

普通高等教育“十一五”规划教材

GONGYE FENXI

工业分析

谢治民 易兵 编著



化学工业出版社

普通高等教育“十一五”规划教材

工业分析

谢治民 易 兵 编著



化学工业出版社

· 北 京 ·

本教材包括工业分析试样的采集和制备,试样的分解,水、煤、气体、硅酸盐、钢铁、有色金属及合金、电镀液、油料等工业产品的分析检测以及工业分析方法的选择与制定等内容,形成了以试样采集、制备、分解、测定、方法的选择与制定为主线的内容体系,集理论性与实践性于一体,重点介绍成熟的理论与实用的方法。在内容的叙述上力求由浅入深,便于读者自学。

本书可作为高等学校化学化工、应用化学类工业分析专业(或工业分析方向)、商品检验、环境监测等专业的本科教材,也可作为高等职业技术学院、中等职业学校相关专业的教材,同时还可供工厂、科研机构从事分析检测的工作人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

工业分析/谢治民,易兵编著. —北京:化学工业出版社, 2009. 2

普通高等教育“十一五”规划教材

ISBN 978-7-122-04439-6

I. 工… II. ①谢…②易… III. 工业分析-高等学校-教材 IV. TB4

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 207837 号

责任编辑:刘俊之

文字编辑:刘志茹

责任校对:陶燕华

装帧设计:张辉

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

720mm×1000mm 1/16 印张 17 $\frac{3}{4}$ 字数 366 千字 2009 年 3 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:29.80 元

版权所有 违者必究

前言

工业分析是分析化学的重要组成部分,是分析化学在工农业生产中的具体应用,其涉及的内容十分广泛。在工业生产过程中,从原料、半成品到成品,商品的进出口检验等都离不开工业分析,同时,在产品开发、改进生产工艺、提高产品质量等研究工作中,工业分析的作用也不可低估,特别是在建立资源节约型、环境友好型社会中,工业分析越来越发挥着重要作用。所以工业分析课程是化学化工类工业分析专业(或工业分析方向)学生必须掌握的知识。

本教材在编写过程中,突出“重基础、强实践、擅应用”的应用型人才培养特色,集理论性与实践性于一体,重点介绍成熟的理论与实用的方法。

在内容安排上,由于试样的分解在工业分析中处于重要的地位,所花的时间往往较长,因此单列一章并简要介绍了分解机理。另外,如何从多种方法中选择适合某个样品成分的测定方法,如何从事毕业论文的写作,这是工业分析专业学生必须掌握的知识,所以在第12章介绍了分析方法的选择制定。同时避免了内容的重复,如金属离子的检测,尽量在各章内不重复,以减少篇幅。在内容的叙述上力求由浅入深,便于读者自学,同时每章后安排了习题与思考题,便于学生课后巩固所学知识。

本书由谢治民、易兵编著,在编写过程中得到湘潭大学费俊杰,湖南科技大学刘清泉,海军工程大学文庆珍,湖南工程学院邓继勇、黄先威、陈立新、王焕龙等同行的大力支持和帮助,并提出了宝贵意见。化学工业出版社的编辑在本书的编写和出版过程中给予了大力支持,在此一并表示感谢。

由于水平有限,书中不足之处在所难免,欢迎读者批评指正。

编著者
2008年12月

目 录

绪论	1		
0.1 工业分析的任务和作用	1	0.4.1 被测元素在试样中的存在 状态	6
0.2 工业分析的特点与方法	1	0.4.2 分析试样的聚集状态	7
0.2.1 工业分析的特点	1	0.4.3 分析结果的含量范围	7
0.2.2 工业分析的方法	3	0.4.4 分析结果的准确度应与测量 方法的准确度相一致	7
0.3 标准物质	5	0.4.5 分析结果与公差	7
0.3.1 标准物质的定义	5	0.5 工业分析要注意的几个方面	8
0.3.2 标准物质的特性	5	0.6 工业分析的发展展望	8
0.3.3 标准物质的等级	5	习题与思考题	9
0.3.4 标准物质的用途	6		
0.4 工业分析结果的表示	6		
第1章 试样的采集和制备	10		
1.1 试样的采集	10	1.2.2 过筛	20
1.1.1 采样基本术语、基本 原则	10	1.2.3 混匀	21
1.1.2 采样量和子样数目	11	1.2.4 缩分	22
1.1.3 采样方法	13	1.2.5 制样过程的沾污损失及 要求	23
1.2 试样的制备	19	习题与思考题	24
1.2.1 破碎	20		
第2章 试样的分解	25		
2.1 概述	25	2.3.2 碱金属氢氧化物	32
2.2 湿法分解法	26	2.3.3 过氧化钠	32
2.2.1 盐酸	26	2.3.4 焦硫酸钾（或硫酸氢钾）	32
2.2.2 硝酸	27	2.3.5 铵盐	33
2.2.3 硫酸	27	2.3.6 烧结法	33
2.2.4 磷酸	28	2.4 其他分解法	34
2.2.5 高氯酸	28	2.4.1 增压分解法	34
2.2.6 氢氟酸	29	2.4.2 超声波振荡分解法	35
2.2.7 氢氧化钠（或氢氧化钾）	29	2.4.3 电解分解法	35
2.3 干法分解法	30	2.4.4 微波分解法	35
2.3.1 碱金属碳酸盐	31	2.4.5 灰化分解法	36

