

21世纪

材料高速分析

论文集

第三届全国高速分析学术交流会

2009年10月无锡

中国分析仪器学会高速分析专业委员会
无锡市英之诚高速分析仪器有限公司

21 世纪材料高速分析

第三届全国高速分析学术交流会论文集

论文编审委员会成员

吴 诚	李昌厚	方禹之	田英炎
李茂山	严恒泰	倪雪飞	沈 虹
马冲先	张兴宝	申光荣	刘兴海

编辑出版

《理化检验-化学分册》编辑部

地 址:上海市邯郸路 99 号

邮 编:200437

电 话:(021)65556775×263

(021)55882970

传 真:(021)65544911

网 址:www.mat-test.com

E-mail:hx@mat-test.com

责任编辑

倪雪飞	陈琍君	师延龄	咸洋
-----	-----	-----	----

印 刷

上海新华印刷有限公司

前 言

由中国仪器仪表学会分析仪器学会高速分析专业委员会主持和由无锡英之诚高速分析仪器有限公司筹组的第三届全国高速分析学术交流研讨会按原定计划于2009年10月在江苏省无锡市举行。

本次会议征文投稿十分踊跃,经评审委员会讨论,共录用论文88篇。内容反映了自第二届全国高速分析学术交流会以来的两年中,在高速分析仪器及方法研究方向的新成果。此外,此次会议还邀请了多位分析专家作专题报告共9篇。为方便会议期间代表们的讨论和交流,特委请《理化检验-化学分册》编辑部编印了论文集,使大家能在会前人手一册。

高速分析的提出与发展至今已届五十周年。它所取得的成果充分说明其科学性和应用于生产科研等多个领域的可行性实践意义和经济成果。随着我国的经济生产环保及工贸等各方面的快速发展,高速分析正面临着许多新的挑战,所涉及的问题十分广泛。召开这样的会议就是为广大的高速分析工作者提供一个交流、讨论、推进和发展高速分析的平台,也为探求解决在实践中所遇到的各种问题的解决创造互相切磋的场所。

参加本次会议的代表中有不少属于年轻一代的高速分析工作者,他们的参与给高速分析的研究和发展带来新的活力和动力。我们寄希望于年轻的一代,在他们的努力和推动下,高速分析必将取得新的进步和突破。

论文编审委员会

目次

专题报告

高速分析近十年的若干重要成果

- 祝贺高速分析创立五十周年(提纲) 吴 诚, 邓玉霞(1)
- 论分析仪器与仪器分析的关系 李昌厚(2)
- 自动电位滴定与高速分析 方禹之(7)
- 综论碳和硫的红外光谱法测定 田英炎, 张兴宝(8)
- 世界金融危机对我国的影响及企业的应对之策 李茂山, 张兴宝(12)
- 分析方法的精密度、精密度试验及应用 曹宏燕(20)
- 氢化物发生-原子荧光光谱法在金属材料痕量元素分析中进展 王 岩, 李莎莎, 马冲先(30)
- 几则高速化学分析方法测试条件的探讨 严恒泰(35)
- 国产 HW 2000 型高频红外碳硫分析仪分析精度的试验探讨 王际祥, 李金堂, 韩吉慧, 等(41)

交流论文

- 红外光谱法测定铜及铜合金中碳和硫量 邓玉霞, 沈惠敏, 田英炎(45)
- 钛铁矿中钛和铁的联合测定 房培菊(47)
- HQ-4B 碳硫仪快速测定钢中碳、硫含量 刘 静(50)
- 红外光谱法快速测定萤石中碳酸钙 韩吉慧, 苏文星(53)
- CO₂ 的数字化热解方程 方克兵, 田英炎(54)
- 高频燃烧-红外光谱法测定氧化钴中硫 龙玉瑜(57)
- 红外光谱法测定含碳化硅耐火材料中碳化硅含量 吴双九, 徐晓云, 刘 军, 等(60)
- 电感耦合等离子体原子发射光谱法中质量控制法应用于金属材料中高含量元素的测定 胡艳君(62)
- 通氮燃烧-红外光谱法测定金属锰中硫 邓玉霞, 孔祥和, 田英炎(64)
- 银铜磷焊条中银铜磷的测定 李宏波, 褚 巍(68)
- SO₂ 的数字化转化方程 田英炎, 邓玉霞(70)
- 红外光谱法测定二硼化锆粉末中氧 何克伦, 董 敏, 华雁芬, 等(74)
- 恒电流电解溶样钢中锰磷的联合测定 吴永宁(76)
- 铜合金中锌的萃取分离方法探讨 朱晓敏(78)
- 超低含量碳分析技术综述 张兴宝, 彭顺和, 田英炎(80)
- 重铬酸钾滴定法测定球团矿中全铁 薛桂霞, 王海嵘, 王慧卿, 等(83)
- 分光光度法测定冶炼炉气中砷 邹婕妤(86)
- 中碳锰铁内控标准样品的制作 倪青双, 钟 科(88)
- HW2000 型高频红外碳硫仪的特点及维护实践 陈 玲(89)
- 硅钼黄光度法测定硅铁中硅 王丽晖(91)

