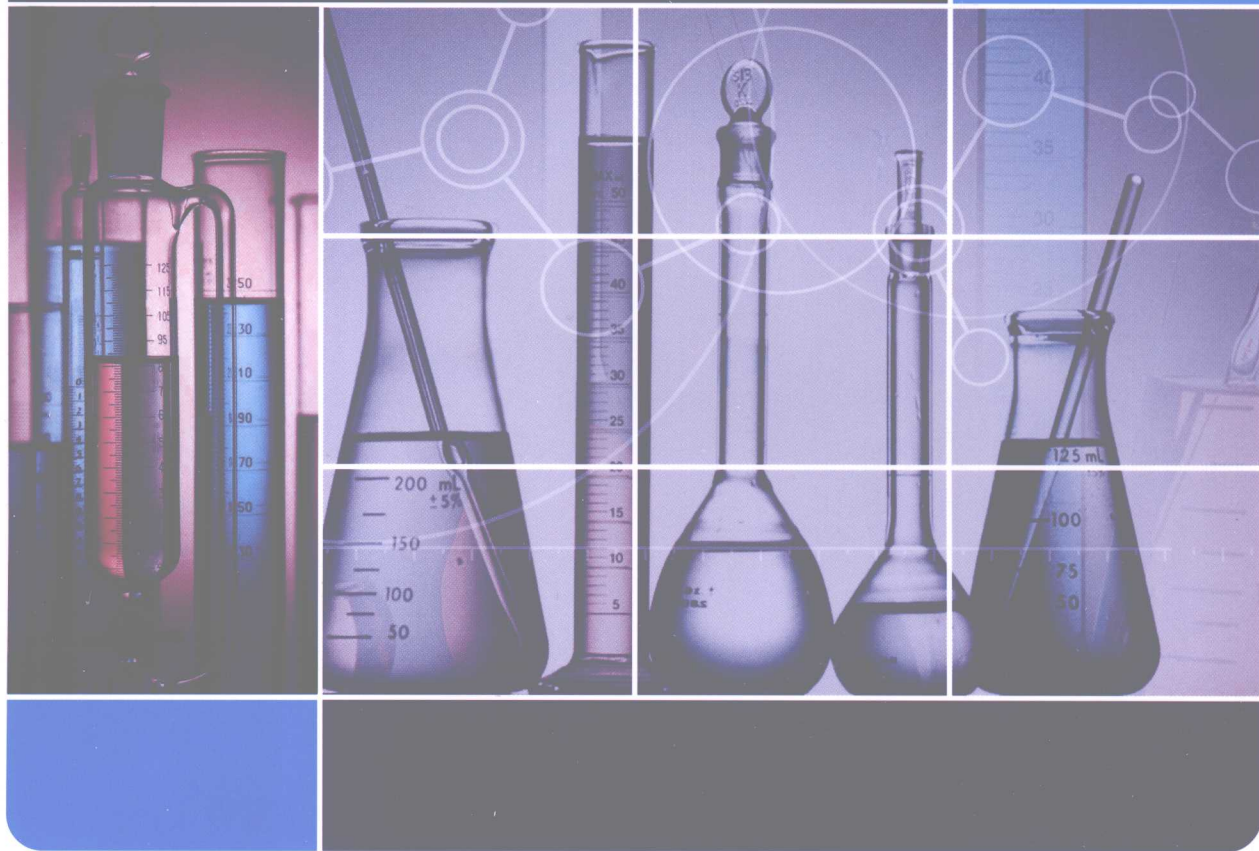




高职高专“十一五”规划教材



HUAXUE JIANYAN GAOJIGONG SHIXUN

化学检验高级工实训

◎ 孙彩兰 等编著



化学工业出版社

高职高专“十一五”规划教材

化学检验高级工实训

孙彩兰 等编著



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是依据国家劳动部颁发的《化学检验工国家职业标准》等级标准和职业技能鉴定规范的要求编写的,依据高等职业院校工种考级考核原则,为职业院校工种考核综合技能训练提供服务。针对高职院校高级工考级考核技能训练需要,主要介绍质量检验和质量管理中实用的基本知识及基本技能,侧重于化学检验高级工兼顾化学检验技师所必需的理论技术知识和实践技术知识,同时还介绍了计算机在化学检验中的操作技术知识。为满足培训、鉴定、考工、教学实践训练的实际需要,根据《化学检验工国家职业标准》规定的职业技能要求,为学生、教师及化学检验工作者提供部分化学检验工理论和操作试题。

本书内容简明扼要,实用性强。本书可作为高职高专工业分析与检验专业的教材,也可作为各行业从事化学检验人员的操作技能培训教材和参考书。

图书在版编目(CIP)数据

化学检验高级工实训/孙彩兰等编著. —北京:化学工业出版社, 2008.12
高职高专“十一五”规划教材
ISBN 978-7-122-03844-9

I. 化… II. 孙… III. 化工产品-质量检验-高等学校: 技术学院-教材 IV. TQ075

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 154719 号

责任编辑:冯国庆 窦 臻
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 装:北京市彩桥印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张12 $\frac{3}{4}$ 字数327千字 2009年1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:20.00 元

版权所有 违者必究

前 言

高等职业教育的主要任务是培养高技能人才，依据此定位，根据高职高专化工分析类专业实践教学计划基本要求，结合教学实际，编写这本教材。

工种考级训练是每个职业技术学院在校学生毕业前必须完成的实践技能训练课程。化学检验工是职业技术学院化工分析、工业分析工种考级考核的工种，它分为初级工、中级工和高级工；高职院校学生在校期间都要求通过化学检验工种考级考核，取得当地职业技术鉴定中心（部门）颁发的化学检验等级证书。

