



国家卫生和计划生育委员会“十二五”规划教材

全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材

全国高等学校教材

供卫生检验与检疫专业用

仪器分析实验

主 编 黄沛力

副主编 张海燕 茅 力

 人民卫生出版社



国家卫生和计划生育委员会“十二五”规划教材

全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材

全国高等学校教材

供卫生检验与检疫专业用

仪器分析实验

主 编 黄沛力

副主编 张海燕 茅 力

编 者 (以姓氏笔画为序)

王 梅 (广东药学院)

乔善磊 (南京医科大学)

巩宏伟 (吉林大学)

李 疆 (北京市疾病预防控制中心)

肖 琴 (中山大学)

张海燕 (安徽医科大学)

茅 力 (南京医科大学)

周兆平 (大连医科大学)

施致雄 (首都医科大学)

黄沛力 (首都医科大学)

人民卫生出版社

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析实验/黄沛力主编.—北京:人民卫生出版社,
2014

ISBN 978-7-117-20084-4

I. ①仪… II. ①黄… 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(2014)第 286290 号

人卫社官网	www.pmph.com	出版物查询, 在线购书
人卫医学网	www.ipmph.com	医学考试辅导, 医学数 据库服务, 医学教育资 源, 大众健康资讯

版权所有, 侵权必究!

仪器分析实验

主 编: 黄沛力

出版发行: 人民卫生出版社(中继线 010-59780011)

地 址: 北京市朝阳区潘家园南里 19 号

邮 编: 100021

E - mail: pmph@pmph.com

购书热线: 010-59787592 010-59787584 010-65264830

印 刷: 北京中新伟业印刷有限公司

经 销: 新华书店

开 本: 787×1092 1/16 印张: 13

字 数: 324 千字

版 次: 2015 年 1 月第 1 版 2015 年 1 月第 1 版第 1 次印刷

标准书号: ISBN 978-7-117-20084-4/R·20085

定 价: 25.00 元

打击盗版举报电话: 010-59787491 E-mail: WQ@pmph.com

(凡属印装质量问题请与本社市场营销中心联系退换)

全国高等学校卫生检验与检疫专业 第2轮规划教材出版说明

为了进一步促进卫生检验与检疫专业的人才培养和学科建设,以适应我国公共卫生建设和公共卫生人才培养的需要,全国高等医药教材建设研究会于2013年开始启动卫生检验与检疫专业教材的第2版编写工作。

2012年,教育部新专业目录规定卫生检验与检疫专业独立设置,标志着该专业的发展进入了一个崭新阶段。第2版卫生检验与检疫专业教材由国内近20所开办该专业的医药卫生院校的一线专家参加编写。本套教材在以卫生检验与检疫专业(四年制,理学学位)本科生为读者的基础上,立足于本专业的培养目标和需求,把握教材内容的广度与深度,既考虑到知识的传承和衔接,又根据实际情况在上一版的基础上加入最新进展,增加新的科目,体现了“三基、五性、三特定”的教材编写基本原则,符合国家“十二五”规划对于卫生检验与检疫人才的要求,不仅注重理论知识的学习,更注重培养学生的独立思考能力、创新能力和实践能力,有助于学生认识并解决学习和工作中的实际问题。

该套教材共18种,其中修订12种(更名3种:卫生检疫学、临床检验学基础、实验室安全与管理),新增6种(仪器分析、仪器分析实验、卫生检验检疫实验教程:卫生理化检验分册/卫生微生物检验分册、化妆品检验与安全性评价、分析化学学习指导与习题集),全套教材于2015年春季出版。

第2届全国高等学校卫生检验与检疫专业 规划教材评审委员会

主任委员：裴晓方（四川大学）

副主任委员：和彦苓（包头医学院）
康维钧（河北医科大学）
吕昌银（南华大学）

委员（排名不分先后）：

孙成均（四川大学）
毋福海（广东药学院）
陈廷（济宁医学院）
孙长颢（哈尔滨医科大学）
邱景富（重庆医科大学）
姚余有（安徽医科大学）
吕斌（华中科技大学）
陆家海（中山大学）
张加玲（山西医科大学）
李磊（南京医科大学）
李娟（吉林大学）
高希宝（山东大学）
罗萍（成都中医药大学）
程祥磊（南昌大学）
左云飞（大连医科大学）
周华芳（贵阳医学院）
张凯（济宁医学院）
贾天军（河北北方学院）
梅勇（武汉科技大学）
江新泉（泰山医学院）
于学杰（山东大学）
许文波（中国疾病预防控制中心）
杨大进（中国疾病预防控制中心）