奈斯勒试剂分光光度法测定钢中氮	张兴梅, 付吉义, 金哲(93)
高频燃烧-红外光谱法测定煤中碳和硫的含量	张勇, 殷世铜, 田英炎(95)
比重法测定硅铁中硅含量	刘林钦, 朱云胜, 陈涛, 等(98)
联立方程快速测定小苏打中碳酸氢钠和碳酸钠的含量	丁慧, 王巧玲, 宁国东, 等(101)
钼蓝光度法快速测定铌铁中硅	曹丽(104)
电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钼铁中磷和铜	刘静娴(106)
氟硅酸钾滴定法快速测定稀土硅铁合金中硅	曹丽, 顾萍(108)
电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锡基轴承合金中铅量的不确定度评定	张兴荣(109)
铌铁中铝、磷的联合快速分析	曹丽(112)
顶空气相色谱法测定水中 1,1,1-三氯乙烷	王晓霞(114)
硫酸亚铁铵滴定法快速测定钒氮铁合金中钒	薛茂林(116)
铁矿石中全铁分析方法的改进	陈金身, 黄敬民, 常书明, 等(118)
微波消解-气体容量法测定钨钴铬喷焊粉和铬镍喷涂粉中游离碳含量	管豫梅, 王伶艳(120)
X 射线荧光光谱法测定预焙阳极中杂质元素含量	王晓霞(122)
草酸钠-高锰酸钾返滴定法快速测定锰矿石中二氧化锰	房思玲, 宋玉珍(124)
EDTA 滴定法测定新型复合脱氧剂中碳化钙和氟化钙	王俊秀, 马清文, 李隆霞, 等(125)
三氯化钛-重铬酸钾滴定法快速测定锰矿中全铁	房思玲, 齐咏梅(128)
锆刚玉质耐火材料的 X 射线荧光光谱法	郭红丽(130)
普碳钢中碳、硫、锰、硅、磷的快速测定	张建明(134)
电感耦合等离子体原子发射光谱法测定船板钢中微量金属元素铌钛铝	田玮, 姜亚男, 杨光, 等(137)
EDTA 络合滴定法测定火工混合药剂中四氧化三铅	杨爱武, 李蕊(139)
分光光度法测定高铬高镍材料中微量铝	朱晓敏(141)
硅铁中铬量测定	杨戎(142)
7-碘-8-羟基喹啉-5-磺酸分光光度法测定钢中钒	邱会东, 熊伟, 兰伟, 等(143)
火焰原子吸收光谱法快速测定锌电解新液和废液中锰量	程键, 刘红卫(146)
电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝合金中主量元素和杂质元素	王果花(148)
邻菲罗啉光度法测定铬基焊粉中铁含量	管豫梅, 王培(150)
硅钼蓝光度法测定硅锰合金中硅	王白雪, 李涛(153)
高氯酸氧化分光光度法快速测定铬	詹廷伟(155)
光电直读光谱法在炉前成分控制上的应用	王洁(156)
球化剂中稀土总量、轻重稀土分量的测定	刘林钦, 朱云胜, 陈涛, 等(160)
钛合金中氮的测定	吴天成, 石秀云(162)
碘量法测定进口蒙古铁矿石全铁含量	丁慧, 张梅, 连俊峰, 等(163)
火焰原子吸收光谱法测定锌精矿中锌、铅的含量	丁慧, 王巧玲, 宁国东, 等(169)
硫酸亚铁铵及高锰酸钾滴定法测定锰矿石中全锰和二氧化锰	韩吉慧, 苏文星, 梁彦平, 等(173)
亚硝基 R 盐快速光度法测定钴	黄业初, 毕蓉, 魏平(175)
滴定法测定锡青铜中锡、铅、锌	冯立颖, 冯宝华(177)
样片厚度对 X 射线荧光光谱分析的影响	温盼来(179)
浅析 SPECTROLAB M8 光电直读光谱仪分析深冲压用冷轧薄钢板	简春云(182)

过硫酸铵银盐硫酸亚铁铵滴定法测定铬青铜中铬	王俊秀(184)
高炉喷煤催化助燃剂中二氧化锰的分析	薛明浩(186)
陶瓷结合剂中铬含量的测定	智红梅, 魏文正, 常书明, 等(188)
浅析铁矿石的物相分析	赵树宝(190)
膦酸盐复合水处理药剂中总磷测定条件的优化	杨裕浩, 李辉, 沈丹, 等(193)
过硫酸铵氧化滴定法测定低合金钢中铬	
——应用相对测量方法简化过程、提高精度	熊育梅(195)
硼铁合金中硼和铝的联合快速测定	王慧卿, 石晓敏, 马波(197)
连续氧化还原滴定钢铁中铬钒的通用方法	李传启(200)
我国钨工业分析方法综述	王长基, 龙水秀(202)
分光光度法测定铝合金样品中锰的含量	熊育梅(206)
硅铬合金中铬的快速测定	刘长风, 黄启荣(207)
硫氰酸盐快速光度法测定高温合金和铝合金中铁	黄业初, 毕蓉, 唐辉(209)
高频红外燃烧法测定金红石中硫含量	郑国峰(210)
钨粉、碳化钨粉研磨粒度分析	彭玲(211)
超快速测量技术特性的发展	赵国城(213)
浅论滴定分析法的高速化	丛培林, 东丽娜, 庞佑强, 等(214)
简易蒸馏法分离和滴定法测定气阀钢棒中氮含量	赵秀红(215)
DSC 法测定热塑性酚醛树脂软化点	杨爱武, 杨联树(217)
计算法测定骨胶的动力粘度	程岩, 肖建军, 王凤清(219)
比重法测定不规则形状金属密度	刘林钦, 朱云胜, 陈涛, 等(223)
湿式分析快速加液仪的研制及其应用	刘林钦, 张兴宝(224)
实验室标准物质和设备的管理及使用	封庆珍(227)
Access 软件在实验室标准物质管理中的应用	倪青双(229)
实验室认可准则在化学分析实验室中的应用	赵秀红(231)
创建检测科研型中心, 为企业发展做贡献	张敬华(234)
理化室人力资源的管理	郑下农(236)
光透沉降法测定金属粉末粒度分布的因素分析	彭玲(238)
20CrMnTi 液压齿轮断裂失效分析	王林, 陈泽民, 傅仕云(240)
硫酸铁铵容量法抽滤滴定测定钛铁中的钛	丁明, 李小杰, 齐郁, 等(243)

其他信息

2010 年度《理化检验-化学分册》杂志征订启事	(11)
2010 年度《理化检验-物理分册》杂志征订启事	(11)
欢迎广大作者网上远程投稿	(19)
《热分析应用手册系列丛书: 热塑性聚合物》优惠征订活动	(100)

高速分析近十年的若干重要成果 ——祝贺高速分析创立五十周年(提纲)

吴 诚¹, 邓玉霞²

(1. 上海材料研究所, 上海 200437; 2. 无锡英之诚高速分析仪器有限公司, 无锡 214151)

1 近十年的重要成果

- 1.1 总结并提出了指导高速分析持续发展的基本概念和理论
- 1.2 与生产和实际相结合, 提高了高速分析仪器的适用性和实用性
- 1.3 在仪器设计及化学反应体系上的新思路, 提高了仪器的高速化水平
- 1.4 研究高速分析在主量组分测定中的应用
- 1.5 新技术的应用和技术上的不断改进大大提高了仪器的可靠性

2 须要努力攻关的难题以及函待解决的问题

- 2.1 试样的前处理
- 2.2 发挥各种分析方法的长处, 达到高速分析在检测方法上的多样化
- 2.3 探索高速分析在主量和痕量组分测定中的应用
- 2.4 扩大新技术和新方法的应用
- 2.5 加强研究工作, 重视技术储备, 以适应对高速分析提出的新要求

3 结束语

论分析仪器与仪器分析的关系

李昌厚

(中国科学院上海生物工程研究中心, 上海 200233)

摘要: 根据笔者 40 多年来从事分析仪器开发研究和分析仪器应用研究的经验、教训, 从理论上和实践上论述了分析仪器离不开仪器分析、仪器分析离不开分析仪器的观点; 提出了分析仪器工作者与仪器分析工作者应相互沟通的理由; 同时, 对分析仪器工作者与仪器分析工作者应如何沟通的问题进行了初步探讨。这些观点、理由和探讨, 对促进我国的分析仪器水平的提高、促进我国的分析测试技术水平的提高和我国的分析测试技术、分析仪器尽快赶超国际先进水平将具有重要现实意义。

