

仪器分析实验

张景萍 尚庆坤 主编



科学出版社

仪器分析实验

张景萍 尚庆坤 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书主要介绍在化学、材料科学、生命科学和环境科学等研究领域常用的现代仪器分析方法,包括光谱分析、色谱分析、质谱分析、电化学分析、核磁共振波谱分析、X射线粉末衍射分析、碳氢氮硫元素分析等内容,简要叙述每种分析仪器的应用范围、基本原理、仪器结构、分析方法的建立和实验技术等。所选实验内容既涉及仪器的常规使用方法,又结合学科研究前沿的某些热点问题,还设立了一些探索性实验,不仅有利于培养学生的动手能力和发现问题、分析问题、解决问题的能力,还具有较强的可读性和参考价值。

本书可作为高等学校化学、材料科学、生命科学、环境科学等专业的本科生和硕士研究生教材,也可作为相关专业教师和研究人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析实验 / 张景萍, 尚庆坤主编. —北京: 科学出版社, 2017.4
ISBN 978-7-03-052557-4

I. ①仪… II. ①张… ②尚… III. ①仪器分析-实验 IV. ①O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 078001 号

责任编辑: 丁 里 / 责任校对: 杨 然

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>

北京中石油彩色印刷有限责任公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2017 年 4 月第 一 版 开本: 720 × 1000 1/16

2017 年 5 月第二次印刷 印张: 15 3/4

字数: 340 000

定价: 45.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

前 言

现代分析仪器是当代化学化工、生物医药、冶金矿产、食品安全、环境生态等领域研究的重要手段。掌握现代仪器分析方法,学会独立操作各类分析仪器,是相关专业本科生和研究生必备的基本专业素质和技能。

本书是在东北师范大学自编且已使用多年的“仪器分析实验讲义”的基础上进一步补充完善编写而成。本书包括光谱分析(原子吸收光谱法与原子荧光光谱法、原子发射光谱法、红外吸收光谱法、紫外-可见光谱法、分子荧光光谱法)、色谱分析(气相色谱法、高效液相色谱法、离子色谱法、毛细管电泳技术、薄层色谱法)、质谱分析(气相色谱-质谱法、液相色谱-质谱联用分析法)、电化学分析、核磁共振波谱分析、X射线粉末衍射分析、碳氢氮硫元素分析等内容,共18章60个实验。每章均对分析仪器的应用范围、基本原理、仪器结构、分析方法的建立和实验技术等做了简要介绍,实验后还附有注意事项及思考题,因此本书不仅可以作为仪器分析实验课程的教材,还可以作为仪器分析理论课程的教学参考书。

东北师范大学化学学院分析测试中心的十四位教师参加了本书的编写工作,他们是张景萍(第1章)、尚庆坤(第2、9章)、王爱霞(第3章)、马继承(第4、10章)、朱东霞(第5章)、崔秀君(第6章)、齐斌(第7章)、王元鸿(第8、13章)、杨丽(第11章)、王胜天(第12章)、张茜(第14章)、薄祥杰(第15、18章)、廖沛球(第16章)、王广(第17章)。全书由尚庆坤修改、统稿,张景萍定稿。

东北师范大学化学学院郭黎平教授、吉林大学化学学院贾琼教授对本书进行了认真审阅,并提出了宝贵意见,在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限,书中难免有疏漏之处,恳请读者批评指正。

