

张铁垣 杨彤 主编

化验工作 实用手册

第二版

HUAYAN
GONGZUO
SHIYONG
SHOUCE



化学工业出版社

张铁垣 杨彤 主编

化验工作 实用手册

第二版

HUAYAN
GONGZUO
SHIYONG
SHOUCE



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是与《化验员读本》相配套的化验室工具书。书中以国内和国际的相关标准和规定为基础，以化验员工作中经常要遇到的知识为主线，汇集了化验室工作人员必备的基础知识与常用数据。在简明扼要阐明各类分析操作的基础上，将大量常用数据和各种分析方法的应用实例列成表格。书中包括：法定计量单位、数据处理、仪器与器材、化学试剂、溶剂、溶液、各种样品的采取与制备、各种分析操作、化验室安全等各方面。是实用型工具书，为各类化验室必备。

图书在版编目 (CIP) 数据

化验工作实用手册/张铁垣，杨彤主编.—2版.—北京：化学工业出版社，2008.4

ISBN 978-7-122-02513-5

I. 化… II. ①张…②杨… III. 工业分析：化验工作-手册
IV. 0657-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 045150 号

责任编辑：任惠敏
责任校对：陶燕华

装帧设计：尹琳琳

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：三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 38 $\frac{1}{4}$ 彩插 1 字数 1003 千字 2008 年 8 月北京第 2 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：98.00 元

版权所有 违者必究

前 言

2007年12月11日,是我国加入世界贸易组织(WTO)六周年。加入WTO,对我国既是机遇,也是挑战。在WTO框架下,标准已成为最重要的国际贸易规则,国际贸易竞争越来越表现为标准的竞争,但由于我国的技术标准体系不够完善,标准的总体技术水平低,标龄偏长,制修订时间滞后,使我国的出口产品近年来在国际市场上屡遭责难,造成不少经济损失。

为了适应形势发展需要,我们对本手册主要从以下几方面进行了修订。

1. 全面改写了第一章《量和单位》。首先介绍了我国现行标准及近年来标准化工作的基本情况,然后说明了GB 3100《国际单位制及其应用》并详尽解读了GB 3101《有关量、单位和符号的一般原则》,以强化标准化意识,全面、准确、严格、规范地贯彻执行《量和单位》这一强制性基础系列标准。

2. 增写了两章仪器分析内容。现行技术标准越来越多地采用仪器分析方法,但限于篇幅,只增写了原子吸收光谱分析(第十一章)和色谱分析(第十二章)。重点是方法原理、操作应用和实际经验的结合。

3. 加写了质量管理的基本知识(第十四章第一节),以有利于提高分析测试实验室的质量管理水平。

4. 对其它各章节,结合现行国家标准作了适当的增删、合并、修改或重写。

在修订中,参考、引用了很多现行标准。引用时,仅在正文中指出标准号,书后不再作为参考文献列出;引用的标准有的未指出发布年号,其意思是当有了该标准的修订新版时,弃旧用新。附录A~H基本按正文中出现顺序排列。

本次修订由张铁垣、杨彤完成。

编者

2007年12月12日

第一版前言

在人类跨入新世纪、我国加入世贸组织之际，在我国国民经济持续高速发展的形势下，产品质量已成为企业生存与发展的关键。因此，产品质量监控，在进行质量管理和发展市场经济中的作用，就显得尤为重要。

为了有助于提高广大化验分析工作者的基本素质和专业水平，在化学工业出版社及本书责任编辑的大力支持和帮助下，编写了这本手册。

本手册是以分析化验人员必备的基本知识与技能为中心，以手册形式阐述的一本实用性工具书。全书共分十三章，内容大体可分为以下四部分。

第一部分基本知识，包括第一章至第五章。首先正面介绍我国法定计量单位，以期在量、单位、数值的表述、运算中能严格、准确地按照量和单位国家标准的规定执行；并结合目前国内书刊、教材及一些技术检验标准中存在的问题，以讨论的方式，指出其不妥之处及如何正确执行标准。其中的第三章、第四章、第五章属于基本资料性内容，也是化验工作者应了解和熟悉的。

第二部分基本操作，包括第六章、第七章、第八章。按照有关国家标准，介绍了化验工作中溶液的制备、样品的采集与处理以及化验分析中经常涉及的单元操作，这些操作不仅是化学分析中最基本的技能，即使在仪器分析中也是必需的。

第三部分基本方法，包括第九章至第十二章。在简明扼要地阐明方法原理的基础上，重点讨论成功地完成该测定方法的关键问题。这是相关理论与实践经验相结合、操作技术灵活运用 的体现。最后以表格方式介绍各类方法的应用。

