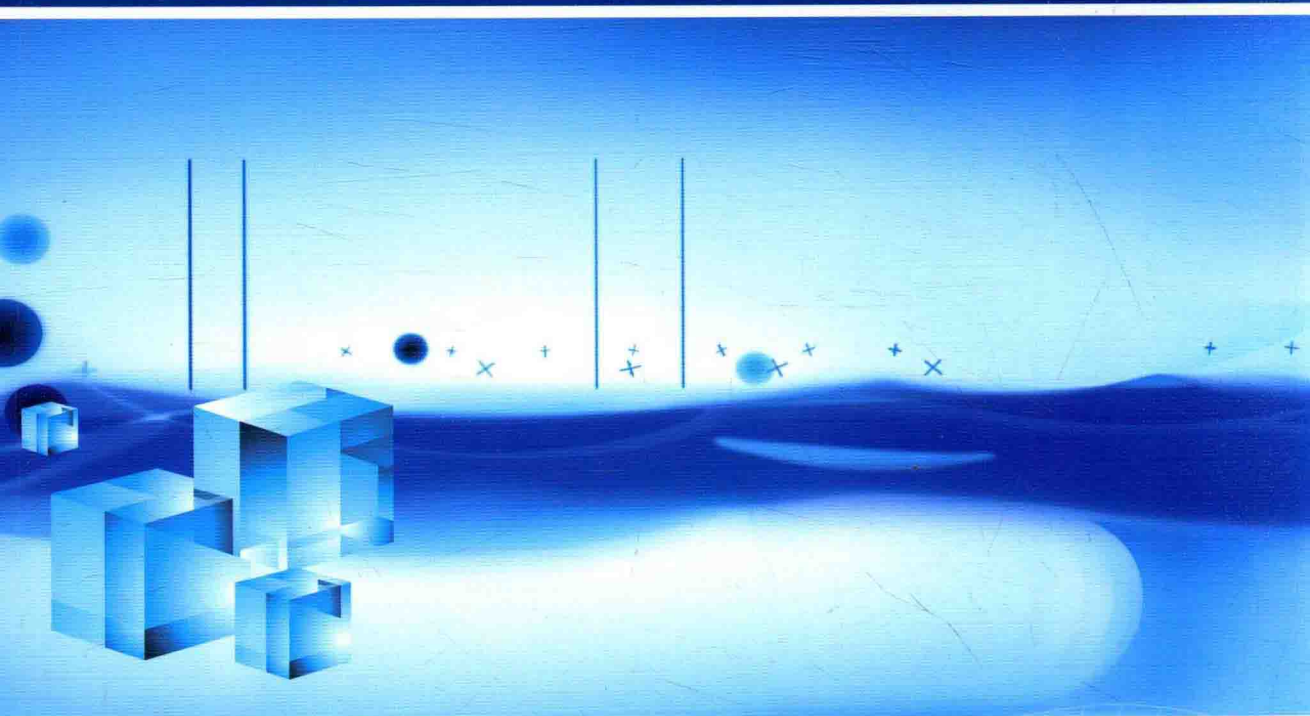




中高职一体化衔接系列教材



工业分析技术

GONGYE FENXI JISHU

孟明惠 王英健 主编



化学工业出版社

中高职一体化衔接系列教材

工业分析技术

孟明惠 王英健 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书按照工业分析的项目组织编写,体现工业分析过程,真实再现工业分析工作场景。选择具有典型性、代表性、可操作性的工业分析项目,解决实际工业分析任务,突出完成任务的过程、步骤和工作技能,使学生学习项目后具有实际工作能力。全书主要包括绪论、煤质分析技术、硅酸盐分析技术、钢铁分析技术、水质分析技术、化学肥料分析技术、农药分析技术、气体分析技术。通过本课程的学习训练学生规范娴熟的工业分析操作技能,具备熟练运用化学分析方法和仪器分析方法解决实际工业分析任务的能力。

本书可作为高职高专院校工业分析技术专业和相关专业教材,也可作为成人教育教材和化学检验工技能鉴定教材,亦可作为从事工业分析工作人员使用的参考书。

工业分析技术

图书在版编目(CIP)数据

工业分析技术/孟明惠,王英健主编. —北京:化学工业出版社, 2016.4
中高职一体化衔接系列教材
ISBN 978-7-122-26453-4

I. ①工… II. ①孟…②王… III. ①工业分析-教材
IV. ①TB4

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 044441 号

责任编辑:张双进
责任校对:宋 夏

文字编辑:向 东
装帧设计:王晓宇

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:三河市宇新装订厂
787mm×1092mm 1/16 印张14¼ 字数350千字 2016年6月北京第1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:32.00 元