编 者

2017年1月

目 录

前言	
第 1 章 绪论	1
1.1 仪器分析简介	1
1.2 仪器分析方法的分类	2
第 2 章 实验室安全规则	3
2.1 实验室安全常识	3
2.2 实验室安全防护	4
2.3 实验室急救	7
第 3 章 原子吸收光谱法与原子荧光光谱法	8
3.1 原子吸收光谱法	8
3.2 原子荧光光谱法	17
实验一 火焰原子吸收光谱法测定水中铜的含量	22
实验二 火焰原子吸收光谱法测定水中钙的含量	25
实验三 石墨炉原子吸收光谱法测定水中铅的含量	28
实验四 微波消解-火焰原子吸收光谱法测定中药黄芪中铜的含量	31
实验五 氢化物发生-原子荧光光谱法测定水中总砷含量	34
实验六 原子荧光光谱法测定茶叶中硒的含量	36
第 4 章 原子发射光谱法	40
4.1 原子发射光谱法的特点及应用范围	40
4.2 原子发射光谱法的基本原理	40
4.3 原子发射光谱分析方法的建立和样品的预处理方法	41
4.4 原子发射光谱仪	43
实验七 ICP-AES 测定水中钙、镁离子含量	45
实验八 ICP-AES 测定土壤中重金属的含量	47
实验九 ICP-AES 测定合金钢中铜、铬、镍的含量	48
实验十 食品中多元素的 ICP-AES 测定	50
第 5 章 红外吸收光谱法	52
5.1 红外吸收光谱法的特点及应用范围	52
5.2 红外吸收光谱法的基本原理	53
5.3 红外吸收光谱法实验技术	57
5.4 红外吸收光谱仪	59

实验十一 苯甲酸、苯甲酸甲酯的红外吸收光谱测定	61
实验十二 未知物红外吸收光谱的测定	62
实验十三 聚合物红外吸收光谱的测定	64
实验十四 固体表面衰减全反射光谱的测定	65
第 6 章 紫外-可见光谱法	67
6.1 紫外-可见光谱法的特点及应用范围	67
6.2 紫外-可见光谱法的基本原理	67
6.3 紫外-可见分光光度计	70
实验十五 苯及其衍生物的紫外吸收光谱	71
实验十六 有机化合物紫外吸收光谱的溶剂效应	74
实验十七 等吸收光度法测定水杨酸中苯甲酸的含量	76
实验十八 未知样品的结构分析	78
第 7 章 分子荧光光谱法	80
7.1 分子荧光光谱法的基本原理	80
7.2 分子荧光光谱法的特点及应用范围	81
7.3 分子荧光光谱法的分类和实验技术	82
7.4 荧光分光光度计	83
实验十九 荧光分析法测定维生素 B ₂	84
实验二十 同步荧光法同时测定维生素 B ₁ 和维生素 B ₂	85
实验二十一 利用荧光分析法测定硫酸奎宁的浓度	88
实验二十二 三聚氰胺的荧光性质研究	90
第 8 章 气相色谱法	92
8.1 气相色谱法的特点及应用范围	92
8.2 气相色谱法的基本原理	92
8.3 气相色谱分析方法的建立和实验技术	93
8.4 气相色谱法的定性、定量分析方法	95
8.5 气相色谱仪操作规程	97
实验二十三 气相色谱分离条件的选择及定量校正因子的测定	99
实验二十四 人工合成冰片中龙脑含量的测定	101
实验二十五 气相色谱法测定水中硝基苯	103
实验二十六 气相色谱法测定豆蔻中桉油精的含量	104
第 9 章 高效液相色谱法	107
9.1 高效液相色谱法的特点及应用范围	107
9.2 高效液相色谱法的基本原理	107
9.3 高效液相色谱分析方法的建立和实验技术	108
9.4 高效液相色谱仪	112

