关”按至“HIGH”的位置,这时全功率加热,升温快。
- (5) 打开箱顶排气阀,插上水银温度计。
- (6) 打开箱门及玻璃观察门,可放入试样,关好玻璃门,再把箱门关好。
- (7) 温度自动升至预先设定的工作温度值,并能听到继电器通断声响,观察数显温控仪两侧红绿指示灯,指示灯能交替工作,说明控制电路工作正常。红灯(OFF)灭时为停止加热,绿灯(ON)亮时为正在加热。如果不能恒温或超过工作温度值,应立即断电,速请有关技术人员检查。
- (8) 用户使用完毕,将各开关关闭,数显温控仪显示屏熄灭,再将自备电源开关断开,此时,烘箱上电源指示灯熄灭。

三、电热恒温水浴锅

毒物分析实验中,电热恒温水浴锅用作蒸发和恒温加热用,有两孔、四孔、六孔等不同规格操纵实际温度计的指数关系,就可以比较迅速地调到欲控制温度。

使用时必须先加水于锅内。然后接通电源,顺时针扭动调节器,旋至所需温度,指示灯亮,开始增温。如果所需的工作温度已到,可逆时针扭动调节器,指示灯灭,则断电降温。倘若锅内温度和所需要的温度相差有限,要微微转动达到恒温。

电热恒温水浴锅使用时应注意:切记水位一定要保持不低于电热管,否则将立即烧坏电源管。控制箱内部不可受潮,以防漏电损坏。使用时应随时注意水箱是否有渗漏现象。

四、高温电炉

高温电炉也叫马弗炉,毒物分析实验中,常用于破坏有机质或样品的灰化。热阻丝结构

的高温电炉,最高使用温度为 950°C ,短时间可以用到 $1\,000^{\circ}\text{C}$ 。高温炉的炉膛是用耐高温而无涨缩碎裂的氧化硅结合体制成的。炉膛内外壁之间有空槽,炉丝串在空槽中,炉膛四周都有炉丝。通电以后,整个炉膛周围被均匀加热而产生高温,炉膛的外围包着耐火砖、耐火土、石棉板等,用以减少热量的损失。外壳包上带角铁的骨架和铁皮。炉门用耐火砖制成。当炉内达到暗红色时约 600°C 左右,达到深桃红色时约 800°C 左右,达到浅桃红色时约为 $1\,000^{\circ}\text{C}$ 左右。一般在灼烧前,根据样品要求设定升温程序。

高温电炉使用时应注意:高温电炉必须放置在稳固的水泥台上。配置功率合适的插头插座和保险丝,并接好地线,避免危险。炉前地上应铺一块厚胶皮布。灼烧完毕后,应先拉开电闸,切断电源。但不应立即打开炉门,以免炉膛骤然受冷碎裂。一般可先开一条小缝,让其降温快些,最后用长柄坩埚钳取出被烧物体;高温炉在使用时,要经常检查,防止自控失灵,造成电炉丝烧断等事故。晚间无人时,切勿启用高温炉;炉膛内要保持清洁,炉子周围不要堆放易燃易爆物品。高温炉不用时,应切断电源,并将炉门关好,防止耐火材料受潮气侵蚀。

五、离心机

毒物分析实验中,离心机是前处理工作最常用的仪器。一般用于药物、毒物及毒品的提取。将沉淀与溶液分离或制备上清液供分析。

电动离心机使用时应注意:电动离心机的底部有三个吸盘形橡胶吸脚,工作时应放在平整而坚实的台面上,离心管放入金属或塑料套管中,位置要对称,质量要平衡(用粗天平称量),否则由于质量不等会使离心机“走动”,甚至损坏机轴。如果只有一只离心管的沉淀需要进行分离,则可取另一支空的离心管,盛以相应质量的水,然后把两支离心管分别装入离心机的对称管套中,以保持平衡。使用时应将盖头盖妥(以减少噪音及空气阻力),检查变速器旋钮是否在左端停止的位置。先将旋钮向左旋到零处,然后接通电源,将旋钮向右逐渐旋转,使转速由小到大,至离心预定时间后,慢慢恢复变速器旋钮到原来的位置,切断电源开关,待其自行停止。不得在未停妥时以手掀或卡住转盘,以免损坏机件平稳性和搅混沉淀物;毒物分析实验中多为无定形疏松沉淀,离心时间要长些,转速可提高到 $2\,000\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$,如经 $3\sim 4\text{ min}$ 后仍不能使其分离,应设法(如加入电解质或加热)促使沉淀沉降,然后再进行分离。离心机不用时,应将插销拨出,切断电源,放置在洁净、干燥的室内。

LD4-2A 低速离心机的使用:

- (1) 将离心机置于平稳台面上。
- (2) 试料配平:用视力观察每只试管放置溶液数量近似,然后对称置于离心架内。
- (3) 检查
 - ① 调速旋钮(SPEED)应在 0 位。
 - ② 欲使用的旋转体应紧固,并确认安装正确。
 - ③ 电源接好,插头接地使用。
 - ④ 盖锁锁好。
- (4) 操作程序
 - ① 打开电源开关(POWER),电源接通,内装指示灯亮,风机运转。
 - ② 定时使用:(a) 转动定时器旋钮(TIME)置于所需时间位置上;(b) 按下启动键

(START)键内指示灯亮;(c) 顺时针匀速转动转速调节旋钮 1(SPEED)令指针指向所需转速。离心机即可在定时时间内工作;(d) 转速不变,重复使用时,先行定时后再次启动。

③ 不定时使用:(a) 将定时器旋钮(TIME)置于“M”点;(b) 按下启动键(START),键内指示灯亮;(c) 顺时针匀速转动转速调节旋钮(SPEED)至所需转速刻度;(d) 手动关机。

④ 离心完毕:将调速旋钮置于“0”位,关闭电源开关,待惯性转动停止后,按动开锁钮,开盖取样,使用后应擦拭污物,运转中严禁开盖。

六、真空泵

毒物分析实验中常用真空泵抽气。真空泵是用于对密封容器抽除气体获得真空的设备。真空泵(油泵)主要由定子、转子和旋片组成,在定子缸内偏心地装着转子,转子贴近缸壁。转子槽中装有两块经向滑片,由弹簧力作用而紧贴于缸壁。因此定子的进、排气口被转子和旋片分隔成两部分,随转子在缸内旋转,周期性地将进气口处容积逐渐扩大而吸入气体,同时逐渐缩小排气口处容积,将已吸入气体压缩从排气阀排出,从而达到抽气的目的。

真空泵使用时应注意:真空泵应安装在清洁干燥的地方,环境温度在 $15\sim 40^{\circ}\text{C}$ 之间。安装前应将泵擦洗干净,与泵连接的管道不应小于泵的口径,管道长度应尽可能缩短,管道接头应尽可能减少,管道内壁应光滑清洁。被抽气体温度如果高于 40°C ,应将气体冷至常温,如气体含有灰尘则应加以过滤,吸入有腐蚀性或与油起化学变化的气体时,应加气体吸收与中和装置,如含水蒸气过多,则应加去湿装置,以防弄脏泵油。新泵或检修后的泵,应先做运转试验和性能试验,再联结到系统。新泵开动前,先由排气口灌入真空油,开泵前应将皮带卸下,试运转电机检查旋转方向是否正确,如旋转方向正确,再套上皮带,然后用手按带轮箭头方向转动带轮几转,查看有无故障,并将泵缸内存油排至油箱,以免突然加速、阻力过大而使电机超过负荷和损坏泵的零件。运转中油温不能超过 75°C ,也不能有异常的噪音及振动。泵停车前,应先关闭通真空系统的阀门,或在进气口放入大气,以免真空油倒吸进真空管道。泵身及周围环境应保持清洁干燥,注意油量及油的清洁,新泵工作 $100\sim 150\text{ h}$ 后换油一次,以后每 $2\sim 3$ 个月换油一次,如使用条件不好,真空度下降时,可以缩短换油期限。换油时,先旋开放油螺钉将油污放尽,必要时可用手按带轮箭头方向转动带轮几转,以使泵体内零件进行一次清洗,然后放净油污,旋紧放油钉,重新灌入清洁的真空油。泵在不使用期间,为防止灰尘及杂物落入泵内进气口,应将橡皮塞套上。

七、紫外灯

在毒物的薄层色谱分析实验中,常用紫外灯照射,用以观察薄层色谱光斑点个数及其位置颜色或荧光薄层板上的暗斑位置及毒物斑点与杂质斑点的分离情况,以便确定毒物的 R_f 值或便于对毒物进行分离。

紫外灯主要由紫外灯管和滤光片组成,型号很多,但基本上有三种:一种是 254 nm 短波紫外灯;一种是 366 nm 长波紫外灯;还有一种是兼具 254 nm 和 366 nm 的紫外灯。

366 nm 长波紫外线由高压汞蒸气放电发出,但它消耗功率及热量大,启动时间(关机以后不可以再开机的时间)一般为 $3\sim 15\text{ min}$ 。热量大对滤色片不利,对观察热稳定性差的样品也有影响,现在多采用低压水银蒸气放电。因低压水银灯主要发射的是 254 nm 短波紫外线,所以采用光量子转调法,在灯管内壁涂上一层特性荧光材料,使它吸收 254 nm 短波紫外