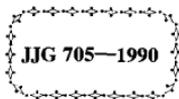


# 实验室液相色谱仪检定规程

JJG 705—1990

# 实验室液相色谱仪检定规程

Verification Regulation for Liquid  
Chromatograph Used in Laboratory



---

本检定规程经国家技术监督局于1990年7月28日批准，并自1991年1月1日起施行。

**归口单位：**国家标准物质研究中心

**起草单位：**国家标准物质研究中心

本规程技术条文由起草单位负责解释。

**本规程主要起草人：**

赵敏（国家标准物质研究中心）

**参加起草人：**

吴方迪（国家标准物质研究中心）

# 目 录

一 概述 .....	1542
二 技术要求 .....	1542
三 检定条件 .....	1543
四 检定项目和检定方法 .....	1544
五 检定结果处理和检定周期 .....	1548
附录 .....	1548
附录 1 检定证书（背面）格式 .....	1548
附录 2 检定结果通知书（背面）格式 .....	1549
附录 3 检定记录格式 .....	1549
附录 4 标准溶液的配制 .....	1551
附录 5 线性回归法做工作曲线 .....	1552

# 实验室液相色谱仪检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后带有紫外-可见光（固定波长或可调波长）、荧光（固定波长或可调波长）和差示折光检测器的实验室液相色谱仪的检定。

## 一 概 述

实验室液相色谱仪（以下简称仪器）是由输液系统、进样器、色谱柱、检测器和数据记录处理装置等几部分组成的分析仪器。图1是典型的液相色谱仪组成方框图。它利用样品中各组份在色谱柱中固定相和流动相间分配系数或吸附系数的差异，将各组份分离后进行检测，并根据各组份的保留时间和响应值进行定性、定量分析。

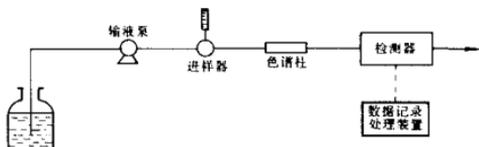


图1 液相色谱仪组成方框图

## 二 技 术 要 求

### 1 外观

- 1.1 仪器应有下列标志：名称、型号、制造厂名、出厂日期、系列号（或编号）等。
- 1.2 仪器要成套、完整。
- 1.3 仪器各调节旋钮、按键、开关等能正常工作，无松动。指示灯灵敏。
- 1.4 电源线、信号电缆等插、接头与插座紧密配合。
- 1.5 输液管路应为不锈钢管，接头紧密、牢固，在规定的压力范围内无泄漏。

### 2 输液系统

- 2.1 泵流量设定值误差  $S_S$ ：小于  $\pm 2\% \sim 5\%$ ；\* 流量稳定性误差  $S_R$ ：小于  $\pm 2\% \sim 3\%$ 。
- 2.2 梯度准确度误差  $T_{c1}$ ：小于 3%。

3 柱恒温箱温度设定值误差  $\Delta T$ ：小于  $\pm 2^\circ\text{C}$ ，控温稳定性误差  $T_c$ ：小于或等于  $1^\circ\text{C}$ （无柱箱仪器不检此项）。

### 4 定性、定量测量重复性

- 4.1 \* 定性测量重复性误差（8次测量） $RSD_{\text{定性}}$ ：小于或等于 1.5%。
- 4.2 \* 定量测量重复性误差（8次测量） $RSD_{\text{定量}}$ ：小于或等于 3.0%。