版权所有 违者必究

前言

FOREWORD

工业分析技术课程是高职高专工业分析技术专业的一门专业课,是理实合一、教学做一体化课程。教材的编写以工业分析职业活动为主线,以知识应用和能力培养为重点,以理论辅助实践,以实践深化理论学习,形成理论、实践一体化的交互式教学体系。把工业分析理论知识和工业分析技术有机地融合在一起,体现实际、实践、实用,展现工业分析工作过程。

《工业分析技术》介绍了原料、中间产品、产品质量、生产过程控制、产品研发等所涉及的分析方法,选择典型、成熟有代表性的实验,参考新的国家标准和行业标准,结合我国工业分析技术现有仪器、设备、水平及实验室条件,适当介绍新方法、新仪器。测试手段包括重量法、滴定法、分光光度法、原子吸收光谱法、电化学分析法和色谱分析法等,涉及石油、化工、冶金、轻工、建材、医药、食品、环保等行业。

全书共七章,主要包括绪论、煤质分析技术、硅酸盐分析技术、钢铁分析技术、水质分析技术、化学肥料分析技术、农药分析技术、气体分析技术。本书具有以下特点。

(1) 教材内容选取上具有针对性,贴近高职学生的职业特点。知识必需、够用、管用,实现双证融通。

(2) 教材内容符合课程标准的要求,有明确的教学目标,注重教材的思想性、启发性和适用性,培养学生分析问题和解决问题的能力,以学生为本,为教学服务。

(3) 教材编写层次清晰、文字简练,通俗易懂,语意明确。

(4) 以从简单到复杂、由浅入深、循序渐进为原则进行项目设计,知识和技能螺旋式地融于各项目中。项目名称(或所用的分析试样)贴近生产和生活实际,激发学生的学习兴趣。

(5) 介绍国内外新知识、新仪器、新方法、新技术。采用企业化工分析岗位使用的方法,并结合学校实验室条件,培养自学认知能力,实践动手能力,创新思维能力,提高综合素质。

(6) 教材采用中华人民共和国国家标准 GB 3102—93 所指定的符号和单位。

本教材由孟明惠、王英健担任主编,马彦峰、王利伟、孙巍担任副主编,张帆、于旭霞、苏雪兰、顾婉娜、符荣参编。全书由孟明惠、王英健统稿。

本教材由王宝仁教授主审,并邀请高职高专院校的专家对书稿进行审阅,提出许多宝贵建议,在此一并表示感谢。

由于编者水平有限,可能出现不妥之处,敬请批评指正。

编者

2015 年 12 月

绪论	001
一、工业分析技术的任务和作用	001
二、工业分析方法的分类及选择	002
三、工业分析技术标准	002
四、试样的采取、制备和分解	007
五、试样的制备	019
六、试样的分解	020
第一章 煤质分析技术	025
一、煤的形成、分类和组成	025
二、煤的分析方法	026
三、煤试样的采取和制备	026
四、煤质分析化验基准	029
第一节 煤中水分的测定	029
一、煤中水分	029
二、煤中水分的测定方法	030
三、空气干燥煤样水分的测定	032
第二节 煤中灰分的测定	032
一、煤的灰分	032
二、灰分的测定	033
三、缓慢灰化法测定煤中灰分	033
第三节 煤中挥发分的测定	034
一、煤的挥发分	034
二、煤中挥发分的测定	034
三、煤的固定碳	035
四、重量法测定煤中挥发分	037
第四节 煤中全硫的测定	037
一、煤中硫	037
二、煤中全硫测定方法	038
三、艾士卡法测定煤中全硫	039
第五节 煤发热量的测定	040
一、发热量定义及表示方法	040
二、氧弹式热量计法测定发热量	041
三、发热量的计算方法	042