本教材结合化工分析类相关专业实践教学特点，在内容选择上突出反映现代工业发展，体现其“创新性、实用性、综合性和先进性”，重点介绍质量检验和质量管理中实用的基本知识及基本技能，侧重于化学检验高级工兼顾化学检验技师所必需的理论知识 and 实践知识，同时介绍了计算机在化学检验中的操作技术知识；紧密联系生产、生活实际，编写了有关化工产品、环境监测、钢铁等行业相关的化学检验内容。

为满足培训、鉴定、考工、教学实践训练的实际需要，根据《国家职业标准》规定的职业技能要求，编写了初级、中级、高级技能训练。本书内容不仅与《化学检验中级工实训》教材紧密衔接，还突出了高级工理论与实践技能要求，由浅入深，全方位将化学检验理论知识渗透到教学实践训练中，结合丰富教学实践经验，确定考核训练项目，保证实训教学内容连贯性、可操作性和实用性。

为更好地适应工种考级考核的需要，书中还收集了广大化学分析工作者多年来辛苦编写的化学检验工种考级考核理论知识和技能考核试题，使高职院校学生方便复习或自我测试，也便于广大教师及工种考核工作者辅导训练。

本教材适用于高职高专化工分析类相关专业教学，也可用于工厂企业培训教材、自学教材及技能鉴定的培训教材，还可作为从事化学工业、环境监测、石油化工生产等行业化工分析类的技术人员及管理人士的参考书，各培训部门可根据所培训人员的不一样酌情选用部分或全部内容。

本书由抚顺职业技术学院孙彩兰编写第一章、第二章第一节及第三节和第四节；第四章第一节；第四章第三节的三和四；第五章第一节的一、四和五；第六章。辽宁石油化工大学职业技术学院邓书平编写第三章；第五章第三节。辽宁石油化工大学职业技术学院马荣兰编写第五章第一节的二和三；第五章第二节和第四节。抚顺职业技术学院张颖编写第二章第二节；第四章第二节；第四章第三节的一和二。全书由孙彩兰统稿整理。

由于编者水平有限，书中不妥之处请广大读者批评指正，更欢迎直接向编者提出建议，在此表示衷心感谢。

编 者

2008 年 9 月

目 录

第一章 化学检验组织与管理	1
第一节 化学检验技术设备管理	1
一、实验室管理的思想和基本原则	1
二、规范管理制度	1
三、化学检验实验室设备管理的基本知识	2
第二节 化学检验质量管理	3
一、质量管理由来	3
二、化验室检验工作的质量管理体系	3
第三节 计量与标准	4
一、计量基础	4
二、计量单位和测量仪器	6
三、量值溯源、校准和检定	8
四、标准基本知识	10
五、标准的制定	12
六、标准化的常见形式	13
七、企业标准化	13
思考题	14
第二章 化学检验技术知识	15
第一节 分析误差和数据处理	15
一、测量与误差	15
二、误差和不确定度	19
三、量器与测量误差	21
四、数据处理	23
五、回归分析法在化学检验中的应用	23
第二节 化学检验报告制作审核	25
一、化学检验数据记录	25
二、化学检验实训报告	25
三、化学检验报告	26
四、检验记录表格的设计	26
五、化学检验报告审核	30
六、检验结果	35
第三节 产品质量监督抽样检验	37
一、产品质量监督抽样检验基本术语和程序	37
二、产品质量监督抽样检验的数学依据	38
三、产品质量监督抽样检验标准	39
第四节 工业产品质量等级	40
一、质量检验基本知识	40

二、产品质量等级划分	42
三、产品等级品率的确定和计算方法	42
思考题	43
第三章 计算机操作知识技能	45
第一节 数据表格的编辑和使用	45
一、工作簿的基本操作	45
二、数据的输入和编辑	45
三、公式与函数	46
四、函数	48
第二节 计算机数据处理基础知识	50
一、计算机在化学检测分析上的应用	50
二、化学检验计算机操作数据处理实例	51
第三节 数据 Origin 图形分析	53
一、Origin 基础知识	53
二、简单二维图	55
三、章数据管理	57
四、曲线拟合	60
五、数据的输入输出	60
思考题	62
第四章 化学检验技能	63
第一节 分离和富集技术	63
一、液-液萃取分离技术	63
二、离子交换技术	64
三、薄层色谱技术	65
四、训练示例	66
第二节 制备标准溶液技术	73
一、标准溶液的配制方法	73
二、标准溶液标定	75
三、训练示例	80
第三节 仪器分析技能	88
一、原子吸收分光光度计安装、使用和故障排除及维护	89
二、气相色谱安装、使用和故障排除及维护	92
三、高效液相色谱安装、使用和故障排除及维护	104
四、训练示例	111
第五章 检验与测定	116
第一节 物理常数测定	116
一、密度测定	116
二、馏程测定	119
三、闪点的测定	120
四、结晶点测定	124

五、凝点测定	127
第二节 洗涤剂产品检验	128
一、总活性物含量的测定	129
二、4A 沸石含量的测定	130
三、总五氧化二磷含量的测定	132
四、餐具用洗涤剂去污力的测定	133
五、肥皂中游离苛性碱含量的测定	135
第三节 环境检测	136
一、水质检测	136
二、废气检测	146
第四节 钢铁检验	152
一、钢铁中总碳的测定	152
二、钢铁中硫的测定	155
三、钢铁中磷的测定	157
四、钢铁中锰的测定	158
五、钢铁中硅的测定	159
思考题	159
 第六章 化学检验高级工理论技能实训试题库	161
一、化学检验工职业定义	161
二、鉴定方式	161
三、鉴定场所设备	161
四、理论知识试题	161
五、各类技能操作试题和考评标准	180
仪器分析操作评分表	186
化学分析操作评分表	191
答案（四、理论知识试题）	193
 参考文献	195