### 5 检测器性能

#### 5.1 紫外-可见光检测器

\*带星的条款请按国家计量行政部门批准颁布相应标准物质后，即应采用，下同

- 5.1.1 固定波长紫外检测器波长示值误差：小于 $\pm 2\text{nm}$ 。
- 5.1.2 可调波长紫外-可见光检测器波长示值误差：小于 $\pm 2\text{nm}$ ；重复性误差：小于 $\pm 1\text{nm}$ 。
- 5.1.3 \* 基线漂移：小于或等于 $5 \times 10^{-3}$  (AU/h)。  
基线噪声：小于或等于 $5 \times 10^{-4}$  (AU)。
- 5.1.4 最小检测浓度（静态）： $4 \times 10^{-3}\text{g/mL}$ （萘的甲醇溶液）。
- 5.1.5 线性范围：大于或等于 $10^3$ 。
- 5.1.6 吸光度选择器换档误差：小于或等于2.0%。
- 5.2 荧光检测器
- 5.2.1 波长示值误差：小于 $\pm 5\text{nm}$ （固定和可调波长）。
- 5.2.2 \* 灵敏度： $10^{-8}\text{g/mL}$  硫酸奎宁溶液在记录仪上有满量程70%以上的响应（检测器范围档置最小，记录仪输入电压与检测器输出电压相同）。
- 5.2.3 \* 基线漂移：小于或等于 $\pm 5 \times 10^{-3}$  (AU/h)。  
基线噪声：小于或等于 $\pm 5 \times 10^{-4}$  (AU)。
- 5.2.4 \* 最小检测浓度： $5 \times 10^{-10}\text{g/mL}$ （硫酸奎宁的硫酸水溶液）。
- 5.2.5 线性范围：大于或等于 $10^3$ 。
- 5.2.6 范围选择器换档误差：小于或等于2.0%。
- 5.3 差示折光检测器
- 5.3.1 \* 灵敏度： $10^{-4}\text{g/mL}$  丙三醇水溶液在记录仪上有满量程70%以上的响应（范围选择器置最小档，记录仪输入电压与检测器输出电压相同）。
- 5.3.2 \* 基线漂移：小于或等于 $\pm 5 \times 10^{-6}$  (RIU/h)。  
基线噪声：小于或等于 $\pm 5 \times 10^{-7}$  (RIU)
- 5.3.3 最小检测浓度： $5 \times 10^{-6}\text{g/mL}$ （丙三醇水溶液）。
- 5.3.4 线性范围：大于或等于 $10^3$ 。
- 5.3.5 范围选择器换档误差：小于或等于2.0%。

### 三 检 定 条 件

#### 6 环境条件

- 6.1 安装仪器的房间应清洁无尘，无易燃、易爆和腐蚀性气体，室内排风良好。
- 6.2 仪器应平稳地放在工作台上，便于操作，周围无强烈的机械振动和电磁干扰，仪器接地良好。
- 6.3 环境温度为 $10\sim 30\text{C}$ ，8小时内温度波动不超过 $\pm 3\text{C}$ （有RI检测器的，温度变化不要超过 $\pm 2\text{C}$ ），相对湿度低于85%。

#### 7 电源要求

- 7.1 电源电压： $220 \pm 22\text{V}$
- 7.2 电源频率： $50 \pm 0.5\text{Hz}$

#### 8 检定设备

- 8.1 秒表，分度值小于0.1s，经检定合格。
- 8.2 分析天平，最大称量200g，最小分度为0.1mg，经检定合格。
- 8.3 容量瓶，50ml 10个。

- 8.4 铜-康铜热电偶及配套测温仪表, 经检定合格。
- 8.5 水银玻璃温度计, 0~50℃ (分度: 0.1℃), 一支, 经检定合格。
- 8.6 数字多用表 (5位半) (或数字电压表): 0~200mV (和仪器配套使用的记录仪, 经校准后可以代替数字多用表)。
- 8.7 注射器: 10 $\mu$ L, 50 $\mu$ L 各两支, 经校准。10mL 两支。
- 8.8 标准物质和试剂\*: 苯、硫酸奎宁标准物质、丙三醇、异丙醇、丙酮等试剂其等级和所配溶液的浓度及配制方法详见附录 4。
- 8.9 甲醇、HPLC 用纯水、硫酸等溶剂和试剂。
- 8.10 紫外吸光标准溶液 (一套)。

