



# 硅酸盐制品及 原料检测方法

陈静静 蒋建平 编著

中山大学出版社

# 硅酸盐制品及原料检测方法

陈静静 蒋建平 编著

中山大学出版社

· 广州 ·

版权所有 翻印必究

图书在版编目 (CIP) 数据

硅酸盐制品及原料检测方法/陈静静, 蒋建平编著. —广州: 中山大学出版社, 2008. 8  
ISBN 978 - 7 - 306 - 03138 - 9

I. 硅… II. ①陈… ②蒋… III. ①硅酸盐—化工产品—质量检验 ②硅酸盐—化工产品—原料—质量检验 IV. TQ170

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 107034 号

---

出版人: 叶侨健

策划编辑: 周建华

责任编辑: 张礼凤

封面设计: 林绵华

责任校对: 宗 华

责任技编: 何雅涛

出版发行: 中山大学出版社

电 话: 编辑部 020 - 84111996, 84113349

发行部 020 - 84111998, 84111981, 84111160

地 址: 广州市新港西路 135 号

邮 编: 510275 传 真: 020 - 84036565

网 址: <http://www.zsup.com.cn> E-mail: [zdcbs@mail.sysu.edu.cn](mailto:zdcbs@mail.sysu.edu.cn)

印 刷 者: 广州市迎高彩印有限公司

规 格: 787mm × 1092mm 1/16 13.25 印张 322 千字

版次印次: 2008 年 8 月第 1 版 2008 年 8 月第 1 次印刷

印 数: 1 - 2500 册 定 价: 28.00 元

---

本书如发现因印装质量问题影响阅读, 请与出版社发行部联系调换

# 前 言

硅酸盐工业在国民经济发展和人民日常生活中起着重要的作用，与我们的联系非常紧密，甚至息息相关。硅酸盐材料主要用于生产日用陶瓷、玻璃、建筑水泥和耐火材料等产品，在这些材料中，是以硅酸盐为其主要化学组成，如硅酸铝、硅酸钙等。现在有许多新型硅酸盐材料又被称为无机材料，得到了飞速的发展和改进，但传统的硅酸盐材料本身也在不断地开拓发展。例如，传统的墙体材料已经发展成为当代的轻质砖、马赛克等；普通玻璃性能已经提高改进成为钢化玻璃、防弹玻璃、镀膜玻璃等；水泥产品为了适应现代建筑的发展需要，发展成为高强水泥、快干水泥及其他特种水泥等。

硅酸盐产品在工业生产过程中，为了能够有效保证产品质量和性能，必须建立一整套完善合理的监测检验规程，全面控制监管原材料、中间产品和成品的质量情况，以便更好地服务生产。严格科学的质量检测标准在实际生产过程中起着关键作用，质量检测对原料的选择、成品质量的保证和新产品的开发都有重要的意义。

编著者在从事多年硅酸盐研究和生产的基础上，历经 10 余年时间，查阅大量国内外相关标准资料，并紧密结合生产实际需要，先后走访调研了多家硅酸盐生产企业，不断总结完善相关内容编写本书，旨在希望本书能够成为从事硅酸盐生产和研究的工程技术人员、理化实验室操作人员的参考用书或专业查询手册，同时亦可作为高等院校相关专业学生的参考用书。

本书在编写过程中，得到了中山火炬职业技术学院各级领导的大力支持和帮助，并由中山大学化学与化学工程学院邹世春博士审核斧正，同时中山火炬职业技术学院张莉琼、马玲令老师在书稿编辑、装帧设计等方面付出了辛勤的工作，在此一并衷心感谢。

由于时间仓促及编著者水平限制，书中难免出现错误和遗漏之处，欢迎各位专家对本书提出宝贵意见。

编著者  
2008 年 5 月

# 总 则

本书中所列分析方法，都是各个理化实验室可靠实用的分析方法。为方便广大读者使用，特将有关事项列于此。

## 1. 关于试剂

(1) 分析方法中，除非另有说明，所用试剂均为分析纯试剂。

(2) 在分析方法中，浓盐酸等浓试剂均指市售试剂。如：“盐酸（浓）”，是指市售的分析纯浓盐酸（ $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ）。

## 2. 关于水的等级

除非另有说明，本书中分析检验用水均指符合国家标准 GB 6682—1992《分析实验室用水规格及试验方法》中所规定的三级水。

## 3. 关于溶液

(1) 本书中配制的各种溶液，未对溶剂作专门说明时，即为水溶液（即溶剂为水）。

(2) 如果溶液浓度以“ $V_1 + V_2$ ”表示，是指将体积为  $V_1$  的特定溶液与  $V_2$  的溶剂混匀而成，如（1+1）盐酸溶液。

## 4. 关于滴定分析公式中的系数

滴定分析计算公式中的系数导出除特别说明外，一般是指所对应的基本单元的摩尔质量。单位名称：克每毫摩尔；单位符号：g/mmol。例如，

$$X_{\text{FeO}} = \frac{cV \times 0.07185}{G} \times 100$$

式中：0.07185 为氧化亚铁的摩尔质量，单位为 g/mmol。

如果  $c(\text{EDTA}) = 0.02500 \text{ mol/L}$ ， $V = 20 \text{ mL}$ ， $G = 0.1000 \text{ g}$ ，则，

$$X_{\text{FeO}} = \frac{cV \times 0.07185}{G} \times 100 = \frac{0.025 \times 20 \times 0.07185}{0.1} \times 100 = 35.92\%$$