2.5 试样分解机理	36	2.5.2 化学作用	39
2.5.1 物理作用	37	习题与思考题	44
第3章 水质分析	45		
3.1 概述	45	3.3.3 镉的测定	55
3.1.1 水的分类及水质分析意义	45	3.3.4 汞的测定	56
3.1.2 水的一般成分及其影响因素	45	3.3.5 铅的测定	57
3.1.3 水质指标和水质标准	46	3.3.6 铬的测定	58
3.1.4 水样的采集、保存和消解	47	3.4 非金属无机物的测定	59
3.2 水的物理性质的检验	50	3.4.1 酸度	59
3.2.1 浊度的测定	50	3.4.2 碱度	60
3.2.2 颜色	51	3.4.3 氨氮的测定	62
3.2.3 pH值	52	3.4.4 溶解氧(DO)的测定	63
3.2.4 残渣的测定	52	3.5 有机化合物的测定	65
3.2.5 电导率的测定	53	3.5.1 化学需(耗)氧量(COD)的测定	65
3.3 金属化合物的测定	53	3.5.2 挥发酚的测定	69
3.3.1 总硬度的测定	54	3.5.3 生化需氧量的测定	70
3.3.2 铁的测定	54	习题与思考题	74
第4章 煤质分析	75		
4.1 概述	75	4.3.1 发热量的表示方法	86
4.1.1 煤的组成和分类	75	4.3.2 发热量的测定方法—氧弹式热量计法	87
4.1.2 煤质分析项目	76	4.3.3 发热量的经验计算方法	90
4.2 煤的工业分析	77	4.4 煤中全硫量的测定	90
4.2.1 水分的测定	78	4.4.1 艾氏卡法	91
4.2.2 灰分的测定	81	4.4.2 高温燃烧中和法和碘量法	92
4.2.3 挥发分的测定	83	4.4.3 库仑滴定法	94
4.2.4 固定碳的计算和各种基的换算	85	附:煤质工业分析仪介绍	95
4.3 煤发热量的测定	86	习题与思考题	96
第5章 气体分析	97		
5.1 概述	97	5.2.3 吸收滴定法	101
5.1.1 工业气体的种类	97	5.2.4 吸收光度法	102
5.1.2 气体分析的意义和特点	97	5.3 气体燃烧分析法	102
5.1.3 气体分析的方法	98	5.3.1 可燃气体的燃烧方法	102
5.2 气体化学吸收法	98	5.3.2 可燃气体燃烧后的计算	104
5.2.1 吸收体积法	98	5.3.3 燃烧法计算示例	105
5.2.2 吸收重量法	101	5.4 其他分析方法简介	109

5.4.1 气相色谱法	109	5.5.3 煤气全分析(吸收法及爆炸法——改良奥氏气体分析仪)	112
5.4.2 电导法	109	5.5.4 市售气体分析仪	116
5.4.3 库仑法	110	5.6 工业废气的测定	117
5.4.4 热导法	110	5.6.1 采样方法与采样原理	117
5.4.5 红外光谱法	110	5.6.2 采样仪器	117
5.4.6 激光雷达技术	110	5.6.3 NO _x 气体的测定	118
5.5 常见气体分析仪	110	5.6.4 SO ₂ 的测定	119
5.5.1 仪器的基本部件	110	习题与思考题	120
5.5.2 气体分析仪	111		