#### 四 检定项目和检定方法

9 按第 1.1~1.4 款说明进行仪器外观检查。

10 泵的耐压检定: 将仪器的输液系统、进样器、色谱柱和检测器联接好, 以甲醇为流动相, 流量设为 1mL/min, 按说明书启动仪器, 待压力平稳后保持 10 分钟, 用滤纸检查各管路接头处应无湿迹。卸下色谱柱, 堵住泵出口端 (压力传感器以下), 使压力达到最大允许值的 90%, 保持 5 分钟无泄漏。

11 泵流量设定值误差  $S_S$ 、流量稳定性误差  $S_R$  的检定。

在第 10 条实验条件下, 按表 1 设定流量, 待流速稳定后, 在流动相排出口用事先清洗称重过的容量瓶收集流动相, 同时用秒表计时, 准确地收集 10~25 分钟, 称重。按式 (1)、式 (2) 计算  $S_S$  和  $S_R$ 。

$$S_S = (F_m - F_S) / F_S \times 100\% \quad (1)$$

$$S_R = (F_{\max} - F_{\min}) / F \times 100\% \quad (2)$$

式中:  $S_S$ ——流量设定值误差 (%);

$F_m = (W_2 - W_1) / \rho_t \cdot t$ , 流量实测值 (mL/min);

$W_2$ ——容量瓶 + 流动相的重量 (g);

$W_1$ ——容量瓶的重量 (g);

$F_S$ ——流量设定值 (mL/min);

$\rho_t$ ——实验温度下流动相的密度 (g/cm<sup>3</sup>);

$t$ ——收集流动相的时间 (min);

$S_R$ ——流量稳定性误差 (%);

$F_{\max}$ ——同一组测量中流量最大值 (mL/min);

$F_{\min}$ ——同一组测量中流量最小值 (mL/min);

$F$ ——同一组测量值的算术平均值 (mL/min)。

12 柱恒温箱温度设定值误差  $\Delta T$  和控温稳定性误差  $T_c$  的检定。

柱恒温箱有孔可以插入温度计的, 可将温度计插入柱箱, 并设法固定住。没有孔的柱箱, 可将热电偶固定在柱箱中央 (冷端在室温下), 引线接到测温仪表上, 关好柱箱门。

选择最低可控温度 (通常为室温 10℃) 和最高可控温度的 90% 两点进行检定。按仪器说明书操作, 开始升温。待指示温度稳定后, 记下温度或测温表上指示值, 每隔 10 分钟记录一次, 共计 7 次, 求出算术平均值。设定值与平均值之差为  $\Delta T$ , 7 次测量值中最大与最

小值之差为控温稳定性误差  $T_c$ 。

表 1  $S_S$ 、 $S_R$  的检定

流量设定值 (mL/min)	0.5	1.0	2.0
测量次数	3	3	3
收集流动相时间 (min)	25	15	10
允许误差	$S_S$	5%	3%
	$S_R$	3%	2%

注：流量最高值的设定可根据实验室的要求而定。流量测量顺序可以随意选择，但不是设定某一流量后连续测量三次，每次改变流量后至少要等 5 分钟待流量稳定后，方可收集流动相。

### 13 梯度准确度的检定

通过梯度控制装置设置阶梯式的溶剂梯度程序。A 溶剂为水，B 溶剂为含 0.1% 丙酮的水溶液，A 从 100% 变到 0。开机后先以 A 溶剂走基线（流动相不经过色谱柱），基线平稳后使用记录仪的仪器，调好零点后记下记录仪读数，使用计算机积分仪的仪器，记下输出电信号值。然后执行梯度程序，画出梯度变化曲线，并读出各种溶剂配比时的输出电信号值或记录仪读数。重复测量两次，求出平均值。从 B 溶剂的含量及相对应的输出电信号值或记录仪读数  $L_{mi}$  和  $\bar{L}_m$  值计算梯度准确度  $T_{ci}$ ，取  $T_{ci}$  值最大值者作为仪器梯度准确度误差。