## 5. 其他

(1) 移取或吸取试液的操作是指移取或吸取的体积准确至 0.01 mL。

(2) 低温炭化是指在使滤纸着火的电炉温度情况下进行炭化操作。

(3) 恒重是指两次灼烧沉淀质量之差不超过 0.2 mg。

(4) 试验所用分析天平、玻璃器皿等，均应按照各自的计量检定规程定期校准。

(5) 干滤是指将含有沉淀等物质的溶液用未沾水的干滤纸进行过滤操作。

(6) 碘量法反应时，溶液的温度不能过高，一般在 15 ~ 20℃ 之间进行滴定。

(7) 滴定分析（容量分析）用标准溶液在常温（15 ~ 25℃）下，保存时间不得超过两个月。

(8) 各类固体试样在分解之前必须粉碎至通过 0.08 mm 方孔筛，并保留一定量的备检样品。

# 目 录

<b>第 1 章 质量保证体系与标准化管理</b> .....	(1)
1.1 分析测试的质量管理和质量保证 .....	(1)
1.2 对检测人员的要求 .....	(1)
1.3 化学试剂分类及其管理 .....	(2)
1.4 标准物质与基准物质 .....	(4)
1.5 检测标准的实施监督 .....	(7)
1.6 法定计量单位 .....	(10)
1.7 检测原始记录 .....	(10)
1.8 检测报告 .....	(11)
1.9 分析误差来源及消除方法 .....	(11)
1.10 分析方法的评价 .....	(13)
1.11 分析计算及数据处理 .....	(14)
1.12 可疑数据的取舍 .....	(15)
1.13 有效数字及其运算规则 .....	(17)
1.14 分析结果的质量判断依据 (一) .....	(19)
1.15 分析结果的质量判断依据 (二) .....	(21)
<b>第 2 章 化学分析基础知识</b> .....	(24)
2.1 分析方法的分类 .....	(24)
2.2 溶液浓度的计算方法及标准溶液的制备要求 .....	(25)
2.3 酸碱滴定法 .....	(35)
2.4 配位滴定法 .....	(38)
2.5 氧化还原滴定法 .....	(43)
2.6 沉淀滴定法 .....	(51)
2.7 重量分析法 .....	(53)
2.8 分光光度分析法 .....	(54)
2.9 原子吸收光谱分析法 .....	(58)
2.10 硅酸盐样品的采集与制备 .....	(63)
2.11 硅酸盐试样的分解 .....	(67)
<b>第 3 章 标准溶液的配制与标定 (GB/T 601—2002)</b> .....	(73)
3.1 基本要求 .....	(73)
3.2 一般规定 .....	(74)
3.3 物质的量浓度溶液的配制及计算 .....	(75)
3.4 氢氧化钠标准溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(75)

3.5	盐酸标准溶液 [ $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(76)
3.6	硫酸标准溶液 [ $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(77)
3.7	碳酸钠标准溶液 [ $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(77)
3.8	高锰酸钾标准溶液 [ $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(78)
3.9	硫酸亚铁铵(或硫酸亚铁)标准溶液 { $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 0.1 \text{ mol/L}$ } .....	(78)
3.10	硝酸银标准溶液 [ $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(79)
3.11	硫氰酸铵(或硫氰酸钾)标准溶液 [ $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(80)
3.12	亚铁氰化钾标准溶液 .....	(81)
3.13	溴酸钾标准溶液 [ $c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(81)
3.14	乙二胺四乙酸二钠标准溶液 [ $c(\text{EDTA}) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(82)
3.15	乙酸锌标准溶液 { $c[\text{Zn}(\text{Ac})_2] = 0.1 \text{ mol/L}$ } .....	(83)
3.16	硫代硫酸钠标准溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(84)
3.17	重铬酸钾标准溶液 [ $c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(84)
3.18	草酸标准溶液 [ $c(\frac{1}{2}\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(85)
3.19	碘标准溶液 [ $c(\frac{1}{2}\text{I}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(86)
3.20	硫酸铈(或硫酸铈铵)标准溶液 { $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] = 0.1 \text{ mol/L}$ } .....	(87)
3.21	氯化钠标准溶液 [ $c(\text{NaCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] .....	(88)
3.22	亚硝酸钠-亚砷酸钠标准溶液 .....	(88)
<b>第4章</b>	<b>硅酸盐制品的化学分析方法</b> .....	<b>(90)</b>
4.1	玻璃及其玻璃制品 .....	(90)
4.2	彩色玻璃马赛克及彩色玻璃分析方法 .....	(103)
4.3	含锌不着色玻璃的分析方法 .....	(104)
4.4	含锌着色玻璃的分析方法 .....	(106)
4.5	水泥生料的化学分析方法 .....	(106)
<b>第5章</b>	<b>硅酸盐生产用矿物原料分析方法</b> .....	<b>(122)</b>
5.1	硅砂(石英石、石英砂)分析 .....	(123)
5.2	长石分析 .....	(125)
5.3	萤石分析 .....	(125)
5.4	石灰石、白云石、方解石化学分析方法 .....	(127)
5.5	玻璃配合料均匀度分析 .....	(130)
<b>第6章</b>	<b>硅酸盐生产用化工原料及辅料分析</b> .....	<b>(133)</b>
6.1	无机盐分析 .....	(133)