实验二十七 高效液相色谱法分离测定硝基苯酚异构体	114
实验二十八 高效液相色谱法测定蔬菜中喹诺酮类抗生素	116
实验二十九 可乐、咖啡、茶叶中咖啡因的高效液相色谱分析	117
实验三十 高效液相色谱法测定酸枣仁皂苷 A 的含量	120
第 10 章 离子色谱法	123
10.1 离子色谱法的特点及应用范围	123
10.2 离子色谱法的基本原理	123
10.3 离子色谱仪	123
10.4 离子色谱分析方法的建立和实验技术	127
10.5 离子色谱仪操作规程	129
实验三十一 自来水中常见阴离子含量的测定	130
实验三十二 蔬菜中阴离子的离子色谱分析	132
实验三十三 啤酒中一价阳离子的定量分析	134
实验三十四 矿泉水中多种阳离子的测定	135
第 11 章 毛细管电泳技术	137
11.1 毛细管电泳技术的基本原理	137
11.2 影响毛细管电泳分离的因素	138
11.3 毛细管电泳的分离模式	139
11.4 毛细管电泳仪	140
实验三十五 毛细管电泳法测定食品中的添加剂	141
实验三十六 爆炸残余物的毛细管电泳技术分析	143
实验三十七 毛细管电泳法检测蜂蜜中残留的抗生素	146
实验三十八 毛细管电泳法检测茶叶中多酚类化合物	148
第 12 章 薄层色谱法	151
12.1 薄层色谱法的特点及应用范围	151
12.2 薄层色谱法的基本原理	151
12.3 薄层色谱扫描仪	152
实验三十九 薄层色谱法测定两种硝基苯胺异构体中的邻硝基苯胺	153
实验四十 薄层色谱法快速鉴别饮料中的几种添加剂	156
实验四十一 薄层色谱法测定黄连中盐酸小檗碱的含量	158
实验四十二 高效薄层色谱法快速分离和测定胡萝卜中 β -胡萝卜素和番茄红素的含量	161
第 13 章 气相色谱-质谱法	165
13.1 气相色谱-质谱法的特点及应用范围	165
13.2 气相色谱-质谱法的基本原理	165
13.3 气相色谱-质谱法的建立和实验技术	166

13.4 气相色谱-质谱仪操作规程	168
实验四十三 气相色谱-质谱法分析食用油脂脂肪酸组成	170
实验四十四 气相色谱-质谱法测定白酒中邻苯二甲酸酯类增塑剂	171
实验四十五 气相色谱-质谱法测定未知化合物元素组成	174
第 14 章 液相色谱-质谱联用分析法	177
14.1 液相色谱-质谱联用分析法的特点及应用范围	177
14.2 液相色谱-质谱联用分析法的基本原理	177
14.3 液相色谱-质谱分析方法的建立和实验技术	180
14.4 液相色谱-电喷雾飞行时间质谱联用仪	183
实验四十六 萘、联苯混合物的高效液相色谱-高分辨质谱分析	188
实验四十七 苦荞麦浸提液中两种苦荞黄酮的液相色谱-高分辨质谱分析	189
实验四十八 洗涤剂中两种荧光增白剂的高效液相色谱-高分辨质谱分析	191
实验四十九 金线莲中 3-吡啶甲醇的 HPLC-MS 分析	193
第 15 章 电化学分析法	196
15.1 电化学分析法的特点及应用范围	196
15.2 电化学分析法的基本原理	197
15.3 电化学分析法的建立和实验技术	197
15.4 电化学工作站操作规程	199
实验五十 循环伏安法判断可逆物质及不可逆物质电化学过程	199
实验五十一 微分脉冲伏安法测定维生素 C	202
实验五十二 石墨烯电极的制备及其电催化多巴胺的应用	204
第 16 章 核磁共振波谱法	208
16.1 核磁共振波谱法的特点及应用范围	208
16.2 核磁共振波谱法的基本原理	208
16.3 核磁共振波谱仪	210
实验五十三 乙基苯的 ^1H NMR 谱图测试及结构分析	214
实验五十四 乙基苯的 ^{13}C NMR 谱图测试及结构分析	216
实验五十五 化合物 $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$ 的 ^1H NMR、 ^{13}C NMR 谱图测试及结构分析	218
实验五十六 化合物 $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{O}_3$ 的 ^1H NMR、 ^{13}C NMR 谱图测试及结构分析	219
第 17 章 X 射线粉末衍射法	221
17.1 X 射线衍射法的分类及应用范围	221
17.2 X 射线衍射法的基本原理	221
17.3 X 射线粉末衍射仪的基本构造	221
17.4 X 射线粉末衍射法的试样制备和定量分析	224
17.5 X 射线粉末衍射数据的 PDF 卡片库及物相检索	225
17.6 X 射线粉末衍射仪操作规程	226