第四部分即第十三章，主要介绍一些用电、防火防爆、防毒等安全、急救方面的化验室工作必备基本知识。

本手册由下列人员编著完成：张铁垣（第一章、第二章、第九章、第十章、第十一章），杨亦萍（第三章、第四章、第五章），杨彤（第六章、第七章、第十二章），张笑镞（第八章），陈丽君（第十三章、附录）。全书由张铁垣同志主编并审阅。

由于编者水平有限，书中不足与错误之处实难避免，恳请读者批评指正。

编者

2002年11月

目 录

第一章 量和单位	1	(四) 不许使用的单位	42
第一节 标准和标准化	1	三、其它单位的使用	42
一、标准	1	(一) 数量单位的使用	42
(一) 标准的分级和标准号	1	(二) 效价单位的使用	43
(二) 强制性标准和推荐性标准	3	四、单位换算	44
(三) 标准的类型	4	(一) 单位换算原则	44
(四) 标准的附录	4	(二) 单位换算因数	44
二、标准化	5	第四节 化验工作中常用的几个量	51
(一) 标准化过程	5	一、相对原子质量和相对分子质量	51
(二) 标准化组织	6	(一) 相对原子质量	51
三、标准化的任务	7	(二) 相对分子质量	51
(一) 标准与市场竞争	7	(三) 问题讨论	52
(二) 我国标准存在的问题	8	二、质量和重量	53
(三) 我国标准化工作的任务	9	(一) 质量及其单位	53
第二节 量和单位国家标准	10	(二) 重量及其单位	53
一、量和单位现行国家标准	11	(三) 问题讨论	54
二、GB 3100	12	三、量纲一的量	54
(一) 国际单位制的构成	12	(一) 量纲一的量定义及特性	54
(二) SI 单位	12	(二) 量纲一的量的 SI 单位	55
(三) SI 单位的倍数单位	17	(三) 注意问题	55
(四) 我国的法定计量单位	20	四、物质的量及其导出量	56
三、GB 3101	22	(一) 物质的量	56
(一) 量、单位和数值	22	(二) 物质的量的单位	56
(二) 量	23	(三) 物质的量的导出量	57
(三) 单位	29	五、系统组成标度	58
(四) 数	33	(一) 混合物和溶液	58
四、法定计量单位使用方法	33	(二) 混合物的组成标度	59
(一) 标准实施中存在的问题和原因	34	(三) 溶质 B 的组成标度	61
(二) 法定计量单位使用规则	35	(四) 其它	61
第三节 其它计量单位	39	六、量方程和数值方程	62
一、SI 制外单位	39	(一) 量方程式	62
(一) 允许并用的单位	39	(二) 数值方程式	63
(二) 暂时留用的单位	40	(三) 问题讨论	64
(三) 最好不用的单位	40	七、含量和百分率	66
(四) 建议不用的单位	40	(一) 含量	66
二、非法定单位	41	(二) 百分率	67
(一) 允许使用的非法定单位	41	第五节 化学中的符号	68
(二) 暂时允许使用的非法定单位	41	一、元素符号	68
(三) 限制使用的非法定单位	42	二、化学式	68

三、化学反应符号	69	第五节 回归分析与标准曲线	104
四、聚集状态符号	70	一、标准曲线	104
第二章 数值和数据处理	72	二、一元线性回归	105
第一节 数和数值	72	三、相关系数	105
一、数值及其表示方法	72	四、应用实例	107
(一) 数值的表示	72	第六节 有关数的其它问题	108
(二) 数字的写法	73	一、极限值的表示方法	108
二、准确值和近似值	73	二、阿拉伯数字与汉字数字的用法	109
(一) 准确值	73	三、常用数学符号	110
(二) 近似值	76	第三章 仪器、器材	112
三、有效数字和有效位数	76	第一节 仪器玻璃	112
(一) 有效数字	76	第二节 玻璃仪器	113
(二) 有效位数	76	一、常用玻璃仪器	113
四、数值修约规则	78	(一) 烧器类	113
(一) 有关数值修约的几个问题	78	(二) 量器类	115
(二) 修约规则	78	(三) 加液器和过滤器	116
五、有效数字运算规则	78	(四) 容器类	117
六、有效数字及其运算规则的应用	81	(五) 其它玻璃仪器	118
(一) 在检测过程中的应用	82	(六) 玻璃阀	119
(二) 在单位换算中的应用	84	(七) 玻璃搅拌器	121
(三) 在指数加减运算中的应用	86	(八) 玻璃管、玻璃棒	122
第二节 准确度和精密度	88	二、常用标准磨口仪器	122
一、测量误差	88	(一) 烧瓶	122
二、准确度与误差	89	(二) 冷凝管	124
三、精密度与偏差	90	(三) 分馏柱	125
第三节 数据处理	90	(四) 蒸馏装置配件	126
一、基本概念和术语	90	(五) 其它标准口配件	128
二、测量结果的表达	91	三、通用精细玻璃仪器	129
(一) 算术平均值	91	(一) 蒸馏水器	129
(二) 偏差	91	(二) 回流、蒸馏、精馏装置	130
(三) 方差与标准差	92	(三) 旋转蒸发器	132
(四) 极差	93	(四) 提取器	132
(五) 置信区间	94	(五) 定温真空干燥器	134
(六) 不确定度	95	(六) 凯氏氮素蒸馏器	134
三、异常值的判断和处理	98	(七) 浓缩器	134
(一) 异常值	98	第三节 温度计	135
(二) 异常值的判断程序、规则 及方法	98	一、常用温度计的类型	135
第四节 显著性检验	102	二、标准温度计	136
一、显著性差异	102	三、实用温度计	136
二、显著性差异检验方法	102	第四节 非玻璃仪器	138
(一) t 检验法	102	一、化学瓷器	138
(二) F 检验法	104	二、其它材质仪器	140
		第五节 仪器的洗涤、干燥、使用 与管理	141