第一章 化学检验组织与管理

基本技能要求及考核要点:

1. 掌握化学检验实验室管理知识。
2. 了解实验室如何进行质量检验及质量管理、试剂设备管理。
3. 了解基本计量知识,了解化验室计量认证和实验室质量管理模式相关知识。
4. 掌握国家、行业和企业标准基本知识,锻炼查阅、制定企业标准能力。

第一节 化学检验技术设备管理

实验室或化验室是化学检验训练场所,是高等院校进行教学、科研、生产的基地,它的管理建设对于提高教学质量、培养学生动手和解决问题的能力以及保证科研工作的顺利开展都具有重要意义,也是完成高质量教学的必备条件。要想得到良好的实验结果,提高化学检验的工作质量,就必须全面地进行实验室管理和化学检验质量控制。

一、实验室管理的思想和基本原则

从现代实验室的历史发展来看,不仅要求革新科学的实验技术和方法革新,而且还要求实验科学朝着系统工程实验方向发展。所以,对于现代实验科学的管理,用建立在系统论、控制论、信息论基础上的现代管理科学理论和方法来进行实验室的科学管理,才能适应现代科学发展的需要。用系统方法来解决管理问题,已经发展成为一门科学。

实验室系统管理工作的基本原则主要有目标性原则、整体性原则、层次性原则、激励性原则以及效益性原则。

二、规范管理制度

1. 建立管理制度、明确任务职责

化学实验室管理人员的思想觉悟、业务水平、工作效率的高低,直接影响到实验室的建设、管理、教学实验和科学研究的进程。为了更好地发挥和调动各类实验室管理人员的积极性和创造性,激励他们完成实验室的各项任务,对各类人员应有一个明确的职责和规范,健全的规章制度,做到有章可循、奖罚分明、各司其职、各尽所能。

2. 实行资源优化

根据实验室发展快、经费紧、人手少等特点,在管理上应强调“资源优化和使用效率”。无论对人才、设备和实验用房等资源,都应树立全局观念。在人员使用上,要做到“既职责分明,又分工不分家”。在设备利用上,要“物尽其用,减少闲置,杜绝浪费”。对于一些能共用的、价格较贵的设备,要指定专人负责,尽量调剂使用或轮流使用,反对部门或个人所有。在采购政策上,要优先考虑那些教学、科研中使用率较高的仪器设备,做到“少花钱,多办事”。同时,要十分重视现有仪器设备的维护、保养,提高技术人员对自己管理范围内的仪器设备的养护、维修能力,保证仪器、设备的正常运行,延长仪器、设备的使用寿命。

3. 实现科学化、现代化管理

随着经济的飞速发展,教学改革的不深入,各学校对实验的投入力度逐年加大,作为实验室的管理人员,如何摆脱实验管理的烦琐、零乱、工作效率低下、仪器闲置等现象,更快地推动实验室管理工作规范化、科学化、现代化,是摆在人们面前的一个课题。利用计算

机管理实验室是提高现代化管理水平的必由之路。在实验室管理中,实验室管理人员经常需要大量的信息,如仪器设备信息、库存实验材料信息、实验开设情况信息等。这些信息的传统管理方法往往是建立在各种账册和统计表中。然而,随着科学技术水平的发展,原始的管理方法已远远不能满足现实的需要,而利用计算机管理,可以把这些资料存储起来,对于随时发生的变化,如仪器的增加、报废,实验题目的更新,实验人员的调动,都可以及时地对相应的数据进行增添、修改、删除,达到动态管理,使存储的数据能够迅速反映出最新的情况。实行实验室计算机管理,不但可以大大提高工作效率,而且可以促进管理水平的提高。

三、化学检验实验室设备管理的基本知识

1. 化学试剂的管理

化学试剂的保管工作看似简单,其实是一项技术性强、涉及面广的科学工作。由于化学实验试剂种类繁多,而且很多试剂又具有一定的危险性,因此,作为一名管理人员必须研究不同试剂在不同季节的不同特性才能做好此项工作,一方面要从理论上掌握各种试剂的不同性能;另一方面要在实际的应用中进一步掌握不同试剂的不同特性,从而采取不同的措施进行合理的管理,以提高科学管理的主动性。例如,可把一些剧毒试剂,如氰化物、砒霜等用保险柜贮存,由两名专职人员同时保管钥匙和密码;对一些易挥发、易燃烧、易爆炸的危险品要分类贮存于危险品仓库内,宜采用砖、水泥砌成的槽作药品架,槽内装干砂,室内配备必要的养护设备;对于危险性较小的试剂则要分类贮存在普通药品仓库内,使用的药品架也是由砖、水泥砌成,表面再贴上瓷砖,这样既整洁又光滑。由于许多危险品是怕热的,就必须在低温下保存,实验人员还要轮流值班,在高温季节还要充分利用早晚气温较低的时机,打开窗门,进行自然通风或排风,使库内的温度保持在 26°C 左右;试剂标准品应分类摆放,易燃、易爆试剂要远离火源,进口试剂要写上中文名,配制试剂与其他试剂要分开摆放,实行标识化管理;配制试剂的标签要填写完整,保证实验室不使用过期的试剂或标准物质;对标准溶液的配制要有配制记录,保证其溯源性。