四、煤发热量的测定	043
本章小结	046
思考与练习题	046
第二章 硅酸盐分析技术	048
一、硅酸盐分析相关知识	048
二、硅酸盐试样的分解方法	049
三、硅酸盐全分析中的分析系统	051
第一节 硅酸盐中二氧化硅含量的测定	053
一、硅酸盐中二氧化硅的测定	053
二、氟硅酸钾滴定法测定硅酸盐中二氧化硅	057
第二节 硅酸盐中三氧化二铁含量的测定	058
一、硅酸盐中三氧化二铁的测定	058
二、原子吸收分光光度法测定硅酸盐中三氧化二铁	061
第三节 硅酸盐中三氧化二铝含量的测定	061
一、硅酸盐中三氧化二铝的测定	061
二、氟化物置换滴定法测定硅酸盐中三氧化二铝	064
第四节 硅酸盐中二氧化钛含量的测定	065
一、硅酸盐中二氧化钛的测定	065
二、二安替比林甲烷分光光度法测定硅酸盐中的二氧化钛	068
第五节 硅酸盐中氧化钙、氧化镁含量的测定	069
一、硅酸盐中氧化钙、氧化镁的测定	069
二、硅酸盐中氧化镁含量的测定（原子吸收分光光度法）	072
第六节 硅酸盐中其他含量测定	073
一、氧化钾、氧化钠的测定	073
二、水分的测定	074
三、烧失量的测定	075
本章小结	076
思考与练习题	077
第三章 钢铁分析技术	079
一、钢铁分析相关知识	079
二、钢铁试样的采取和制备	082
第一节 钢铁中总碳的测定（燃烧-气体容量法）	086
一、钢铁中碳的存在形式	086
二、钢铁中碳的测定	087
三、燃烧-气体容量法测定钢铁中总碳	090
第二节 钢铁中硫的测定	091
一、钢铁中硫的存在形式	091
二、钢铁中硫的测定方法	091
三、燃烧-碘酸钾滴定法	094
第三节 钢铁中磷的测定	095

一、钢铁中磷的存在形式	095
二、钢铁中磷的测定方法	096
三、磷钼蓝分光光度法测定钢铁中的磷	100
第四节 钢铁中硅的测定	100
一、钢铁中硅的存在形式	100
二、钢铁中硅的测定方法	101
三、硅钼蓝分光光度法测定钢铁中的硅（硅钼蓝光度法 GB/T 223. 5—2008）	104
第五节 钢铁中锰的测定	105
一、钢铁中锰的存在形式	105
二、钢铁中锰的测定方法	106
三、钢铁定性分析	111
四、硝酸铵氧化还原滴定法测定钢铁中锰	112
本章小结	114
思考与练习题	114
第四章 水质分析技术	116
一、水的分类	116
二、水质指标和水质标准	116
三、水质分析项目	117
四、水样的采取	118
第一节 工业用水分析	123
一、pH 值的测定	123
二、硬度的测定	124
三、溶解氧的测定	125
四、硫酸盐的测定	129
五、氯的测定	130
六、总铁的测定	131
第二节 工业污水分析	132
一、铅的测定	132
二、铬的测定	134
三、化学耗氧量的测定	137
四、挥发酚的测定	140
五、氰化物的测定	142
六、氨氮的测定	144
本章小结	147
思考与练习题	147
第五章 化学肥料分析技术	149
一、化肥的用途	149
二、化肥的分类	149
三、化学肥料的分析项目	151
第一节 尿素中总氮含量的测定	151

一、氨态氮的测定	151
二、硝态氮的测定	152
三、酰胺态氮的测定	154
四、蒸馏后滴定法测定尿素中总氮	155
第二节 磷肥中磷的测定	157
一、磷肥	157
二、磷肥中磷的测定方法	157
三、钒钼酸铵分光光度法测定磷肥中的有效磷	160
第三节 钾肥中钾的测定	161
一、钾肥	161
二、钾肥中钾的测定方法	161
三、四苯硼酸钾滴定法测定钾肥中的钾	163
第四节 复混肥料的测定	164
一、复混肥料中氮、磷和钾的测定	164
二、肥料中其他成分的测定	165
三、复混肥料中钾含量的测定	168
本章小结	170
思考与练习题	170
第六章 农药分析技术	172
一、农药分析相关知识	172
二、农药试样的采取和制备	173
第一节 氯氰菊酯的测定	174
一、杀虫剂定义和分类	174
二、杀虫剂的测定	175
三、气相色谱法测定氯氰菊酯	178
第二节 绿麦隆的测定	179
一、除草剂定义和分类	179
二、除草剂的测定	179
三、液相色谱法测定绿麦隆	181
第三节 代森锰锌的测定	181
一、杀菌剂定义和分类	181
二、杀菌剂的测定	182
三、碘量法测定代森锰锌	184
第四节 多效唑的测定	185
一、植物生长调节剂定义和分类	185
二、植物生长调节剂的测定	186
三、气相色谱法测定多效唑	188
本章小结	188
思考与练习题	189
第七章 气体分析技术	190
一、工业气体分类	190

二、工业气体分析方法	191
第一节 半水煤气的测定	191
一、气体分析仪器	191
二、气体化学分析法	196
三、半水煤气的测定	205
第二节 大气中二氧化硫含量的测定	207
一、大气污染物的分析	207
二、大气污染物的测定	210
三、二氧化硫含量的测定	213
本章小结	214
思考与练习题	215
附录	216
附录 1 常用元素相对原子质量表	216
附录 2 特殊要求的纯水	217
参考文献	219

