

职业技能培训教程

ZHIYEJINENGPEIXUNJIAOCHENG

分析工基础知识

FEN XI GONG JI CHU ZHI SHI

中国石油天然气集团公司人事服务中心 编



中国石油大学出版社

CHINA PETROLEUM UNIVERSITY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

分析工基础知识/中国石油天然气集团公司人事服务中心编.

—东营:中国石油大学出版社,2005.4

ISBN 7-5636-1778-7

I. 分... II. 中... III. 石油产品—分析—技术培训—教材
IV. TE626

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 014221 号

丛 书 名: 职业技能培训教程

书 名: 分析工基础知识

作 者: 中国石油天然气集团公司人事服务中心

责任编辑: 邵 云(电话 0546-8391282)

出 版 者: 中国石油大学出版社(山东 东营 邮编 257061)

网 址: <http://cbs.hdpu.edu.cn>

电子信箱: sanbian@mail.hdpu.edu.cn

排 版 者: 中国石油大学出版社印刷厂排版中心

印 刷 者: 中国石油大学出版社印刷厂

发 行 者: 中国石油大学出版社(电话 0546-8392565,8399580)

开 本: 185×260 印张:32.375 字数:828 千字

版 次: 2005 年 10 月第 1 版第 1 次印刷

定 价: 38.00 元

职业技能培训教程

编审委员会

主 任：孙祖岭

副主任：刘志华 孙金瑜 徐新福

委 员：向守源 任一村 职丽枫 朱长根 郭向东
李钟磬 史殿华 马 富 关昱华 郭学柱
李爱民 刘文玉 熊术学 齐爱国 刘振勇
王家夫 刘瑞善 丁传峰 乔庆恩 申 泽
刘晓华 何坤琦 阿不都·热西提 郭 建
王阳福 郑兴华 赵忠文 刘孝祖 时万兴
王 成 商桂秋 赵 华 杨诗华 刘怀忠
杨静芬 纪安德 杨明亮 刘绍胜 姚 斌
何 明 范积田 胡友斌 多明轩 李 明
蔡新疆

前 言

为提高石油工人队伍素质,满足职工培训、鉴定需要,中国石油天然气集团公司人事服务中心继组织编写了第一批 44 个石油天然气特有工种的培训教程与鉴定试题集之后,又组织编写了第二、三批 106 个工种的职业技能鉴定试题集,并分别由石油工业出版社和中国石油大学出版社出版。根据企业组织工人进行培训和职工学习技术的需要,我们在第二、三批题库的基础上,又组织编写了第二批 32 个工种的工人培训教材。

本批教材只编写基础理论知识与相关专业知知识部分,内容、范围与题库基本一致,不分级别,与已编写出版的第二、三批题库配套使用,便于组织工人进行鉴定前培训。由于在公开印刷发行的习题集中,只选取了题库中的部分试题,因此本批教材对工人学习技术,提高知识技能将起到应有的作用。

分析工基础知识培训教材所讲述的理论涵盖以下工种:化工分析工、油品分析工、原油分析工、采油化验工、沥青化验工、水质监测工、大气环境监测工、水质检验工等工种。

分析工基础知识培训本教材由锦西炼化职业技能鉴定中心组织编写,商群慧任主编。其中第一部分和第二部分由李桂馨编写;第三部分由马俊贺编写。最后由李桂馨、董娇、金广琴、马俊贺、王承禧对全书各章节内容作了部分增删和定稿。感谢抚顺石化公司鉴定中心、辽阳石化公司鉴定中心、吉林石化公司鉴定中心、兰州石化公司鉴定中心、大连石化公司鉴定中心对本教材编写的大力支持。

由于编者水平有限,书中错误、疏漏之处请广大读者提出宝贵意见。

作 者

2005 年 10 月

目 录

第一部分 基础知识

第一章 化验室建设	(1)
第一节 化验室标准化	(1)
第二节 化验室安全	(11)
第三节 化验室的管理	(22)
第二章 化验室常用器材及基本操作技能	(26)
第一节 常用器材	(26)
第二节 常用电器设备	(39)
第三节 常用测量仪表	(47)
第四节 玻璃仪器的使用	(53)
第五节 分析天平	(61)
第六节 滴定分析基本操作	(73)
第七节 重量分析基本操作	(83)
第八节 其他常用的分析基本操作	(88)
第三章 分析化学中的计量单位及实验数据处理	(98)
第一节 计量单位	(98)
第二节 实验数据的处理与计算	(104)
第三节 有效数字的修约及计算规则	(132)
第四章 分析实验室用水	(137)
第一节 水及实验室用水规格	(137)
第二节 实验室用水的制备	(140)
第三节 分析实验室用水的贮存和选用	(150)
第五章 溶液的配制及浓度计算	(151)
第一节 溶液的基本知识	(151)
第二节 等物质的量规则及应用	(154)
第三节 化学试剂	(155)
第四节 溶液的配制及浓度计算	(161)
第六章 样品的采集与处理	(167)
第一节 样品的采集	(167)
第二节 样品的预处理	(179)