另外,还要做好日常维护保养,这是仓贮管理工作的一项重要内容。化学试剂入库以后,一般都要经过贮存阶段,由于化学试剂受本身的物理化学性质和周围环境因素(温度、湿度、空气、光线等)的影响,会出现变形、变质等现象,如发霉、潮解、融化、老化、挥发、自燃、爆炸、生锈等,不但物品遭受损失,而且会影响到实验工作的正常进行。因此,保管人员必须根据各类物品的性质和特点,加强维护工作,确保化学试剂的质量,平时要认真观察、仔细检查,做到“一闻、二看、三整理”,即:一闻是用鼻子闻有何异样气味;二看是观察容器是否破裂,瓶盖是否脱落,类别是否混淆;三整理是严格分类存放,经常整理打扫,保持整洁,以防燃烧爆炸,配制试剂与原试剂要分开摆放。

2. 玻璃仪器的管理

对玻璃仪器的排列与堆放要求做到定位存放、排列有序、零整分开、准确无误,力求条理、整洁、美观。为了便于核对和发放,提高工作效率,管理人员要确切掌握物品的品种、数量、质量、存放地点,能做到有问即答,准确无误。出库发放与盘点核对是仪器管理的一项重要工作,每位实验员应根据实验需要到仓库领取所需仪器,并执行相应的登记制度,做好品名、数量的登记。另外,由于库存仪器品种规格多,发放频繁,难免会产生一些差错;再加上存放期间的自然损耗,就有可能出现账物不符的情况,因此,管理人员要经常进行物品盘点。

3. 仪器设备的管理

仪器是化学检验实验室的劳动工具,是质量保证的前提。仪器设备的管理工作包含购置、计量检定、粘贴标识、建档、改造升级、计算机管理资料更新、维护保养、期间核查、

启用和报废等内容。

仪器设备的管理是件耐心细致的工作,特别是仪器的计量检定和日常维护。它们直接影响着检测结果的可靠性、工作效率和差错率的多少。在日常工作中管理好仪器设备,应做到物、卡一致,同时还要熟悉和学会这些设备的使用与简单的维修;对不同的专业实验仪器应根据要求,定时通电维护,对其中的一些易损器件更应注意保养。在每学期实验前,对将要使用的设备进行细致的检查维修,决不能让有故障的仪器设备在实验中使用。对各种元器件、工具、电料等在仪器柜和试验柜中分门别类存放,要养成用完后放回原处的习惯。精密仪器勿与具有腐蚀性、易挥发的物品置于同一室中,应该由专门人员进行管理,并定期进行计量检定,保证所用仪器处于正常状态。在用仪器应贴有检定合格证或自检合格证,重要仪器要有期间核查记录,同时还应注意整间仪器室的防潮和定时通风。

第二节 化学检验质量管理

一、质量管理由来

质量是指反映实体满足规定和隐含需要能力的特性总和。特性可分为固有的和赋予的,固有特性是指某事或某物中本来就有的,尤其是那种永久的特性。而质量管理是指在质量方面指导和控制组织协调的活动,是通过建立质量方针和目标,并为实现规定的质量目标进行质量策划,实施质量控制和质量保证,开展质量改进等活动予以实现的。

质量管理在形成一套科学的理论体系和管理方法,成为一门独立的学科之前,人们很早就有了这方面的实践活动。人们追求质量的历史也是源远流长的。

1. 质量检验阶段

20世纪以前,主要依靠手工操作者的手艺进行检验,凭感觉严格把关、检验,称为“操作者的质量控制”。质量管理的发展是与工业化过程相适应的。19世纪中后期,欧美出现了二次产业革命,石油、钢铁、机械、橡胶工业迅速发展,管理相对滞后,出现技术(工艺)先进,管理落后的矛盾。20世纪初,美国出现的以泰罗为代表的“科学管理运动”,将质量检验机构独立出来。到20世纪20~30年代,发展为按技术文件规定,采用各种技术检验手段,对产品进行检验和测试,做出合格、不合格的判定,实质上起到了质量把关的作用。

2. 统计质量控制阶段

统计质量管理应用数理统计理论,从产品质量波动中找出规律,采取措施,消除产生波动的异常原因,侧重于生产的过程控制,做到预防为主。

3. 全面质量管理阶段

20世纪50年代以来,由于科学技术的飞速发展,对产品质量的要求从一般性能发展到耐用性、可靠性、安全性、经济性、可维修性等诸多方面,同时在质量管理理论中系统分析及重视人的因素等新思想不断产生,仅依赖质量检验与运用统计方法已不适应需要。信息社会的到来,知识经济的崛起,推动了全球经济一体化的进程,质量管理的国际化趋势日益增强,21世纪将是“质量的世纪”,未来质量管理趋势将可能是接近零不合格过程的质量控制。

二、化验室检验工作的质量管理体系

1. 化验室工作质量管理体系建立意义

目前一般公认的实验室管理由四个基本部分组成——质量管理、安全管理、技术管理、成本管理,它们既相互独立,又相互交织和互为补充,由此构成了一个完整的实验室管理系

统。在这个管理系统中,质量管理又占据着特殊的地位,其表现在以下几个方面。

(1) 质量管理文件往往能在内容上对另三个管理进行涵盖,并在具体操作、评审、控制等给予实施控制,因而具有一定突出的主导地位。

(2) 无论是计量认证,还是实验室认可,都要求必须有完整的质量管理体系,由此确立了质量管理的法律地位。

(3) 这四类管理中,只有质量管理有一个国际公认的技术标准,即“检测和校准实验室能力的通用要求”(GB/T 15481—2000,等同于 ISO/IEC 17025:1999),也确立了质量管理的地位。