$$T_{ci} = (L_{mi} - \bar{L}_m) / \bar{L}_m \times 100\% \quad (3)$$

式中： $T_{ci}$ ——第  $i$  段梯度准确度 (%)；

$L_{mi}$ ——第  $i$  段输出信号值或记录仪读数；

$\bar{L}_m$ ——各段输出信号或记录仪读数平均值。

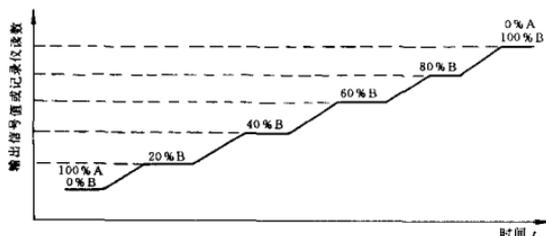


图 2 梯度准确度的检定

### 14 定性、定量测量重复性的检定

将仪器联接好，使之处于正常工作状态，用微升注射器（最好用定量管）注入适量的标准溶液（紫外-可见光检测器用萘、蒽、联苯等；荧光检测器用硫酸奎宁、蔗糖等；差示折光检测器用丙三醇或葡萄糖等），或者稳定的待分析样品，记录保留时间和峰面积，连续测量 8 次，按式 (4) 计算相对标准偏差  $RSD$ 。

$$RSD_{\text{定性(定量)}} = \sqrt{\left[ \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 / (n - 1) \right] \times \frac{1}{\bar{X}}} \times 100\% \quad (4)$$

$RSD_{\text{定性(定量)}}$  即为定性定量测量重复性相对标准偏差。

式中： $X_i$ ——第  $i$  次测得的保留时间或峰面积；

$\bar{X}$ —— $n$  次测量结果的算术平均值；

$i$ ——测量序号；

$n$ ——测量次数。

## 15 紫外-可见光检测器性能的检定

### 15.1 固定波长紫外检测器波长示值误差的检定

固定波长紫外检测器通常是用一块滤光片获得指定波长的光，可小心将滤光片取出送到高精度的分光光度计上检定。

### 15.2 可调波长紫外——可见光检测器波长示值误差和重复性误差的检定

将检测器与记录仪联接好，接通电源预热稳定后，用注射器分别将紫外吸收标准溶液和参比溶液注入到检测器的样品池和参比池中，将两池冲洗干净，然后将两池充满。按紫外吸收标准溶液的标准波长（235nm、257nm、315nm 和 350nm）检定仪器的波长示值误差。将记录纸速调到 4mm/min，将检测器波长调到较标准波长低 5nm 处（例如检定 257nm 时，检测器波长先调到 252nm），调记录笔到中间位置，然后每 15 秒改变 1nm，从 252nm 变到 262nm，记录仪上画出如图 3 的曲线，曲线最低处（透过最大）对应的波长与标准波长之差为波长示值误差。用同样的方法检定其他几点，每点重复测 3 次，最大与最小值之差为波长重复性误差。

### 15.3 基线漂移和基线噪声的检定

按说明书将仪器各部分连接好，选择如下的实验条件：紫外吸收波长为 254nm；流动相为 100% 甲醇；流量为 1.0mL/min；参比池为空气；吸光度选择为最灵敏档；记录纸速为 5~10mm/min，开机待基线稳定后，记录基线 30~40 分钟，计算基线漂移和噪声。