绪 论

一、工业分析技术的任务和作用

工业分析技术是确保工业生产正常运行的一个不可或缺环节。工业分析技术是以物理化学、分析化学、仪器分析等学科为基础的专业课。主要学习各种项目分析指标的分析原理、分析方法和操作过程。实际分析中，工业分析技术采用的分析方法主要是标准分析法。

1. 工业分析技术的任务

工业分析技术的任务是研究和测定工业生产的原料、辅助原料、中间产品、成品、副产品以及生产过程中产生的工业“三废”的化学组成及其含量。它涉及工业的各个领域，如化工、轻工、食品、医药、煤炭、冶金、石油、农药和环保等，以测定对象为系统，具有很强的实用性和针对性。

2. 工业分析技术的作用

在工业生产中，原料的合理利用、工艺条件的调整、产品质量的定级等，都离不开工业分析技术。工业分析技术是工业生产的“眼睛”，在工业生产中有着举足轻重的作用。

① 确保原料、辅料的质量，严把投料关，防止因原料或辅料不合格导致生产产品的不合格。

② 监控生产工艺过程及条件，保证生产运行顺畅。与生产工艺配合，及时发现工艺条件的偏差并随时调整处置。尽可能在线、实时分析，实现灵敏、准确、快速、简便和自动化。

③ 评定产品级别，确保产品质量。对于生产的中间产品和成品，利用分析测试手段按产品规格指标进行鉴定，划分产品的等级，确保企业良好的信誉，提高企业的经济效益。

④ 监测工业“三废”的排放，减少环境污染。对生产企业在生产中排放的废气、污水、固体废物严格监测，确保排放符合法规标准，尽量减少对环境造成污染。

3. 工业分析技术的特点

① 分析对象组成复杂、物料量大，只有正确采样及制备分析样品，才能保证所得分析结果具有充分的代表性。

② 分析对象来源广泛，成分复杂，必须选择正确的溶（熔）样方法，才能将分析样品制备成分析试液。既要使分析样品完全分解，又不致丢失被测组分或引入其他干扰物质。

③ 在符合生产所需准确度的前提下，尽量使分析快速、简便、易于重复，以满足生产过程的控制分析的需要。

④ 根据分析的具体要求，选择单一、合适的分析方法或多种分析方法（化学方法、物理方法、物理化学方法等）配合使用。

二、工业分析方法的分类及选择

工业分析方法主要是执行中华人民共和国强制性国家标准 (GB)、中华人民共和国推荐性国家标准 (GB/T)、中华人民共和国国家标准化指导性技术文件 (GB/Z)、行业标准 (如化工行业标准 HG、石油和石油化工行业标准 SH) 和企业标准 (QB)。

工业分析方法按方法的分析原理分为化学分析法、物理分析法和物理化学分析法；按方法在工业生产上所起的作用以及所需的时间不同分为仲裁分析法、常规分析法和快速分析法，仲裁分析法是权威部门对有争议的分析结果重新进行测定以裁决对错所使用的分析方法；常规分析法是分析实验室日常分析工作的分析方法；快速分析法是生产过程的控制分析所采用的分析方法。仲裁分析和常规分析所采用的分析方法都是标准分析方法，要求有较高的准确度，而快速分析要求迅速取得分析数据，以了解生产工艺是否正常，准确度只需满足生产要求即可。现场分析方法是指例行分析实验室、监测站、生产过程中车间实验室实际使用的分析检验方法。此类方法的种类较多，灵活采用，不同的现场可采用不同的现场方法。现场方法往往比较简单、快速或操作者惯于使用，同时也能满足现场的实际要求。

在国家标准、行业标准及企业标准中，对于某项分析往往不止有一种分析测试方法，具体哪一种方法更合适，分析工作者可根据实际情况进行选择。对于分析方法的选择，首先应掌握被测组分是以常量还是以微量的状态存在，其次还要考虑试样组分的复杂性、干扰组分的性质和实验室具备的条件等因素。常量组分的测定，一般采用化学分析方法，如滴定分析法、重量分析法等；微量组分或痕量组分的测定，则采用仪器分析法，如光谱分析法、色谱分析法、极谱分析法等。一个优良的分析方法，应具有准确性好、精密度高、灵敏度高、检测限低、分析空白低、线性范围宽、基体效应小、耐变性强等特点。但是一个好的分析方法未必是一个实用方法。作为一个实用方法，还要求方法的适用性强、操作简便、容易掌握、消耗费用低等。

随着现代分析技术的发展，标准分析法也向快速化发展，而快速分析法也向较高的准确度发展。这两类方法的差别已逐渐变小且越来越不明显，有些分析方法既能保证准确度，操作又非常迅速，既可作为标准分析法又可作为快速分析法。