实验五十七 物相定性相分析	227
实验五十八 X 射线粉末衍射法测定晶胞常数	228
第 18 章 碳氢氮硫元素分析法	233
18.1 碳氢氮硫元素分析法的特点及应用范围	233
18.2 元素分析法的基本原理	233
18.3 碳氢氮硫元素分析仪	234
实验五十九 测定未知粉末样品中碳、氢、氮元素的含量	236
实验六十 测定植物叶子中碳、氮、硫元素的含量	237
主要参考文献	239

第1章 绪 论

仪器分析是分析化学学科的一个重要分支，在化学、化工、材料、环境、生物、制药等行业显示出越来越重要的作用。仪器分析的出现使分析化学的内容、分析能力、测试范围等发生了一系列重大的变化。现代分析仪器的更新换代，各种新方法、新技术的不断创新与应用，更是引起了分析化学研究内容和发展方向的根本性改变。

1.1 仪器分析简介

1.1.1 仪器分析的基本概念

仪器分析(instrumental analysis)是利用能直接或间接地表征物质的各种特性(如物理性质、化学性质、生理性质等)的实验现象，通过探头或传感器、放大器、信号读出装置等转变成人可直接感受的、已认识的关于物质成分、含量、分布或结构等信息的分析方法，即利用各种学科的基本原理，通过测量光、电、磁、声、热等物理量，结合精密仪器制造、计算机等先进技术，探知物质化学特性的分析方法，体现学科交叉、科学与技术高度结合且综合性极强的一个科技分支。

1.1.2 仪器分析的基本特点

(1) 试样用量少，由化学分析的 mL、mg 级降到 μL 、 μg ，甚至 ng 级，适用于微量、半微量乃至超微量分析。

(2) 检测灵敏度高，由化学分析的 10^{-6} g 级提高到 $10^{-14}\sim 10^{-12}$ g，最低已达到 10^{-18} g。

(3) 重现性好，分析速度快，易于实现自动化、信息化和在线检测。

(4) 可进行无损分析，还能进行多信息或特殊功能的分析，可一次实现复杂混合物成分分离、鉴定或结构测定及含量分析。

(5) 选择性强，操作较简便。

(6) 相对误差为 3%~5%，比化学分析高，不适用于常量和高含量成分分析。

(7) 仪器价格昂贵，分析成本一般比化学分析高。

1.1.3 仪器分析的产生及发展趋势

仪器分析的产生与生产实践、科学技术发展的迫切需要、方法核心原理的发现及相关技术的产生等密切相关。仪器分析所基于的许多现象在一个世纪或更早时期前已为人所知，但是由于缺乏可靠和简单的仪器而无法应用。20 世纪早期，化学工作者开

始探索和分析物质的物理性质,如电导、电位、光吸收或发射、质荷比和荧光等,用于各类无机物、有机物的定量分析,由此出现了较大型的分析仪器,如1919年诞生的第一台同位素质谱仪,这是早期仪器分析的典型代表。

第二次世界大战前后至20世纪60年代,物理学、电子学、半导体及原子能物理等学科的发展促进了分析化学中物理方法和仪器分析方法的大发展。许多新型仪器装置的研制成功,使仪器分析的许多分支学科相应建立并发展起来,如光谱仪的发明产生了光谱学,极谱仪的发明产生了极谱学,色谱仪的发明产生了色谱学,质谱仪的发明产生了质谱学等。自然科学中许多重大发现均有赖于这些大型分析仪器的应用。