一、仪器的洗涤	141	第五章 溶液	193
(一) 洗涤仪器的一般步骤	141	第一节 溶液的组成标度	193
(二) 用洗液洗	142	一、常用的溶液组成标度	193
(三) 砂芯滤器的洗涤	142	二、溶液组成标度间的换算	193
(四) 特殊要求的洗涤方法	143	(一) 溶液的稀释	196
二、仪器的干燥	143	(二) 质量类组成标度间的换算	197
三、仪器的使用与管理	144	(三) 体积类组成标度间的换算	198
第六节 常用器具、器材	144	(四) 质量类与体积类组成标度	
一、常用器具	144	间的换算	199
二、过滤材料	147	(五) 常用溶液组成标度间的换	
(一) 滤纸	147	算公式	200
(二) 滤膜	147	三、密度、相对密度和波美浓度	200
(三) 砂芯滤器	147	第二节 溶液的制备	201
三、其它器材	148	一、常用试剂溶液	201
第七节 常用小设备	149	(一) 酸溶液的制备	201
第四章 化学试剂和溶剂	152	(二) 碱溶液的制备	202
第一节 化学试剂的分类	152	(三) 盐溶液的制备	202
一、按化学组成和用途分类	152	二、标准溶液	205
二、按试剂纯度分类	153	(一) 标准溶液制备的一般规定	205
三、按化学品的危险性分类	153	(二) 标准滴定溶液的制备	205
四、化学试剂的门类、等级及标志	156	(三) 标准溶液的制备	214
(一) 化学试剂的门类和等级	156	(四) 标准缓冲溶液的制备	219
(二) 试剂的包装单位和标志	157	三、其它缓冲溶液	221
五、化学试剂的选择、使用和管理	158	(一) 指示剂变色域测定用缓冲溶液	221
(一) 化学试剂的选择	158	(二) 常用缓冲溶液的制备	221
(二) 化学试剂的使用	158	四、指示剂溶液	223
(三) 化学试剂的管理	159	(一) 酸碱指示液的制备	223
第二节 通用化学试剂	160	(二) 氧化还原指示液的制备	226
一、容量工作基准试剂	160	(三) 络合指示液的制备	226
二、pH 工作基准试剂	162	(四) 吸附指示液的制备	227
三、制备标准滴定溶液用试剂	162	五、特殊试剂溶液	227
四、制备标准溶液用试剂	165	六、特殊溶剂	229
五、常用酸碱试剂	169	第三节 试纸及其制备	230
第三节 无机溶剂	171	一、pH 试纸	230
一、水	171	二、指示剂试纸和试剂试纸	230
(一) 水的性质	171	第六章 采样和制样	232
(二) 分析实验室用水	172	第一节 采样	232
(三) 水的质量检验	173	一、明确采样目的、原则	232
二、常用其它无机溶剂	175	(一) 采样目的	232
第四节 有机溶剂	179	(二) 采样基本原则	233
一、常用有机溶剂	179	二、制定采样方案	233
二、混合有机溶剂	187	(一) 采样方案的基本内容	233
三、有机溶剂的干燥和提纯	188	(二) 样品容器和样品保存	235