秘书：汪川（四川大学）

全国高等学校卫生检验与检疫专业 第2轮规划教材目录

- | | | | |
|----------------|---|------------------------------|---|
| 1. 分析化学(第2版) | 主 编 毋福海
副主编 赵云斌
副主编 周 彤
副主编 李华斌 | 10. 免疫学检验(第2版) | 主 编 徐顺清
主 编 刘衡川
副主编 司传平
副主编 刘 辉
副主编 徐军发 |
| 2. 分析化学实验(第2版) | 主 编 张加玲
副主编 邵丽华
副主编 高 红
副主编 曾红燕 | 11. 临床检验基础(第2版) | 主 编 赵建宏
主 编 贾天军
副主编 江新泉
副主编 胥文春
副主编 曹颖平 |
| 3. 仪器分析 | 主 编 李 磊
主 编 高希宝
副主编 许 茜
副主编 杨冰仪
副主编 贺志安 | 12. 实验室安全与管理(第2版) | 主 编 和彦苓
副主编 许 欣
副主编 刘晓莉
副主编 李士军 |
| 4. 仪器分析实验 | 主 编 黄沛力
副主编 张海燕
副主编 茅 力 | 13. 生物材料检验(第2版) | 主 编 孙成均
副主编 张 凯
副主编 黄丽玫
副主编 闫慧芳 |
| 5. 食品理化检验(第2版) | 主 编 黎源倩
主 编 叶蔚云
副主编 吴少雄
副主编 石红梅
副主编 代兴碧 | 14. 卫生检疫学(第2版) | 主 编 吕 斌
主 编 张际文
副主编 石长华
副主编 殷建忠 |
| 6. 水质理化检验(第2版) | 主 编 康维钧
主 编 张翼翔
副主编 潘洪志
副主编 陈云生 | 15. 卫生检验检疫实验教程:
卫生理化检验分册 | 主 编 高 蓉
副主编 徐向东
副主编 邹晓莉 |
| 7. 空气理化检验(第2版) | 主 编 吕昌银
副主编 李 珊
副主编 刘 萍
副主编 王素华 | 16. 卫生检验检疫实验教程:
卫生微生物检验分册 | 主 编 张玉妥
副主编 汪 川
副主编 程东庆
副主编 陈丽丽 |
| 8. 病毒学检验(第2版) | 主 编 裴晓方
主 编 于学杰
副主编 陆家海
副主编 陈 廷
副主编 曲章义 | 17. 化妆品检验与安全性
评价 | 主 编 李 娟
副主编 李发胜
副主编 何秋星
副主编 张宏伟 |
| 9. 细菌学检验(第2版) | 主 编 唐 非
主 编 黄升海
副主编 宋艳艳
副主编 罗 红 | 18. 分析化学学习指导与习
题集 | 主 编 赵云斌
副主编 白 研 |

前 言

仪器分析实验是卫生检疫与检疫专业本科生的一门基础课，它是与仪器分析理论课配套开设的实验课程，目的是使学生掌握各种分析仪器的基本原理、仪器组成部分和基本应用，为食品理化检验、水质理化检验、空气理化检验、生物材料检验和化妆品检验专业课程的学习打下良好的基础。随着实验技术的不断发展，实验教学尤为重要，经过第2届全国高等学校卫生检验与检疫专业规划教材评审委员会讨论，《仪器分析实验》单独成书，充分体现了仪器分析实验教学的重要性。

本书在根据理论课所讲授的仪器分析方法，选择实验内容的同时，增加了仪器结构与原理，仪器使用注意事项，使学生不必完全依附理论课的知识而进行实验。全书共14章，内容包括：仪器分析实验的基础知识、紫外-可见分光光度法、荧光分析法、原子光谱法、红外光谱法、激光拉曼光谱法、X-射线衍射分析法、动态光散射法、核磁共振波谱法、电位分析法、电导分析法、溶出伏安法、气相色谱法、高效液相色谱法、离子色谱法、高效毛细管电泳法、气相色谱-质谱联用法、液相色谱-质谱联用法和电感耦合等离子体-质谱联用法、综合设计性实验。全书共有67个实验，是结合各兄弟院校实验课程开设情况修订而成，并且增加了仪器性能检定实验，内容丰富，实用和可操作性强。可供教师与学生根据实际需要选择使用。