加入 WTO 以来,我国经济融入全球经济一体化的进程大大加快,越来越多的企业将面临在国际通行规则下参与国际竞争的严峻挑战。在现代国际贸易活动中,商品在国际市场上往往是伴随着合格评定结果或检测数据一起流通的。自中国实验室国家认可委员会(CNAL)与国际实验室认可合作组织(ILAC)签署国际多边互认协议以来,我国的实验室国家认可工作已经实现了国际互认,检测实验室按照 GB/T 15481—2000 建立质量体系是实验室认可的先决条件,实验室认可则是其市场准入的“门槛”、合格评定的基础。

2. 实验室质量体系的基本模式

由于检测服务的特殊性、技术复杂性以及检测实施过程中人员、资源、技术、管理等多种因素存在的不确定性,必须对影响检测结果准确性和可靠性的因素进行全面控制。从业务受理到报告出具以及后处理的全过程,把质量检测从事后检查为主变为预防为主,把管结果变为管因素、管过程。通过系统地识别并管理检测服务涉及的过程和过程之间的相互作用,建立以检测运作过程中的人员、环境、设备、方法、量值溯源、抽样、样品处置等关键影响因素的控制为核心,辅之以检测结果的质量控制、组织管理措施、文件和记录控制、不合格工作控制、纠正和预防措施、内部审核、管理评审等手段,管理合同评审、分包、采购、抱怨处理、服务顾客等相关过程的实验室质量体系。

第三节 计量与标准

质量是产品的生命,它关系到能否有效地进入国内外市场,创造高效益。提高产品质量的关键是做好质量标准、质量管理和质量监督三项相互关联、相互依存、缺一不可的工作,只有这样才能保证产品质量建立在一个良性循环工作中。

一、计量基础

自然界的一切现象或物质,都是通过一定的“量”来描述和体现的。也就是说,“量是现象、物体或物质可定性区别与定量确定的一种属性”。从广义上说,计量是对“量”的定性分析和定量确认的过程。

1. 计量基础知识

计量是实现单位统一、保障量值准确可靠的活动,它包括科学技术上的、法律法规上的和行政管理上的一系列活动。

在相当长的历史时期内,计量的对象主要是物理量。在历史上,计量被称为度量衡,即指长度、容积、质量的测量,所用的器具主要是尺、斗、秤。随着科技、经济和社会的发展,计量的对象逐渐扩展到工程量、化学量、生理量,甚至心理量。与此同时,计量的内容也在不断地扩展和充实,通常可概括为六个方面:

① 计量单位与单位制;

② 计量器具(或测量仪器),包括实现或复现计量单位的计量基准、计量标准与工作计

量器具;

③ 量值传递与溯源,包括检定、校准、测试、检验与检测;

④ 物理常量、材料与物质特性的测定;

⑤ 测量不确定度、数据处理与测量理论及其方法;

⑥ 计量管理,包括计量保证与计量监督等。

2. 计量的分类

计量涉及社会的各个领域。根据其作用与地位,计量可分为科学计量、工程计量和法制计量三类,分别代表计量的基础性、应用性和公益性三个方面。

(1) 科学计量是指基础性、探索性、先行性的计量科学研究,它通常采用最新的科技成果来准确定义和实现计量单位,并为最新的科技发展提供可靠的测量基础。

(2) 工程计量,又称工业计量,是指各种工程、工业、企业中的实用计量。随着产品技术含量提高和复杂性的增大,为保证经济贸易全球化所必需的一致性和互换性,它已成为生产过程控制不可缺少的环节。

(3) 法制计量是指由政府或授权机构根据法制、技术和行政的需要进行强制管理的一种社会公用事业,其目的主要是保证与贸易结算、安全防护、医疗卫生、环境监测、资源控制、社会管理等有关的测量工作的公正性和可靠性。

计量属于国家的基础事业。它不仅为科学技术、国民经济和国防建设的发展提供技术基础,而且有利于最大程度地减少商贸、医疗、安全等诸多领域的纠纷,维护消费者权益。

3. 计量的特点

计量的特点可以归纳为准确性、一致性、溯源性及法制性四个方面。

(1) 准确性是指测量结果与被测量真值的一致程度。由于实际上不存在完全准确无误的测量,因此在给出量值的同时,必须给出适应于应用目的或实际需要的不确定度或可能误差范围。所谓量值的准确性,是在一定的测量不确定度或误差极限或允许误差范围内,测量结果的准确性。

(2) 一致性是指在统一计量单位的基础上,无论在何时何地采用何种方法,使用何种计量器具,以及由何人测量,只要符合有关的要求,测量结果应在给定的区间内一致。也就是说,测量结果应是可重复、可再现(复现)、可比较的。

(3) 溯源性是指任何一个测量结果或测量标准的值,都能通过一条具有规定不确定度的不间断的比较链,与测量基准联系起来的特性。这种特性使所有的同种量值,都可以按这条比较链通过校准向测量的源头追溯,也就是溯源到同一个测量基准(国家基准或国际基准),从而使其准确性和一致性得到技术保证。

(4) 法制性是指计量必需的法制保障方面的特性。由于计量涉及社会的各个领域,量值的准确可靠不仅依赖于科学技术手段,还要有相应的法律、法规和行政管理的保障。特别是在对国计民生有明显影响、涉及公众利益和可持续发展或需要特殊信任的领域,必须由政府起主导作用,来建立计量的法制保障。

由此可见,计量不同于一般的测量。测量是以确定量值为目的的一组操作,一般不具备,也不必完全具备上述特点。计量既属于测量而又严于一般的测量,在这个意义上可以狭义地认为,计量是与测量结果置信度有关的、与测量不确定度联系在一起的一种规范化的测量。