关键词: 分析仪器; 仪器分析; 分析测试技术

笔者在实践中发现: 我国的广大分析仪器工作者往往不注重对影响测试误差的分析测试技术(分析方法)等有关方面问题的研究; 他们自己是搞分析仪器的, 自己从事的是光学、机械、电子学、计算机方面的工作, 属于物理光学或物理专业。他们认为自己不需要去研究分析测试技术问题。而广大仪器分析工作者, 往往不大注重对自己使用的分析仪器技术指标有关方面问题的研究; 他们自己是搞分析测试工作的, 自己的工作内容属于分析化学专业, 是使用仪器的, 不需要去研究分析仪器的技术指标; 笔者认为上述两种想法都有片面性, 都将严重影响或阻碍我国分析测试技术水平和分析仪器水平的提高。为了澄清这些错误, 为了促进我国的分析仪器和分析测试技术尽快赶超国际先进水平, 本文将对此作一简单讨论。

1 分析仪器离不开仪器分析

分析仪器是给仪器分析工作者用的, 或者说, 分析仪器是给人们用来作分析测试的。因此, 仪器分析工作者对分析仪器的要求是“好用”; 所谓“好用”, 笔者认为就是分析仪器要稳定可靠。所谓稳定, 就是漂移小、重复性好; 所谓可靠, 笔者认为它应分为狭义和广义两种; 狭义可靠性主要指分析仪器的故障率, 它不能正确完整的表达可靠性的内涵; 而广义可靠性则指分析仪器的光度准确度(PA)、稳定性、故障率、售后服务; 我们讲分析仪器的可靠性好, 就是指 PA 好、稳定性好、故障率小、售后服务好^[1]。因此, 分析仪器的优劣, 要在分析测试工作中检验, 应由仪器分析工作者来评价。分析仪器的的好坏, 必须经过分析测试实际使用的检验才能下结论。所以, 分析仪器如果离开仪器分析技术, 就没有目标、就没有意义。

一台(或一种)新的分析仪器问世, 必定是来自分析测试工作的需要或仪器分工作的反复实践, 许多分析仪器都来自应用实践的需求。如: 20 世纪 80 年代中期, 中科院上海有机化学研究所的国际知名有机化学专家汪猷教授向笔者提出, 他在核酸的合成研究中发现: 由于 5 种核苷中有的对紫外吸收有吸收, 有的对紫外吸收没有吸收; 有的有天然荧光, 有的没有天然荧光; 国外用高压液相色谱(HPLC)分析测试时, 往往用两种检测器(紫外、荧光)串联检测, 这样会使峰形扩散, 会降低灵敏度。因此, 当时汪猷教授提出, 能否研制一种紫外/荧光同时检测的 HPLC 检测器? 笔者根据他的要求(实践需要), 在他的启发下, 与他紧密结合, 很快发明了一种紫外可见分光光度计和荧光光度计一体化设计、一机两用的新型仪器^[2]; 它作为 HPLC 检测器, 只需要 8 μ L 样品量, 一次进样, 就可得到试样的紫外和荧光两种信息。大大减少了试样的扩散, 具有很高的灵敏度。并且一次进样, 可将发荧光和不发荧光的核苷分开, 1988 年获得了国家发明奖。至今还未见国外报道过同类仪器。它就是分析仪器来自分析测试工作实践的一个很好的典型例子。

又如: 印度物理学家 Raman 在 1928 年发现了一种物理现象, 他用汞灯的 365nm 这条特征线照射某些化学物质时, 这些化学物质会发射出比 365 nm 波长长的光线。继续研究后, 搞清了有关的光散射理论问题, 并被命名为 Raman 散射^[2]。因不同物质的 Raman 散射光谱不同(可定性); 同一物质不同浓度的 Raman

散射光谱强度不同(可定量)。所以,后来化学家们将 Raman 散射的原理,应用在化学分析工作中,作定性和定量分析。不久,物理仪器学家很快作出了 Raman 分光光度计。今天,Raman 分光光度计已很成熟,它与红外分光光度计相互补充(红外是振动光谱,Raman 是转动光谱),在许多领域得到了非常广泛的应用。这一事实,也充分说明了分析仪器来自实践(应用),分析仪器离不开仪器分析技术。

还有,原子吸收分光光度计开始是无机领域的分析工具,大多用在冶金、地质、机械行业;但随着生命科学的发展,原子吸收分光光度计在生命科学中得到了广泛的应用。如:在生命有机化学领域、金属有机化学领域、医疗卫生行业,普遍用原子吸收分光光度计作对人体有毒有害元素的重金属元素(K、Na、Ca、Mg、Zn、Pb、Hg、Cd、AS 等)检测。还有人用原子吸收分光光度计作癌症的研究^[3],都得到了满意的结果。这也说明应用技术的发展推动了分析仪器技术的发展,也说明了分析仪器的发展离不开仪器分析测试技术的道理。

2 仪器分析离不开分析仪器

分析测试工作好比打仗,在现代战争中,军事实力的对比、战争的胜负主要取决于武器的先进程度;分析测试结果的可靠性或准确度,往往依靠分析仪器的先进程度。更具体的说,分析测试数据是否可靠,某种程度上,取决于分析仪器的主要技术指标。例如:目前在分析仪器中历史最悠久、使用最多、覆盖面最广的紫外可见分光光度计(UV/VISS),它是一种典型的、常规的、根据比耳定律设计制造的基础分析仪器。用它来对物质进行定量分析测试时,其测得的 PA,主要取决于仪器的杂散光^[4](SL)、噪声^[5](N)、光谱带宽^[6](SBW)、基线平直度^[7](BF)等主要技术指标。笔者的研究表明^[8]:如果某试样的吸光度为 0.5Abs,要求分析测试数据的相对误差在 1.0%以内时(药典规定,许多药都要求相对误差在 1.0%以内),则所用的 UV/VISS 的杂散光必须在 0.4% 以下、噪声^[5]必须在 0.005Abs 以下。否则,不可能得到合格的分析测试结果。又如:目前在无机化学、有机化学、生命科学、环境科学、材料科学等领域使用较多、发展很快的原子吸收分光光度计(AAS)也是如此,影响它的分析测试结果准确度的因素很多。笔者在实践中体会到,仅影响石墨炉原子吸收分光光度计分析测试结果准确度的因素大约有 40 个以上。而这些因素都直接与原子吸收分光光度计仪器的技术指标或质量有关。这 40 个因素中,只要有一个因素出问题,就不可能得到好的分析测试结果^[8]。这些事实充分说明分析测试结果的可靠性在某种程度上讲,取决于分析仪器的主要技术指标或质量。也充分说明仪器分析工作离不开分析仪器。