本书可以作为高等医学院校卫生检验与检疫专业的教材，也可作为预防医学专业、药学专业、临床检验专业和其他专业相关课程的教材，还可作为各级卫生相关部门实验室技术人员的参考资料。

本书编者都是多年从事仪器分析实验教学和科研工作的教师，具有丰富的教学和实践经验，编写过程中得到了参编院校领导和有关部门的大力支持和帮助，在此一并致以衷心的感谢。

为了进一步提高本书的质量，以供再版时修改，因而诚恳地希望各位读者、专家提出宝贵意见。

黄沛力
2014年10月

目 录

第一章 仪器分析实验基础知识	1
第一节 仪器分析实验规则与注意事项	1
一、仪器分析实验规则	1
二、分析仪器的校准与维护	1
三、如何做好仪器分析实验	2
四、分析中的质量控制与统计分析	2
第二节 实验室安全知识	4
一、实验室的一般安全规则	4
二、实验室水、电、气的安全使用	5
三、实验室用火(热源)安全	6
四、常用设备的安全使用	7
五、化学烧伤急救常识	7
第二章 紫外-可见分光光度法	9
第一节 基础知识	9
一、仪器结构与原理	9
二、仪器使用注意事项	9
第二节 实验内容	10
实验一 紫外-可见分光光度计主要性能检定	10
实验二 可见分光光度法测定总铁	13
实验三 可见分光光度法同时测定 KMnO_4 和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	16
实验四 紫外-可见分光光度法测定苯甲酸	18
实验五 紫外-可见分光光度法测定维生素 B_{12}	19
实验六 双波长紫外-可见分光光度法测定苯甲酸钠和咖啡因的含量	21
实验七 紫外-可见分光光度法测定苯甲酸的离解常数	23
第三章 分子荧光分析法	27
第一节 基础知识	27
一、仪器结构与原理	27
二、仪器使用注意事项	27
第二节 实验内容	28
实验一 分子荧光光度计主要性能检定	28
实验二 分子荧光分析法测定维生素 B_2 含量	31
实验三 分子荧光分析法测定水溶液中镉离子	33



实验四 分子荧光分析法测定阿司匹林中乙酰水杨酸和水杨酸	35
实验五 奎宁的荧光特性和含量测定	37
第四章 原子吸收分光光度法	39
第一节 基础知识	39
一、仪器结构与原理	39
二、仪器使用注意事项	39
第二节 实验内容	40
实验一 原子吸收分光光度计主要性能检定	40
实验二 原子吸收分光光度法最佳实验条件的选择	43
实验三 原子吸收分光光度法测定的干扰及其消除	45
实验四 原子吸收分光光度法测定锌	47
实验五 原子吸收分光光度法测定铅	48
第五章 原子荧光分光光度法	51
第一节 基础知识	51
一、仪器结构与原理	51
二、仪器使用注意事项	51
第二节 实验内容	51
实验一 原子荧光分光光度计主要性能检定	51
实验二 氢化物发生-原子荧光光谱法测定硒	54
实验三 原子荧光光谱法同时测定砷和汞	55
第六章 电感耦合等离子体原子发射光谱法	59
第一节 基础知识	59
一、仪器结构与原理	59
二、仪器使用注意事项	59
第二节 实验内容	60
实验一 电感耦合等离子体原子发射光谱仪主要性能检定	60
实验二 电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定铜、铁、钙、锰和锌	63
实验三 电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定铅、铬、镉	65
第七章 红外光谱法	69
第一节 基础知识	69
一、仪器结构与原理	69
二、仪器使用注意事项	69
第二节 实验内容	70
实验一 溴化钾压片法测绘抗坏血酸的红外吸收光谱	70
实验二 傅立叶变换红外光谱法分析反式脂肪酸	71