6.2	氧化物分析 .....	(146)
6.3	金属粉末分析 .....	(155)
6.4	煤的工业分析 (GB 212 - 2001) .....	(157)
6.5	重油分析 .....	(161)
<b>第7章</b>	<b>复合玻璃澄清剂分析方法 .....</b>	<b>(170)</b>
7.1	三价砷、铋连续测定 (硫酸铋、溴酸钾容量法) .....	(170)
7.2	三价砷、铋氧化物的测定 .....	(171)
7.3	二氧化硅的测定 .....	(173)
7.4	三氧化二铝的测定 .....	(174)
7.5	二氧化铋的测定 .....	(176)
7.6	氧化钙的测定 .....	(177)
7.7	氧化镁的测定 (EDTA 容量法之差减法) .....	(178)
7.8	三氧化硫的测定 .....	(179)
7.9	三氧化二铁的测定 (双掩蔽剂法) .....	(179)
7.10	氧化钾、氧化钠的测定 .....	(181)
7.11	氧化钡的测定 .....	(182)
<b>附录</b>	<b>.....</b>	<b>(183)</b>
附录 1	国际相对原子质量表 (1979 年) .....	(183)
附录 2	无机化合物的摩尔质量表 (g/mol) .....	(185)
附录 3	常用缓冲溶液的配制方法 .....	(189)
附录 4	常用氧化还原指示剂 .....	(190)
附录 5	常见化合物的俗名 .....	(191)
附录 6	常用配位滴定指示剂 .....	(193)
附录 7	常用沉淀滴定指示剂 .....	(194)
附录 8	常用酸碱指示剂及其变色范围 .....	(195)
附录 9	用于原子吸收分光光度分析的标准溶液 .....	(196)
附录 10	化学分析常用法定计量单位 .....	(198)
附录 11	化学分析允许误差范围 .....	(199)
<b>主要参考文献</b>	<b>.....</b>	<b>(200)</b>



# 第 1 章 质量保证体系与标准化管理

## 1.1 分析测试的质量管理和质量保证

为了保证和提高计量、检测质量，做到有计划地进行质量管理和对分析测试质量进行监督检查，质量监督系统必须建立监督检查组织机构。

任何分析测试都会产生一定的测量误差。因此，要保证分析测试质量就必须把所有的误差（包括系统误差和随机误差）减小到允许的限度内。这就要求我们一方面对分析测试的全过程（从采样到出具检测报告）实行全面的、有效的控制；另一方面要用有效的方法对分析结果的可靠性进行质量评价，及时发现分析过程中的质量问题，确保分析测试结果准确可靠。

理化检测实验室质量控制的基本要素是：测试标准方法的选择，试剂和环境控制，样品的采取、制备、保管及处理控制，标准操作程序，专门的实验记录，分析数据的处理，计量器具的检定和校准，工作人员的培训与考核，经常的质量监督与检查等。

理化检测实验室的质量评价包括测量系统的评价和测量结果的评价。评价方法分为内部质量评价和外部质量评价。实验采用的内控标样、控制图、操作人员交换、仪器设备交换、重复测量、独立测量、质量抽查等办法，都可以实现内部质量评价；而组织实验室之间的协作、交换样品、采用标准物质等方法，则可以实现外部质量评价。

质量控制与质量评价的综合结果，即为分析质量保证。质量保证的实质，是采取有效措施避免过失发生，而当过失一旦发生能够及时发现，并能找出原因，改进测量过程，从而保证数据的可靠性。

质量保证是一个系统工程，必须严格对待系统中的人员、机器、材料、方法、环境等每一个环节，忽视其中任何一个环节都可能发生问题，达不到预期的目的。

在质量保证工作中，人是最为关键的因素。除了人的质量意识、责任心、知识面、技术能力之外，还应有明确的职责，有一套切实可行的质量管理制度的和质量保证体系。

## 1.2 对检测人员的要求

理化检测实验室应有与其从事检测和/或校准活动相适应的专业技术人员和管理人员。实验室应由技术管理者全面负责技术运作，并指定一名质量主管，赋予其能够保证管理体系有效运行的职责和权力。