仪器分析的产生和发展是分析化学的第二次变革,是分析化学与物理学、电子学结合的时代,从以溶液化学分析为主的经典分析化学发展到以仪器分析为主的现代分析化学新阶段。仪器分析方法不仅用于解决分析化学问题,而且广泛应用于研究和解决各种化学理论和实际问题。仪器分析已成为当代分析化学的主流。可以预见,今后仪器分析将发展更迅速、应用更广泛,化学及相关学科前沿的重大科学发现和突破都离不开仪器分析的创新。

仪器分析的发展趋势大致有以下几个方面:

- (1) 分析仪器和仪器分析技术将进一步向微型化、自动化、智能化、网络化发展。
- (2) 各种新材料、新技术将在分析仪器上得到更多应用。
- (3) 仪器分析联用技术将成为众多新兴学科发展的重要手段。
- (4) 仪器分析的重点研究对象将是生命科学或生物医学。

1.2 仪器分析方法的分类

按照检测原理的不同,仪器分析方法大致可分为光谱法、电化学法、色谱法、质谱法、能谱、微观形貌显微技术、热分析等(表1-1)。

表 1-1 仪器分析方法的分类

方法类型	测量参数或相关性质	相应的分析方法
光谱法	辐射的发射	原子发射光谱、X射线荧光光谱、拉曼光谱等
	辐射的吸收	原子吸收光谱、红外光谱、紫外-可见光谱、核磁共振波谱等
	辐射的衍射	X射线粉末衍射、X射线单晶衍射
电化学法	电位、电流、电阻、电量等	电位分析、电导分析、电流滴定、库仑分析、极谱分析等
色谱法	两相间的分配	气相色谱、液相色谱、凝胶色谱、离子色谱、毛细管电泳等
质谱法	离子的质荷比	无机质谱、有机质谱
能谱	能量	光电子能谱、俄歇电子能谱等
微观形貌显微技术	微观形貌	扫描电子显微镜、透射电子显微镜、原子力显微镜等
热分析	热性质	热重分析、差热分析、示差扫描量热分析等

第2章 实验室安全规则

化学实验中,经常使用各种化学药品和仪器设备,以及水、电、煤气,还经常遇到高温、低温、高压、真空、高电压、高频和带有辐射源的实验条件和仪器,若缺乏必要的安全防护知识,极易造成生命和财产的巨大损失。因此,实验室必须按防火、防盗、防破坏、防自然灾害事故的要求,建立健全安全责任制度和各种安全规则,加强安全管理。

2.1 实验室安全常识

(1)进入实验室开始工作前应了解煤气总阀门、水阀门及电闸位置。离开实验室前,一定要将室内检查一遍,应将水、电、煤气的开关关好,门窗锁好。

(2)使用煤气灯时,应先将火柴点燃,一只手执火柴紧靠灯口,另一只手慢开煤气门。不能先开煤气门,后点燃火柴。灯焰大小和火力强弱应根据实验的需要来调节。用火时,应做到火着人在,人走火灭。

(3)使用电器设备(如烘箱、恒温水浴、离心机、电炉等)时,严防触电;绝不可用湿手或在目光旁视时开关电闸和电器开关。应该用试电笔检查电器设备是否漏电,凡是漏电的仪器,一律不能使用。

(4)使用浓酸、浓碱必须极为小心地操作,防止溅出。用移液管量取这些试剂时,必须使用洗耳球,绝对不能用口吸取。若不慎溅在实验台上或地面,必须及时用湿抹布擦洗干净。如果触及皮肤,应立即治疗。

(5)使用可燃物,特别是易燃物(如乙醚、丙酮、乙醇、苯、金属钠等)时,应特别小心。不要大量放在桌上,更不要在靠近火焰处。只有在远离火源时,或将火焰熄灭后,才可大量倾倒易燃液体。低沸点的有机溶剂不准在火上直接加热,只能在水浴上利用回流冷凝管加热或蒸馏。