第八章 激光拉曼光谱法	73
第一节 基础知识	73
一、仪器结构与原理	73
二、仪器使用注意事项	73
第二节 实验内容	73
实验一 激光拉曼光谱法测定四氯化碳浓度	73
第九章 X-射线衍射分析法	77
第一节 基础知识	77
一、仪器结构与原理	77
二、仪器使用注意事项	77
第二节 实验内容	78
实验一 X-射线粉末衍射法分析青霉素钠	78
实验二 X-射线单晶衍射分析实验	79
第十章 动态光散射激光粒度仪	81
第一节 基础知识	81
一、仪器结构与原理	81
二、仪器使用注意事项	81
第二节 实验内容	82
实验一 动态光散射仪测定颗粒物粒径	82
第十一章 核磁共振波谱法	83
第一节 基础知识	83
一、仪器结构与原理	83
二、仪器使用注意事项	83
第二节 实验内容	84
实验一 正丙醇的核磁共振氢谱、碳谱测定	84
第十二章 电位分析法	87
第一节 基础知识	87
一、仪器结构与原理	87
二、仪器使用注意事项	87
第二节 实验内容	88
实验一 酸度计的性能检验和水溶液酸度的测定	88
实验二 氟离子选择性电极测定水样中氟离子含量	91
第十三章 电导分析法	95
第一节 基础知识	95
一、仪器结构与原理	95

二、仪器使用注意事项	95
第二节 实验内容	95
实验一 电导滴定法测定混合酸中盐酸和醋酸含量	95
实验二 电导法检验水的纯度	98
第十四章 溶出伏安法	101
第一节 基础知识	101
一、仪器结构与原理	101
二、仪器使用注意事项	101
第二节 实验内容	102
实验一 阳极溶出伏安法测定水中痕量 Cu、Pb、Cd 的浓度	102
第十五章 气相色谱法	105
第一节 基础知识	105
一、仪器结构与原理	105
二、仪器使用注意事项	105
第二节 实验内容	106
实验一 气相色谱-火焰离子化检测器的主要性能检定	106
实验二 气相色谱分离条件的选择	108
实验三 气相色谱的定性和定量分析	111
实验四 气相色谱法测定苯系物	112
实验五 气相色谱-火焰光度检测法测定有机磷农药残留	114
实验六 气相色谱-电子捕获检测法测定氯代烃	116
第十六章 高效液相色谱法	119
第一节 基础知识	119
一、仪器结构与原理	119
二、仪器使用注意事项	119
第二节 实验内容	120
实验一 液相色谱仪-紫外检测器主要性能检定	120
实验二 高效液相色谱柱效能的测定	122
实验三 高效液相色谱测定糖精钠	123
实验四 高效液相色谱法测定绿原酸含量	124
实验五 高效液相色谱法测定萘和硝基苯	126
实验六 高效液相色谱法测定阿司匹林的有效成分	127
实验七 高效液相色谱法测定血清及尿中呋塞米(速尿)的含量	128
实验八 超高效液相色谱法快速检测黄曲霉毒素的含量	129
第十七章 离子色谱法	133
第一节 基础知识	133



一、仪器结构与原理	133
二、仪器使用注意事项	133
第二节 实验内容	134
实验一 离子色谱法测定水中常见的4种阴离子	134
实验二 离子色谱法测定水中6种阳离子	135
第十八章 高效毛细管电泳	139
第一节 基础知识	139
一、仪器基本结构与原理	139
二、仪器使用注意事项	140
第二节 实验内容	140
实验一 毛细管电泳仪性能测试实验	140
实验二 毛细管区带电泳-直接紫外法检测巯基乙酸	144
实验三 毛细管区带电泳-间接紫外法检测甜蜜素	146
实验四 毛细管电泳-直接激光诱导荧光法检测酸性橙 II	148
第十九章 气相色谱-质谱联用法	151
第一节 基础知识	151
一、仪器结构与原理	151
二、仪器使用注意事项	151
第二节 实验内容	152
实验一 气相色谱-质谱联用仪主要性能检定	152
实验二 气相色谱-质谱联用法谱库检索	155
实验三 气相色谱-质谱联用法测定有机磷农药	156
第二十章 液相色谱-质谱联用法	159
第一节 基础知识	159
一、仪器结构与原理	159
二、仪器使用注意事项	159
第二节 实验内容	160
实验一 液相色谱-质谱联用仪主要性能检定	160
实验二 液相色谱-串联质谱法测定溶液中利血平	163
实验三 高效液相色谱-串联质谱法测定孔雀石绿	164
第二十一章 电感耦合等离子-体质谱法	167
第一节 基础知识	167
一、仪器结构与原理	167
二、仪器使用注意事项	167
第二节 实验内容	168
实验一 电感耦合等离子体质谱仪主要性能检定	168