实验室应有负责技术工作的技术主管（无论如何称谓），亦有负责质量体系及其实施的质量主管（无论如何称谓），他们能直接与负责实验室质量方针和资源决策的最高管理者及技术主管联系。在规模较小的实验室中，质量主管也可以是技术主管。实验室的管理者应将质量方针和目标纳入质量手册，并使实验室所有有关人员都知道、理解并贯彻执行。

理化检测工作的特点是：技术性强，知识面广，责任重大。因此，理化检测人员的技术素质是实现检测科学化、标准化，确保测试结果准确可靠的决定性因素之一，应当给予高度重视。当务之急，首先应重视以下三点：

(1) 保证理化人员应受过专业学习或培训，并取得分析化验专业技术资格证书。理化分析人员划分为初级、中级、高级三类，分别经过培训考核合格，才能取得“技术资格证书”。只有持有证书者，才能出具分析检测数据、审查检测报告。同时，实验室还应保持专业理化分析人员的相对稳定。

(2) 理化检测实验室各专业应有技术带头人，以保证理化检测能很好地为科研、生产服务，使先进的仪器设备发挥应有的作用，促进新技术、新标准的引进和贯彻执行。

(3) 参加国际、国家、行业或自行组织的实验室之间的比对和能力的验证计划，大力加强技术业务交流，及时掌握新技术、新方法、新标准。

## 1.3 化学试剂分类及其管理

### 1.3.1 常用试剂的规格

实验室的分析测试，离不开化学试剂。根据不同的用途和目的，对试剂的纯度选择不同的要求。例如，配制标准溶液用试剂的纯度，应比溶（熔）解处理样品所用试剂的纯度高一些；而作为“基准物质”，用以标定标准溶液浓度的试剂，其纯度就更高一些，主成分含量一般在 99.95% ~ 100.05% 之间，杂质含量略低于一级品或与一级品相当。

我国生产的化学试剂，按纯度一般分为四级：

优级纯（GR）：为一级品，又称保证试剂。主成分含量高，杂质含量低，主要用于精密的科学研究和测定工作。

分析纯（AR）：为二级品，质量略低于优级纯，杂质含量略高，用于一般的科学研究和重要的测定。

化学纯（CP）：为三级品，质量较分析纯差，但高于实验试剂，用于工厂、教学实验的一般分析工作。

实验试剂（LR）：为四级品，杂质含量更多，但比工业品纯度高。主要用于普通的实验或研究。

工厂实验室常用 AR 和 CP 试剂，GR 级用得较少，LR 级不能使用。

原化工部标准 HG 3-119-64 “化学试剂包装及标志”规定了化学试剂的等级和标志，如表 1-1 所示。

表 1-1 我国化学试剂的等级标准

级 别	一级品	二级品	三级品	四级品
纯度分类	优级纯	分析纯	化学纯	实验试剂
英文代号	GR	AR	CP	LR
标签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色或其他色

此外，“高纯试剂”又可细分为超纯、特纯、高纯、光谱纯及纯度 99.99% 以上的试剂。这一类化学试剂主要成分含量可达四个 9（99.99%）到五六个 9 不等。光谱纯试剂杂质含量用光谱分析法已检测不出或低于某一含量限度，主要用来作为光谱分析中的标准物质或作配制标样的基体。

分析方法标准或操作规程是选择试剂等级的依据。在分析过程中，以高代低不会产生质量问题，只是提高了成本；但以低代高，必须经过试验验证和批准，才可采用。

分析中用量最大的是纯水，一般分析采用蒸馏水即可。较高质量的分析用二次去离子水，它是将普通蒸馏水再经离子树脂交换处理，即得二次去离子水。关于纯水的质量指标和要求，可参照国家标准 GB/T 6682—1992《分析实验用水规格和试验方法》。

### 1.3.2 取用试剂的注意事项

(1) 取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不允许任意放置，取用后应立即盖好密闭，以防被其他物质玷污或变质。

(2) 固体试剂可使用清洁干燥的小药勺取用。取用强碱性试剂后的小药勺应立即洗净，以免腐蚀。

(3) 用移液管（或吸管）吸取试剂或溶液时，绝不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中取用。

(4) 盛装试剂的试剂瓶上都应贴有明显的标签，写明试剂的名称、规格和配制时间。没有标签标明名称和规格的试剂，在未查明前不能随便使用。

(5) 在分析工作中，试剂的浓度和用量应按要求正确配制，不要配制过多，以免造成浪费。

### 1.3.3 化学药品、试剂的贮存

(1) 贮存室的要求：应该符合有关安全规定，有防火、防雷、防爆、调温、消除静电等安全措施。室内应干燥，通风良好，温度一般不超过 28℃，照明应安装防爆灯，室内备有消防器材。