三、工业分析技术标准

标准化是在一定的范围内获得最佳秩序，对实际的或潜在的问题制定共同的和重复使用的规则的活动。国家质量监督检验检疫总局（原国家技术监督局、国家质量技术监督局）是主管全国标准化、计量、质量监督、质量管理和认证工作等的国务院的职能部门。2001 年成立了中国国家标准化管理委员会。

标准化是一个活动过程，它是一个制定标准、发布与实施标准并对标准的实施进行监督的过程。国家制定了各类产品的标准，包括质量标准、卫生标准、安全标准等。强制执行这些标准，并通过各个环节，包括商标、广告、物价计量、销售方式等进行监督，以保障消费者利益。

（一）标准及分类

1. 标准

标准是对重复性事物和概念所做的统一规定，它以科学、技术、实践经验和综合成果为

基础,经有关方面协商一致,由主管机构批准,以特定形式发布,作为共同遵守的准则和依据。

按照标准的适用范围,把标准分为不同的层次,通称标准的级别。从世界范围看,有国际标准、区域标准、国家标准、专业团体协会标准和企业标准。我国标准分为国家标准、行业标准、地方标准和企业标准四级。

(1) 国际标准 国际标准是指国际标准化组织(ISO)和国际电工委员会(IEC)颁布的标准,及国际标准化组织认可的其他40多个国际标准机构发布的部分标准。国际标准已被各国广泛采用,为制造厂家、贸易组织、采购者、消费者、测试实验室、政府机构和其他各个方面所应用。我国也鼓励积极采用国际标准,把国际标准和国外先进标准的内容,不同程度地转化为我国的各类标准,同时必须使这些标准得以实施,用以组织和指导生产。

(2) 区域标准 区域标准是指世界某一区域标准化团体颁发的标准或采用的技术规范。区域标准的主要目的是促进区域标准化组织成员国之间的贸易,便于该地区的技术合作和交流,协调该地区与国际标准化组织的关系。国际上有影响具有一定权威的区域标准,如欧洲标准化委员会颁布的标准,代号为EN;欧洲电气标准协调委员会ENEL;阿拉伯标准化与计量组织ASMO;泛美技术标准化委员会COPANT;太平洋地区标准会议PASC等。

(3) 国家标准(强制性与推荐性) 国家标准是指对全国经济、技术发展有重大意义的,必须在全国范围内统一的标准。

国外的国家标准有美国国家标准ANSI;英国国家标准BS;德国国家标准DIN;日本工业标准JIS;法国国家标准NF。

我国国家标准简称GB(国标)。《中华人民共和国标准化法》将我国标准分为国家标准、行业标准、地方标准和企业标准四级。根据我国标准与被采用的国际标准之间技术内容和编写方法差异的大小,采用程度分为:

① 等同采用 其技术内容完全相同,不作或少作编辑性修改。

② 等效采用 技术内容只有很小差异,编写上不完全相同。

③ 参照采用 技术内容根据我国实际情况作了某些变动,但性能和质量水平与被采用的国际标准相当,在通用互换、安全、卫生等方面与国际标准协调一致。

我国国家标准有强制性标准和推荐性标准。强制性标准是具有法律属性,在一定范围内通过法律、行政法规等手段强制执行的标准。下列标准属于强制性标准:药品、食品卫生、兽药、农药和劳动卫生标准;产品生产、贮运和使用中的安全及劳动安全标准;工程建设的质量、安全、卫生等标准;环境保护和环境质量方面标准;有关国计民生方面的重要产品标准等。

推荐性标准又称为非强制性标准或自愿性标准。推荐性标准是指在生产、交换、使用等方面,通过经济手段或市场调节而自愿采用的一类标准。这类标准不具有强制性,任何单位均有权决定是否采用,触犯这类标准,不构成经济或法律方面的责任。

推荐性标准一经接受并采用,或各方商定同意纳入经济合同中,就成为各方必须共同遵守的技术依据,具有法律上的约束性。

(4) 行业标准 行业标准是指行业的标准化主管部门批准发布的,在行业范围内统一的标准。

行业标准由国务院有关行政主管部门发布,并报国务院标准化行政主管部门备案。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。如冶金行

业标准 (YB)、化工行业标准 (HG)、石油行业标准 (SY) 等。

(5) 地方标准 地方标准是指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、卫生要求的标准。由省、自治区、直辖市标准化行政主管部门制定。

地方标准由斜线表示的分数表示：分子为 DB+省、自治区、直辖市行政区划代码；分母为标准顺序号+发布年代号。如 DB 21/193—87 为辽宁省强制性地方标准，DB 21/T 193—87 为辽宁省推荐性地方标准。

(6) 企业标准 企业生产的产品没有国家标准、行业标准和地方标准的，应当制定相应的企业标准。对已有国家标准、行业标准或地方标准的，鼓励企业制定严于国家标准、行业标准或地方标准要求的企业标准。