实验二 电感耦合等离子体质谱法同时测定痕量金属元素	171
实验三 电感耦合等离子体质谱法测定全血中元素	173
第二十二章 综合设计性实验	175
第一节 目的和基本要求	175
一、实验目的	175
二、基本要求	175
第二节 实验内容	175
实验一 饮料中多种食品添加剂和维生素的检测	175
实验二 化妆品中重金属含量测定	177
实验三 仪器分析实验的实际应用	177
第三节 典型案例	178
一、二噁英事件	178
二、苏丹红事件	178
三、多溴联苯和多溴联苯醚	179
第四节 常用教材、手册和电子资源	179
一、教材	179
二、手册	179
三、电子资源	179
附 录	183
附录一 弱酸在水溶液中的解离常数 (25℃)	183
附录二 弱碱在水溶液中的解离常数 (18 ~ 25℃)	184
附录三 标准电极电位表 (18 ~ 25℃)	184
附录四 不同纯度水的电阻率	186
附录五 常用溶液的配制	186
附录六 常用化合物相对分子量	189
附录七 国际单位制 (SI) 及常用常数	190
附录八 化学元素周期表	192
参考文献	193

第一章 仪器分析实验基础知识

仪器分析实验是卫生检疫与检疫专业本科生的一门基础课，它是与仪器分析理论课配套开设的实验课程，目的是使学生掌握各种分析仪器的基本原理、基本仪器组成和应用。为食品理化检验、水质理化检验、空气理化检验、生物材料检验和化妆品检验专业课程的学习打下良好的基础。

第一节 仪器分析实验规则与注意事项

一、仪器分析实验规则

为了保证人员安全和实验设备的安全使用，要求学生在进行仪器分析实验时做到以下几点：

1. 进入实验室必须严格遵守实验室各项规章制度和操作规程。实验时关闭手机等通讯设备，保持实验室的整洁、安静，严禁喧哗、打闹、随地吐痰、乱扔垃圾、吃零食和吸烟。不得擅自翻动或使用柜内物品或他人物品。节约使用水、电和实验材料。

2. 实验室的仪器设备及附件等，未经实验室管理人员的同意，使用者不得擅自携带至室外。实验中按操作规程进行仪器操作和使用，如发现仪器设备出现故障或损坏，应立即报告，以便及时维修和更换，不得擅自拆修，以防发生意外。爱护仪器设备，特别是贵重仪器。实验结束后，应清点仪器数量，清洁仪器，按次序放好，做好仪器使用记录。

3. 使用化学试剂前应仔细辨认试剂标签，看清名称及浓度是否为本实验所需要。取出试剂后，立即将瓶塞盖好，放回原处，切勿盖错；未用完的试剂不得倒回瓶内；使用低沸点有机溶剂，如乙醚、石油醚、酒精等，应禁明火、远离火源，若需加热要用水浴加热，不可直接在火上加热；凡属发烟或产生有毒气体的实验，均应在通风柜内进行，以免对人体造成危害。若发生酸、碱灼伤事故，立即用大量自来水清洗。若发生起火事件，根据起火性质分别采用砂、水、 CO_2 或 CCl_4 灭火器扑灭。

4. 实验结束后，废弃物处理方法要按照“化学实验室废弃物处理制度”执行。浓酸必须弃于小钵中，用水稀释后倒入水池中。有机类实验废液尽量回收，纯化处理后，反复使用。甲醇、乙醇及醋酸之类溶剂，需使用大量水稀释后倒入水池中。实验结束后，切断电源、水源，关闭门窗，经老师检查合格后，方能离开实验室。

二、分析仪器的校准与维护

分析仪器的准确与否，直接影响着分析结果的准确性和可靠性。因此，定期对分析仪器进行校准与维护，确保分析仪器始终处在良好稳定的工作状态是非常重要的。



1. 仪器校准确保了测试仪器的可靠性以及使用人员的安全性，是分析结果质量的保证，是测试结果准确可靠的基础。仪器校准是在规定条件下，通过与参比标准或参比仪器所产生数值的比较，证明仪器的测量值、记录值或者系统显示值在可接受限度内，并且校准量程应该在适合的测量范围内。仪器校准分为内部校准和外部校准：①内部校准是指实验室内部人员进行的校准活动，通常由具有资质的工程人员或实验室校准人员完成；②外部校准是由具有校准资质的外部机构进行的校准，包括国家权威机构或仪器的供应商等。