(2) 化学药品应由专人保管，并有严格的入库账目、领用记录和管理制度，药品按要求摆放，标示清晰，及时补充用完的药品。

(3) 贮存化学药品应符合下列要求：

1) 容易侵蚀玻璃面影响试剂纯度的，应贮存在塑料瓶中。如氢氟酸、含氟盐（氟化钾、氟化钠、氟化铵）、苛性碱（氢氧化钠、氢氧化钾）等。

2) 不稳定的试剂应贮存在棕色瓶内并置于冷暗处。如见光会逐渐分解的过氧化氢、硝酸银、高锰酸钾等，与空气接触易逐步被氧化的氯化亚锡、硫酸亚铁铵、亚硫酸钠等，以及易挥发的溴、氢氧化铵及醇等试剂。

3) 吸水性强的试剂应严格密封。如无水碳酸钠、苛性钠和过氧化钠等。

4) 相互易作用的试剂应分开贮存在阴凉、通风、不受阳光直接照射的地方。如挥发性的酸与氨，氧化剂与还原剂；易燃的试剂如乙醇、乙醚、丙酮，易爆的试剂如高氯酸、过氧化氢、硝基化合物等。

5) 剧毒试剂，如氰化钾、氰化钠、二氯化汞、三氧化二砷等，应按剧毒物质管理规

范严格管理，放置在专用保险柜中，并指定经过培训并持有证书的专业人员保管。要有严格领用手续，详细记录使用情况。

### 1.3.4 试剂的安全操作

(1) 浓硫酸。浓硫酸与水混合稀释时，必须边搅拌边将硫酸徐徐注入存有冷水的耐热玻璃器皿中。注意：不得将水直接倒入浓硫酸中，否则将引起喷溅烧伤事故。

(2) 氢氟酸。氢氟酸烧伤较其他酸碱烧伤更危险，如不及时处理，将导致骨骼组织坏死。使用氢氟酸时需特别小心，要求戴医用橡胶手套，操作后必须立即洗手。

(3) 乙醚。乙醚在试样加工中用作去油剂，化学分析中常用作萃取剂，因其闪点低（ $-45^{\circ}\text{C}$ ），极易着火，沸点低（ $34.5^{\circ}\text{C}$ ），极易挥发，使用时要特别小心。

(4) 高氯酸。热的高氯酸是强氧化剂，与有机物或还原剂接触时会产生剧烈爆炸，使用时必须注意以下几点：

1) 浓高氯酸（70% ~ 72%）应在远离有机物及还原物质的地方存放，使用高氯酸时不能戴手套。

2) 破坏试剂或试样中的滤纸或有机溶剂时，必须先加足够量的浓硝酸加热破坏，稍冷后再加入浓硝酸和高氯酸至冒烟，以破坏残余的碳化物。

3) 对经常使用高氯酸的木质通风柜要定期用水冲洗。使用高氯酸的通风柜内不得同时蒸发有机溶剂或灼烧有机物。

4) 热的浓高氯酸与某些粉状金属作用时，可能因产生氢气而引起剧烈爆炸，因此，在以浓高氯酸溶样之前，应选用其他酸溶解或同时加入其他酸低温加热直到试样全部溶解，防止高氯酸单独与金属粉末作用。

## 1.4 标准物质与基准物质

### 1.4.1 标准物质和标准样品

#### 1. 定义

标准物质和标准样品其英文的描述是相同的（certified reference material, CRM; reference material, RM），但在不同的领域可有不同的称呼。我国标准化工作者将其称为“标准样品”，简称为“标样”；计量工作者将其称为“标准物质”，简称为“标物”。对具有准确特性量值的标准样品或标准物质而言，其研制程序是相同的，对其内在质量要求也是一样的；对使用者而言，其作用也是相同的，均是作为一种标准，所不同的是管理的程序不同，分别隶属于不同的管理机构进行分类、分级管理。

ISO 导则 35:2006 对标准物质/标准样品的定义为：“采用计量学上有效程序测定了一个或多个特性值的标准物质/标准样品，其伴有一个提供了规定特性值及其不确定度和计量溯源性声明的证书。”由标准物质/标准样品的定义可以得知其具有可溯源性，确保了在不同时间和空间对相同的被测量进行测量时，获得的结果具有一致性和可比性。标准物质和标准样品的区别如表 1-2 所示。