企业标准由斜线表示的分数表示：分子为省、自治区、直辖市简称汉字+Q；分母为企业代号+标准顺序号+发布年代号。如津 Q/YQ 27—89 表示天津市一轻系统企业标准。

2. 标准分类

按照标准化对象的特征，标准可分成以下几类。

(1) 基础标准 基础标准是指在一定范围内作为其他标准的基础并普遍使用，具有广泛指导意义的共性标准。

(2) 产品标准 产品标准是指为保证产品的适用性，对产品必须达到的某些或全部要求所制定的标准。

(3) 方法标准 方法标准指以试验、检查、分析、抽样、统计、计算、测定、作业或操作步骤、注意事项等为对象而制定的标准。通常分为三类。

① 与产品质量鉴定有关的方法标准，如抽样标准、分析方法和分类方法标准。

② 作业方法标准，主要有工艺规程、操作方法（步骤）、施工方法、焊接方法、涂漆方法、维修方法等。

③ 管理方法标准，主要包括对科研、设计、工艺、技术文件、原材料、设备、产品等的管理的方法，如图样管理方法标准、设备管理方法标准等。

(4) 安全标准 安全标准指以保护人和物的安全为目的而制定的标准。如锅炉及压力容器安全标准、电器安全标准、儿童玩具安全标准等。

(5) 卫生标准 卫生标准主要是指对食品、医药及其他方面的卫生要求制定的标准。如大气卫生标准、食品卫生标准等。

(6) 环保标准 环保标准是指为保护人类的发展和维持生态平衡，以围绕人群的空间以及可以直接影响人类生活和发展的各种自然因素为对象而制定的标准。如环境质量标准、污染物排放标准等。

(7) 管理标准 管理标准是对标准化领域中需要协调统一的管理事项所制定的标准。

(8) 其他标准

(二) 分析方法标准

1. 分析方法标准

分析方法标准是方法标准中的一种。分析方法标准的内容包括方法的类别、适用范围、原理、试剂或材料、仪器或设备、采样、分析或操作、结果的计算、结果的数据处理。形式

一般有两种专门单列的分析方法标准和包含在产品标准中的分析方法标准。分析方法标准常又称为标准方法。

化验室对某一样品进行分析检验,必须依据以条文形式规定下来的分析方法来进行。为了保证分析检验结果的可靠性和准确性,推荐使用分析方法标准和标准物质。

分析方法标准是经过充分试验、广泛认可、逐渐建立,不需额外工作即可获得有关精密度、准确度和干扰等的知识整体。分析方法标准在技术上并不一定是先进的,准确度也可能不是最高的方法,而是在一般条件下简便易行,具有一定可靠性,经济实用的成熟方法。

分析方法标准也常作为仲裁方法,有人称之为权威方法。分析方法标准被政府机关采纳,公布于众之后,成为法定方法,成为具有更大的权威性的分析方法。

分析方法标准都应注明允许误差(或称公差),公差是某分析方法所允许的平行测定间的绝对偏差,公差的数值是将多次分析数据经过数理统计处理而确定的,在生产实践中是用以判断分析结果合格与否的根据。两次平行测定的数值之差在规定允许误差的绝对值两倍以内均应认为有效,否则为“超差”,必须重新测定。如用艾氏卡法测定煤中硫含量,两次测得结果分别为2.56%、2.74%。两次结果之差为 $2.74\% - 2.56\% = 0.18\%$ 。当硫含量在1%~4%时其公差为 $\pm 0.1\%$ 。因为0.18%小于其公差($\pm 0.1\%$)绝对值的两倍(0.2%),因此,可用两次分析结果的算术平均值(2.65%)作为分析结果。

2. 分析方法标准的书写

分析方法标准的书写应遵守GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》。要求方法尽可能地写得清楚,减少含糊不清的词句,应按国家规定的技术名词、术语、法定计量单位,用通俗的语言编写,并且有一定的格式,通常包括下列内容。

① 方法的编号。国家标准有严格的编号,以便查找。

② 方法认可日期及施行日期。

③ 标题。标题应当简洁,并包括分析物和待测物的名称。

④ 引用的标准或参考文献。列出本标准所引用的其他标准或参考文献。

⑤ 方法的适用范围。指出方法适用分析的对象、分析物的浓度范围、基体形式和性质,以及进行测定所要耗费的大概时间,还应指出产生干扰的物质。

⑥ 基本原理。应简明地写明方法的化学、物理或生物学原理。不常见的化学反应、分离手段、干扰影响等也在此说明。

⑦ 仪器和试剂。应列出所用仪器、试剂和不常见设备,以及有特殊要求的设备。

⑧ 安全措施。实验中有要求特殊保护安全措施的,需要详细写出。

⑨ 方法步骤。这是分析方法的核心部分,书写时应特别注意叙述详尽,但又要简明。需注意严格按实验进行的时间先后次序书写,溶液的配制与标定应放在试剂项内写。避免使用缩略词,细节要写清楚,指出分析过程的关键步骤,并说明如操作不小心,将造成什么后果,避免使用长句和会引起误解的复杂句。