第二节 采样举例	235	一、天平的分类和规格等级	261
一、均匀物料的采样	235	(一) 天平的分类	261
(一) 液体化学试剂、化工产品	235	(二) 天平的等级	261
(二) 固体化工产品	237	二、双盘分析天平	261
(三) 水样	237	(一) 双盘天平的称量原理	261
(四) 气体样品	241	(二) 双盘天平的使用	262
二、不均匀物料的采样	242	三、单盘分析天平	263
(一) 矿石、煤炭等类物料的采样	242	(一) 单盘天平的称量原理	263
(二) 土壤的采样	243	(二) 单盘天平的特点	263
三、生物类样品的采集	243	(三) 单盘天平的使用	264
(一) 植物类样品的采集原则	243	四、电子天平	264
(二) 生物样品的采集	244	(一) 电子天平的称量原理	264
第三节 样品的制备	244	(二) 电子天平的特点	265
一、样品制备的原则	244	(三) 电子天平的使用	265
二、样品制备的步骤及技术	245	五、称量方法	266
(一) 粉碎	245	(一) 固定量值称量法	266
(二) 缩分	245	(二) 减量称量法	267
(三) 注意事项	246	(三) 液体样品的称量	267
三、样品制备实例	246	六、称量误差	268
(一) 土壤样品的制备	246	第二节 滴定分析法基本操作	269
(二) 植物样品的制备	247	一、玻璃量器	269
(三) 生物样品的制备	247	(一) 量器的规格与等级	269
第四节 试液的制备	248	(二) 量器的允许差	270
一、无机试样的分解	248	二、玻璃量器的校正	272
(一) 分解试样的一般要求	248	(一) 常用校正方法	272
(二) 溶解法	248	(二) 滴定管的校正	273
(三) 熔融法	251	(三) 吸量管的校正	274
二、有机样品的处理	254	(四) 容量瓶的校正	274
(一) 检测无机组分——分解法	254	三、滴定管	274
(二) 检测有机组分——提取法	255	(一) 滴定管的准备	275
(三) 检测可挥发有机组分——		(二) 滴定	276
蒸馏法	256	(三) 读数	277
三、一些实用技术在化验工作中		四、吸量管	278
的应用	256	(一) 吸量管的使用形式	278
第五节 试液的浓缩与试样的干燥	258	(二) 吸量管的使用方法	279
一、试液的浓缩	258	五、容量瓶	279
二、试样的干燥	258	(一) 准备	280
(一) 固体样品的干燥	259	(二) 配制溶液	280
(二) 液体样品的干燥	259	第三节 称量分析法基本操作	280
(三) 气态物质的干燥	260	一、样品的溶解	281
三、常用干燥剂的干燥效率	260	二、待测组分的沉淀	281
第七章 操作	261	(一) 确定沉淀条件	281
第一节 天平与称量	261	(二) 沉淀操作方法	281
		三、过滤和洗涤	282

(一) 用滤纸过滤	282	(一) 滴定突跃定义及滴定曲线	322
(二) 用烧经过滤器过滤	284	(二) 滴定突跃和指示剂的选择	323
四、烘干与灼烧	285	(三) 影响滴定突跃的因素	323
五、干燥器的使用	287	(四) 滴定终点和滴定误差	324
第四节 分离与纯化	287	三、滴定反应和滴定方式	324
一、挥发分离法	287	(一) 对滴定反应的要求	324
二、沉淀分离法	289	(二) 滴定方式	325
(一) 分离法对沉淀的要求	289	第二节 滴定分析中的计算	326
(二) 沉淀剂的选择	289	一、等物质的量规则	326
(三) 沉淀分离操作	290	二、等物质的量规则的用途	328
(四) 均匀沉淀法	291	(一) 有关化学反应的计算	328
三、重结晶	292	(二) 有关化合物组成的计算	328
(一) 重结晶原理	292	三、等物质的量规则在滴定分析中的	
(二) 重结晶操作	292	应用	329
四、蒸馏	295	(一) 滴定分析中常用的量和单位	329
(一) 常压蒸馏	296	(二) 常用基本单元的选择方法	329
(二) 减压蒸馏	297	(三) 滴定分析中基本单元的选择	331
(三) 分馏筒介	302	四、滴定方式与结果计算	332
(四) 亚沸蒸馏法	302	(一) 标准滴定溶液浓度 c_B 的计算	332
五、萃取	302	(二) 分析结果的计算	333
(一) 萃取原理和萃取剂	303	第三节 酸碱滴定法	335
(二) 间歇萃取法	303	一、酸碱滴定法成功的关键	335
(三) 连续萃取法	304	二、酸碱滴定中的 pH 突跃	336
六、色谱分离	305	(一) 突跃范围和位置	336
(一) 经典柱色谱	305	(二) 溶液组成及 pH 的计算	337
(二) 薄层色谱法	311	三、酸碱指示剂	338
七、升华	314	(一) 酸碱指示剂的变色原理	338
第五节 加热和制冷	315	(二) 酸碱指示剂的变色域和变色点	339
一、温度的测量	315	四、酸碱滴定法的应用	340
(一) 测温方法	316	(一) 酸碱滴定的应用范围	340
(二) 温度计的校正	316	(二) 酸碱滴定法应用实例	342
(三) 温度计校正常用纯物质	316	第四节 氧化还原滴定法	346
(四) 温度计校正实例	316	一、氧化还原滴定法成功的关键	347
(五) 使用温度计注意事项	318	(一) 氧化还原滴定法的特点	347
二、加热	318	(二) 测定成功的关键	347
(一) 常用加热源	318	(三) 样品的预处理	348
(二) 加热用仪器	319	二、高锰酸钾法	351
(三) 浴热方法	319	(一) KMnO_4 的特性	352
三、制冷	320	(二) 高锰酸钾法操作要点	352
		(三) 高锰酸钾法的应用	354
		三、碘量法	357
第八章 滴定分析	322	(一) 碘量法的分类和特点	357
第一节 滴定分析原理	322	(二) 碘量法的实验条件	358
一、滴定和滴定曲线	322	(三) 碘量法的操作要点	359
二、滴定突跃	322		