另外,仪器分析与分析仪器的的发展是密切相关的,往往分析仪器的的发展可以推动分析测试技术的发展。如:流动注射分析(Flow injection Analysis—以下简称 FIA),它是 1974 年丹麦的科学家 Ruzika 发明的一种分析技术。当时,许多分析化学家认为:早就有了流动分析技术,FIA 是多余的。但 HANSEN 和 Ruzika 很快将 FIA 仪器化,并在各个领域推广应用。事隔几年,很快使 FIA 得到了国际上广大科技工作者的认可。目前,FIA 已在全世界分析测试领域得到了非常广泛的应用。并且,它推动了分析测试技术的发展。由于 FIA 的出现,人们将它与原子吸收分光光度计联用后,使得过去不能用原子吸收分光光度计作的工作(海水中的某些微量稀有元素分析),现在能作了;过去不能解释的理论问题(吸收峰拖尾),现在可以解释了;过去分析速度慢的工作,现在分析速度快了。AAS 与 FIA 联用后,现在每小时可以分析 200 多个样品,这又说明分析测试技术与分析仪器的的发展是密切相关的,也说明分析仪器对分析测试技术的贡献。

又如:在生物技术领域的 DNA 测序研究中,由于仪器的限制,过去的几十年,只测试了 30 亿个核苷(DNA)中的 600 万个^[9]。后来,美国专家科学委员会认为:DNA 测序限速的主要原因是仪器和方法学跟不上。因此,美国国家拨款 30 亿美金,要求提前完成美国的人类基因组计划(对 30 亿个核苷的测序)。美国国家拨款后不久,HP 公司的专用 Biochip 扫描分析仪问世了^[9],它每小时可测试 65 万个 DNA。因此,目前美国的人类基因组计划已提前完成了任务。以上事实,进一步说明了仪器分析离不开分析仪器。

还有,2002 年的诺贝尔化学奖得主之一,是日本岛津的田中耕一。他之所以能得诺贝尔化学奖,是因为他发明了基体辅助激光解析—时间飞行质谱(MALP-TOF-MS)方法。这是一种对生物大分子进行确认和结构分析的新方法;他用激光照射成团的生物大分子,成功—将生物大分子相互完整地分开,并电离,再用时间飞行质谱来测量。这一发明,解决了世界上两大难题:第一,解决了成团的生物大分子的结构和成分不受

破坏地拆成单个分子的难点;第二,解决了用时间飞行质谱测量相对分子质量达到 50~60 万的生物大分子的难点。这一发明,使人类可以通过对蛋白质进行详细的分析,从而加深对生命进程的了解,将使新药开发发生革命性的变化,并在食品控制、癌症的早期诊断等领域有广泛的应用。但是,我们可以设想一下:如果没有先进的激光仪器和时间飞行质谱仪器,田中耕一能得到诺贝尔化学奖吗?回答是不能!这也说明仪器分析离不开分析仪器。

3 分析仪器工作者与仪器分析工作者应相互沟通

如前所述,分析仪器工作者作出的分析仪器是给仪器分析工作者使用的。因此,要求作出分析仪器“好用”。所谓“好用”,就是仪器“稳定可靠”,前面已讲过了,此不赘述。但是,由于许多分析仪器工作者,不了解使用者在如何使用分析仪器、不了解使用者的思路,结果,作仪器和用仪器的人脱节,互不沟通,所以,作出的分析仪器有时不大好用,甚至不好用,这是造成我国分析仪器落后的主要原因之一。

笔者认为:仪器分析工作者的任务就是“用好”分析仪器;要“用好”分析仪器,学问是很深的。笔者 40 多年来,既是制造者,又是使用者。积 40 年的实践,笔者体会到“用好”分析仪器是很难的;要“用好”一台分析仪器,使用者首先应初步了解所用分析仪器的主要结构,应认真搞清所用分析仪器主要技术指标的物理意义,特别应认真搞清所用分析仪器的主要技术指标对分析测试结果误差的影响,以及对主要技术指标的测试方法,以便自己经常检测仪器的技术指标,保证仪器在最佳状态使用。这样,才能用好仪器,才能保证分析测试工作误差最小,才能得到可靠的分析测试结果。

笔者认为:许多使用者,由于不了解分析仪器制造的难度,不了解自己所用分析仪器的结构,不熟悉自己所用分析仪器的技术指标(物理概念、对分析测试结果误差的影响、测试方法等),所以,往往用不好仪器。特别是目前有些使用者,在购买分析仪器时,往往要求分析仪器的技术指标越高越好,功能越全越好,甚至要求分析仪器理想化,以致分析仪器制造厂无法满足要求。而使用时,绝大多数指标和功能都用不上,造成很大的浪费。因此,笔者认为:仪器分析工作者与分析仪器工作者应相互沟通,互相谅解。

笔者感到,目前国内已有科技工作者开始注意分析仪器技术工作者与仪器分析工作者中的“沟通”问题。如:中国分析仪器学会光学分析仪器专业委员会和中国光学仪器学会物理光学仪器专业委员会,两个学会轮流主持联合召开年会,每年一次,到会者中一半是搞分析仪器制造的科技工作者,一半是使用分析仪器的科技工作者。在分析仪器年会上,让仪器分析工作者与分析仪器工作者都发表自己的论文、互相交流、讨论共同关心的学术问题;既交流工作经验,又讨论当前国际最新的前沿科学,气氛热烈,效果很好。笔者认为这是一种分析仪器工作者与仪器分析工作者互相“沟通”的最好办法之一,对提高我国的分析仪器水平将是大大有益的。又如,今年分析化学年会主办单位广西师范大学向笔者约稿,要求笔者在仪器分析和分析仪器的关系方面撰文。笔者认为这种作法,也是重视沟通仪器分析工作者和分析仪器工作者的关系的具体体现,同样是一种沟通的最好办法之一。无疑它对提高我国的分析测试技术水平将起到很好的推动作用。但令人感到遗憾的是目前这种作法还没有引起各种学术团体的普遍重视。又如:中国科学院主办了一个很好的学术刊物,刊名叫《分析测试技术与仪器》,是一份季刊,它是将分析测试技术和现代分析仪器技术有机的、紧密的结合在一起的、很有特色的刊物。它的栏目既有编委论坛、专论、分析测试技术新成果、分析测试新方法,又有大型仪器的开发研究、功能开发研究、大型仪器的维修等,真可谓丰富多彩、群星灿烂。该刊物在分析测试和分析仪器领域强调了 10 个新:即新进展、新动向、新理论、新成果、新技术、新方法、新用途、新功能、新仪器、新元部件。该刊物突出了作仪器和用仪器的人互相结合、互相沟通的创新意识,是一份很好的技术性的学术刊物。笔者认为:《分析测试技术与仪器》的办刊宗旨、指导思想很值得提倡。

还有,中国光学仪器学会物理光学仪器专业委员会也成功举办了一种学术刊物,刊名叫《光谱仪器与分析》(季刊),至今已出版了 51 期。每期的内容都包含有分析仪器制造、维修和分析仪器应用的文章,深受广大科技工作者欢迎。这同样是仪器分析工作者与分析仪器工作者沟通的一种好方法。