⑩ 计算。给出计算分析结果必需的公式,包括各变量的单位和计算结果的单位,每个符号代表的物理意义。如果公式不很直观明了,应写出公式的推导过程。

⑪ 统计。以结论形式给出方法的精密度和准确度等有用的信息。

⑫ 注释。任何有助于对方法的理解与执行,以及结果的解释需加以必要的注释。

⑬ 最后附加说明标准方法的起草单位、提出单位、批准单位、归口单位。

3. 分析方法标准的有效期

分析方法标准不是固定不变的,随着科学技术的发展,旧的方法不断被新的方法代替,新的标准颁布后,旧的标准即应作废。

自标准实施之日起,至标准复审重新确认、修订或废止的时间,称为标准的有效期,又称标龄。由于各国情况不同,标准有效期也不同。ISO 标准每 5 年复审一次,平均标龄为 4.92 年。我国在国家标准管理办法中规定国家标准实施 5 年内要进行复审,即国家标准有效期一般为 5 年。

(三) 标准物质

1. 标准物质的定义

标准物质名称在国际上还没统一。美国用标准参考物质 SRM,西欧一些国家用认证标准物质 CRM,我国现在计量名词术语中统一用标准物质和标准样品。

标准物质是标准的一种形式,它具有一种或多种良好特性,这种特性可用来鉴定和标定仪器的准确度,确定原材料和产品的质量、评价检测方法的水平、检测数据的准确度等一系列工作。

标准物质一般是由某类产品制备的,用准确可靠的检测方法测定了它的一个或几个特性量值的,被法定机关确认,并颁发证书的物质。

2. 标准物质的分类与分级

(1) 标准物质的分类 标准物质品种繁多,数以千计,确立科学的分类方法十分必要。目前还没有统一的分类方法。

我国主要根据物质的类别和应用领域将标准物质分成 13 类:钢铁成分分析标准物质;有色金属及金属中气体成分分析标准物质;建材成分分析标准物质;核材料成分分析与放射性测量标准物质;高分子材料特性测量标准物质;化工产品成分分析标准物质;地质矿产成分分析标准物质;环境化学分析与药品成分分析标准物质;临床化学分析与药品成分分析标准物质;食品成分分析标准物质;煤炭石油成分分析和物理特性测量标准物质;工程技术特性测量标准物质;物理特性与物理化学特性测量标准物质。

(2) 标准物质的分级 标准物质按其特性值的准确度水平分为一级标准物质、二级标准物质和工作标准物质。工作标准物质可由单位根据规定要求自行制备使用。

我国将标准物质分为一级与二级,它们都符合“有证标准物质”的定义。

① 一级标准物质。代号为 GBW,用绝对测量法或两种以上不同原理的准确可靠的方法定值,若只有一种定值方法需采取多个实验室合作定值。它的不确定度具有国内最高水平,均匀性良好,在不确定度范围之内,并且稳定性在一年以上,具有符合标准物质技术规范要求的包装形式。一级标准物质由国务院计量行政部门批准、颁布并授权生产。

② 二级标准物质。代号为 GBW(E),用与一级标准物质进行比较测量的方法或一级标准物质的定值方法定值,其不确定度和均匀性未达到一级标准物质的水平,稳定性在半年以上,能满足一般测量的需要,包装形式符合标准物质技术规范的要求。二级标准物质由国务院计量行政部门批准、颁布并授权生产。

3. 标准样品与工作标准物质

(1) 标准样品 标准样品也称实物标准,简称标样,是标准的一种形式,标准样品与标

准物质都具有化学计量的“量具”作用，在确定分析结果的可靠性和可比性方面具有公认的权威性，它们的应用有很相似之处，但存在着不同点。

标准样品与标准物质主要的不同点是使用范围上的区别。标准物质是作为量值的传递工具和手段的。而标准样品是为保证国家标准、行业标准的实施而制定的国家实物标准。

标准样品不能离开标准，只适用于标准的贯彻、实施，具有很强的针对性和实用性。标准样品不要求像标准物质那样有适用的广泛性，一般能满足标准指标的要求就可以了。

标准样品和标准物质的界限很难分清，国家实物标准的管理与认证的管理办法和国家标准物质的管理与认证办法也很相似。

(2) 工作标准物质 工作标准物质特性值的准确度水平较国家一级、二级标准物质的特性值的准确度水平低。工作标准物质往往是为了实际工作的需要，由某些检测水平较高的科研部门或企业，根据工作标准物质制备的规定要求自己制备，用以满足本部门的计量要求。