第二部分 化学分析

第一章 滴定分析法	(183)
第一节 概述	(183)
第二节 酸碱滴定法	(184)
第三节 沉淀滴定法	(207)
第四节 配位滴定法	(215)
第五节 氧化还原滴定法	(229)
第二章 称量分析法(重量分析法)	(244)
第一节 重量分析法简介	(244)
第二节 重量分析法中对沉淀形式的要求及沉淀剂的选择	(244)
第三节 影响沉淀纯度和溶解度的因素	(245)
第四节 沉淀的条件	(248)
第五节 沉淀法的基本操作	(250)
第三章 常用化学分离法	(253)
第一节 概述	(253)
第二节 沉淀分离法	(254)
第三节 萃取分离法	(256)
第四节 离子交换法	(262)
第五节 色谱分离法	(266)

第三部分 仪器分析

第一章 电化学分析	(274)
第一节 电化学基础知识	(274)
第二节 常用电极	(282)
第三节 直接电位法	(290)
第四节 电位滴定法	(294)
第五节 永停终点法	(298)
第六节 电解分析法	(299)
第七节 微库仑分析法	(302)
第八节 电导分析法	(317)
第二章 可见及紫外分光光度法	(321)
第一节 概述	(321)
第二节 光学及分光光度分析基础知识	(321)
第三节 分光光度法的应用	(343)
第四节 分光光度计	(348)

第五节	显色剂和显色条件·····	(357)
第六节	光度测定条件的选择·····	(363)
第七节	分光光度计的维护及实验技术·····	(365)
第三章	原子吸收光谱分析·····	(368)
第一节	概述·····	(368)
第二节	原子吸收光谱分析基本原理·····	(369)
第三节	原子吸收分光光度计·····	(373)
第四节	定量分析法·····	(384)
第五节	干扰及其消除·····	(385)
第六节	仪器的维护及实验技术·····	(390)
第七节	原子吸收分光光度法在石油化工分析中的应用·····	(399)
第四章	气相色谱法·····	(407)
第一节	概述·····	(407)
第二节	气相色谱分离原理·····	(412)
第三节	气相色谱定性分析及定量分析·····	(423)
第四节	气相色谱检测器·····	(430)
第五节	气相色谱的固定相·····	(439)
第六节	气相色谱气路系统·····	(449)
第七节	实验技术及仪器维护·····	(455)
第八节	色谱仪的数据处理系统·····	(465)
第五章	其他仪器分析简介·····	(469)
第一节	红外吸收光谱法·····	(469)
第二节	X 射线荧光光谱法·····	(482)
第三节	折光分析法·····	(492)
第四节	高效液相色谱法·····	(496)
参考文献 ·····		(507)

第一部分 基础知识

第一章 化验室建设

第一节 化验室标准化

质量管理与标准化虽然是两个不同的学科,但两者有着非常密切的关系。标准化是进行质量管理的依据和基础,标准化的活动贯穿于质量管理的始终,标准与质量在循环过程中互相促进,共同提高。

一、分析测试质量保证

随着科学技术的发展,很多测定,例如贸易、环境监测、临床化学等的测试,往往需要由几个实验室、地区的甚至国际性的协作来完成。对数据的可靠性和可比性也有更加严格的要求。分析测试的质量保证工作就显得更加重要。

分析测试的任务就是报告样品的测定结果及数据和信息。怎样衡量数据的质量?如果数据具有一致性而且它们的不确定度优于准确度目标,就认为这些数据有合格的质量。确认测量数据达到预定目标的步骤称为质量保证,它包括两个方面:

质量控制——为产生达到质量要求的测量所遵循的步骤。

质量评定——对质量控制系统和数据质量进行评价的步骤。

质量控制的基本要素有人员、仪器、方法、样品、环境五项。

为了使分析的全过程处于管理状态,应按图 1-1-1 所列的质量保证体系运行。

从质量保证体系可以看到,这五个要素是相互联系的,要求有可靠的分析测试方法、符合要求的仪器设备、合格的试剂及材料、具备一定素质的分析人员和符合要求的工作环境。

质量评定是对测量过程进行监督的方法,分为实验室内部(室内)和实验室外部(室间)的质量评价。

质量评价的一般方法有:用重复测定评价方法的精密度;用已知含量或特性的标准物质或内部参考标准作平行测定以评价方法的系统误差;交换仪器设备、交换操作者;与权威的方法比较测定结果等。

二、标准

国家标准 GB 3935.1—1996《标准和有关领域的通用术语 第一部分:基本术语》对标准和标准化有明确的定义,即:

标准:为在一定的范围内获得最佳秩序,对活动或其结果规定共同的和反复使用的规则、导则或特性文件。该文件经协商一致制定并经一个公认机构的批准。

标准化:为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和重复使用的

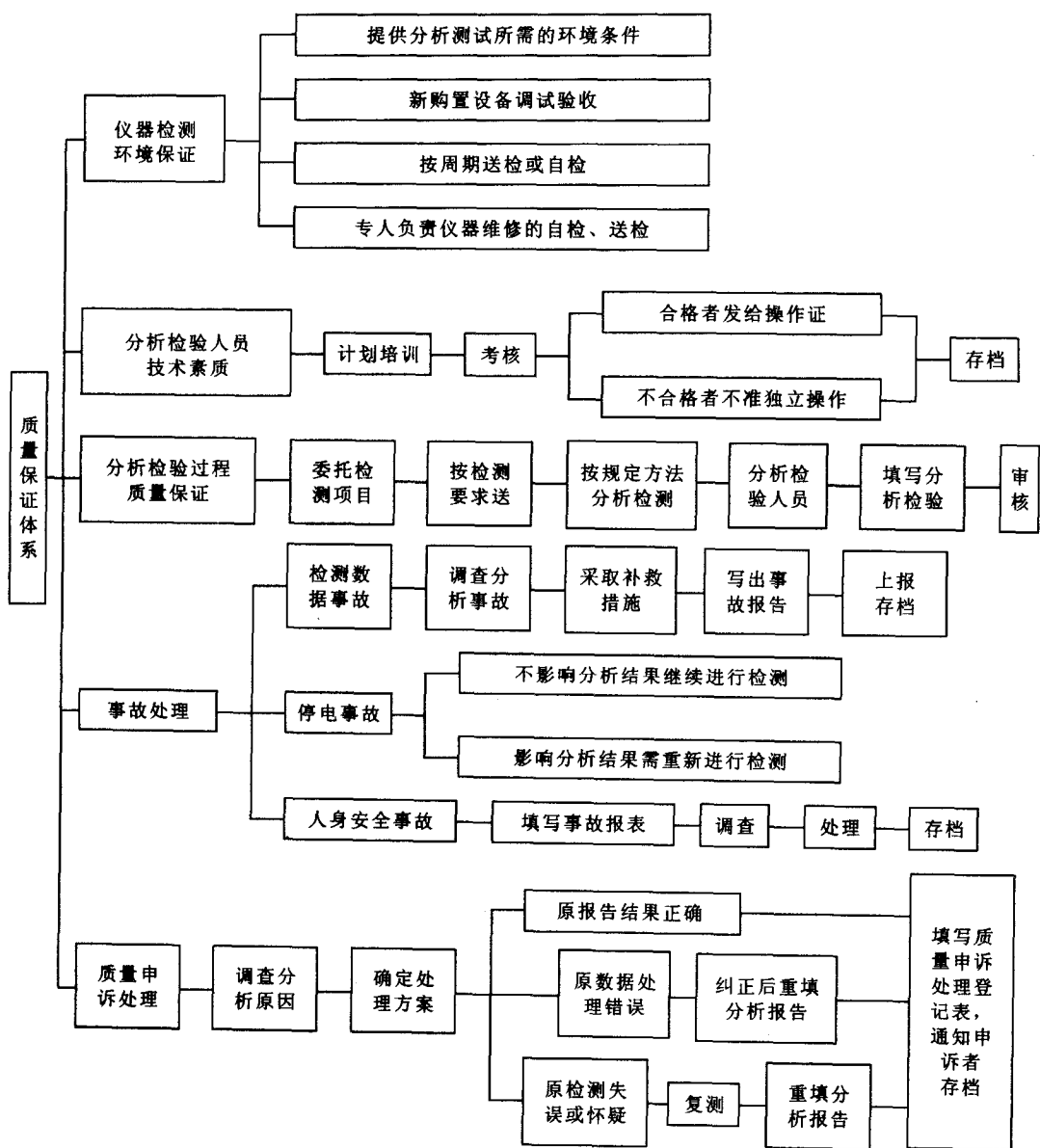


图 1-1-1 质量保证体系框图

规则的活动。

由上述定义可见,标准是一种特殊文件,是现代化科学技术成果和生产实践经验相结合的产物,它来自生产实践,反过来又为发展生产服务,标准随着科学技术和生产的发展不断完善提高。而标准化是一种活动,主要是指制定标准、宣传贯彻标准、对标准的实施进行监督管理、根据标准实施情况修订标准的过程。这个过程不是一次性的,而是一个不断循环、不断提高、不断发展的运动过程。每一个循环完成后,标准化的水平和效益就提高一步。