4 讨论

4.1 分析仪器制造者应多听使用者的意见,要与仪器分析工作者相互沟通

在分析仪器是否好用方面、在分析仪器怎样才算是好用方面,分析仪器制造者应认真的、虚心的听取使用者的意见。如某公司,在 AAS 仪器生产制造中,开始时对石墨炉的升温加热问题有所忽视,仪器的设置温度与显示温度不一致;有时使用者设置的干燥温度为 100 °C,但实际显示温度只有 30 °C;有时设置灰化温度为 500 °C,实际显示温度有 700 °C,还发现有一些其他问题。后来,该仪器制造厂召开用户座谈会,广泛、认真地听取了用户意见,并很快的、认真的作改进。目前,该公司的 AAS 在国内名列前茅。因此,笔者认为:仪器制造厂千万不能闭门造车,一定要认真听取用户意见。所以,笔者建议:分析仪器制造者应采取走出去(到用户中)请进来(请用户到厂里来)的办法,多与使用者接触。特别在新产品立项的时候,一定要请有实践经验的专家参加论证。但不能只请“文献专家”(只知道文献,不会动手、毫无实践经验的专家),否则,会把事情搞糟。如:某某厂有 60 多人,从 20 世纪 60 年代开始作圆盘单色仪,效益一直很好。在 20 世纪 80 年代初期,他们想作 UVS,但他们从未作过 UVS。于是他们请教两位搞药物分析的专家。实际上,这两位专家自己也从未作过 UVS,但他们指出:不要搞中、低档的 UVS,要搞就搞高档 UVS。这个厂相信了这两位专家的意见,立即向所在地的市科委申请代款 20 万元人民币来开发高档 UVS;在既没有认真请专家论证,也没有认真搞调查研究的情况下,就草率定方案,投入大批人力物力,匆匆上了马。但是,干了半年多,钱已花下去一半,发现不对头,没有那两位专家说的那么简单。在困难重重的情况下,再回头搞调查。可是为时已晚,仅管调查中发现了许多问题,但已经无法挽回、无法刹车了。这时,只好在这两位药物分析专家的鼓励下,硬着头皮继续干,干了两年,结果钱花光了,连低档 UVS 也作不出来;此时,20 万元人民币代款的还款时间已到,市里开始要求归还代款。厂里无力还款。最后,整个工厂被一家轴承厂兼并了。所以,分析仪器制造者应多听使用者的意见,但也不能盲从。因为使用专家大多数在怎么作仪器的方面并不熟悉。所以,要三思而后行。在听用户意见的同时,还要认真听取有经验的制造专家的意见。在某种程度上讲,认真听取有经验的制造专家的意见,关系到研制新仪器工作的质量,甚至关系到研制新仪器工作的成败。

4.2 仪器分析工作者不能苛求分析仪器工作者

仪器分析工作者在使用分析仪器过程中,一旦发现测试结果不正常,首先要找自己的仪器条件是否选择恰当、样品处理有无问题、环境条件是否合适,要先排除由于使用者使用不当而造成测试结果不正常的因素。而不能轻易责怪仪器,甚至马上就要求厂方派人来维修。如:某制药厂在用一台普及型的 UVS(仪器的 $\Delta T = 0.3\%$, $N = 0.005 \text{ Abs}$)检测苯甲酸时,发现仪器重复性差,无法得到准确的结果,使用者就认为仪器有问题。后经生产厂派工程师检查,发现是样品浓度太稀(吸光度仅为 0.005 Abs),超出仪器的正常允许的使用范围。所以,由于使用者自己的错误判断,使分析仪器制造厂的维修工程师白跑一次。又如:某大学一位刚毕业的硕士研究生,她用 UVS 作木质素;开始作得很好,她认为仪器很好,她也很高兴。但后来她作的木质素浓度很高,并且越来越高,她突然发现仪器的重复性差了;再往后,仪器开始出“怪峰”。她就判定仪器有问题,要求生产厂派工程师来维修。工程师检查结果,仪器是好的。最后发现是样品池沾染。经清洗样品池,问题很快解决了。还有,某制药厂的一位质检科长,她用某 UVS 作了很多药品检验,结果都很好。后来,有一次她作 B_{12} 分析,发现仪器不稳定,重复性差;她就要求生产厂来维修。生产厂的工程师来检查后,认为仪器没有问题,争吵了很久,最后电话咨询笔者。笔者告诉这位科长,指出她的 B_{12} 具有光解特性,并告诉她应如何避免样品光解来作这类样品分析。结果,也很快解决了问题。所以,仪器分析工作者不能苛求分析仪器工作者,碰到问题,首先要检查自己这方面的问题。笔者认为,在这些问题上,要提倡“易位思考”,因为,“易位思考”既可避免争吵,又有利于提高分析测试水平。

笔者还认为,使用者在选择仪器时,要从实际出发,要从六个方面来考虑;即:适用性(仪器性能、功能指标是否能满足使用要求)、可靠性(仪器的 PA,故障率,售后,稳定性如何)、智能性(自动化程度)、经济性(性能价格比)、工艺性(安装、使用、维修是否方便)、美学性(外形是否美观)。但不要过高的苛求仪器的技术指标和功能指标,以能满足使用要求为原则。这样既能解决问题,又节省开支。

4.3 共同努力,为提高我国的分析仪器水平和仪器分析水平而奋斗

目前,我国生产的分析仪器与国际先进水平的差距还很大,特别是大型、高档的分析仪器差距更大。如:高分辨率质谱、时间飞行质谱、核磁共振、FTIR 等就是。在常规的、基础的分析仪器(UVS、AAS、HPLC 和

GC等)方面稍好,但仍有较大差距。如:我国有26家企业在生产UVS,但除少数几家外,绝大多数都处在低水平的重复状态;又如,目前,我国有16家生产AAS的厂商,也是除少数几家外,绝大多数都处在低水平的重复状态。HPLC的情况更加严重,特别在这些基础仪器的可靠性上与国外差距更明显,还需花大力气追赶。

我国的仪器分析技术水平与国际上先进国家的差距也很大,特别是仪器分析技术人员的技术素质更是如此。如前面所讲的轻易责怪分析仪器而不找自己毛病的情况,就是典型例子。又如:许多AAS使用者,对石墨炉很不熟悉;往往一个很普通的分析工作,只要认真处理样品、认真选择仪器条件就能作出的结果,在他们那里就是作不出。但是,他们往往不检查自己的问题。如:有一次,一位作石墨炉AAS的分析测试人员对笔者说,某某厂的AAS仪器不好,他在使用该厂的AAS时,每作一次试验都要断一根石墨管。我问他干燥温度选多少,他说70℃。我说不行,因为70℃时水分蒸发不了,原子化温度2000℃多,石墨管肯定断。此类问题并不少见,为何?说到底,是分析测试技术水平低的原因。

综上所述,为了尽快提高我国的分析仪器水平和仪器分析技术水平。笔者呼吁:

第一,我国的分析仪器工作者应在沟通(接触)用户上狠下功夫,建议有关的分析仪器厂尽快建立用户协会,并定期召开用户协会会员代表会议(或用户座谈会),以便经常与广大用户保持密切联系,及时听取广大用户对产品的意见,不断改进自己的分析仪器产品,以便尽快提高我国的分析仪器水平。

第二,我国广大的分析仪器用户应认真了解所使用的分析仪器的技术指标(物理意义、这些技术指标对分析测试结果误差的影响、这些技术指标的简易测试方法),以便把仪器用到最佳状态,尽快提高我国的分析测试技术水平。

第三,我国与分析测试技术有关的学会、协会的理事会,应适当吸收有实践经验的分析仪器专家参加(但不能喧宾夺主)。我国与分析仪器有关的学会、协会的理事会,应适当吸收有实践经验的分析化学专家参加(也不能喧宾夺主)。同样,学术刊物的编委会也应如此。只有两方面的专家紧密结合,才有利于提高我国的仪器分析水平和分析仪器水平。

第四,我国的计量部门、分析测试部门都要关心、参与到提高我国的分析测试水平、提高我国的分析仪器水平的行列中来。如:我国的国家标准的制订、计量检定规程的制订、计量单位的统一、规范化等,都直接关系到我国分析测试水平和分析仪器水平的提高。只有多方面配合,大家共同努力,才有可能提高我国分析测试水平和提高我国分析仪器水平。

第五,建议我国的有关高校尽快设立“分析仪器与仪器分析”或“仪器分析与分析仪器”专业,以便使学生们在学习期间,就能把仪器分析与分析仪器结合起来认识,从而保证走上工作岗位后,能很好地把两种技术有机的结合。这将大大促进我国的分析仪器水平和分析测试技术水平的提高。

总之,笔者认为:我国的分析仪器生产者(分析仪器工作者)、分析仪器使用者(仪器分析工作者)、政府各有关部门、全社会各个方面都来共同努力,才能尽快提高我国的分析测试技术水平和分析仪器水平。

参考文献:

- [1] 李昌厚.再论中国分析仪器的十大关系[J].分析测试技术与仪器,2002(4):5.
- [2] 李昌厚.一种多功能UV/FL-1型紫外/荧光分光光度计的研制[J].中国仪器仪表学报,1991(2):15.
- [3] 李昌厚,孙吟秋.略论生命科学院仪器及其应用的最新进展[J].光谱仪器与分析,2002(1):51.
- [4] 李昌厚,孙吟秋.杂散光与吸光度误差和吸光度真值关系的研究[J].仪器仪表学报,2001,22(1):54.
- [5] 李昌厚,孙吟秋.光度噪声与吸光度误差和吸光度真值关系的研究[J].世界仪表与自动化,1999(增刊):257.
- [6] OWEN T. Fundamentals of UV-Visible Spectroscopy, Printed in Germany 09/06, HP Publication number 12-5965-5123E, 1995:58-60.
- [7] 李昌厚,孙吟秋.略论比耳定律及有关问题[J].光学仪器,1994,16(2):22.
- [8] 李昌厚,孙吟秋.略论原子吸收分光光度计的可靠性[J].光谱仪器与分析,2000(3):2.
- [9] HP, Biochip scan instrument, LAB, 2000, P2.

自动电位滴定与高速分析

方禹之

(华东师范大学化学系, 上海 200062)

一. 前言

二. 电位滴定法

1. 指示电极、参比电极
2. 电极电位的测定(对前级放大器的要求)
3. 电位滴定曲线和滴定终点的确定

$$E \longrightarrow V, \frac{\Delta E}{\Delta V} \longrightarrow V, \frac{\Delta^2 E}{\Delta V^2} \longrightarrow V$$

4. 指示电极的选择

三. 自动电位滴定

1. 自动电位滴定仪的工作方式

预置终点法、一次微分法($\frac{\Delta E}{\Delta V}$ 最高点)、二次微分法($\frac{\Delta^2 E}{\Delta V^2}=0$)

2. 预置终点法
3. 如何解决滴定速度问题
4. 如何模拟实现到达滴定终点时自动关闭问题

四. 展望与结束语

综论碳和硫的红外光谱法测定

田英炎¹, 张兴宝²

(1. 西安理工大学, 西安 710048; 2. 无锡英之诚仪器有限公司, 无锡 214151)

红外光谱法测定碳和硫的量, 是国内外公认的又好又快的分析方法。根据燃烧系统的不同, 有高频和红外光谱法; 管式炉红外光谱法; 还有我国特有的电弧炉红外光谱法。其中以电弧炉红外光谱法燃烧速度最快; 高频红外光谱法应用最广泛; 而管式炉红外光谱法生成 CO 的量最少。为了提高分析的精度与准确度, 工作实践中发现影响因素较多, 有仪器硬件问题, 也有分析方法问题。

本法综合了分析中的 10 个问题, 提示如下。

1 仪器分析性能的检验

1.1 冷热态基线试验

采用仪器分析条件, 不加坩埚和样品进行一次分析, 即冷态基线试验。同样采取上述的分析条件进行一次样品分析, 分析结束后不移走坩埚, 立即再执行一次不加样品和添加剂的分析, 即热态基线试验。此两次试验结果都应趋近于零($\rightarrow 0$)即仪器分析条件下空白为零, 说明仪器设置分析条件合理。

1.2 仪器分辨率(灵敏度)

分辨率: 碳和硫为 $1 \times 10^{-5} \%$ 。

分析精度: 测定低含量($\times 10^{-4} \%$ 级)样品进行分析, 碳、硫的分析精度在 $\pm 2 \times 10^{-4} \%$ 。

1.3 标样增减量试验

为了考虑减去空白后分析结果的线性, 在仪器上分析几个试样, 特别是低含量试样, 其结果表明, 碳和硫的分析结果都随试样的增减而比例的增减, 说明仪器分析线性良好。

1.4 仪器扩展性能

测定高碳和高硫, 如 90% 的碳量, 90% 的硫量, 是靠少称样, 利用仪器扩展性能来完成。根据高碳池和硫池的容量, 选定碳量 10~15 mg、硫量 1~3 mg, 否则会带来测量池的溢出。但也要关注称量误差和扩展误差。称量可用十万分之一的天平或用固体稀释技术(用万分之一的天平)。减少扩展误差, 添加剂需定量加入并合理扣除空白。用同种等量标准试样分析数次, 计算符合线性, 数据又接近, 说明扩展性好。

1.5 方法的精密度试验

按试验方法和仪器操作说明, 用同种样品连续测定 11 次, 所得数值越接近, 说明精密度越好。

2 坩埚的处理

普通坩埚碳空白值在 0.005% 以上, 因此使用前必须在 1 000~1 200 °C 的马弗炉内灼烧 4 h 以上, 这样处理, 对常量碳和半微量碳的测定精度不受影响。若用于超低碳分析, 还得在 1 300 °C 通氧气灼烧 1~2 h, 取出即用, 这样空白可能更小。也可以用“打底坩埚”即在坩埚中加入 0.5 g 纯铁、钨粒 1.5 g, 在高频炉中, 通氧燃烧, 冷后即用。此法处理, 坩埚空白值最小, 用来分析超低碳硫, 效果最好。也是降低坩埚碳空白非常有效的简便方法。