表 1-2 标准物质与标准样品的区别

项目	标准样品 (RM)	标准物质 (RM)
管理机构	国家技术监督局标准司 (全国标准样品技术委员会负责组织和审查, 由标准司批准, 国家技术监督局发布)	国家技术监督局计量司 (全国标准样品技术委员会负责组织和审查, 由计量司批准, 国家技术监督局发布)
定义	标准样品是具有足够均匀的一种或多种化学的、物理的、生物学的、工程技术的或感官的等性能特征, 经过技术鉴定, 并附有有关性能数据证书的一批样品。 有证标准样品是具有一种或多种性能特征, 经过技术鉴定附有说明上述性能特征的证书, 并经国家标准化管理机构批准的标准样品	标准样品是具有足够均匀并已经很好地确定其特性量值的物质或材料, 用于校准仪器, 评价测量方法或确定物料的量值。 有证标准物质是有证书的标准物质, 其特性量值是建立了计量溯源性的方法测定的, 确定的每个特性量值均附有一定置信水平的不确定度, 我国称为一级标准物质
制备过程	标准样品制备, 要经过制备物料、对成品物料进行均匀性检验, 定值、稳定性检验, 包装、审查、批准、发布等步骤	标准物质完成过程与标准样品基本相同, 只是要求高一些
用途	标准样品是为实施和制定标准的需要而制定的, 一般只在标准所涉及的范围使用; 它是一种实物标准 (相对文字标准而言), 不能用作计量的传递	标准物质是计量标准, 可以用作计量的传递, 用于校正仪器、评价测量方法, 确定物料的量值; 只要适宜, 可以代替标准样品在制定、实施标准中使用

标准物质可在一地与另一地之间传递量值。它可以是纯粹的或混合的气体、液体或固体, 甚至是一件简单的制品。一批标准物质在正式使用之前, 必须确定其一种或多种性质, 而且应具有可靠的稳定性。换言之, 标准物质的任一适当小量都应在描述的不确定限度内, 表现出全部标准物质的特性量值。

## 2. 分类

标准物质是一种应用很广, 种类繁多的实物标准。目前已有数千种标准物质用于工业和工程的质量控制。标准物质大体上可分为化学成分类、物理性质类和工程类 3 类。国际标准化组织/标准委员会将标准物质划分为以下 17 类: 地质、物理化学、核材料与放射性、环境、非铁金属、铁金属、塑料与橡胶、玻璃陶瓷与耐火材料、动物植物与食品、生物医学与制药学、临床化学、纸、石油、无机化学试剂、有机化学试剂、技术与工程、物理学与计量学。现在已有的标准物质大部分属于化学成分类。

对于标准物质, 实验室应做到合理选择、严格保管、正确使用。合理选择是指标准物质的品种要能覆盖检测项目, 而且储量不应过大。因为标准物质过长的保存期内可能发生量值变化, 如钢铁标准物质的磷、硫含量。严格保管是指存放条件应符合规定要求, 取用应遵守使用规则。正确使用是指操作者应根据被测对象, 正确选用恰当的标准物质。例如, 用光度法分析样品成分, 所选标准物质的组成应与被测物质组成相似, 被测样品中被测元素含量应包括在所选标准物质含量之中。

截至 2006 年 7 月, 由国家质量监督检验检疫总局 (国家技术监督局) 批准发布的一级标准物质有 1334 种, 其中有效 1316 种; 二级标准物质有 2315 种, 其中有效 2275 种;

国家标准样品共发布了 1990 种一级标准物质。

一级标准物质 (JJG 1006—1994 《中华人民共和国国家计量技术规范一级标准物质》) 是统一全国量值的一种重要依据。由国家质量技术监督局批准颁布的国家一级标准物质的编号方法是用 3 个汉语拼音字母“GBW”加 5 位阿拉伯数字组成, 共分为 13 大类。其中 GBW 01101a—01708 为钢铁成分分析标准物质, GBW 02101—02903 为有色金属及金属中气体成分分析标准物质; 国家二级标准物质的编号方法是用 GBW (E) XXXXX 表示, 其中 GBW (E) 010001—010038 为钢铁成分分析标准物质, GBW (E) 020001—020011 为有色金属及金属中气体成分分析标准物质。详细的标准物质分类编号如表 1-3 所示。

表 1-3 标准物质的分类编号

一 级		二 级	
分类号	分类名称	分类号	分类名称
GBW 01101 ~ GBW 01999	钢铁	GBW (E) 010001 ~ GBW (E) 019999	钢铁
GBW 02101 ~ GBW 02999	有色金属	GBW (E) 020001 ~ GBW (E) 029999	有色金属
GBW 03101 ~ GBW 03999	建筑材料	GBW (E) 030001 ~ GBW (E) 039999	建筑材料
GBW 04101 ~ GBW 04999	核材料与放射性	GBW (E) 040001 ~ GBW (E) 049999	核材料与放射性
GBW 05101 ~ GBW 05999	高分子材料	GBW (E) 050001 ~ GBW (E) 059999	高分子材料
GBW 06101 ~ GBW 06999	化工产品	GBW (E) 060001 ~ GBW (E) 069999	化工产品
GBW 07101 ~ GBW 07999	地质	GBW (E) 070001 ~ GBW (E) 079999	地质
GBW 08101 ~ GBW 08999	环境	GBW (E) 080001 ~ GBW (E) 089999	环境
GBW 09101 ~ GBW 09999	临床化学与医药	GBW (E) 090001 ~ GBW (E) 099999	临床化学与医药
GBW 10101 ~ GBW 10999	食品	GBW (E) 100001 ~ GBW (E) 109999	食品
GBW 11101 ~ GBW 11999	能源	GBW (E) 110001 ~ GBW (E) 119999	能源
GBW 12101 ~ GBW 12999	工程技术	GBW (E) 120001 ~ GBW (E) 129999	工程技术
GBW 13101 ~ GBW 13999	物理学与物理化学	GBW (E) 130001 ~ GBW (E) 139999	物理学与物理化学