第6章 硅酸盐分析

6.1 概述	122	6.6.1 返滴定法	142
6.1.1 硅酸盐的组成和种类	122	6.6.2 氟化物置换滴定法	143
6.1.2 硅酸盐分析的项目与分析意义	124	6.6.3 铬天青 S 分光光度法	144
6.1.3 硅酸盐分析的发展	125	6.7 氧化钙和氧化镁的测定	145
6.1.4 硅酸盐试样的分解	125	6.7.1 EDTA 配位滴定	145
6.2 硅酸盐系统分析与分析系统	126	6.7.2 原子吸收分光光度法	147
6.2.1 系统分析和分析系统	126	6.8 氧化钾、氧化钠的测定	147
6.2.2 硅酸盐分析系统	127	6.8.1 火焰光度法	147
6.3 灼烧失量及水分的测定	132	6.8.2 原子吸收分光光度法	149
6.3.1 烧失量的测定	132	6.9 二氧化钛的测定	149
6.3.2 水分的测定	133	6.9.1 过氧化氢分光光度法	149
6.4 二氧化硅的测定	134	6.9.2 二安替比林甲烷(DAPM)分光光度法	150
6.4.1 重量法	134	6.10 全分析结果的表示和计算	151
6.4.2 氟硅酸钾容量法	137	6.10.1 分析结果的表示及对结果的要求	151
6.5 三氧化二铁含量的测定	139	6.10.2 分析结果的审查与校正	152
6.5.1 EDTA 容量法	139	6.10.3 全分析总量的计算	153
6.5.2 重铬酸钾容量法	140	习题与思考题	154
6.5.3 原子吸收分光光度法	141		
6.6 氧化铝的测定	142		

第7章 钢铁分析

7.1 概述	156	分解	159
7.1.1 钢铁的分类	156	7.2.1 采样、制样的一般原则	159
7.1.2 钢铁中主要元素的存在形式及影响	157	7.2.2 试样的采集与制备	159
7.1.3 钢铁分析的特点及分析内容	158	7.2.3 试样的分解	161
7.2 钢铁试样的采集、制备和		7.3 总碳的测定	162
		7.3.1 燃烧-气体容积法	162
		7.3.2 燃烧-非水滴定法	166

7.3.3 电导法	167	7.7.1 测锰方法概述	179
7.3.4 燃烧-库仑法	167	7.7.2 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 氧化- NaNO_2 - Na_3AsO_3 容量法	180
7.4 硫的测定	169	7.7.3 高碘酸钠(钾)分光光 度法	182
7.4.1 高温燃烧-碘量法	169	7.8 钢中合金元素的测定	183
7.4.2 高温燃烧-酸碱法	171	7.8.1 铬的测定	183
7.4.3 碳、硫联合测定	171	7.8.2 镍的测定	186
7.5 磷的测定	172	7.8.3 钒的测定	189
7.5.1 测磷方法概述	172	7.8.4 钼的测定	192
7.5.2 NaF-SnCl_2 还原-磷钼蓝分光 光度法	174	7.8.5 钨的测定	194
7.6 硅的测定	176	7.8.6 钴的测定	196
7.6.1 测硅方法概述	176	7.8.7 铌的测定	198
7.6.2 草酸-硫酸亚铁铵硅钼蓝 分光光度法	177	7.8.8 硼的测定	199
7.7 锰的测定	178	习题与思考题	201

第 8 章 有色金属及合金的分析

8.1 概述	203	测定	209
8.1.1 有色金属及其分类	203	8.3 铜及铜合金的分析	211
8.1.2 有色金属及合金分析 简介	203	8.3.1 铜及铜合金中铜的测定	212
8.2 铝及铝合金的分析	204	8.3.2 铜合金中锡的测定	214
8.2.1 铝合金中铜的测定	204	8.3.3 铜合金中铋的测定	216
8.2.2 铝合金中镁的测定	206	8.3.4 铜合金中铝的测定	218
8.2.3 铝合金中硅的测定	209	8.3.5 铜合金中铜、锡、铅、锌的 连续测定	219
8.2.4 铝合金中稀土总量的 测定	209	习题与思考题	222

第 9 章 电镀液的分析

9.1 概述	223	9.3.2 总氰化物的测定	230
9.1.1 电镀液分析的意义	223	9.3.3 总氢氧化钠的测定	231
9.1.2 电镀液分析应注意的 问题	223	9.3.4 碳酸钠的测定	231
9.1.3 常用电镀液	223	9.4 酸性镀锌液的分析	232
9.2 普通镀铬液的分析	224	9.4.1 锌的测定	232
9.2.1 铬酐的测定	224	9.4.2 铝的测定	232
9.2.2 三价铬的测定	226	9.4.3 锌、铝的联合测定	233
9.2.3 硫酸的测定	227	9.5 酸性镀铜液的分析	233
9.3 氰化镀锌液的分析	229	9.5.1 硫酸的测定	234
9.3.1 氧化锌的测定	229	9.5.2 铜的测定	234
		9.5.3 硫酸和铜的连续测定	235