4. 计量的法律和法规

我国现已基本形成由《中华人民共和国计量法》及其配套的计量行政法规、规章(包括规范性文件)构成的计量法规体系。

《中华人民共和国计量法》(以下简称《计量法》)是调整计量法律关系的法律规范的总称。1985年9月6日经第六届全国人民代表大会常务委员会第十二次会议审议通过,中华人民共和国主席令予以公布,自1986年7月1日起施行。《计量法》是国家管理计量工作的根本法,是实施计量法制监督的最高准则。《计量法》共6章35条,基本内容包括:①计量立法宗旨;②调整范围;③计量单位制;④计量器具管理;⑤计量监督;⑥计量授权;⑦计量认证;⑧计量纠纷的处理;⑨计量法律责任等。

二、计量单位和测量仪器

(一) 计量单位

1. 定义

在测量中,人们总是用数值和测量单位(在我国,又称为计量单位)的乘积来表示被测量的量值。所谓计量单位,是指为定量表示同种量的大小而约定地定义和采用的特定量。为给定量值按给定规则确定的一组基本单位和导出单位,称为计量单位制。

法定计量单位是指由国家法律承认、具有法定地位的计量单位。实行法定计量单位是统一我国计量制度的重要决策。它将彻底结束多种计量单位制在我国并存的现象,并与国际主流相一致。

我国《计量法》规定:“国家采用国际单位制。国际单位制计量单位和国家选定的其他计量单位,为国家法定计量单位。”国际单位制是我国法定计量单位的主体,所有国际单位制单位都是我国的法定计量单位。国际标准 ISO 1000 规定了国际单位制的构成及其使用方法,我国规定的法定计量单位的使用方法,包括量和单位的名称、符号及其使用、书写规则,与国际标准的规定一致。

2. 法定计量单位的构成

国际单位制是在米制的基础上发展起来的一种一贯单位制,其国际通用符号为“SI”。它由 SI 单位(包括 SI 基本单位、SI 导出单位)以及 SI 单位的倍数单位(包括 SI 单位的十进倍数单位和十进分数单位)组成,具有统一性、简明性、实用性、合理性和继承性等特点。SI 单位是我国法定计量单位的主体,所有 SI 单位都是我国的法定计量单位。此外,我国还选用了一些非 SI 的单位,作为国家法定计量单位。

(二) 测量仪器

单独地或连同辅助设备一起用以进行测量的器具,称为测量仪器,又称计量器具。其中,使用时以固定形态复现或提供给定量的一个或多个已知值的测量仪器称为实物量具,简称量具,例如砝码等。

按其在计量中的作用可将测量仪器分为测量基准、测量标准和工作用测量仪器。按其功能还可将测量仪器分为显示式测量仪器、比较式仪器、积分式测量仪器和累积式测量仪器。

测量系统是指组装起来以进行特定测量的全套测量仪器和其他设备组成的一个系统,可以包括实物量具和化学试剂。

测量设备是测量仪器、测量标准、辅助设备以及进行测量所必需的资料的所有硬件和软件的总称。

1. 测量仪器的计量特性

测量仪器的计量特性是指其影响测量结果的一些明显特征,其中包括测量范围、偏移、重复性、稳定性、分辨力、鉴别力(阈)和示值误差等。为了达到测量的预定要求,测量仪器必须具有符合规范要求的计量学特性。

确定测量仪器的特性,并签发关于其法定地位的官方文件,称为测量仪器控制。这种控制可包括对测量仪器的下列运作中的一项、两项或三项:型式批准;检定;检验。

型式批准是由政府计量行政部门做出的承认测量仪器的型式符合法定要求的决定。所谓型式,是指某一种测量仪器的样机及(或)它的技术文件(例如图纸、设计资料等),实质上就是该种测量仪器的结构、技术条件和所表现出来的性能。

检定是查明和确认测量仪器是否符合法定要求的程序,它包括检查、加标记和(或)出具检定证书。

检验是对使用中测量仪器进行监督的重要手段,其内容包括检查测量仪器的检定标记或检定证书是否有效、保护标记是否损坏、检定后测量仪器是否遭到明显改动,以及其误差是否超过使用中最大允许误差等。

2. 测量仪器计量特性术语

(1) 标称范围、量程和测量范围

测量仪器的操纵器件调到特定位置时可得到的示值范围,称为标称范围。此时的示值范围是与测量仪器的整体相联系的,是指标尺所指示的被测量值可得到的范围。标称范围通常以被测量的单位表示,而不管标尺上所标的单位是什么。

标称范围一般用上限和下限说明,当下限(即最小值)为零时,标称范围一般只用其上限(即最大值)来表示,例如:0~100V的电压表,其标称范围可表示为100V。标称范围的上限与下限之差的绝对值,称为量程。例如:某温度计的标称范围为-30~80℃,则其量程为 $|80 - (-30)|^{\circ}\text{C} = 110^{\circ}\text{C}$ 。

测量范围,也称为工作范围,是指测量仪器的误差处于规定的极限范围内的被测量的示值范围。在这一规定的测量范围内使用,测量仪器的示值误差必处在允许极限内;而若超出测量范围使用,示值误差就将超出允许极限。换言之,测量范围就是在正常工作条件下,能确保测量仪器规定准确度的被测量值的范围。

注意正确区别和掌握示值范围、标称范围、测量范围和量程的概念。示值范围是指测量仪器标尺或显示装置所能指示的范围,可用标在标尺或显示器上的单位表示;标称范围是对测量仪器整体而言的,通常用被测量的单位表示;测量范围是指能保证规定准确度、使误差处于规定极限内的量值范围;量程则是指标称范围上、下限之差的绝对值。