3 添加剂空白

钨系列助熔剂。如纯钨粒、钨+锡、钨+纯铁、钨+锡+纯铁等是高频常用的添加剂。

添加剂作为化学制品, 有规格要求。常量碳和硫测定, 要用分析纯, 低含量测定, 有时用光谱法纯或电子纯试剂, 要求杂质要少, 碳和硫含量要低。另外对添加剂的几何形状、粒度、空隙度等物理性能也应注意。如

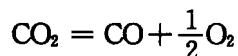
钨系列助熔剂,粒径在 0.84~0.42 mm,孔隙度 15%左右,这样透气性好,反应快,有利于氧化燃烧。要求添加剂的空白值要小,一般应小于被测元素碳和硫含量的 10%,此项要求对于高含量碳和硫的测定,不会引起很大的麻烦,而对于低含量碳和硫的测定,就是很大的问题。如碳和硫量均为 $5 \times 10^{-4}\%$ 的试样测定,要求钨添加剂中碳和硫含量均小于 $5 \times 10^{-5}\%$,若每次分析加入 1.5 g 钨粒助熔其含碳量应小于 $8 \times 10^{-5}\%$ 。而优良的国产钨添加剂空白值在 $3 \times 10^{-4}\%$ 以上,难以用于超低碳分析。经过研讨,国产的钨粒几何形态与进口的钨粒有差异,前者表面粗而不光,后者表面细而光滑,前者吸收环境中的 CO_2 较多,后者吸收环境中的 CO_2 较少。表面吸附引入空白。经过对国产钨助熔剂进行表面处理(化学抛光或洗涤),空白下降至 5×10^{-5} 左右,而且较稳定。达到并超过美国 LEDO 助熔剂的指标。可用于超低碳分析。另外选用太原纯铁助熔剂(C 型),其空白值在 $3 \times 10^{-4}\%$,而且较稳定。选用经升华结晶后的金属锡,其碳和硫的空白值均小于 $1 \times 10^{-4}\%$ 。由于分析时加入的量较少,因而能适用钢铁及合金钢中超低碳的分析。

4 表面吸附空白

空气中 CO_2 为 $3.94 \times 10^{-2}\%$,约占 0.04%,久置试样、标钢或添加剂,特别是粉末状的样品,表面积很大,吸附 CO_2 不可避免。在分析超低碳时,分析工作者常用乙醚、乙醇进行洗涤处理,以除去吸附碳量,然后烘干以后再做分析。但对于取样引起的表面渗碳增碳靠清洗是不行的,对于片状的试样,如球拍试样可用氧化铝对表面进行抛光。或用新研制的国产厚薄取样器取样,都能有效地减少表面增碳。

5 燃烧系统引入的差错

剧烈的燃烧会引发试样飞溅,使碳量测定结果不稳。温度过高又能导致生成的 CO_2 分解,反应式如下:



为了对分解趋势有定量的了解,笔者导出了二氧化碳的转化方程:

$$\alpha(\text{CO}_2) = 1/(1 + e^{-10.543+933.996.87/T})$$

利用上式可以计算不同温度条件下 CO_2 的分解率 α_T ,见表 1。计算表明:只有在高温下 CO_2 有明显分解。

表 1 不同温度下的 CO_2 的转化率

T/K	$\alpha_T/\%$	T/K	$\alpha_T/\%$	T/K	$\alpha_T/\%$	T/K	$\alpha_T/\%$
2 000	0.001 57	3 000	0.312 33	3 700	0.975 00	4 400	0.943 56
2 123	0.004 19	3 100	0.395 64	3 800	0.831 53	4 500	0.952 04
2 300	0.014 23	3 200	0.479 77	3 900	0.861 27	4 600	0.959 00
2 500	0.044 97	3 300	0.559 55	4 000	0.885 32	4 700	0.964 76
2 700	0.114 22	3 400	0.623 74	4 100	0.904 74	4 800	0.973 53
2 800	0.168 16	3 500	0.696 28	4 200	0.920 46	4 900	0.973 53
2 900	0.235 05	3 600	0.750 16	4 300	0.933 19	5 000	0.976 88

根据文献记载高频炉的最高温度可达 2 500 °C(即 2 773 K)约有 11%的 CO_2 转化为 CO,这是非常值得注意的问题。据此,可控制添加剂的加入数量,调低高频炉的功率,使燃烧温度降至 2 123 K 以下, CO_2 的分解率控制在 0.004%左右,对碳的分析好处多。此点已得到国际的共同认识,认为“用电阻加热炉或感应炉在较低温度下运行”,碳量的分析结果较稳定。

6 空白值的测定

空白值是氧气、助熔剂、坩埚及燃烧系统释放碳量、硫量的总和,测定方法有直接法和间接法。

间接测定法,又叫标准加入法,是加入已知量的标准样品,在分析条件下,测其碳量值或硫量值,得到的

空白(空白值=测量值-标准值)。可多次测量取其平均值。直接空白测量法,不加试样,只加添加剂,模拟分析条件下测得碳量与硫量,即为空白值,直接空白法通常按 1 g 输入,然而在测定样品时,试样可能不是 1 g,实际空白值通常按下式调校

$$\text{空白值} = \text{测量空白} \times \frac{1 \text{ g}}{\text{试样质量}}$$

为了保证空白值的代表性,空白补偿最好用 3 次以上测定的平均值,而且必须注意测定空白与分析试样条件的一致性。特别是加入的添加剂钨、锡、铁最好定量加入。特别是低碳、低硫的分析,空白值影响精度与准确度,要求空白值低而稳定。

7 标准物质

我们的经验是:分析什么材料,用什么材料的标准物质,最好是成分相似,含量相近。并选用近期生产的国家一级标准物质校准。这样校准有利于提高精度和准确度。如分析碳素钢用合金钢标样校准,结果偏高,就是因为成分的差异,引起不同的分解特性所致。然而对于 $\times 10^{-4}\%$ 级碳量的钢铁标样,国内外无商品出售,适宜校准物质,也在按不同的思路展开研究。

蔗糖在 30 s 内完全分解,峰锐,它分解出 CO 所占的比率小于 1% 和钢样分析所占的比率相似。同时,用蔗糖溶液可保证绘制工作曲线时能准确加入微量的碳,这是超低碳分析中比较乐意采用的化合物,选用基准物质,也有用低含量碳标钢解决,方法是减少加入标钢的量,使加标样的量按 1 g 计算碳量相当于 $\times 10^{-4}\%$ 级。均按 1.000 g 输入质量。试验结果见表 2。