2. 仪器维护是设备技术管理的重要环节，其目的是为了延长仪器设备的使用寿命，保持其良好的性能及精度，是保障实验室教学和科学研究正常、顺利进行的基础。仪器维护可以分为预防性维护和维修：①预防性维护，是按照既定的程序定期对仪器部件进行检查、修理、更换，确保仪器正常运行，消除系统误差，降低仪器在实验中出现故障的可能，确保使用人员的安全；②维修，是指仪器使用过程中发生故障，或校准不合格时，需要对其进行调整，维修或更换相关部件，使仪器功能满足使用要求。对于实验室分析仪器，一些性能测试，如定性、定量的重现性，基线噪音，基线漂移的测试，准确度和重现性的测试均包含在仪器校准与维护的范畴内。

三、如何做好仪器分析实验

仪器分析实验的特点是实验几乎都要使用大型精密仪器，是理解课堂上所学到的理论知识最好的实践过程。通过实验学生加深了对各种仪器原理的掌握，了解各种仪器的结构、学会各种仪器的操作方法。由于仪器结构原理复杂，操作方法难以掌握，且仪器设备昂贵，实验过程中必须做到以下几点：

1. 上课前认真预习实验教材，掌握实验要求和实验原理，了解实验步骤和注意事项。做好实验安排，对将要进行的实验做到心中有数。

2. 进行实验前先检查仪器用品是否齐全，如有缺损应向教师提出，不许擅自动用他组仪器和用品。

3. 实验过程中保持安静，仔细观察实验现象，认真测量和记录原始数据，绝不能将数据记在单片纸或记在书上、手掌上等。

4. 按照正确的方法使用仪器设备，遵守仪器操作规程，在使用精密仪器时，当接线完成后要经实验指导教师检查，待许可后才能进行实验。

5. 实验结束后，应立即将使用过玻璃器皿洗刷干净，仪器复原，填写使用登记卡，整理实验台面。

6. 认真撰写实验报告，实验报告一般应包括：姓名、日期、温度、湿度、主要实验步骤、实验数据原始记录、实验结果，包括图、表、计算公式及实验结果，按时送交指导教师评阅。

四、分析中的质量控制与统计分析

分析实验室所定义的“质量控制”是指采取一系列措施尽量减小分析误差，使分析工作的质量控制在较好水平。通常包括：实验室仪器设备条件、环境条件和实验室的技术管理制度以及实验人员的素质。提高实验人员的素质主要包括：正确地记录实验数据的方法，科学地处理所得数据并正确报告出实验结果。



(一) 实验数据的记录

1. 实验数据的记录应有专门的实验记录本, 实验开始之前, 应首先记录实验名称、实验日期、实验室气候条件(包括温度、湿度和天气状况等)、仪器型号、测试条件及同组人员姓名等。

2. 实验过程中应及时、准确地将数据记录在实验记录本上。不要先抄写在一张小纸条上或记在书上、手掌上, 然后再抄到实验记录本上, 步骤越多, 出错的可能性越大。记录实验数据时, 要本着实事求是和严谨的科学态度, 切忌夹杂主观因素随意拼凑或伪造数据。

3. 应根据所用仪器的精度正确记录有效数字的位数。如用万分之一分析天平称重时, 要求记录到 0.0001g ; 实验过程中的每一个数据, 都是测量结果, 即使数据完全相同, 也应认真记录下来。记录下来的众多数据, 在进行计算之前应根据有效数字的运算规则, 正确保留有效数字的位数, 依照“四舍六入五单双”的规则进行修约。

4. 为了整齐、清洁, 可以采用一定的表格形式记录数据。如发现数据算错、测错或读错而需要改动时, 可将该数据用双斜线划去, 在其上方书写正确的数字, 并由更改人在数据旁签字。

5. 实验完毕后, 将完整的实验数据记录交给实验指导教师检查并签字。

(二) 实验数据的处理

实验数据的处理是将测量的数据经科学的数学运算, 推断出某量值的真值或导出某些具有规律性结论的整个过程。通常包括: 实验数据的表达、数据的统计学计算和结果的表达。

1. 实验数据表达 可用列表法、图示法和数学公式表达法显示实验数据间的相互关系、变化趋势等相关信息, 清楚地反映出各变量之间的定量关系, 以便进一步分析实验现象, 得出规律性结论。①列表法: 列表法是将有关数据及计算按一定的形式列成表格, 具有简单明了、便于比较等优点; ②图示法: 是将实验数据各变量之间的变化规律绘制成图, 简明、直观地表达出实验数据间的变化规律, 容易看出数据中的极值点、转折点、周期性、变化率以及其他特性, 便于分析研究; ③数学公式表达法: 在实验研究中, 除了用表格和图形描述变量间的关系外, 还常常把实验数据整理成数学表达式, 以表达自变量和因变量之间的关系。在仪器分析实验中, 应用最多是一级线性方程, 表达物质的量与测量信号之间的定量关系。