9.6 普通镀镍液中硼酸的分析	235	测定	237
9.7 表面处理溶液的分析	236	9.7.3 钢铁氧化液的分析	238
9.7.1 酸洗液中氯化物的分析	236	习题与思考题	239
9.7.2 磷化液中五氧化二磷的			
第 10 章 油料分析	240		
10.1 概述	240	10.4.2 闪点测定	249
10.1.1 油料的分类	240	10.4.3 全自动闪点测定仪	252
10.1.2 润滑剂选择的一般要求	241	10.5 酸值(酸度)、碘值及皂化值的	
10.1.3 油料分析项目	241	测定	253
10.1.4 液体石油产品试样的		10.5.1 酸值(酸度)的测定	253
脱水	241	10.5.2 皂化值的测定	254
10.2 水分测定	242	10.5.3 碘值的测定	255
10.2.1 水分的定性测定	242	10.6 密度的测定	256
10.2.2 水分的定量测定	242	10.6.1 密度瓶法	257
10.3 黏度的测定及黏温特性	243	10.6.2 韦氏天平法	258
10.3.1 黏度的测定	243	10.6.3 密度计法	260
10.3.2 油品的黏温特性	247	10.7 机械杂质的测定	260
10.4 闪点和燃点的测定	248	习题与思考题	261
10.4.1 闪点与燃点	248		
第 11 章 分析方法的选择与制定	262		
11.1 分析方法的选择	262	11.2.1 分析方法的制定	264
11.1.1 分析方法选择的重要性	262	11.2.2 分析方法的验证	269
11.1.2 选择分析方法应考虑的问题	262	11.2.3 分析方法(研究)报告的	
11.2 分析方法的制定	264	撰写	271
		习题与思考题	274
参考文献	275		

绪 论

0.1 工业分析的任务和作用

工业分析是分析化学的一个重要组成部分,是分析化学在工业生产中的具体应用。其内容包括整个工业生产过程和人类活动,如资源的勘探、原材料的选择、生产过程的控制、产品的质量检验、环境监测等均属工业分析的内容。

工业分析的任务是应用分析化学理论,去研究工业生产中的原料、辅助材料、中间体、成品、副产物及各类废物的一系列复杂物质的测定过程,从而达到评定原料、产品的质量,对生产工艺进行控制,指导和促进生产,改善环境。

工业分析被称为工业生产的“眼睛”,通过工业分析可以评定其材料或产品的质量,判断生产过程是否正常,从而正确地组织生产,如原料的合理利用、新配方的研制、工艺条件的调整、产品质量的严格定级等,特别是高纯材料和航空航天技术的发展都离不开工业分析,工业分析的作用具体表现为指导作用、监督作用、仲裁作用、参谋作用。所以,工业分析在工业生产中的作用是不可估量的,起着“把关”的作用。

0.2 工业分析的特点与方法

在《国民经济行业分类》标准(GB/T 4754—2002)中的20个门类中,许多门类属于制造业,制造业与工业分析的内容息息相关,在制造业中,又分为30个小类(见表0-1),这30个小类都应属于工业分析的研究对象,可见工业分析的对象多种多样。

工业分析的对象不同,对分析的要求也就不同,一般情况下,在满足生产和科研所需要的准确度前提下,分析速度快、操作简便、易于重复、不污染环境等是工业分析的普遍要求。

0.2.1 工业分析的特点

工业生产和工业对象的性质决定了工业分析的特点。工业分析的对象——即工业物料,其成分往往比较复杂,干扰因素多,且工业物料的数量很大且不均匀,所以,由于生产的实践性、物料的复杂性、产品的多样性等,使工业分析具有以下特点。

表 0-1 我国制造业分类

序 号	制造业小类	序 号	制造业小类
1	食品制造业	16	化学纤维制造业
2	饮食制造业	17	橡胶制造业
3	烟草制造业	18	塑料制造业
4	纺织业	19	非金属矿物制造业
5	皮革、毛皮制造业	20	黑色金属冶炼及压延加工业
6	纺织服装、鞋、帽制造业	21	有色金属冶炼及压延加工业
7	皮革、毛皮、羽毛(绒)制造业	22	金属制造业
8	木材加工及木、竹、藤、棕、草制造业	23	通用设备制造业
9	家具制造业	24	专用设备制造业
10	造纸及纸制品业	25	交通运输设备制造业
11	印刷业和记录媒介的复制	26	电气机械及器材制造业
12	文化体育用品制造业	27	通信设备、计算机及其他电子设备制造业
13	石油加工、炼焦工业及核燃料加工业	28	仪器仪表及文化、办公用机械制造业
14	化学原料及化学制品制造业	29	工业品及其他制造业
15	医药制造业	30	废弃资源及废旧材料回收加工业