标准是标准化活动的产物。标准化的目的和作用,都是通过制定和贯彻具体的标准来体现的。所以标准化活动不能脱离制定、修订和贯彻标准,这是标准化最主要的内容。

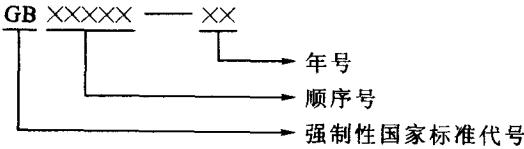
根据标准适用范围的不同,按《中华人民共和国标准化法》规定,将我国的标准分为四个等级,即国家标准、行业标准、地方标准和企业标准。另外,为了适应高新技术标准化发展快和变化快等特点,国家标准化行政主管部门于1998年通过《国家标准化指导性技术文件管理规定》,出台了标准化体制改革的一项新举措,即在四级标准之外,又增设了一种国家标准化指导性文件,作为对四级标准的补充。

(一) 国家标准

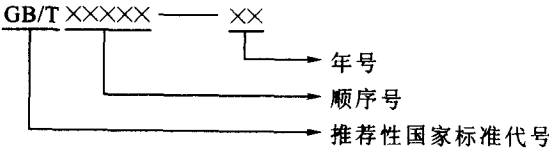
国家标准是由国家的官方标准化机构或国家政府授权的有关机构批准、发布,在全国范围内统一和适用的标准。中华人民共和国国家标准是对全国经济技术发展有重大意义,必须在全国范围内统一的标准。对需要在全国范围内统一的技术要求,应当制定国家标准。我国国家标准由国务院标准化行政主管部门编制计划和组织草拟,并统一审批、编号和发布。

我国国家标准的代号,用“国标”两个字汉语拼音的第一个字母“G”和“B”表示。强制性国家标准的代号为“GB”,推荐性国家标准的代号为“GB/T”。国家标准的编号由国家标准的代号、国家标准发布的顺序号和国家标准发布的年号三部分构成。

强制性国家标准编号:



推荐性国家标准编号:

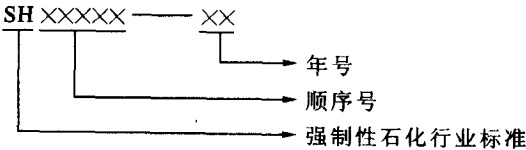


(二) 行业标准

中华人民共和国行业标准是指我国全国性的各行业范围内统一的标准。《中华人民共和国标准化法》规定:“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。”行业标准由国务院有关行政主管部门编制计划,组织草拟,统一审批、编号、发布,并报国务院标准化行政主管部门备案。行业标准是对国家标准的补充,行业标准在相应的国家标准实施后,自行废止。

行业标准代号由国务院标准化行政主管部门规定。目前,国务院标准化行政主管部门已批准发布了58个行业标准代号。例如石油化工行业标准的代号为“SH”。行业标准的编号由行业标准代号、标准顺序号及年号组成。

同样,行业标准也分为强制性标准和推荐性标准。例如:



(三) 地方标准

中华人民共和国地方标准是指在某个省、自治区、直辖市范围内需要统一的标准。对没有

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和卫生要求,可以制定地方标准。制定地方标准的项目,由省、自治区、直辖市人民政府标准化行政主管部门确定。地方标准由省、自治区、直辖市人民政府标准化行政主管部门编制计划,组织草拟,统一审批、编号、发布,并报国务院标准化行政主管部门和国务院有关行政主管部门备案。地方标准不得与国家标准、行业标准相抵触,在相应的国家标准或行业标准实施后,地方标准自行废止。

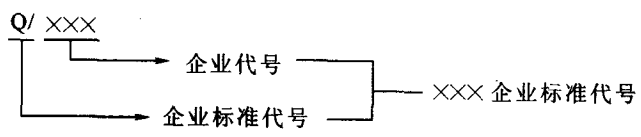
地方标准的代号,由汉语拼音字母“DB”加上省、自治区、直辖市行政区划代码前两位数,再加斜线、顺序号和年号共四部分组成。

(四) 企业标准

企业标准是指企业所制定的产品标准和在企业内需要协调、统一的技术要求和管理、工作要求所制定的标准。企业生产的产品在没有相应的国家、行业标准和地方标准时,应当制定企业标准,作为组织生产的依据。在有相应的国家标准、行业标准和地方标准时,国家鼓励企业在不违反相应强制性标准的前提下,制定充分反映市场、用户和消费者要求的,严于国家标准、行业标准和地方标准的企业标准,在企业内部适用。

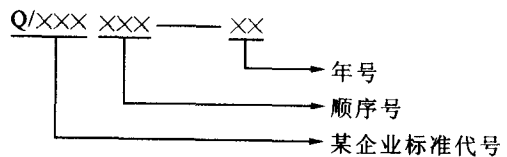
企业标准由企业制定,由企业法人代表或法人代表授权的主管领导批准、发布,由企业法人代表授权的部门统一管理。企业的产品标准,应在发布后 30 日内办理备案。一般按企业隶属关系报当地标准化行政主管部门和有关行政主管部门备案。

企业标准的代号为“Q”。某企业的企业标准的代号由企业标准代号 Q 加斜线再加企业代号组成,即



企业代号可用汉语拼音或阿拉伯数字或两者兼用组成。

企业标准的编号:由该企业的企业标准的代号、顺序号和年号三部分组成,即:



(五) 国家标准化指导性技术文件(中国)

国家标准化指导性技术文件:出台国家标准化指导性技术文件(简称指导性文件),是为仍处于技术发展过程中(如变化快的技术领域)的标准化工作提供指南或信息,供科研、设计、生产、使用和管理等有关人员参考使用。符合下列两种情况之一的项目可制定指导性文件:

第一,技术尚在发展中,需要有相应的标准文件引导其发展或具有标准化价值,尚不能制定为标准的项目;

第二,采用国际标准化组织、国际电工委员会及其他国际组织(包括区域性国际组织)的技术报告项目。

指导性文件不宜由标准引用使其具有强制性或行政约束力。

指导性文件由国务院标准化行政主管部门编制计划,组织草拟,统一审批、编号、发布。指

导性文件的制定按《国家标准管理办法》和 GB/T 16733—1997《国家标准制定程序的阶段划分及代码》的有关规定办理。

国家标准化指导性技术文件的代号由大写汉语拼音字母“GB/Z”构成。国家标准化指导性技术文件的编号,由指导性技术文件的代号、顺序号和年号组成。

(六) 国际和国外先进标准

为了促进技术进步,提高产品质量,消除国际贸易中的技术壁垒,使产品和企业步入国际统一的大市场,我国的一项重要技术经济政策是采用国际标准和国外先进标准。到 1990 年底,我国的国家标准中,采用国际标准和国外先进标准的已达到 39%,近几年来更加快了采用国际和国外先进标准的步伐。

国际标准:由国际性标准化组织制定并在世界范围内统一使用。目前是指国际标准化组织(ISO)、国际电工委员会(IEC)、国际电信联盟(ITU)所制定的标准,以及被国际标准化组织确认并公布的其他国际组织制定的标准。

国外先进标准:是指未经 ISO 确认并公布的其他国际组织的标准、发达国家的国家标准、区域性组织的标准、国际上有权威的团体标准和企业(公司)标准中的先进标准。

有影响的区域性标准要求有:欧洲标准化委员会(CEN)标准,欧洲电工标准化委员会(CENELEC)标准,欧洲电信标准学会(ETSL)标准,欧洲广播联盟(EBU)标准,太平洋地区标准会议(PASC)标准,亚洲、大洋洲开放系统互联研讨会(AOW)标准,亚洲电子数据交换理事会(ASEB)标准等。

国际上有权威的团体标准主要有:美国国家标准(ANSI)、美国军用标准(MIL)、德国国家标准(DIN)、英国国家标准(BS)、日本工业标准(JIS)、法国国家标准(NF)、意大利国家标准(UNI)、俄罗斯国家标准(GOST)等。

国际上有权威的团体标准主要有:美国材料与试验协会标准(ASTM)、美国食品与药物管理局(FDA)标准、美国石油学会标准(API)、英国石油学会标准(IP)、美国保险商实验室安全标准(UL)、美国电气制造商协会标准(NEMA)、美国机械工程师协会标准(ASME)、德国电气工程师协会(VDE)标准、英国劳氏船级社《船舶入级规范和条例》(LR)等。

国际标准是世界各国进行贸易的基本准则和基本要求。《中华人民共和国标准化法》规定“国家鼓励积极采用国际标准”。采用国际标准和国外先进标准是我国一项重要的技术经济政策,是技术引进的重要组成部分。

我国标准采用国际标准或国外先进标准的程度分为两种:

(1) 等同采用。所谓等同采用是指内容相同,没有或仅有编辑性修改,编写方法完全对应。等同采用相当于国际上的翻译法。

(2) 修改采用。所谓修改采用是指在技术内容上有差异,并把这些差异按规定标示。

我国标准采用国际标准或国外先进标准程度的表示方法见表 1-1-1。

表 1-1-1 采用国际标准或国外先进标准程度的表示方法

采用程度	符 号	缩写字母
等 同	≡	idt 或 IDT
修 改	≡	mod 或 MOD

采用 ISO 标准的两种采用程度在我国国家标准封面上和首页上表示方法如下:

GB ××××—×××× (idt ISO ××××:××××)

GB ××××—×××× (mod ISO ××××:××××)

标准的种类分为综合标准、产品标准、方法标准、安全标准、卫生标准、环境保护标准等。应用时可以查阅有关资料。下面列举三类:

(1) 综合标准。综合标准包括质量控制和技术标准。如 GB 1.4—88《化学分析方法标准编写规定》;GB 8170—87《数值修约规则》;GB 3360—82《数据的统计处理和解释 均值的估计和置信区间》;GB 4883—85《数据的统计处理和解释 正态样本异常值的判断和处理》;GB 1250—89《极限数值的表示方法和判定方法》;GB 601—88《标准滴定溶液的制备》等。