2. 数据统计分析和结果表达 进行实际样品分析时, 需要按照有效数字的运算规则进行计算和保留有效数字。主要涉及的计算有可疑值的取舍、平均值、标准偏差和相对标准偏差, 分析数据的显著性检验等, 有关计算参阅《分析化学》。根据测量仪器的精度和计算过程的误差传递规律, 正确地表达分析结果, 必要时还要表达其置信区间。不同状态的样品所用的单位不同, 常用的表示方法分别为: ①固体样品, 单位为 $\mu\text{g/g}$ 、 ng/g 、 pg/g 等; ②液体样品, 单位为 g/L 、 mg/L 、 $\mu\text{g/L}$ 或 $\mu\text{g/ml}$ 、 ng/ml 等; ③气体样品, 单位为 mg/m^3 。

(三) 实验报告的书写

实验完毕, 应用专门的实验报告本, 根据预习和实验中的现象及数据记录等, 及时而认真地写出实验报告。仪器分析实验报告一般包括以下内容。

1. 实验(编号)及实验名称



2. 实验目的

3. 实验原理 简要地用文字和化学反应式说明,对特殊仪器的实验装置,应画出实验装置图。

4. 仪器和试剂 列出实验中所使用的主要试剂和仪器。

5. 实验步骤 简明扼要地写出实验步骤流程,包括样品的前处理,实验条件的选择,标准曲线绘制,实验样品测定,实验数据处理。

6. 注意事项 列出顺利完成实验的几个关键问题。

7. 问题与讨论 包括解答实验教材上的思考题和对实验中的现象、产生的误差等尽可能地结合仪器分析中有关理论进行讨论和分析,以提高自己分析问题、解决问题的能力,为后续课程的学习打下一定的基础。

第二节 实验室安全知识

实验室安全包括人身安全及仪器、设备等公共财产的安全。在仪器分析实验中,经常使用腐蚀性的、易燃、易爆炸的或有毒的化学试剂;大量使用易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器;使用煤气、水、电等。因此,在实验室安全方面主要应预防化学药品中毒、操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀等人身安全和燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品等可能产生的火灾、爆炸事故以及自来水泄漏等事故。为确保实验的正常进行和人身安全,学生进入实验室必须严格遵守实验室的安全规则和了解安全急救措施。

一、实验室的一般安全规则

1. 实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口。实验中应注意不用手摸脸、眼等部位。实验完毕后,须洗手。

2. 水、电、煤气使用完毕后,应立即关闭。离开实验室时,应仔细检查水、电、煤气以及门、窗是否均已关好。

3. 避免浓酸、浓碱等强腐蚀性试剂溅在皮肤和衣服上。使用浓硝酸(HNO_3)、盐酸(HCl)、硫酸(H_2SO_4)、高氯酸(HClO_4)、氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)时,均应在通风橱中操作,绝不允许直接加热。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地注入水中(边搅拌边加入),绝不能将水倒入硫酸中。装过强腐蚀性、易爆或有毒药品的容器,应由操作者及时洗净。

4. 使用四氯化碳(CCl_4)、乙醚($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$)、苯(C_6H_6)、丙酮($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$)、三氯甲烷(CHCl_3)等易挥发的、有毒或易燃的有机溶剂时,一定要远离火焰和热源。使用完后将试剂瓶塞严,放在阴凉处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰上或热源(煤气灯或电炉上)上加热,而应在水浴上加热。用过的试剂应倒入回收瓶中,不要倒入水槽中。

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,因作用时产生剧毒的氢氰酸,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物盐类,然后作废液处理。严禁直接倒入下水道或废液缸中。硫化氢气体有毒,涉及有关硫化氢气体的操作时,一定要在通风橱中进行。操作结束后,必须仔细洗手。

6. 热、浓的 HClO_4 遇有机物常易发生爆炸。如果试样为有机物时,应先用浓硝酸加热,使之与有机物发生反应,有机物被破坏后,再加入 HClO_4 。蒸发多余的 HClO_4 时,切勿蒸干,避免发生爆炸。