(四) 碘量法的应用	359	三、沉淀称量法的应用	411
四、其它氧化还原滴定方法	365	第四节 电解称量法	416
(一) 重铬酸钾法	365	一、基本原理和装置	416
(二) 硫酸铈法	367	二、分类和应用	417
(三) 溴酸钾法	369		
(四) 硫酸亚铁法	371	第十章 分光光度分析	418
(五) 亚砷酸钠法	372	第一节 分光光度分析基本原理	418
第五节 络合滴定法	373	一、溶液颜色与光吸收	418
一、EDTA 的特性	373	二、光吸收曲线与光吸收定律	419
(一) EDTA 的一般性质	373	(一) 光吸收曲线	419
(二) EDTA-M 络合物的分析特性	374	(二) 光吸收定律	419
二、EDTA 滴定法成功的关键	376	(三) 吸光程度的表达	420
(一) 终点的确定——指示剂的选择	376	三、光吸收定律的应用	421
(二) 酸度的控制	379	第二节 分光光度计	422
(三) 掩蔽剂的应用	379	一、分光光度计的主要组成部件	422
三、EDTA 滴定法的应用	380	二、常用紫外可见分光光度计	423
(一) 阳离子的测定	381	三、光度计的使用和维护	424
(二) 阴离子的测定	383	第三节 分光光度测定方法	426
(三) 混合物的测定	385	一、常用测定方法	426
第六节 沉淀滴定法	390	二、测定条件的选择	428
一、沉淀滴定法的特点	390	(一) 光度计条件	428
(一) 沉淀滴定法对沉淀反应的要求	390	(二) 显色条件	428
(二) 银盐滴定中确定终点的方法	391	(三) 参比溶液	429
二、沉淀滴定法的应用	394	第四节 分光光度分析的应用	430
第七节 电位滴定法(简介)	395		
一、电位滴定法的基本原理及装置	396	第十一章 原子吸收光谱分析	443
二、滴定操作及终点确定	396	第一节 原子吸收光谱分析原理	443
(一) 滴定操作程序	396	一、原子吸收光谱	443
(二) 滴定终点的确定	397	(一) 电子跃迁和原子光谱	443
三、电位滴定法的应用	398	(二) 共振吸收线	444
		二、原子吸收光谱分析的依据	444
		第二节 原子吸收光谱分析仪器	445
第九章 称量分析	399	一、仪器主要组成部件	445
第一节 挥发称量法	399	(一) 光源	445
一、直接挥发法	399	(二) 原子化系统	445
二、加入试剂法	401	(三) 分光系统	448
第二节 滴定称量法	403	(四) 检测系统	448
一、滴定称量法的原理及应用	403	二、仪器主要类型	449
二、滴定称量法的仪器装置及操作	403	第三节 原子吸收光谱分析法的应用	450
第三节 沉淀称量法	406	一、测定条件的选择	450
一、沉淀称量分析的原理	406	二、常用特征参数	450
(一) 对沉淀式、称量式的要求	406	三、干扰效应及消除方法	453
(二) 沉淀剂的选择	406	(一) 干扰效应	453
(三) 沉淀条件的选择	408	(二) 干扰消除方法	454
二、沉淀称量分析的计算	410		