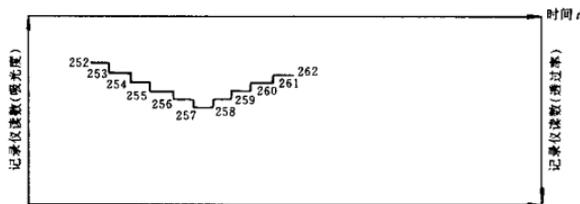


图 3 波长示值误差和重复性误差的检定

### 15.4 最小检测浓度的检定

在静态条件下，用注射器注入  $4 \times 10^{-8}$  g/mL 萘的甲醇溶液，样品峰高应大于或等于两倍基线噪声峰高，按式 (5) 计算最小检测浓度

$$c_i = 2 \cdot H_N \cdot c / H \quad (5)$$

式中： $c_i$ ——最小检测浓度 (g/mL)；

$H_N$ ——噪声峰高 (记录仪格数或实测高度 cm)；

$c$ ——样品浓度 (g/mL)；

$H$ ——样品峰高 (记录仪格数或实测高度 cm)。

### 15.5 线性范围的检定

将检测器和记录仪连接好，接通电源，以 2% 异丙醇水溶液为甲溶液、丙酮-2% 异丙醇系列水溶液为乙溶液，紫外吸收波长为 254nm，在静态下用甲溶液冲洗吸收池若干次，待记录仪指示稳定后，将记录笔调到零，依次将 0.1%、0.2%、……1.0% 丙酮-2% 异丙醇乙溶液注入并充满吸收池，同时记下各溶液的记录仪读数。重复 3 次，取算术平均值，作丙

酮含量-读数平均值图,找出曲线拐点(读数较理论值低5%处),此为线性范围的上限 $c_h$ ,按式(5)计算出丙酮的 $c_i$ 值,由 $c_h/c_i$ (丙酮)算出检测器的线性范围。

### 15.6 吸光度选择器换挡误差的检定

在检测器输出端接一只数字多用表(或直接用经校准过的与仪器配套用的记录仪,有显示吸光度功能的仪器不需此多用表),在仪器正常工作状态下,依次按下选择器按键,在数字表上读出相应的电位值或记录仪上的数值或显示器上的吸光度值,重复测量3次,取算术平均值,计算相邻两档换挡误差 $H_i$ ,取 $H_i$ 最大值表示换挡误差。

$$H_i = \frac{X_i Y_i - X_{i+1} Y_{i+1}}{X_i Y_i} \times 100\% \quad (6)$$

式中: $X_i$ ——第 $i$ 档标示值;

$Y_i$ ——选择器置第 $i$ 档时记录仪或数字表读数。

## 16 荧光检测器性能的检定

### 16.1 波长示值误差的检定

固定波长荧光检测器有两块滤光片,可取下在标准分光光度计上检定。可调波长荧光检测器可参照第15.2款的方法进行(若仪器使用正常,此项可以不检)。

### 16.2 基线漂移和基线噪声的检定

将检测器与记录仪连接好,仪器预热稳定后,用注射器分别将丙酮和水(5mL左右)注入流动池中(出口处接一小烧杯),重复几次,将池冲洗干净后,再注入5mL丙酮,堵住出口,5分钟后注入5mL0.05mol/L的 $H_2SO_4$ 水溶液(注意不要有气泡),将灵敏度选择开关置于最灵敏档,记录基线30分钟,由此计算基线噪声和基线漂移(记录纸速为10mm/min)。

### 16.3 灵敏度和最小检测浓度的检定

将检测器与记录仪连接好,灵敏度选择最灵敏档,激发波长为345nm,发射波长455nm(固定波长型仪器不设置波长)用注射器慢慢向流动池中注入3mL左右0.05mol/L的 $H_2SO_4$ 水溶液。接通电源,几分钟后记录笔有反应,调节调零旋钮,使记录笔处于记录纸零点处,然后用注射器将 $10^{-8}$ g/mL的硫酸奎宁的0.05mol/L的硫酸水溶液注入流动池记录笔应处于满量程的70%以上的位置,由此计算检测器灵敏度,再按 $c_i = 2 \cdot H_N \cdot c / H$ 式计算最小检测浓度(各符号的意义与式(5)同)。