(1) 分析对象的数量大 常以千百吨计算,组成很不均匀。但分析测定时往往只需少量的分析样品,如何从中取出足以代表全部物料平均组成的少量分析样品是工业分析的关键步骤之一,所以必须正确地采样和制备样品,确保用于分析测定的样品有充分的代表性。

(2) 分析对象的组成复杂 大多含有各种杂质。在分析测定某一成分时,常常受到各种组分的干扰影响,所以在选择分析方法时,必须考虑到各种干扰因素,并尽可能消除其干扰。

(3) 分析方法的时间性 工业分析结果的准确度,因分析对象不同而不同,在中控分析中(如炉前分析),在保证生产要求的前提下,尽可能采用快速、简便的测定方法,对分析结果的准确度可以稍低些,以满足生产过程的控制要求。但对产品质量检验和仲裁分析等则对准确度要求较高,分析速度的要求则是次要方面。

(4) 方法的多样性与相容性 根据样品的具体情况,可采用一种方法,也可采用多种方法进行测定,要根据生产实际,保证结果的准确度来选择分析方法。同时对样品中某一成分的测定,其样品的分解方法与测定方法必须相容,如 K_2SiF_6 容量法测硅酸盐中的二氧化硅,则必须用碳酸钾(不用碳酸钠)熔融。另外样品的分解过程十分重要,还必然使溶(熔)样尽量简便快速,使样品分解完全,不引入干扰物质或丢失被测组分。

(5) 分析方法的实践性 工业分析是一门实践性学科,它来源于实践,作为一名分析工作者,既要理解和掌握本学科的基础理论知识,又要熟练地掌握各种基本操作技术技能,能正确分析和解决实际工作中出现的各种实际问题。

(6) 工业分析课程与其他课程关系密切 工业分析是在无机化学、有机化学、物理化学、分析化学、仪器分析等专业课程后的后续专业课,它不仅要掌握上述课程的基本理论和基本技能,而且还要运用统计学等工程数学、化学工艺学、生命科

学、环境科学、计算科学等以及工业生产和工业分析所涉及的各领域知识。因此掌握扎实的基础理论知识和熟练的基本技能是学好本课程的基础和条件,也是将来成为一个有所作为的分析工作者的基本条件之一。

0.2.2 工业分析的方法

因为工业分析对象广,分析项目和分析要求各不相同,因而分析方法多种多样,工业分析的方法主要是根据生产需要和实践拟定的,常常是许多分析方法的综合利用。依其原理、作用的不同,有不同的分类方法。①按分析方法的原理来分,有化学分析方法、物理分析方法、物理化学分析方法;后两者常需要较复杂的仪器,所以又统称为仪器分析法;②按分析任务来分,有定性分析、定量分析、结构分析、表面分析、形态分析等;③按分析对象来分,有无机分析和有机分析;④按试剂用量或被测成分含量来分,有常量分析、微量分析和痕量分析、超痕量分析;⑤按测试程序来分,有离线分析和在线分析;⑥按分析的要求来分,有例行分析和仲裁分析;⑦按分析完成的时间和分析所起的作用来分或根据不同的需要来分,有快速分析法、标类分析法和标准分析法。下面对各分析方法展开具体介绍。

(1) 标准分析法 标准分析法是十分准确可靠的方法,它是由国家科学技术委员会或有关主管业务部门审核、批准并作为“法律”公布施行的方法,简称“国标”(GB)或“部标”,如原化工部(HG)、原轻工部(QB)等,它对分析的各种分析条件(如采样方法、试剂规格和配制等)都作了严格的规定。但国际标准化组织制定的ISO标准不带强制性。仲裁分析或要求准确度较高的分析应采用标准分析法。标准分析方法又分为以下三种。

① 绝对测量法(或权威方法)。测定值为绝对量,与质量、时间等基本单位或导出量直接有关,有最好的准确度。如质量法中由天平直接称量被测物质或库仑法测定物质的纯度等。

② 相对测量法(或标准参考法)。测定值是相对量,是以标准物质或基准物质含量为标准,确定被测物质的含量。这类方法已被证明没有系统误差,如果存在系统误差,也是已知并能加以校正,因此有足充的准确度和精密度。容量分析和大多数仪器分析均属这类方法,在工业分析中用得最多最广。