(2) 额定操作条件、极限条件和参考条件

额定操作条件是指测量仪器的正常工作条件,也就是使测量仪器的规定计量特性处于给定极限内的使用条件。在这些条件中,一般包括被测量和影响量的范围或额定值,只有在规定的范围或额定值下使用,测量仪器才能达到规定的计量特性或规定的示值允许误差值。

测量仪器的规定计量特性不受损也不降低,其后仍可在额定操作条件下运行所能承受的极端条件,称为极限条件。极限条件应规定被测量和影响量的极限值。

参考条件是指测量仪器在性能试验或进行检定、校准、比对时的使用条件,即标准工作条件,或称为标准条件。这些条件一般应对作用于测量仪器的影响量的参考值或参考范围做出明确规定,以真正反映测量仪器的计量性能和保证测量结果的可比性。

注意正确区别和掌握额定操作条件、极限条件和参考条件。额定操作条件是测量仪器正常使用的条件,参考条件是为确定测量仪器本身计量性能所规定的标准条件,极限条件则是仪器不受损坏和不降低准确度所允许的极端条件。在这三者中,参考条件的要求最严,额定操作条件则较宽,而极端条件的范围和额定值为最大。

3. 示值误差和最大允许误差

示值就是由测量仪器所指示的被测量值。测量仪器的示值误差是测量仪器示值与对应的输入量的真值之差,它是测量仪器最主要的计量特性之一,本质上反映了测量仪器准确度的大小,即测量仪器给出接近于真值的响应的能力。示值误差大,则其准确度低;示值误差

小,则其准确度高。

示值误差是相对真值而言的,由于真值不能确定,实际上使用的是约定真值或实际值。为确定测量仪器的示值误差,当接受高等级的测量标准对其进行检定或校准时,该测量标准器复现的量值即为约定真值,通常称为实际值、校准值或标准值。所以,指示式测量仪器的示值误差=示值-实际值,实物量具的示值误差=标称值-实际值。

对给定的测量仪器,由规范、规程等所允许的误差极限值,称为测量仪器的最大允许误差。通常可简写为 mpe ,有时也称为测量仪器的允许误差限。

示值误差和最大允许误差均是对测量仪器本身而言的。最大允许误差是指技术规范(例如标准、检定规程、校准规范)所规定的允许的误差极限值,它是一个判定测量仪器合格与否的规定要求;而示值误差则是指测量仪器某一示值的误差的实际大小,它是通过检定、校准所得到的一个值或一组值,用以评价测量仪器是否满足最大允许误差的要求,从而判断其是否合格,或者根据实际需要提供修正值,以提高测量结果的准确度。

4. 灵敏度

测量仪器响应的变化除以对应的激励变化,称为灵敏度。它反映测量仪器被测量(输入)变化引起仪器示值(输出)变化的程度,用被观察变量的增量(即响应或输出量)与相应被测量的增量(即激励或输入量)之商来表示。如果被测量变化很小,而引起的示值改变(输出量)很大,则该测量仪器的灵敏度很高。

灵敏度是测量仪器重要的计量特性之一,其值应与测量目的相适应,并不是越高越好。例如:为了方便读数,及时地使示值稳定下来,有时还需要施加阻尼,特意降低灵敏度。

5. 分辨力

显示装置能有效辨别的最小的示值差,称为显示装置的分辨力,或简称为分辨力。它是指显示装置中对其最小示值的辨别能力。

6. 稳定性和漂移

稳定性通常是指测量仪器保持其计量特性随时间恒定的能力。对于测量仪器,尤其是测量标准或某些实物量具,稳定性是重要的计量特性之一。测量仪器产生不稳定的因素很多,主要原因是元器件的老化、零部件的磨损,以及使用、贮存、维护工作不细致等所致。对测量仪器进行周期检定或定期校准,就是对其稳定性的一种考核。

漂移是测量仪器计量特性的慢变化。它反映了在规定的条件下,测量仪器计量特性随时间的慢变化,诸如在几分钟、几十分钟或几小时内,保持其计量特性恒定的能力。漂移往往是由于温度、压力、湿度等外界变化所致,或由于仪器本身性能的不稳定所致。测量仪器使用前采取预热、预先在实验室内放置一段时间与室温等温,就是减少漂移的一些措施。

三、量值溯源、校准和检定

(一) 量值传递

1. 量值传递概念

量值传递就是通过对计量器具的检定或校准,将国家基准(标准器)所复现的计量单位量值,通过标准逐级传递到工作用计量器具,以保证对被测对象所得量值的准确和一致。

量值传递是统一计量器具量值的重要手段,是保证计量结果准确可靠的基础。任何一种计量器具,由于种种原因,都具有不同程度的误差,需定期用规定等级的计量标准对其进行检定。

2. 量值传递系统

国家计量基准复现的单位量值,通过各级计量标准,逐级传递到工作计量器具,由此形成了量值传递系统。

对一个国家来说,每一个量值传递系统只允许有一个国家基准。

3. 量值传递方式

目前实现量值传递的方式有以下 10 种:①用实物量具标准进行检定或校准;②发放标准物质;③发播标准信号;④发布标准(参考)数据;⑤计量保证方案(MAP);⑥统一标准方法(参考测量方法或仲裁测量方法);⑦比率或互易测量;⑧实验室之间比对或验证测试;⑨按国际承认的有关标准溯源;⑩按双方同意的互认标准溯源。