(6)如果不慎倾出了相当量的易燃液体,则应按下法处理:①立即关闭室内所有的火源和电加热器;②关门,开启小窗及窗户;③用毛巾或抹布擦拭洒出的液体,并将液体拧到大的容器中,然后倒入带塞的玻璃瓶中。

(7)用油浴操作时,应小心加热,不断用温度计测量,不要使温度超过油的燃烧温度。

(8)易燃和易爆炸物质的残渣(如金属钠、白磷、火柴头)不得倒入污物桶或水槽中,应收集在指定的容器内。

(9)废液,特别是强酸和强碱不能直接倒在水槽中,应分类倒入废液桶中,统一收集处理。

(10) 毒物应按实验室的规定办理审批手续后领取,使用时严格操作,用后妥善处理。

2.2 实验室安全防护

2.2.1 防火

1. 实验室防火

(1) 防止煤气管、煤气灯漏气,用完煤气后一定要把阀门关好。

(2) 乙醚、乙醇、丙酮、二硫化碳、苯等有机溶剂易燃,实验室不得存放过多,且不可倒入下水道,以免集聚引起火灾。

(3) 对于金属钠、钾、铝粉、电石、白磷及金属氢化物,要注意使用和存放,尤其注意不得使其与水直接接触。

(4) 一旦出现火情,应冷静判断情况,采取适当措施灭火;可根据不同情况,选用水、沙、二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火。

2. 实验室灭火

实验中一旦发生火灾,切记不可惊慌失措,应保持镇静。首先立即切断室内一切火源和电源,然后根据具体情况正确地进行抢救和灭火。常用的方法有:

(1) 在可燃液体燃着时,应立即拿着着火区域内的一切可燃物质,关闭通风器,防止扩大燃烧。若着火面积较小,可用抹布、湿布、铁片或沙土覆盖,隔绝空气使其熄灭。但覆盖时要轻,避免碰坏或打翻盛有易燃溶剂的玻璃器皿,导致更多的溶剂流出而再着火。

(2) 乙醇及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火。

(3) 汽油、乙醚、甲苯等有机溶剂着火时,应用石棉布或沙土扑灭。绝对不能用水,否则反而会扩大燃烧面积。

(4) 金属钠着火时,可把沙子倒在上面。

(5) 导线着火时不能用水及二氧化碳灭火器灭火,应切断电源或用四氯化碳灭火器灭火。

(6) 衣服烧着时切忌奔走,可用毛毯、大衣等包裹身体或躺在地上滚动。

(7) 发生火灾时应注意保护现场。较大的着火事故应立即报警。

引起火灾的燃烧物质不同,应选用不同的灭火剂,详见表 2-1。

表 2-1 某些物质燃烧时应选用的灭火剂

燃烧物质	应选用灭火剂	燃烧物质	应选用灭火剂
苯胺	泡沫、二氧化碳、水	松节油	喷射水、泡沫
乙炔	水蒸气、二氧化碳	火漆	水
丙酮	泡沫、二氧化碳、四氯化碳	磷	沙、二氧化碳、泡沫、水
硝基化合物	泡沫	赛璐珞	水

续表

燃烧物质	应选用灭火剂	燃烧物质	应选用灭火剂
氯乙烷	泡沫、二氧化碳	纤维素	水
钾、钠、钙、镁	沙	橡胶	水
松香	水、泡沫	煤油	泡沫、二氧化碳、四氯化碳
苯	泡沫、二氧化碳、四氯化碳	漆	泡沫
重油	喷射水、泡沫	蜡	泡沫
润滑油	喷射水、泡沫	石蜡	喷射水、二氧化碳
植物油	喷射水、泡沫	二硫化碳	泡沫、二氧化碳
石油	喷射水、泡沫	醇类(高沸点, 175 ℃以上)	水
醚类(高沸点, 175 ℃以上)	水	醇类(低沸点, 175 ℃以下)	泡沫、二氧化碳
醚类(低沸点, 175 ℃以下)	泡沫、二氧化碳		