③ 现场方法。这类方法能快速测定,以便控制和指导生产,对准确度的要求可以降低。

当然,标准方法不是永久不变的,由于生产的发展和对产品质量要求的提高,国家技术委员会和各部委每隔一段时间(一般四年一次)会发布新标准以代替旧标准,并采用新研制的仪器替代旧仪器,以快速准确的新方法代替旧方法,使工业分析向着快速、简便、准确的方向发展。

各企业往往也制定了适合本企业使用的方法,即企业标准,但企业标准必须经过相关部门的认可。企业标准的应用相当广泛,各企业可根据各自生产需要和对测定准确度要求的不同,选择相应的标准。

(2) 标类分析法 (简称标类法) 标类分析法是标准分析法以外的其他准确测定方法的总称, 是根据实验室设备、条件及技术人员业务情况而设定的接近于标准分析法的一类方法, 也有较高的准确度。通常标类法比标准法操作过程要简便, 但技术人员必须有熟练的技能、严谨的科学态度及正确的分析判断能力。本方法所得结果可作为评定原料或产品质量、工艺计算、成本核算的依据。其特点是准确度要求高, 它常在中心化实验室进行, 标类法也常用于验证分析和仲裁分析。

(3) 快速分析法 快速分析法主要用于控制生产工艺过程中的关键部位, 要求迅速报出分析结果, 以指导工艺过程的顺利进行和产品质量的提高。其主要特点是分析速度快, 而对准确度的要求则只要符合生产要求的前提下可适当降低一些, 所以误差往往比较大。它常用于中控分析 (炉前或车间分析)。快速分析结果不能作为工艺计算、成本核算及产品质量评定的依据。它要求分析方法简捷方便, 省时可靠, 要求分析人员有经验, 有熟练的操作技能。

过去大家认为标准方法或标类分析法准确, 但操作费时, 而快速分析法又不太准确。就目前分析化学的发展来看, 上述方法的差别逐渐减少, 即标准法或标类分析法向快速分析法方向发展, 而快速分析法也向较高准确度方向发展。有些方法准确度又高, 分析速度也快, 既可作标准法或标类法, 也可作为快速法。

验证分析是以专门为验证某项分析结果为目的的一种分析方法, 所用的方法通常是在原用的标类方法中增添一些补充操作而使其准确度进一步提高。

仲裁分析是当甲乙双方对分析结果有分歧时, 为解决双方争议为目的的一项分析。所用的方法可用原有的分析方法, 通过双方协商, 由技术更高的分析技术人员进行测定, 以判断原甲乙双方分析结果是否准确。必要时可采用标准分析方法, 不受工作时间的限制。

离线分析是指在现场人工采样, 把采集的样品带回实验室处理后进行分析的方法。

近线分析是指人工现场采样在现场进行分析的方法。

离线分析和近线分析是传统的分析方法, 得到的分析结果滞后于生产过程, 当生产出现异常情况时难以及时调整, 可能会影响生产正常运行, 甚至出现事故。为了及时了解生产实际情况, 必须及时得到分析结果, 因而最好采用在线分析。

在线分析是指采用自动采样系统, 将试样自动输入分析仪器中进行连续或间歇连续分析 (有的甚至不需要采样和样品处理)。在线分析是随着生产过程的自动化而出现的, 特别是 20 世纪 60 年代以后, 随着电子技术的发展和计算机的广泛应用, 在线分析技术发展很快。由于在线分析速度快, 效率高 (每小时分析上百个样品), 操作简单, 自动化程度高, 节省人力及试剂用量, 可实现连续检测和数据处理计算机化, 消除人为误差等特点, 已在冶金、水泥、食品、电力、水力、环保等方面得到了广泛的应用。

0.3 标准物质

在工业分析中常常要用到标准物质（或称有证标准物质）。如标定标准溶液的浓度；在钢铁分析中常采用标准物质与试样在相同条件下进行测定，然后用比较的方法计算试样中被测成分的含量；在分析方法的选定和分析方法的制定过程中也常用标准物质来验证方法的科学性和实践性，所以标准物质在工业分析中具有重要的作用。

0.3.1 标准物质的定义

按照国际标准化组织（ISO）的定义，标准物质或标准参考物质是指一个或多个特征量值已被准确地确定了物质，这种物质用于校准测量用的仪器、评价测量方法、或给被测材料定值。所谓特征值是指化学组分含量，或物质性质（如凝固点、电阻率、折射率等），或某些工程参数（如粒度、色度、表面粗糙度等）。