四、定量测定方法	455	(二) 气相色谱法的应用范围	496
(一) 工作曲线法	455	(三) 气相色谱法应用实例	497
(二) 标准加入法	456	第三节 高效液相色谱分析	501
五、应用实例	457	一、高效液相色谱法	501
第四节 电感耦合等离子体原子发射光谱分析(简介)	458	(一) HPLC的特点和分类	501
一、ICP基本原理	458	(二) HPLC用固定相	502
(一) 原子发射光谱的产生	458	(三) HPLC用流动相	505
(二) 电感耦合等离子炬	459	二、高效液相色谱仪器	506
二、ICP光谱仪器装置原理	461	三、高效液相色谱法应用实例	507
三、ICP的应用	462	第四节 色谱-质谱联用分析简介	509
(一) 测定条件的选择	462	一、质谱分析基本原理	509
(二) ACP的应用	463	(一) 质谱图和表	509
第十二章 色谱分析	466	(二) 质谱解析	510
第一节 色谱分析原理	466	(三) 有机质谱仪器工作原理	516
一、色谱分析方法的分类和特点	466	二、色谱-质谱联用分析	518
(一) 色谱分析方法分类	466	(一) GC-MS联用分析操作步骤	519
(二) 色谱分析的特点	466	(二) GC-MS联用分析实例	520
二、色谱分析过程和色谱图	467	第十三章 物理特性的测定	523
(一) 色谱分析基本过程	467	第一节 密度的测定	523
(二) 色谱图和保留参数	468	一、密度测定的原理	523
三、色谱分离原理	470	二、测定方法及仪器	524
(一) 分配系数和容量因子	470	(一) 液体密度的测定	524
(二) 分离因子	471	(二) 固体密度的测定	529
(三) 柱效能和谱带扩展	472	(三) 堆积密度的测定	530
(四) 分离度	474	三、问题讨论	531
四、色谱定性和定量分析	475	第二节 沸点和沸程的测定	532
(一) 色谱定性分析	475	一、沸点和沸程	532
(二) 色谱定量分析	476	二、沸点的测定	532
第二节 气相色谱分析	479	(一) 标准方法	532
一、气相色谱仪	479	(二) 毛细管法	534
(一) 气路系统	479	三、沸程的测定	534
(二) 进样系统	480	四、关于沸点的校正	536
二、气相色谱检测器	481	第三节 熔点和结晶点的测定	537
(一) 检测器的种类和性能	481	一、熔点和结晶点	537
(二) 检测器的操作	482	二、熔点的测定	537
三、气相色谱柱	484	(一) 毛细管法	537
(一) 气相色谱柱的分类	485	(二) 显微熔点测定法	538
(二) 气固色谱用固定相	485	(三) 注意事项	539
(三) 气液色谱用固定相	487	三、结晶点的测定	539
(四) 填充气相色谱柱的制备	492	第四节 闪点和燃点的测定	540
四、气相色谱法的应用	492	一、闭口杯法测定闪点	540
(一) 气相色谱法条件的选择	493	(一) 仪器装置	540
		(二) 操作步骤	541

(三) 结果报告	542
(四) 注意事项	542
二、开口杯法测定闪点和燃点	543
第五节 折射率的测定	545
一、方法原理	545
二、测定步骤	547
三、注意事项	547
第六节 旋光本领的测定	548
一、方法原理	548
二、操作步骤及注意事项	550
三、测定结果的表达	550
四、说明	551
第七节 pH 值的测定	553
一、测定原理	553
二、仪器装置	554
三、测定步骤	556
四、说明与注意事项	557
第八节 电导率的测定	558
一、基本原理	558
二、仪器装置	558
三、测定步骤	559
四、说明	559
第九节 色度和浊度的测定	561
一、色度和浊度	561
二、色度的测定	561
三、浊度的测定	563
第十四章 实验室管理	565
第一节 质量管理	565
一、质量和质量管理	565
(一) 质量	565

(二) 质量管理	565
二、实验室的质量管理	567
(一) 质量保证体系	567
(二) 工作人员的品质管理	567
三、标准物质	568
(一) 标准物质的定级和分类	568
(二) 分析测试实验室常用标准物质	569
四、标准样品	569
(一) 有证标准样品	569
(二) 一般标准样品	570
五、标准物质与标准样品的应用	570
第二节 实验室安全	571
一、用电安全	571
二、防火、灭火知识	572
三、防爆知识	573
四、防毒知识	573
五、急救常识	578
六、气瓶的安全使用	579
七、实验室常规安全问题	581

附录	583
A 相对原子质量	583
B 希腊字母表	585
C IEC 推荐使用的下标符号及其含义	586
D 常量和常数	589
E 方孔标准筛规格	590
F 高压气体钢瓶的漆色和标志	592
G 常用缩写名称对照表	593
H 符号索引	597

参考文献	600
-------------------	------------

第一章 量和单位

搞化验工作，对样品进行分析测试，最重要的依据就是各级各类标准；而在分析测试的整个过程中，不论是测量、计算，还是数据处理，直至出报告，每一步都离不开量和单位。

因此，本书首先介绍标准和标准化、量和单位方面的知识，以利于化验工作者能严格准确地贯彻实施标准。

第一节 标准和标准化

什么是标准？什么是标准化？简单地说，标准就是一种规范性文件，而标准化则是指制定规则的活动。

一、标准

标准是科学、技术和经验的综合成果的体现，按 GB/T 20000.1—2002 的规定，标准定义为“为了在一定范围内获得最佳秩序，经协商一致制定并由公认机构批准，共同使用和重复使用的一种规范性文件”。

(一) 标准的分级和标准号

按照《中华人民共和国标准化法》（以下简称《标准化法》）的规定，我国的技术标准体系分为国家标准、行业标准、地方标准和企业标准四级。

1. 国家标准

《标准化法》规定：“对需要在全国范围内统一的技术要求，应当制定国家标准”，并且规定：“国家标准由国务院标准化行政主管部门制定”。

标准化法的上述规定，确立了国家标准的法律地位和权威性，不但具有在全国范围内的统一适用性，还具有对行业标准和地方标准的统领性。国家标准应该是全国技术标准体系中的顶层和核心标准。