### 16.4 线性范围的检定

采用第16.3款的实验条件,范围选择置于中间位置,用注射器向流动池中注入0.05mol/L的 $H_2SO_4$ 水溶液,将池冲洗干净。然后依次向池中注入 $1 \times 10^{-5}$ ,  $2 \times 10^{-5}$ ,  $3 \times 10^{-5}$ ... $1 \times 10^{-4}$ g/mL的硫酸奎宁的 $H_2SO_4$ 水溶液,同时记下记录仪读数,重复3次取算术平均值,以硫酸奎宁浓度与记录仪读数作图,求出曲线拐点(读数较理论值低5%处)。此点为线性上限 $c_h$ 。由第16.3款得 $c_1$ 值, $c_h/c_1$ 比值为线性范围。

### 16.5 范围选择器换挡误差的检定

操作、计算方法与第15.6款相同。

## 17 差示折光检测器性能检定

### 17.1 基线漂移和基线噪声的检定

将检测器及仪器与其他部分连接好,接通电源预热后,以纯水为流动相,流量为1mL/min,参比池充纯水,范围选择在最小档,待仪器稳定后记录基线30分钟,计算出基线漂移

和基线噪声（实验中应特别注意室温的波动）。

### 17.2 灵敏度和最小检测浓度的检定

将检测器与色谱柱拆开，用蒸馏水冲洗样品池多次后，再用3次水冲洗，范围选择最灵敏档，记录仪输入电压与检测器输出电压相同，记录笔调至零位。用注射器将 $10^{-4}$ g/mL丙三醇水溶液注入样品池，记录笔应处于满量程的70%以上的位置。重复3次，取算术平均值由此计算检测器的灵敏度。根据第17.1款测得的基线噪声及式（5）计算最小检测浓度。

### 17.3 线性范围的检定

将样品池与参比池用3次水反复冲洗后，依次向池中注入 $10^{-6}$ ， $10^{-5}$ ， $10^{-4}$ ， $10^{-3}$ ， $2 \times 10^{-3}$ ， $3 \times 10^{-3}$ ， $4 \times 10^{-3}$ ， $5 \times 10^{-3}$ g/mL丙三醇水溶液，同时记下记录仪读数。以丙三醇浓度与记录仪读数作图，求出曲线拐点（读数较理论值低5%处）。此点为线性上限 $c_h$ 。由第17.2款得 $c_l$ 值， $c_h/c_l$ 比值为线性范围。

### 17.4 范围选择器换挡误差的检定

操作、计算方法与第15.6款相同。

说明：检定中使用的色谱柱均为ODS-反相柱

## 五 检定结果处理和检定周期

18 按本规程条款检定，至少带\*的检定项目都达到规定技术指标的仪器，为合格仪器，发给检定合格证书。

若有一个带\*的项目不合格，如是检测器，可发给合格证书，但注明该检测器不合格。如是其他项目，则该仪器为不合格仪器，未达到技术指标的不合格仪器发给检定结果通知书。

19 实验室液相色谱仪的检定周期暂定为两年，若更换部件或对仪器性能有怀疑时，应随时检定。

## 附 录

### 附录1 检定证书（背面）格式

#### 检 定 结 果

一、外观：

二、主机：

耐压 \_\_\_\_\_，  $S_0$  \_\_\_\_\_， \*  $S_R$  \_\_\_\_\_，

$\Delta T$  \_\_\_\_\_，  $T_c$  \_\_\_\_\_，  $T_c$  \_\_\_\_\_，

\*  $RSD$ 定性 \_\_\_\_\_， \*  $RSD$ 定量 \_\_\_\_\_。

三、检测器：

1. UV-VISD：波长示值误差： \_\_\_\_\_， \* 基线漂移 \_\_\_\_\_，

\* 基线噪声 \_\_\_\_\_， \* 最小检测浓度 \_\_\_\_\_，

线性范围 \_\_\_\_\_， 选择器换挡误差 \_\_\_\_\_。

2. FLD： 波长示值误差 \_\_\_\_\_， \* 基线漂移 \_\_\_\_\_，

\* 基线噪声 \_\_\_\_\_， \* 最小检测浓度 \_\_\_\_\_，

- 线性范围\_\_\_\_\_，选择器换档误差\_\_\_\_\_。
3. RID: \* 基线漂移\_\_\_\_\_， \* 基线噪声\_\_\_\_\_，  
\* 最小检测浓度\_\_\_\_\_，线性范围\_\_\_\_\_。  
选择器换档误差\_\_\_\_\_。