标准物质可以是纯的或混合的气体、液体或固体。如校正黏度计用的纯水，化学分析中的基准试剂、标准溶液，钢铁分析中用的标准钢样，药物分析中使用的药物对照品等。

0.3.2 标准物质的特性

标准物质必须具有材质均匀，性能稳定，化学成分已准确地确定，附有标准物质证书，在国家主管部门授权的情况下，可按规定精度成批生产且有足够的产量。

注意：标准物质证书的内容应包括标准物质名称、编号、简介、定值方法、定值结果标准值及不确定度、制备日期、保存条件和有效期限、确保均匀性的最小取样量、有关注意事项等。另外分析工作者要注意区分保存期限和使用期限。因为在启封后，可能因化学、物理、生物因素而影响它的稳定性。

0.3.3 标准物质的等级

我国将标准物质分为两个级别：一级标准物质和二级标准物质。

一级标准物质（国家标准物质，代号为 GBW），是指采用绝对测量方法或其他准确、可靠的方法测量其特性值，测量准确度达到国内最高水平的有证标准物质。它务必经过国家计量测试学会标准物质专业委员会审查，由国家技术监督局批准发行，并附有证书。它主要用来研究与评价标准方法及对二级标准物质定值。

二级标准物质 [代号为 GBW(E)]，是指采用准确可靠的方法，或直接与一级标准物质相比较的方法定值的物质，也称为工作标准物质。它由科研院所、企业中经国家级计量认证的实验室研制，报经主管部门审查批准、国家技术监督局备案。它主要用于评价分析方法，以及同一实验室或不同实验室间的质量保证。

标准物质种类很多,涉及面很广,按其鉴定特性基本上可分为化学成分标准物质、物理和物理化学特性标准物质和工程技术特性标准物质三大类。分析测试中常用的标准物质是化学成分和物理化学特性标准物质。如高纯试剂纯度标准物质有碳酸钠、EDTA、氯化钠、重铬酸钾、邻苯二甲酸氢钾;高纯气体标准物质如一氧化碳、氢、氧、二氧化碳、硫化氢等;元素分析标准物质如间氯苯甲酸、茴香酸、苯甲酸、脲等;钢铁标样如生铁、碳素钢、低合金钢等;pH标准物质如邻苯二甲酸氢钾、硼砂、酒石酸氢钾、混合磷酸盐等;熔点标准物质如对硝基苯甲酸、萘、蒽、蒽醌等。

0.3.4 标准物质的用途

标准物质主要有如下用途。

- ① 用于校准分析仪器,如用标准砝码校准天平的称量误差。
- ② 评价改进的分析方法或新制定的分析方法的准确度。
- ③ 在各种仪器分析中制作校准曲线(或工作曲线,也称标准曲线)。
- ④ 用于标定标准溶液浓度,求滴定度或用比较法求被测成分含量。
- ⑤ 在分析测试质量保证体系中作考核样,评价分析人员和实验室的工作质量,以及用于质量控制(建立质量控制图进行实验室内日常分析测试工作的质量管理、用作控制标样监控工作曲线的稳定性,控制漂移)。
- ⑥ 在仲裁分析中作为平行验证样检验测定过程的可靠性。

在使用和贮存标准物质的过程中应特别注意:防止氧化、沾污和受潮;在选用标准物质时选用的标样的基体组成尽可能与被测样一致或接近;标准物质中被测组分的浓度或含量应当与试样中被测组分的浓度或含量相近,或一套标准物质所建立的被测组分的工作曲线浓度范围能覆盖试样中被测组分的浓度;标准物质在物理形态和结构,化学形态或生物形态与被测试样一致或接近;要按标准物质的质量保证书要求使用。

0.4 工业分析结果的表示

分析结果的表示方式,一般是以被测元素在试样中的百分含量来表示的,但其具体表示方法,要考虑以下情况。

0.4.1 被测元素在试样中的存在状态

合金钢中的合金元素,常以单质元素表示,如铬以Cr%表示,但矿石中某元素常以氧化物形式存在,则以氧化物形式表示,如铁矿石中的铁则以 $\text{Fe}_2\text{O}_3\%$ 表示,硅酸盐中的硅、铝、铁、钙、镁等是以 $\text{SiO}_2\%$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3\%$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3\%$ 、 $\text{CaO}\%$ 、 $\text{MgO}\%$ 等表示。这种表示方法主要是为了反映客观存在的现实,便于检验分析结