(2) 产品标准。产品标准包括各种被分析的产品的技术条件、分级及质量指标。

(3) 分析方法标准。这类标准有基础标准与通用方法。如石油产品密度测定法、石油产品热值测定法等各种仪器分析法通则。更大量的是各种产品,如钢铁、有色金属、水泥、各种无机及有机化工产品的分析方法。

标准方法是经过试验论证,取得充分可靠的数据的成熟方法,而不一定是技术上最先进、准确度最高的方法。制定一个标准方法经历时间较长,花费较习,因此其制定总是落后于需要。标准化组织每隔几年就要对已有的标准进行修订,颁布一些新的标准。因此使用标准方法时要注意是否已有新的标准替代了旧标准。另外,测试中是否采用标准方法要根据分析的目的及送样者的要求而定。

三、标准物质

为了保证分析测试结果具有一定的准确度,并具有可比性和一致性,必须使用标准物质校准仪器、标定溶液浓度和评价分析方法。在考核测试人员及监控测量过程中也可应用标准物质。

标准物质是一种计量标准。我国 1986 年由国家计量局颁布的标准物质的定义为:已确定其一种或几种特性,用于校准测量器具、评价测量方法或确定材料特性量值的物质。

标准物质要求材质均匀、性能稳定、批量生产、准确定值、有标准物质证书(标明标准值及定值的准确度等内容)。

在我国最早开始研制和应用标准物质的是冶金工业。近年来,化工、石油、地质、建材等部门也都相继开展研制和应用。现在我国已有标准物质 1 000 余种。

(一) 标准物质的分级和分类

在我国标准物质分为两个级别:一级标准物质代号为 GBW;二级标准物质代号为 GBW(E)。一级标准物质由国家计量行政部门审批并授权生产。采用绝对测量法定值或由多个实验室采用准确可靠的方法协作定值。主要用于研究与评价标准方法、对二级标准物质定值等。二级标准物质是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。二级标准物质常称为工作标准物质,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保证值。

我国参照国际上常用的分类方式将标准物质分为 13 类:钢铁(1);有色金属(2);建筑材料(3);核材料与放射性材料(4);高分子材料(5);化工产品(6);地质(7);环境(8);临床化学与医药(9);食品(10);能源(11);工程技术(12);物理学与物理化学(13)。

(二) 一些常用的标准物质

表 1-1-2 列出了一些与化验分析关系密切的常用标准物质。

表 1-1-2 常用标准物质

类 别	名 称 ^①
高纯试剂标准物质	碳酸钠纯度标准物质(以下略去“纯度标准物质”)、乙二胺四乙酸二钠、氯化钠、重铬酸钾(E)、邻苯二甲酸氢钾(E)、氯化钾(E)、草酸钠(E)、三氧化二砷(E)
元素分析标准物质	乙酰苯胺元素分析标准物质(以下略去“元素分析标准物质”)、间氯苯甲酸(E)、茴香酸(E)、胱氨酸、磷酸三苯酯中磷(E)、苯甲酸(E)、脲(E)
高纯农药标准物质	敌百虫(E)、速灭威(E)、甲胺磷(E)、氰戊菊酯(E)等
氯化钾电导率标准物质	71.135 2(KCl g/kg 溶液),真空中;四种浓度
高聚物相对分子质量标准物质	窄分布聚苯乙烯相对分子质量标准物质(E)
熔点标准物质(一、二级)	对硝基甲苯、萘、苯甲酸、1,6-己二酸、对甲氧基苯甲酸、蒽、对硝基苯甲酸、蒽醌
pH 标准物质(一、二级)	四草酸氢钾(pH 1.68)、酒石酸氢钾(pH 3.56)、邻苯二甲酸氢钾(pH 4.00)、混合磷酸盐(pH 6.86)、硼砂(pH 9.18)
热值标准物质	苯甲酸(纯度 99.999%)
高纯气体标准物质	高纯一氧化碳、氢气(E)、氮气(E)、纯一氧化氮(E)、纯硫化氢(E)、纯一氧化碳(E)、纯二氧化碳(E)、甲烷气(E)、丙烷气(E)等
成分气体标准物质	空气中甲烷气体、氮中乙烯气体、氮中乙烷、甲烷、丙烷、乙烯、异丁烷混合气体等
环境水质标准物质	水中铜、锌、铅、镉、铁、锰、镍、总铬成分分析标准物质;水中氯根、硝酸根、硫酸根成分分析标准物质

①“E”为二级标准物质。

(三) 标准物质的应用

1. 用于校准分析仪器

理化测试仪器及成分分析仪器,如酸度计、电导仪、量热计、色谱仪等都属于相对测量的仪器,在制造时需要进行刻度,即用标准物质的特定值来决定仪表的显示值,如 pH 计,需用 pH 标准缓冲物质配制 pH 标准缓冲溶液来定位,然后测定未知样品的 pH 值。电导仪需用已知电导率的标准氯化钾溶液来校准电导率。成分分析仪器要用已知浓度的标准物质校准仪器。