四、结论:

### 附录 2 检定结果通知书 (背面) 格式

#### 检 定 结 果

下述几项指标未达到检定规程要求:

检定项目      规程技术指标      实测结果

建议:

### 附录 3 检定记录格式

实验室液相色谱仪检定记录

年 月 日

送检单位		室 温	
仪器型号		湿 度	
制 造 厂		检 定 员	
出厂编号		核 验 员	
检定日期		证书编号	

1. 外观检查

2. 泵流量设定值误差及流量稳定性误差的检定

耐压 (MPa)	流动相		密度	
$F_S =$	$F_{S_1} =$	$t_1 =$	$F_{S_1} =$	$t_2 =$
$W_1$				
$W_2$				
$W_2 - W_1$				
$(W_2 - W_1) / \rho$				
$F_m$				
$\bar{F}$				
$S_S$				
$S_R$				

### 3. 梯度准确度的检定

B溶液变化范围		0%	20%	40%	60%	80%	100%
记录仪 读数	1						
	2						
$L_{m_1}$							
$\bar{L}_m$							
$T_{t_1}$							

### 4. 柱恒温箱温度设定值误差及控温稳定性的检定

$T_{S_1}$ (°C)									
$T_{m_1}$	No	1	2	3	4	5	6	7	平均
	读数								
$\Delta T_2$						$T_{t_1}$			
$T_{S_2}$ (°C)									
$T_{m_2}$	No	1	2	3	4	5	6	7	平均
	读数								
$\Delta T_2$						$T_{t_2}$			

### 5. 定性定量测量重复性的检定

试样名称	浓度				进样量				波长	
流动相	流量				范围选择				记录纸速	
No	1	2	3	4	5	6	7	8	平均	RSD <sub>定性·定量</sub>
保留时间										
峰面积										

### 6. 紫外可见光检测器性能检定

型号		235nm				257nm				315nm				350nm			
重复性																	
基线漂移																	
最小检测浓度 (萘)		最小检测浓度 (丙酮)															
线性 范围	丙酮 (%)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0	$c_n$					
	读																
	数																

续表

型 号						波长范围			
换 档 误 差	标示值								
	读数								

## 7. 荧光检测器性能检定

型 号						波长示值误差			
基线漂移						基线噪声			
灵 敏 度						最小检测浓度			
线 性 范 围	标准溶液浓度								$c_h$
	读 数								
换档 误差	标示值								
	记录仪读数								

## 8. 差示折光检测器性能检定

型 号									
基线漂移						基线噪声			
灵 敏 度						最小检测浓度			
线 性 范 围	标准溶液浓度								$c_h$
	读 数								
换档 误差	标示值								
	记录仪读数								

## 附录 4 标准溶液的配制

## 1 试剂

试剂名称	纯 度	规 格	试剂名称	纯 度	规 格
甲醇	优级纯分 析纯(经蒸馏)	京 Q/HG(10—1299 —79) GB 683—79	丙三醇	分析纯	GB 687—77
			浓硫酸	优级纯	GB 625—77
水	三次蒸馏		硫酸奎宁	大于 99%	标物中心研制
异丙醇	分析纯	HG 3—1167—78	萘	分析纯	京 Q/HG10—1270—79
丙酮	分析纯	GB 686—78	紫外吸光 标准溶液		标物中心研制

## 2 设备与器材

名称	规格	数量	名称	规格	数量
分析天平	最大称量 200g	1	量筒	50mL	1
	分度值 0.1mg			500mL	1
容量瓶	1000mL	2	移液管 (刻度)	1mL	2
	500mL	2		5mL	2
	100mL	5	移液管 (无分度)	10mL	1
	50mL	30		20mL	1
烧杯	50, 100, 500mL	若干	5mL	1	
			称量瓶	20mL	2