四、试样的采取、制备和分解

物料的分析检测过程一般包括采样、试样预处理、测定、结果计算等四个步骤。采样的目的是从被检测的总体物料中取得有代表性的样品，通过对样品的检测，得到在允许误差范围内的数据，从而求得被检测物料的某一或某些特性的平均值及其变异性。采样的具体目的可分为技术方面的目的、商业方面的目的、法律方面的目的和安全方面的目的。

工业生产的物料往往是几十吨、几百吨、成千吨或上万吨，而分析化验时所取的分析试样只需几克、几十毫克，甚至更少，要想使分析结果能代表全部物料的平均组成，必须正确地采取具有足够代表性的平均试样，并将其制备成分析试样。

如果采样没有代表性或代表性不充分，即使随后的分析测试工作再准确无误，所得出的分析结果也不能代表整体工业物料的结果，那么整个分析测试工作都将是徒劳的，甚至会得出错误的结论，以致造成严重事故。一定要非常重视样品的采取与制备，不仅要使所采取的样品能充分代表原物料，而且在操作和处理过程中还要防止样品发生变化或引入杂质造成样品的污染。

(一) 基本术语

(1) 采样 从待测的原始物料中取得分析试样的过程。

(2) 采样时间 指每次采样的持续时间，也称采样时段。

(3) 采样频率 指两次采样之间的间隔。

(4) 子样 在规定的采样点按规定的操作方法采取的规定量的物料，也称小样或分样。

(5) 总样 将所有采取的子样合并一起得到的试样。

(6) 分析化验单位 一个总样所代表的工业物料的总量称为分析化验单位或取样单位。分析化验单位可大可小，主要取决于分析的目的。如商品煤规定 $(1000 \pm 100)t$ 为一个分析化验单位；生产车间常以一天或一班的产量为一个分析化验单位；供销双方常以一次运输量或报检量为一个分析化验单位。

(7) 实验室样品 供实验室检验或测试而制备的样品。

(8) 备考样品 与实验室样品同时同样制备的样品。在有争议时，作为有关方面仲裁分析所用样品。

(9) 部位样品 从物料的特定部位或在物料流的特定部位和特定时间取得的一定数量或大小的样品,如上部样品、中部样品或下部样品等。部位样品是代表瞬时或局部环境的一种样品。

(10) 表面样品 在物料表面取得的样品,以获得此物料表面的相关资料。

(11) 物料流 指随运送工具运转中的物料。

(12) 试样的制备 按规定程序减小试样粒度和数量的过程,简称制样。

(二) 试样的采取原则

采样方法是以数理统计学和概率论为理论基础建立起来的。一般情况下,经常使用随机采样和计数采样的方法。采样及制备样品的具体步骤应根据分析的要求及试样的性质、均匀程度、数量多少等具体情况,严格按照一定的规程进行操作,对于不同类型的试样应按照不同的原则进行采样。按物料的形态,可分为固态、液态和气态三种,各组分在试样中的分布分为比较均匀和分布得不均匀两种。

1. 均匀物料

如果物料各部分的特性平均值在测定该特性的测量误差范围内,此物料就是均匀物料。采样时原则上可以在物料的任意部位进行采样。

2. 不均匀物料

如果物料各部分的特性平均值不在测定该特性的测量误差范围内,此物料就是不均匀物料。一般采取随机采样。对所得样品分别进行测定,再汇总所有样品的检测结果,即得到总体物料的特性平均值和变异性的估计量。

3. 随机不均匀物料

指总体物料中任一部分的特性平均值与相邻部分的特性平均值无关的物料。采样时可以随机采样,也可非随机采样。

4. 定向非随机不均匀物料

指总体物料的特性值沿一定方向改变的物料。采样时要用分层采样,并尽可能在不同特性值的各层中采出能代表该层物料的样品。

5. 周期非随机不均匀物料

指在连续的物料流中物料的特性值呈现出周期性变化,其变化周期有一定的频率和幅度的物料。采样时最好在物料流动线上采样,采样的频率应高于物料特性值的变化频率,切忌两者同步。

6. 混合非随机不均匀物料

指由两种以上特性值变异性类型或两种以上特性平均值组成的混合物料,如由几批生产合并的物料。采样时首先尽可能使各组成部分分开,然后按照上述各种物料类型的采样方法进行采样。

(三) 采样方案的制订

1. 确定采取的样品数

从每一个分析化验单位中采样时,应根据物料中杂质含量的高低、物料的颗粒度及物料