表 2 标准增减加入法试验

样品质量/g	计算标准值 $w/\%$	测定值 $w/\%$	样品质量/g	计算标准值 $w/\%$	测定值 $w/\%$
0.999 8	0.003 4	0.003 36	0.149 0	0.000 507	0.000 50
0.482 4	0.001 64	0.001 60	0.104 3	0.000 355	0.000 36
0.390 3	0.001 327	0.001 35	0.099 3	0.000 317	0.000 31
0.249 5	0.000 848	0.000 91	0.049 3	0.000 168	0.000 16
0.175 5	0.000 576	0.000 56	0	0	0.000 01

用异样标准,虽有弊端,出于无奈,在实际工作中也多有应用。

8 试样

试样有可能引入污染。分析前先清洗表面,对超低碳、硫分析,应用丙酮、乙醚、酒精等试剂清洗,后用纯水清洗,热风吹干。对粉状等试样不易用试剂清洗,可用红外灯烘烤,以驱除水分和吸附气体。试样的几何形状对分析有影响。分析前,应加工成适宜分析的细粒或碎屑,以利于燃烧和熔化。试样的不均匀性会引起分析结果无规律的波动,又能产生个别数据离散性较大,此时,将试样细化(150 目)可有效地改善试验,也可用统计方法取得结果。试样的添加顺序,分析块状碎屑状样品,可放在添加剂以上,粉状样品可放在添加剂之间,易挥发,易飞样品可放在坩埚底部用添加剂复盖,或用锡箔包裹,这样有利于提高分析的精密度。试样的用量,有些试样如:硅铁的用样在 0.100~0.200 g 之间,超过 0.2 g 燃烧剧烈,飞溅严重,结果无规律波动;试样少于 0.1 g,分析误差大。选择 0.150 0 g 较为合适。试样的用量与试样的组成和性质相关。取量多少需通过试验决定。

9 水的干扰问题

水不仅影响碳的测定,对硫的测定影响更大。因此在红外分析仪器上常安有除水装置。水来自湿存水、结晶水、气象水、生成水。前两种可在 120 ℃ 和 300 ℃ 的烘箱中,经过 1~3 h 的烘烤除去。气象水与空气的湿度有关,阴雨季节,空气湿度在 90% 以上,开启炉子,湿空气进入分析系统,附着在系统管壁上,影响硫的

测定。解决此问题,需预烧试样 10 余次,用热气驱赶湿存水,此法麻烦多多。另外办法是加除湿剂,预烧 3 次,即可见效。生成水与试样的特性有关,例如硅橡胶,还有石油产品等有机物,试样是含氢的化合物,在通氧燃烧的过程中,氢与氧可生成水,影响硫的测定。对于硅橡胶中硫的测定,可加入抗湿剂,效果明显,可排除生成水的干扰。对于石油产品等有机物中硫的测定,单加抗湿剂尚有问题,必须在分析系统再加一个除水装置,而且易取易换,每测一个样品更铁一次除水装置,这样虽然麻烦,但测试效果尚好。

10 电子天平

称取试样是分析的基本环节,天平的精度(即灵敏度)非常重要。此处出现差错,影响分析结果。试样的称取量,一般在 0.100 0 g~1.000 g 之间。在特殊的情况下,称取量少至 0.000 1 g(即 1 mg)。这样少的量千分之一的天平称不出来,万分之一的天平会带来±10%的差错,需用十分之一的天平称量。此种天平只有少数单位才有,而与红外碳、硫分析仪配套的天平多为万分之一的电子天平。某单位要快速分析含硫量为 82% 的硫试样,称取量为 1~2 mg。此时采用了固体稀释技术(即称 100 mg 试样+9.900 g 固体稀释剂并混匀),分析时称取 0.100 g,内含试样 1 mg 解决了称量的难题。取得了又好又快的效果。

以上提出红外光谱法分析碳硫过程中的一些软技术问题,未尽之事尚多,此处不再赘述。

2010 年度《理化检验-化学分册》 杂志征订启事

《理化检验-化学分册》杂志创刊于 1963 年,系由上海材料研究所与机械工程学会理化检验分会联合主办的技术类刊物。主要报道材料的化学分析与仪器分析专业领域中的新方法、新技术、新设备以及国内外的研究方向。“面向生产、注重实用、反映动向、兼顾普及”是刊物的编辑方针,旨在最大程度地满足不同层次读者的需要。涉及的领域为机械、冶金、石油化工、环境科学、生命科学等。主要栏目有“试验与研究”、“工作简报”、“知识与经验介绍”、“综述”、“专题讲座”、“读者园地”、“动态与信息”、“实验室管理”等。

《理化检验-化学分册》为国内理化检验行业权威刊物,中国期刊方阵中双效期刊。已被列为全国中文核心期刊、中国科技论文统计用期刊、美国“CA 千种表”中我国化学化工类核心期刊、中国学术期刊(光盘版)和中国期刊网全文数据库及美国工程信息公司 Ei Page One 数据库收录期刊,中国科学引文数据库来源期刊、中国学术期刊(光盘版),中国期刊网收录期刊。

本刊为月刊,大 16 开本,每月 18 日出版,邮发代号:4-182,每册定价:15.00 元。

本刊地址:上海市邯郸路 99 号,邮编:200437,编辑部电话:021-65556775-263, 021-55882970,传真:021-65544911, E-mail: hx@mat-test.com, 投稿网址: www.mat-test.com。

2010 年度《理化检验-物理分册》 杂志征订启事

《理化检验-物理分册》杂志创刊于 1963 年,系中国机械工程学会理化检验分会和失效分析分会会刊,是国内理化测试专业领域最早、且具权威的一本应用类技术刊物,并被列为中国科技论文统计用期刊、中国科技核心期刊、中国科学引文数据库来源期刊、中国学术期刊(光盘版)、中国期刊网收录期刊、中国科学院《中国物理文摘》引用期刊和机械科学研究院《机械制造文摘·焊接分册》收录期刊。

《理化检验-物理学分册》主要报道材料的金相检验、材料物理性能与力学性能测试等专业领域的新技术、新方法、新经验,以及报道应用上述专业技术在新材料研制,先进工艺的制订,产品的质量控制及寿命评估和失效分析等领域取得的应用性成果。涉及的领域有机械、冶金、电力、石油化工、航空航天、建筑等。面向生产,注重实用,反映动向,兼顾普及为本刊的编辑方针。

本刊辟有试验与研究、试验技术与方法、质量控制与失效分析、综述、试验设备与应用、实践经验、标准化、专题讲座、动态和信息和实验室认可等栏目。

本刊为月刊,大 16 开本,每月 8 日出版,邮发代号:4-183,每册定价:10.00 元。

本刊地址:上海市邯郸路 99 号,邮编:200437,编辑部电话:021-65556775 × 361, 传真:021-65544911, E-mail: pt@mat-test.com 或 ptca@21cn.com, 投稿网址: www.mat-test.com。