配制标准溶液用的天平、移液管、容量瓶需经计量部门检定和校正。

### 3 2% 异丙醇水溶液 (甲溶液) 的配制

用移液管量取 20mL 异丙醇于 1000mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。

### 4 丙酮-2% 异丙醇系列溶液 (乙溶液) 的配制

取清洁的 50mL 容量瓶 10 个, 用甲溶液冲洗 3 次后, 每瓶中加入 10mL 左右甲溶液, 用刻度移液管分别加入 0.05, 0.10, 0.15, 0.20, 0.25, 0.30, 0.35, 0.40, 0.45 和 0.50mL 丙酮, 轻摇后用甲溶液稀释至刻度。此系列溶液的浓度为 0.1% ~ 1.0%。

### 5 $4 \times 10^{-8}$ g/mL 萘的甲醇溶液的配制

在万分之一的分析天平上准确称取 40mg 萘于一小烧杯中, 加入优级纯甲醇 25mL, 使之完全溶解, 将此溶液小心转移到 100mL 容量瓶中, 并用甲醇稀释至刻度。该溶液的浓度为  $4 \times 10^{-4}$ g/mL, 然后用逐级稀释法配制成  $4 \times 10^{-8}$ g/mL 萘的甲醇溶液。

### 6 0.05mol/L 硫酸水溶液的配制 (丙溶液)

在 1000mL 容量瓶中加入 400mL 水, 用刻度移液管量取 2.7mL 浓硫酸 (密度  $1.84\text{g/cm}^3$ , 含量 95% ~ 98%), 慢慢加入到容量瓶中, 轻轻摇动, 用水稀释至刻度, 摇匀。

### 7 硫酸奎宁硫酸水溶液的配制

在分析天平上准确称取 10mg (准至 0.1mg) 的硫酸奎宁于干燥的小烧杯中, 加入 25mL 左右的丙溶液轻摇, 使之溶解, 小心将该溶液转移到 100mL 容量瓶中, 并用丙溶液稀释至刻度。此溶液的浓度为  $10^{-4}$ g/mL, 用该溶液稀释成  $9 \times 10^{-5}$ ,  $8 \times 10^{-5}$ ,  $7 \times 10^{-5}$ ... $3 \times 10^{-5}$ ,  $2 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ g/mL 的硫酸奎宁的系列硫酸标准溶液。最后用逐级稀释法将  $1 \times 10^{-5}$ g/mL 的溶液配制成  $10^{-8}$ g/mL 的溶液。

### 8 丙三醇水溶液的配制

在分析天平上称取 2.5g (准至 0.5mg) 丙三醇于一清洁小烧杯中, 加少量水使之溶解并慢慢转移到 500mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。此溶液的浓度为  $5 \times 10^{-3}$ g/mL, 用该溶液稀释配制成  $4 \times 10^{-3}$ ,  $3 \times 10^{-3}$ ,  $2 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ g/mL 丙三醇系列标准溶液。最后用逐级稀释法将  $1 \times 10^{-3}$ g/mL 的溶液配制成  $10^{-4}$ ,  $10^{-5}$ ,  $10^{-6}$ g/mL 的溶液。

## 附录 5 线性回归法做工作曲线

根据朗伯-比尔定律, 物质的浓度 ( $x$ ) 和吸光度 (经电转换为峰面积  $y$ ) 呈线性关系, 可表示为  $y = a + bx$ 。如用  $n$  点做成工作曲线, 则通过实验便可得到  $n$  组数据 ( $x_i, y_i$ ), 用线性回归法求得  $a$ 、 $b$  的估计值为:

$$b = \frac{\sum xy - \frac{1}{n}(\sum x)(\sum y)}{\sum x^2 - \frac{1}{n}(\sum x)^2}$$

$$a = y - bx$$

工作曲线方程为  $y = a + bx$

---