(二) 量值溯源体系

通过一条具有规定不确定度的不间断的比较链,使测量结果或测量标准的值能够与规定的参考标准(通常是国家计量基准或国际计量基准)联系起来的特性,称为量值溯源性。

量值溯源是指自下而上通过不间断的校准而构成溯源体系;量值传递是自上而下通过逐级检定而构成检定系统。

(三) 校准

校准是指在规定的条件下,为确定计量仪器或计量装置所指示的量值或实物量具(包括标准物质)所代表的量值,与相对应的由计量标准所复现的量值之间关系的一组操作。

校准结果既可给出被测量的示值,又可确定示值的修正值。

校准的依据是校准规范或校准方法,对其通常应作统一规定,特殊情况下也可自行制定。校准的结果可记录在校准证书或校准报告中,也可用校准因数或校准曲线等形式表示。

(四) 检定

测量仪器的检定是指查明和确认测量仪器是否符合法定要求的程序,它包括检查、加标记和(或)出具检定证书。

检定具有法制性,其对象是法制管理范围内的测量仪器。一台检定合格的测量仪器,也就是一台被授予法制特性的测量仪器。鉴于各国管理体制不同,法制计量管理的范围也不同。根据检定的必要程度和我国对其依法管理的形式,可将检定分为强制检定和非强制检定两类。

1. 强制检定

强制检定是指由政府计量行政主管部门所属的法定计量检定机构或授权的计量检定机构,对某些测量仪器实行的一种定点定期的检定。我国规定,用于贸易结算、安全防护、医疗卫生、环境监测四个方面列入《中华人民共和国强制检定的工作计量器具明细目录》的工作计量器具,属于国家强制检定的管理范围。此外,我国对社会公用计量标准,以及部门和企业、事业单位的各项最高计量标准,也实行强制检定。强制检定的特点是由政府计量行政部门统管,指定的法定或授权技术机构具体执行,固定检定关系,定点送检;检定周期由执行强制检定的技术机构按照计量检定规程,结合实际使用情况确定。

2. 非强制检定

非强制检定是指由使用单位自己或委托具有社会公用计量标准或授权的计量检定机构,对强制检定以外的其他测量仪器依法进行的一种定期检定。其特点是使用单位依法自主管理,自由送检,自求溯源,自行确定检定周期。

强制检定与非强制检定均属于法制检定,是我国对测量仪器依法管理的两种形式,都要受法律的约束。不按规定进行周期检定的,要负法律责任。计量检定工作应该按照经济合理的原则,就近就地进行。

检定的依据是按法定程序审批公布的计量检定规程。我国《计量法》规定:“计量检定必须按照国家计量检定系统表进行。国家计量检定系统表由国务院计量行政部门制定。计量检定必须执行计量检定规程。国家计量检定规程由国务院计量行政部门制定。没有国家计量

检定规程的,由国务院有关主管部门和省、自治区、直辖市人民政府计量行政部门分别制定部门计量检定规程和地方计量检定规程,并向国务院计量行政部门备案。”因此,任何企业和其他实体是无权制定检定规程的。

在检定结果中,必须有合格与否的结论,并出具证书或加盖印记。从事检定工作的人员必须经考核合格,并持有有关计量行政部门颁发的检定员证。

随着经济发展,在强化检定法制性的同时,对大量的非强制检定的测量仪器,为达到统一量值的目的,应以校准为主。过去,一直没有把校准作为实现单位统一和量值准确可靠的主要方式,而常用检定取而代之。这一观念目前正在改变中,校准在量值溯源中的地位已逐步确立。

(五) 计量器具标识

彩色标识是用不同颜色和文字表示仪器设备被确认的状态,仪器设备使用者可根据彩色标识来确认该计量仪器设备可否使用,避免误用,从而确保监视和测量结果的准确可靠。

计量器具的彩色标识管理是为了实现对计量器具状态的有效控制,强化计量器具的管理,根据计量器具的实际状态张贴不同种类的彩色标识。

目前,计量检定机构使用的彩色标识常用的主要分为合格(绿色)、准用(黄色)、限用(蓝色)、禁用(红色)共4种。

1. 合格标识

该标识表明该计量仪器设备有国家、部门和地方检定系统、检定规程。

- (1) 经有权检定的计量器具检定,处于合格的状态。
- (2) 经有权校准的计量器具校准,处于计量性能全部符合要求的状态。

注:这一类标识包括A、B、C分类标识。

2. 准用标识

该标识表明该计量仪器设备缺少检定系统、检定规程和量值传递标准器。

- (1) 按照使用说明书进行功能性检查,处于正常状态。
- (2) 按企业自行制定的检定方法进行检定,处于合格的状态。
- (3) 按企业自行制定的校准方法进行校准,处于计量性能全部符合要求的状态。

3. 限用标识

该标识表明该计量仪器设备限用于某一范围或某一定点。

- (1) 多功能的计量仪器设备,某些功能已丧失或仅能使用某些功能,使用的功能正常且经校准处于符合使用的要求的状态。
- (2) 部分测量范围经检定/校准不合格或不符合使用的要求,而实际仅使用某些测量范围且所使用的测量范围经校准处于符合使用要求的状态。
- (3) 降等、降级使用。

4. 禁用标识

该标识表明该计量仪器设备。

- (1) 列入国家规定淘汰的产品目录。
- (2) 经计量检定/校准不合格。

四、标准基本知识

标准是衡量产品质量的技术依据。因此,依据标准对产品的质量实行监督对于提高质量十分重要。化学检验高级工实践教学还要求掌握产品等级标准、技术标准等制定方法相关知识。

标准是指为在一定范围内获得最佳秩序,对活动或其结果规定共同的和重复使用的规