统计数字表明，到 2005 年年底我国已发布国家标准 20 688 项，之后约以每月 100 项的速度递增。

2. 行业标准

《标准化法》规定：对没有国家标准而又需要在全国某个行业范围内统一的技术要求，可以制定行业标准。行业标准由国务院有关行政主管部门制定，并报国务院标准化行政主管部门备案。同时还规定在公布国家标准之后，该项行业标准即行废止。

这些规定从法律的高度规范了制定与修订标准工作的严肃性和相关责任。

3. 地方标准

对地方标准，法律也有相同的规定。

由省、自治区、直辖市标准化行政主管部门对没有国家标准和行业标准而又需要在省、自治区、直辖市范围内统一的工业产品的安全卫生要求制定的标准，称为地方标准。

地方标准需报国务院标准化行政主管部门和国务院有关行政主管部门备案。在公布相关国家标准或者行业标准之后，该项地方标准即行废止。

4. 企业标准

当企业生产的产品没有国家标准和行业标准时，应制定企业标准，作为组织生产的依据。

企业的产品标准需报当地政府标准化行政主管部门和有关行政主管部门备案。

依照《标准化法》的规定：“已有国家标准或者行业标准的，国家鼓励企业制定严于国家标准或行业标准的企业标准，在企业内部适用”。

因此，当企业具有了较高生产能力、技术开发能力、可提供更高质量或更优越功能的产品时，为了标准化地组织生产，企业往往可以执行严于国家标准或行业标准的内部技术标准。

5. 标准编号

每一项标准都有一个标准编号。标准编号也简称为标准号。

标准编号一般由三部分构成，即标准代号、标准发布顺序号和标准发布年号。以下分类予以说明。

(1) 国家标准 例如：

GB 20581—2006 化学品分类、警示标签和警示性说明安全规范 易燃液体

GB 3100—93 国际单位制及其应用

GB/T 622—2006 化学试剂 盐酸

上述三例中 GB、GB/T 称为标准代号。代号 GB 表示强制性标准，代号 GB/T 表示推荐性标准。

标准代号中的 G、B、T 是“国家”、“标准”、“推荐”等词中第一个汉字汉语拼音的第一个字母。按规定，自 1992 年起发布的国家标准，凡属推荐性的标准，其标准代号均使用 GB/T。

标准后的数字 20581、3100、622 等，是该标准的发布顺序号。其中 GB/T 622—2006，虽是 2006 年发布的，但顺序号却很小，表明该项标准很早以前就已发布，2006 年发布的是其修订版。

标准编号中的发布年号，以前只采用年份的后二位数字；自 1995 年起发布的标准，年份一律采用四位数字。

对于一些等同采用 ISO 国际标准的系列国家标准，则其标准编号中往往还要含有 ISO 标准号。例如：

GB/T 19000—2000 idt ISO 9000: 2000 质量管理体系基础和术语

(2) 行业标准 行业标准中，其标准编号中的标准代号用相应行业汉语拼音的第一个字母表示。例如：

GA 578—2005 超细干粉灭火剂

SL 327.1—2005 水质 砷的测定 原子荧光光度法

HG 3550—2004 氨合成催化剂

HG/T 3499—2004 化学试剂 1,4-二氧六环

上例中 GA 表示公安，SL 表示水利，HG 表示化工。行业种类很多，不再列举其代号了。

行业标准也分强制性标准和推荐性标准。

(3) 地方标准 地方标准的标准代号一律用 DB××/T 或 DB××/表示。其中 DB 是“地方”、“标准”二词中第一个汉字汉语拼音的第一个字母，××表示一个两位数字，代表具体的地方。各省、自治区、直辖市都有各自确定的地方编号。例如：

DB 33/T 610—2006 底泥中三唑磷的测定

DB 62/T 1423—2006 硒强化营养盐

标准代号中的 33 代表浙江省, 62 代表甘肃省。此外如北京为 11, 天津为 12, 上海为 31 等等, 此处不再一一列举。

(4) 企业标准 企业标准编号中标准代号为 Q/××△△△, 其中字母 Q 为“企业”汉语拼音的第一个字母, ××为企业标准报请备案地区名称的字头拼音, △△△为企业名称汉语拼音字头。