2. 用于评价分析方法

采用与被测样品组成相似的标准物质以同样的分析方法进行处理,测定样品的回收率,比加入简单的纯品测定回收率方法更简便可靠。其具体操作是:选择浓度水平、化学组成和物理形态合适的标准物质与样品进行平行测定,如果标准物质的分析结果($\bar{x} \pm t \cdot s / \sqrt{n}$)与证书上所给的保证值($A \pm U$ 标准值 $\pm$ 总不确定度)一致(指 $|x - A| \leq [(t \cdot s / \sqrt{n})^2 + U^2]^{1/2}$),则表明分析测定过程不存在明显的系统误差,样品的分析结果可靠,可近似地将精密度作为分析结果的准确度。

3. 用做工作标准

(1) 制作工作曲线。仪器分析大多是通过工作曲线来建立被测物质的量和某物理量的线性关系来求得测定结果的。过去,分析工作者大多采用自己配制的标准溶液制作工作曲线,由于各实验室使用的试剂纯度、称量和容量仪器的可靠性、操作者技术熟练程度等的不同,影响测定结果的可比性。而采用标准物质做工作曲线,使分析结果建立在一个共同的基础上,使数据更为可靠。

(2) 给物料定值。在测量仪器、测量条件都正常的情况下,用与被测物基体和含量接近的

标准物质与样品交替进行测定,测出被测物的结果。

4. 提高实验室间的测定精密度

在多个实验室进行合作实验时,由于各实验室条件不同,使合作实验的数据发散性较大。比如,各实验室工作曲线的截距和斜率的数值不同,如果采用同一标准物质,用标准物质的保证值和实际测定值求得该实验室的修正值,以此校正各自的数据,可提高实验室间测定的再现性。

5. 用于分析化学的质量保证

分析质量保证负责人可以用标准物质考核、评价分析者和实验室的工作质量,作质量控制图,使共同任务的检测工作的测量结果处于质量控制中。

6. 用于制定标准方法、产品质量监督检验、技术仲裁

在拟定测试方法时,需要对各种方法值比较试验,采用标准物质可以评价方法的优劣。在制定标准方法和产品标准时,为了求得可靠的数据,使用标准物质作工作标准。

产品质量监督检验机构为确保其出具的数据的公证性与权威性,采用标准物质评价其测定结果的准确度及进行其检验能力的监视。

在商品质量检验、分析仪器质量评定、污染源分析监测等工作中,当发生争议时,需要用标准物质作为仲裁的依据。

四、化验室环境

化验室环境是指实验室内的温度、湿度、气压、空气中的悬浮微粒含量及污染气体成分等。其中有些参数影响仪器的性能,有些参数直接影响样品测定的结果。例如,温度过低,使天平的变动性增大;湿度过大,使电子仪器和光学仪器的性能变差;空气中的微粒和污染成分对痕量分析影响很大,甚至在室内吸烟都会影响分析结果。

五、化学试剂和材料

(一) 化学试剂

在分析工作中,从取样、样品处理直至进行测定都要用到化学试剂,正确选择化学试剂的等级是分析测试质量保证的重要内容。很多测定需要使用作为标准物质的化学试剂来标定标准溶液或标定仪器刻度。这在“溶液配制”及“标准物质”部分中都会提及。水是用量最大的试剂,分析实验室用水的规格参见第四章。

试剂中某些杂质含量过高会增加空白值,称为“试剂空白”,而空白值则决定了该方法能测定的最小值。在痕量分析中,实验用水的杂质、空气中的灰尘、器皿等的污染也是引起空白值增加的原因。

试剂超过规定的贮存期应重新配制,如滴定分析的标准溶液在常温(15~25℃)下,保存期一般不得超过2个月。

(二) 器皿材料

处理样品、配制和贮存标准溶液需要使用各种材料组成的器皿如烧杯、坩埚、试剂瓶等。如选用不合适,可能引起被测组分的吸附损失或污染。化验室常用器材的详细介绍见第二章。

六、计量器具的校准

计量器具是指能用以直接或间接测出被测对象量值的装置、仪器、仪表、量具。定期校验计量器具已纳入国家法规。

在规定条件下,为确定测量仪器或测量系统所指示的量值,或实物量具所代表的量值(参考物质),与对应的由标准所复现的量值之间关系的一组操作,称为校准。

校准的主要含义有两点,即:

(1) 在规定的条件下,用参考标准对包括实物量具或参考物质在内的测量仪器的特性赋值,并确定其示值误差。

(2) 将测量仪器和代表的量值,按照比较链和校准链,将其溯源到测量标准复现的量值上。

校准的主要目的有四点,即:

- ① 确定示值误差,并确定其是否处于预期的允差范围之内;
- ② 得出标称值偏差的报告值,并调整测量仪器或对示值加以修正;
- ③ 给标尺标记赋值或确定其他特性,或给参考物质的特性赋值;
- ④ 实现溯源性。