2.2.2 防爆

1. 化学药品爆炸类型

化学药品的爆炸分为支链爆炸和热爆炸。氢、乙烯、乙炔、苯、乙醇、乙醚、丙酮、乙酸乙酯、一氧化碳、水煤气和氨气等可燃性气体与空气混合至爆炸极限，一旦有热源诱发，极易发生支链爆炸。过氧化物、高氯酸盐、叠氮铅、乙炔铜、三硝基甲苯等易爆物质，受震或受热易发生热爆炸。

2. 防爆措施

(1) 防止可燃性气体或蒸气散失在室内空气中，保持室内通风良好。当大量使用可燃性气体时，应严禁使用明火和可能产生电火花的电器。

(2) 强氧化剂和强还原剂必须分开存放，使用时轻拿轻放，远离热源。

2.2.3 防灼伤

除了高温以外，液氮、强酸、强碱、强氧化剂、溴、磷、钠、钾、苯酚、乙酸等物质都会灼伤皮肤，应注意不要让皮肤与其接触，尤其防止溅入眼中。

2.2.4 防毒

大多数化学药品都有不同程度的毒性。有毒化学药品可通过呼吸道、消化道和皮肤进入人体而发生中毒。例如，HF 侵入人体，会损伤牙齿、骨骼、造血和神经系统；烃、醇、醚等有机物质对人体有不同程度的麻醉作用；三氧化二砷、氰化物、氯化高汞等是剧毒品，吸入少量会致死。

防毒注意事项：

(1) 使用前应了解所有药品的毒性、物理化学性质和防护措施。

- (2)使用有毒气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、 NO_2 、 HCl 、 HF)应在通风橱中进行操作。
- (3)苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等蒸气久吸会使人嗅觉减弱，必须高度警惕。
- (4)有机溶剂能穿过皮肤进入人体，应避免直接与皮肤接触。
- (5)剧毒药品如汞盐、镉盐、铅盐等应妥善保管。
- (6)实验操作要规范，离开实验室要洗手。

2.2.5 高压容器的使用及安全防护

化学实验室常用到高压储气钢瓶和一般受压的玻璃仪器，使用不当会导致爆炸，需掌握有关常识和操作规程。

1. 气体钢瓶的识别

气体钢瓶的识别见表 2-2(颜色相同的要看气体名称)。

表 2-2 气体钢瓶及对应颜色

气瓶名称	氧气瓶	氢气瓶	氮气瓶	纯氩气瓶	氩气瓶	压缩空气气瓶	氨气瓶	二氧化碳气瓶
颜色	天蓝色	深绿色	黑色	灰色	棕色	黑色	黄色	黑色

2. 使用注意事项

- (1)气瓶应专瓶专用，不能随意改装。
- (2)气瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源的地方，易燃气体气瓶与明火距离不小于 5 m，氢气瓶最好隔离。
- (3)气瓶搬运要轻、要稳，放置要牢靠。
- (4)各种气压表一般不得混用。
- (5)氧气瓶严禁油污，注意手、扳手或衣服上不能有油污。
- (6)气瓶内气体不可用尽，以防倒灌。
- (7)开启气门时应站在气压表的一侧，不准将头或身体对准气瓶总阀，以防阀门或气压表冲出伤人。

2.2.6 辐射源仪器的使用及安全防护

化学实验室的辐射主要是指 X 射线，长期反复接受 X 射线照射，会导致疲倦、记忆力减退、头痛、白细胞降低等。

防护的方法就是避免身体各部位(尤其是头部)直接受到 X 射线照射，操作时需要屏蔽和缩时，屏蔽物常用铅、铅玻璃等。

2.3 实验室急救

在实验过程中不慎发生受伤事故,应立即采取适当的急救措施。

(1)受玻璃割伤及其他机械损伤:首先必须检查伤口内有无玻璃或金属等碎片,然后用硼酸水洗净,再擦碘酒或紫药水,必要时用纱布包扎。若伤口较大或过深而大量出血,应迅速在伤口上部和下部扎紧血管止血,立即到医院诊治。