(二) 强制性标准和推荐性标准

国家标准、行业标准分为强制性标准和推荐性标准两类。

1. 强制性标准

《标准化法》规定：“保障人体健康、人身、财产安全的标准和法律、行政法规规定强制执行的标准是强制性标准，其它标准是推荐性标准”。

1992 年以后发布的国家标准中，凡标准号中代号为 GB 者，均为强制性国家标准。例如：

GB 3100—1993 国际单位制及其应用

1992 年，在原国家技术监督局的统一部署下，各有关部门对当时执行的国家标准和行业标准进行了标准属性划分。划分的结果，例如在数百个正在执行的化学试剂标准中，仅确定了 23 个强制性标准（容量工作基准试剂 15 个，pH 工作基准试剂 7 个及包装和标志 1 个），其余的都属于推荐性标准。

凡属强制性的国家标准和行业标准，在全国范围或相应行业内，都必须严格、准确地遵照执行。

由省、自治区、直辖市标准化行政主管部门制定的有关工业产品安全、卫生要求的地方标准，在本行政区内，也是强制性的。例如：

DB11/105—1998 轻型汽车排气污染物排放标准

在北京市就是强制性地方标准。

《标准化法》规定：“强制性标准，必须执行。不符合强制性标准的产品，禁止生产、销售和进口”。

2. 推荐性标准

国家标准和行业标准中，除强制性标准外，其它标准都是推荐性标准。

1992 年以后发布的国家标准，凡属推荐性标准，其标准编号中的标准代号，一律以 GB/T 表示。例如：

GB/T 15835—1995 出版物上数字用法的规定

GB/T 14666—2003 分析化学术语

YS/T 578—2006 氟钼酸钾

对于推荐性标准，“国家鼓励企业自愿采用”。

需要特别指出的是，绝不要把“自愿采用”理解为：推荐性标准是可以执行，也可以不执行，或可以选择性地执行；或以个人观点和习惯作为是否执行的依据，同意的条款就执行，不同意的或与以往习惯不一致的条款就不执行。这是因为以下两点。

① 制定一项国家标准是一个比较复杂的过程，需要投入大量人力、财力，花费不少时间。标准做出的规定，具有比较先进的技术的要求，代表了科学技术的发展水平，也反映了国

际标准化的方向。因此，推荐性标准也要遵照执行。

② 有些推荐性标准，一旦经过政府法令、法规作出“必须符合国家标准”、“应当实施国家标准”的规定以后，就有了强制执行的要求和法律地位。法规引用标准，是今后的发展趋势。

(三) 标准的类型

从标准涉及的内容考虑，标准可分为综合标准、产品标准、方法标准、安全标准、卫生标准、环境保护标准等多种类型。现举几例分别加以说明。

1. 综合标准

综合标准包括质量控制标准、技术管理标准、基础性通用标准等。例如：

GB/T 19000—2000 质量管理体系 基础和术语

GB/T 20001.4—2001 标准编写规则 第4部分：化学分析方法

GB 3101—1993 有关量、单位和符号的一般原则

2. 产品标准

产品标准作为产品质量水平的衡量依据，代表生产者对自己产品在质量上的明确承诺。标准水平的高低直接关系着产品质量的水平。这类标准应具有显著的时效性。提高产品质量水平，首先要提高标准水平。产品要符合标准，标准要符合市场需求。因此，产品标准的先进性随着时间的推移而变化。

产品标准的内容应包括产品的技术条件、级别、质量指标、各项指标的检测方法、检验规则、包装及标志等项目。化学试剂、化工产品的标准均属此类。例如：

GB 1258—1990 (容量) 工作基准试剂 碘酸钾

GB/T 626—2006 化学试剂 硝酸

GB/T 752—2006 工业氯酸钾

HG/T 3439—2000 化学试剂 重铬酸钠

注意：产品标准中的技术指标与检测方法是密不可分的，不同的检测方法就会有不同的检测结果（尤其是化学分析），离开检测方法去检测产品的技术指标是否等同，是无可比性的。

3. 方法标准

这类标准又有基础标准（亦称通则）和通用试验方法之分。例如：

GB/T 9721—2006 分子吸收分光光度法通则

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 616—2006 化学试剂 沸点测定通用方法

GB/T 609—2006 化学试剂 总氮量测定通用方法

说明：标准分析方法是经过试验论证、取得可靠数据的成熟方法，但在技术上不一定是最先进、准确度最高的方法。因为判定一个国家标准级的标准方法，要花费大量代价，经历较长时间，标准的制修订一般总是要滞后于市场发展的需要。为此，标准化行政主管部门每隔几年就要对已有标准进行修订，颁发一些新的标准。

国家标准化委员会为此决定，将2004年确定为国家标准“清理整顿年”，并取得了很大成绩。自2004年4月起至2005年9月底为止，历时一年半，对现行有效的21 575项国家标准和正在制定过程中的8 511项计划项目，进行了全面彻底清理。

因此，在使用标准时，尤其是方法标准，特别要查询标准的时效性，注意有无新标准取代了旧标准，或有无更简便、准确、可靠的新方法标准，要选新弃旧。

(四) 标准的附录

许多国家标准在正文之后常附有附录。