校准的依据是校准规范或校准方法,通常对其应作统一规定,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。

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。一个被检定过的测量仪器也就是根据检定结果,已被授予法制特性的测量仪器。

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。所谓强制检定,是指由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。我国计量法规定,对计量标准器具及用于贸易结算、安全防护、医疗卫生、环境监测 4 个方面的工作计量器具以及我国对社会公用计量标准,部门和企业、事业单位的各项最高计量标准由计量部门进行强制检定,未按规定申请检定或检定不合格的不得使用。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;检定周期由执行强检的技术机构按照计量检定规程,结合实际情况确定。与分析检测有关的强制检定的计量器具为:尺、面积计、玻璃液体温度计、砝码、天平、密度计、分光光度计、比色计及各种成分分析仪器等。

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,对强检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。

校准和检定的主要区别可归纳为以下 5 点,即:

(1) 校准不具法制性,是企业自愿溯源行为;检定则具有法制性,属计量管理范畴的执法行为。

(2) 校准主要确定测量仪器的示值误差;检定则是对其计量特性及技术要求符合性的全面评定。

(3) 校准的依据是校准规范、校准方法,通常应作统一规定,有时也可自行制定;检定的依据则是检定规程。

(4) 校准通常不判断测量仪器合格与否,必要时也可确定其某一性能是否符合预期的要求;检定则必须做出合格与否的结论。

(5) 校准结果通常是出具校准证书或校准报告;检定结果则是合格的发检定证书,不合格的发不合格通知书。

七、化验室检验工作的管理

为保证质量监督检验工作进行,出具准确可靠的数据,除按质量监督保证体系的规定管理外,化验室具体技术工作还必须进行科学管理、做出有关规定。下面主要阐述保证出具数

据的准确度和质量监督方面的规定。

(一) 分析室资料

分析室资料齐全,包括以下内容:

- (1) 负责检验样品的标准文本、有关的基础标准、方法标准。
- (2) 所用仪器的使用说明书齐全、所有仪器的操作规程齐全。
- (3) 各种规章制度齐全,本岗位的工作职责、各室各类人员工作标准及程序文件齐全。
- (4) 本室所承担的分析样品的名称、频度控制项目应列成表格挂在墙上。
- (5) 本岗位所用的分析原始记录、质量报告单齐全,格式、内容符合要求。

(二) 原始记录

原始记录是通过一定的表格形式对质量检验各程序最初数据和文字的记载。它是计量测试数据准确、可靠、公正的主要依据。对原始记录作如下规定:

(1) 检验原始记录要有一定的格式,内容齐全。一般包括编号、品名、来源、批号、代表量、采样日期、检验日期、标准号、检测项目、实测数据、计算公式、检验结论、三级审查签字。

(2) 原始记录必须直接真实地填写,不得转抄,不得用铅笔书写。字迹端正、清晰,数字处理准确。

(3) 对于容易丢失的单篇记录,例如记录图、自动数据记录器记录结果等,必须保存在正式的参考文件或工作手册中。也可以按日装订好。

(4) 如测试数据用微机处理,测试结果应进行“硬性复制”。例如数据存储于磁带、磁盘、光盘等载体时,必须在原始记录和存储数据之间互相做出标记,以便清楚地辨认。

(5) 检验记录必须有量程的记载,以便能够确定可能的误差源,而且必要时能够在原来条件下进行重复测定。

(6) 质量检验机构所属单位的其他人员,如确因工作需要,查阅原始记录时,应征求领导同意履行批准手续,方可查阅。

(7) 原始记录涂改率应不大于1%,记录人应在更改处划一横线并盖章。

(8) 原始记录应建立档案,由资料室按规定时间保存。

(三) 检验报告管理规定

检验报告分内部检验报告和外部检验报告。内部是指控制分析向车间报告的分析结果。外部是指化验室出厂产品的检验报告。

检验报告是检验机构计量测试工作的最终结果,其检验质量直接体现了一个质量检验机构工作质量的好坏。为此对检验报告作如下规定:

(1) 检验报告必须具有一定的格式,其内容包括:产品名称、生产日期、取样日期、分析日期、代表量、检验项目、控制指标、实测数据、检验结论、标准代号、三级审查签字。

(2) 中控检验报告可根据需要制定格式及其内容。

(3) 检验报告的填写,所有项目应填写齐全、不空项,应无差错,不得涂改。

检验报告的填写要符合:

① 报出的数值一般应保持与标准指标数值的有效位数一致。

② 对于杂质的测定,如果在规定的仪器精度如试验方法的情况下没有测出数据,只能以“未检出”的字样报出结果,绝不能报“0”或“无”,也可以报小于指标。

③ 如果检测出杂质的含量远离指标界限时(指小于),报出结果可保留一位有效数字。例如,工业合成乙醇中的甲醇含量不大于0.02%,测定结果为0.0035%,则报出值为0.004%。