#### 1.4.2 基准物质

能用于直接配制或标定标准溶液的物质, 称为基准物质或标准物质。基准物质应符合下列要求:

(1) 试剂的组成应与它的化学式完全相符。若含结晶水, 如草酸  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  等, 其结晶水的含量也应该与化学式完全相符。

(2) 试剂的纯度应足够高, 一般要求其纯度在 99.9% 以上, 而杂质的含量应少到不至于影响分析的准确度。

(3) 试剂在一般情况下应该很稳定。

(4) 试剂最好有比较大的摩尔质量或式量。这样, 可减少称量误差。

(5) 试剂参与反应时, 应按反应式定量进行, 无副反应发生。

常用的基准物质有纯金属和纯化合物, 如 Ag、Cu、Zn、Cd、Ge、Co、Ni、Fe、Al、Si 和 NaCl、K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>、Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、CaCO<sub>3</sub>、邻苯二甲酸氢钾、硼砂、草酸等。它们的含量一般在 99.9% 以上, 甚至可达 99.99% 以上。有些超纯试剂和光谱纯试剂的纯度很高, 但这只说明其中金属杂质的含量低而已, 并不表明它的主成分的含量在 99.9% 以上, 有时候因为其中含有不定组分的水分和气体杂质, 以及试剂本身的组成不固定等原因, 使主成分的含量达不到 99.9%, 这时就不能用作基准物质。所以, 不要随意选择基准物质。表 1-4 列出了几种常用的基准物质的干燥条件和应用。

表 1-4 常用的基准物质的干燥条件和应用

名称	分子式	干燥后的组成	干燥条件 (°C)	标定对象
碳酸氢钠	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	270 ~ 300	酸
十水合碳酸钠	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> · 10H <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	270 ~ 300	酸
硼砂	Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> · 10H <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> · 10H <sub>2</sub> O	放在装有 NaCl 和蔗糖饱和溶液的密闭器皿中	酸
碳酸氢钾	KHCO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	270 ~ 300	酸
二水合草酸	H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O	室温空气干燥	碱或 KMnO <sub>4</sub>
邻苯二甲酸氢钾	KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub>	KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub>	110 ~ 120	碱
重铬酸钾	K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	140 ~ 150	还原剂
溴酸钾	KBrO <sub>3</sub>	KBrO <sub>3</sub>	130	还原剂
碘酸钾	KIO <sub>3</sub>	KIO <sub>3</sub>	130	还原剂
铜	Cu	Cu	室温干燥器中保存	还原剂
三氧化二砷	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	室温干燥器中保存	氧化剂
草酸钠	Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	130	氧化剂
碳酸钠	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	110	EDTA
锌	Zn	Zn	室温干燥器中保存	EDTA
氧化锌	ZnO	ZnO	900 ~ 1000	EDTA
氯化钾	KCl	KCl	500 ~ 600	AgNO <sub>3</sub>
硝酸银	AgNO <sub>3</sub>	AgNO <sub>3</sub>	220 ~ 250	氯化物
氯化钠	NaCl	NaCl	500 ~ 600	AgNO <sub>3</sub>

## 1.5 检测标准的实施监督

分析测试所涉及的标准, 大体可分为三类。

### 1.5.1 通用标准

通用标准包括质量控制标准和技术管理标准。作为理化分析人员，了解这些标准的基本内容是十分必要的。例如：

(1) GB/T 15481:2000 《检测和校准实验室能力的通用要求》，从 10 个方面规定了理化试验的通用要求。目的在于对军工产品所使用的原材料、产品、关键性辅助材料和故障件的理化试验实施全面的、有效的质量控制。

(2) 国标 GB 3100—1993 《国标单位制及其应用》、GB 3101—1993 《有关量、单位和符号的一般原则》、GB 3102.8—1993 《物理化学和分子物理学的量和单位》等标准，对理化分析涉及的量和符号都作了明确规定，分析人员必须严格执行。如时间的单位秒用 s 表示，分用 min 表示；物质 B 的量浓度用  $c_B$  表示；等等。

(3) 国标 GB 8170—1987 《数值修约规则》，对科学技术与生产活动中试验测定和计量得出的各种数据需要修约的，除另有规定外，均应按本标准规定的原则进行修约。