果的可靠性，所有氧化物百分率之和应为 100%。

0.4.2 分析试样的聚集状态

气体：分析结果以体积分数表示。

液体：以每升或每毫升被测溶液中所含被测成分的质量（g 或 mg）表示。

固体：以质量分数表示。

注：1g=1000mg=1000000 μ g=1000000000ng。

0.4.3 分析结果的含量范围

目前企业实验室还常用到 ppm 和 ppb，甚至 ppt，特别在痕量、超痕量分析中。ppm 表示百万分之一（1ppm= $10^{-4}\%$ ），指试样量以 g 计，被测成分量以 μ g 计，如钢中含氮 8.56 ppm，表示 1g 钢中含有 8.56 μ g 氮，或含 0.000856% 的氮。对气体来说，是指 1L 气体中含有气体被测成分的体积是 1 μ L [也有用每升或每立方米中含被测组分的质量（mg）表示]。ppb 表示十亿分之一（1ppb= $10^{-7}\%$ ），指试样量以 g 计，被测成分量以 ng 计。ppt= $10^{-10}\%$ ，表示万亿分之一，指试样量以 g 计，被测成分量以 0.001ng 计。液体溶液的质量体积浓度不能用 ppm 等表示。

0.4.4 分析结果的准确度应与测量方法的准确度相一致

各种分析方法所能达到的准确度是不同的。如重量分析、容量分析的准确度为 0.01%，若分析结果表示为 0.00X% 甚至 0.000X%，则毫无意义。但仪器分析如分光光度分析、光谱分析、极谱分析等准确度可达百万分之一以上（ $10^{-4}\%$ ），因此结果表示可到小数点后第四位。

0.4.5 分析结果与公差

公差，即分析结果可以允许的误差值，也称允许误差，指某分析方法所允许的平行测定间的绝对偏差。公差是以绝对误差表示的，它不是任意规定的，是根据生产和科学技术的发展，从实际需要和可能条件，经若干单位多次平行测定，并将所得数据集中起来统计处理后，由国家或有关主管机构严格制定出来的。规定的公差大小，要视具体情况而定，一般是由分析的要求、试样所含的组分情况、方法的准确度以及试样中被测组分的含量等因素决定的。分析要求严，试样所含组分简单，方法准确度高，被测成分含量小，则公差小。如冶金部部颁标准“镁化学分析方法”中规定测定铁含量的公差是：

铁含量 (%)	公差 (%)
<0.02	0.001
0.02~0.04	0.006
>0.04	0.008

公差是用来判断分析结果是否合格的依据，两次平行测定的数值之差在规定的允许误差的绝对值两倍以内应认为测定结果合格，可用其算术平均值作为分析结果，否则叫超差，应重新测定。

例：氟硅酸钾容量法测定黏土中二氧化硅含量，两次测定结果分别为28.60%、29.20%，是否可用其算术平均值作为分析结果。

当二氧化硅含量在20%~30%时可查得其公差为 $\pm 0.35\%$ ，而两次测定结果之差为 $29.20\% - 28.60\% = 0.60\%$ 。因 0.60% 小于公差 $\pm 0.35\%$ 的绝对值的两倍(0.70%)，所以可用两次分析结果的算术平均值作为分析结果。

0.5 工业分析要注意的几个方面

根据工业分析的特点与方法，在工业分析中要注意以下几个方面。

① 正确采样和制样，即所采集和制备的试样，能代表全部物料的平均组成，确保分析试样具有代表性。

② 选择适当的样品分解方法和分析方法，并考虑分析物料所含杂质的影响。分解方法要有利于样品的快速分解，并适于后续成分的测定，分析方法要满足准确度的要求。

③ 在保证准确度的前提下，尽可能快速化及简便化。

工业分析要用到各类化学试剂，易造成环境污染，所以在选择样品处理方法和分析方法时，尽量采用无毒或低毒试剂，且尽可能少用，减少环境污染。

实验室存有大量的易燃易爆物品，实验过程中常接触有毒试剂，务必注意安全，防止发生事故。

0.6 工业分析的发展展望

工业分析在工业生产中占有重要的地位，矿产的开发、工业原料的选择、工艺流程的控制、工业成品的检验、新产品的研制以及三废的处理和利用等，都必须以分析结果为重要依据。就目前我国工厂化验室所采用的分析方法而言，仍以化学分析和仪器分析并用，有的甚至以化学分析为主，但随着生产的发展和科学技术的进步，给工业分析提出了越来越多的新课题和新要求。如工业生产过程中各种参数的连续自动测定、大气和水中超微量有害物质的监测、半导体材料及超纯材料的分析、食品以及生物组织等分析等都促进了工业分析的发展。从其发展趋势看，主要是向高灵敏度，高选择性，快速简便、经济、自动化、数字化并向智能化、信息化方向发展。

① 测量组分的含量范围日趋减小，从常量到微量再到痕量分析。特别是原子