(2)烫伤:一般用浓的(90%~95%)乙醇消毒后,涂上苦味酸软膏。如果伤处红痛或红肿(一级灼伤),可用橄榄油或用棉花蘸乙醇敷盖伤处;若皮肤起泡(二级灼伤),不要弄破水泡,防止感染;若伤处皮肤呈棕色或黑色(三级灼伤),应用干燥而无菌的消毒纱布轻轻包扎好,急送医院治疗。

(3)强碱(如氢氧化钠、氢氧化钾)、钠、钾等触及皮肤而引起灼伤时,要先用大量自来水冲洗,再用5%或2%乙酸溶液涂洗。

(4)强酸、溴等触及皮肤而导致灼伤时,应立即用大量自来水冲洗,再用5%碳酸氢钠溶液或5%氨水溶液洗涤。

(5)如酚触及皮肤引起灼伤,应该用大量的水清洗,并用肥皂和水洗涤,忌用乙醇。

(6)若发生煤气中毒,应立即到室外呼吸新鲜空气,严重时应立即到医院诊治。

(7)汞容易由呼吸道进入人体,也可以经皮肤直接吸收而引起积累性中毒。严重中毒的征象是口中有金属气味,呼出气体也有气味;流唾液,牙床及嘴唇上有硫化汞的黑色;淋巴结及唾液腺肿大。若不慎中毒,应送医院急救。急性中毒时,通常用碳粉或呕吐剂彻底洗胃,或者食入蛋白(如1L牛奶加3个鸡蛋清)或蓖麻油解毒并使之呕吐。

(8)触电:触电时可按下述方法之一切断电路:①关闭电源;②用干木棍使导线与触电者分开;③使触电者和土地分离,急救时急救者必须做好防止触电的安全措施,手和脚必须绝缘。

第3章 原子吸收光谱法与原子荧光光谱法

3.1 原子吸收光谱法

3.1.1 原子吸收光谱法的特点及应用范围

原子吸收光谱法(atomic absorption spectrometry, AAS)是基于被测元素的基态原子对其原子共振辐射的吸收程度来进行定量分析的一种方法,目前已成为测定痕量和超痕量金属元素的有效方法之一,广泛应用于冶金、地质、采矿、石油、轻工、农业、医药、卫生、食品及环境监测等领域。

原子吸收光谱法具有以下特点:

- (1)灵敏度高,精密度好,检出限低。
- (2)选择性好,抗干扰能力强,分析速度快。
- (3)样品用量少,操作简便,应用广泛。

3.1.2 原子吸收光谱法的基本原理

1. 原子吸收光谱的产生

原子可具有多种能级状态,通常情况下原子处于基态。当有辐射通过原子蒸气,且入射辐射的频率等于原子由基态跃迁到较高能态所需要的能量频率时,原子就能从入射辐射中吸收能量产生共振吸收,从而产生吸收光谱。使电子从基态跃迁至第一激发态所产生的吸收谱线称为共振吸收线。

各种元素的原子结构和外层电子排布不同,不同元素的原子从基态跃迁至第一激发态时,吸收的能量也不同,故各种元素的共振吸收线不同,且各具特征,因此其又称元素的特征谱线。原子吸收光谱法就是利用基态的待测原子蒸气对光源辐射的共振线的吸收来进行分析的。

2. 原子吸收光谱分析的定量基础

锐线光源是能发射出谱线半宽度很窄的发射线的光源。Walsh 证明了当使用很窄的锐线光源做原子吸收光谱测量时,测得的吸光度 A 与待测元素的基态原子数呈线性关系。

$$A = kN_0L \quad (3-1)$$

式中: k 在一定实验条件下是一个常数; N_0 为单位体积原子蒸气中吸收辐射的基态原子数,即基态原子密度; L 为辐射透过的光程。