(4) 国标 GB/T 1.11—2000 标准化工作导则、GB/T 1.4—2001 标准编写规则第四部分：化学分析方法，规定了化学分析方法标准的一般要求、构成、内容和表达形式以及试样和试料的解释。在编制工厂化学分析方法和工艺规程（企业标准）时，应参照标准的内容执行。

此外，下列标准也都是应了解和熟悉的通用标准：

GB 1347—1988 《钠钙硅玻璃化学分析方法》；

GB 1549—1994 《钠钙硅铝硼玻璃分析方法》；

YB 949—1979 《化学分析允许差制定方法》；

GB/T 176—1996 《水泥化学分析方法》；

GB 3360—1982 《数据的统计处理和解释 均值的估计和置信区间》；

GB/T 14351—1993 《熔铸氧化铝耐火材料化学分析方法》；

GB 212—2001 《煤的工业分析方法》；

GB/T 4882—2001 《数据的统计处理和解释 正态性检验》；

GB/T 4883—1985 《数据的统计处理和解释 正态样本异常值的判断和处理》；

GB/T 6379—2004 《测试方法的精密度 通过实验室间试验确定测试方法的重要性和再现性》；

GB/T 15337—1994 《火焰原子吸收光谱法通则》；

GB 7729—1987 《冶金产品化学分析 分光光度通则》；

GB/T 601—2002 《化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备》；

GB/T 602—2002 《化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备》；

GB/T 11792—1989 《测试方法的精密度 在重复性和再现性条件下所得测试结果可接受性的检查和最终测试结果的确定》；

GB/T 3723—1999 《工业用化学产品采样安全通则》；

GB/T 6678—2003 《化工产品采样总则》；

GB/T 15000 (1-5)—1994 《标准样品工作导则》等等。



### 1.5.2 产品标准

产品标准包括各种化学试剂或制剂标准以及产品的技术条件。前者给出了试剂的纯度和杂质含量情况，后者则规定了检测该产品应采用的方法标准。例如：

(1) 在 GB/T 642—1999《重铬酸钾》中，给出了重铬酸钾的化学式 ( $K_2Cr_2O_7$ )、摩尔质量 (294.18 g/mol)、性状 (橙红色结晶颗粒或粉末，溶于水，不溶于乙醇)。

重铬酸钾试剂分为 3 个等级，其质量指标 (质量分数) 如表 1-5 所示。

表 1-5 重铬酸钾 ( $K_2Cr_2O_7$ ) 的规格

成分	含量			成分	含量		
	优级纯	分析纯	化学纯		优级纯	分析纯	化学纯
$K_2Cr_2O_7$	≥99.8	≥99.8	≥99.5	钠 (Na)	≤0.02	≤0.05	≤0.1
水不溶物	≤0.003	≤0.005	≤0.01	钙 (Ca)	≤0.002	≤0.002	≤0.01
干燥失重	≤0.05	≤0.05	—	铁 (Fe)	≤0.001	≤0.002	≤0.005
氯化物 (Cl)	≤0.001	≤0.002	≤0.005	铜 (Cu)	≤0.001	—	—
硫酸盐 ( $SO_4$ )	≤0.005	≤0.01	≤0.02	铅 (Pb)	≤0.005	—	—

表 1-5 为我们选择重铬酸钾等级提供了依据。但当要检定作为基准试剂的重铬酸钾是否合格时，则要查看 GB 1259—2007《工作基准试剂 (容量) 重铬酸钾》。由此可见，同一种试剂用途不同，其技术标准也不同。

(2) 在 GB/T 2272—1987《硅铁》中，化学分析用的试样的取样，应按 GB/T 4010—1994《铁合金化学分析用试样的采取和制备》的规定进行；硅铁的化学分析方法，应按 GB/T 4333.1—1984、GB/T 4333 (2-4, 6, 8)—1988、GB/T 4333.5—1997《硅铁化学分析方法》的规定进行。

如果检测人员熟悉了产品标准，就可以知道被测样品成分的大概含量范围，从而有助于正确选择控制标样。

### 1.5.3 检测方法标准

分析方法标准的数目很大，而且不断更新。除应及时收集国内标准外，还应收集国际标准 (ISO) 和先进国家的分析标准。此外，油脂、涂料、燃料、化工等产品的分析方法，也是实验室必须收集的资料。

根据《化学工业技术标准采用国际标准和国外先进标准工作细则》规定，国际标准包括三个方面，即：

(1) 国际标准化组织 (ISO) 和国际电工委员会 (IEC) 所制定的全部标准。

(2) 列入 ISO 出版的《国际标准题内关键词》即 (KWIC 索引) 中的 27 个国际组织所制定的部分标准。

(3) 在国际上具有权威性的其他国际组织制定的某些标准，我国也把它作为国际标准。如联合国粮农组织 (UNFAO)、国际羊毛局 (IWS)、国际棉花咨询委员会 (ICAC)