

普通高等教育规划教材

# 工业 分析

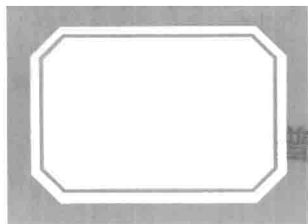
★ 第二版 ★

李广超 主 编  
田久英 副主编

GONGYE FENXI



化学工业出版社



普通高等教育规划教材

# 工业分析

## 第二版

李广超 主 编

田久英 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书集理论性与实践性为一体，在考虑知识系统性的同时，注重实用性，体现新标准、新方法、新仪器。

全书共分十一章，比较详细地介绍了试样的采集和制备、煤质分析、硅酸盐分析、冶金工业分析、石油产品分析、化工生产分析、肥料分析、气体分析、工业用水和工业污水分析、农药分析等内容，简单介绍了制浆造纸、塑料和合成橡胶以及日用化学品分析等内容。

本书为高等院校工业分析专业或应用化学专业工业分析方向的教材，也可以作为高等职业院校相关专业、中等职业教育相关专业以及从事分析工作人员的参考书。

### 图书在版编目(CIP)数据

工业分析/李广超主编. —2版. —北京: 化学工业出版社, 2014.6  
普通高等教育规划教材  
ISBN 978-7-122-20407-3

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

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 076171 号

---

责任编辑: 王文峡

责任校对: 宋 夏

装帧设计: 韩 飞

---

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: 北京市振南印刷有限责任公司

印 订: 三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张16 $\frac{3}{4}$  字数432千字 2014年8月北京第2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: 32.00 元

版权所有 违者必究

# 前 言

本教材第一版自 2007 年出版以来，深受广大读者的欢迎。近年来，随着国家标准的更新和新标准的发布以及新技术的不断涌现，原教材中的部分内容已显得陈旧或不适宜，需对教材进行修订，以适用于教学改革的要求，满足广大读者的需要。

本次修订在保持第一版特点的基础上，对部分内容进行适当补充和调整，从而使该书更具条理性、实用性和系统性。修订的具体内容体现在四个方面：

一是根据国家标准的更新，对煤质分析、硅酸盐分析、钢铁分析、石油产品分析中有关概念、分析项目、产品的技术规格、项目的分析方法、分析步骤、分析过程中的某些条件等相关内容应进行修改。

二是增加了多个分析项目。如煤中碳、氢和氮的测定，硅酸盐水泥中三氧化硫、氯离子、一氧化锰、硫化物及游离氧化钙等项目的分析，石油及石油产品分析中硫、有机氯及原油中硫化氢、甲基硫醇和乙基硫醇的测定，工业废水分析中钼酸盐的分析等。

三是充实近年来实践中采用的新方法、新技术和新仪器。如煤中全硫的红外光谱分析法、用 X 射线荧光光谱分析测定锰矿石中多种元素、波长色散 X 射线荧光（WD-XRF）光谱法测定石油产品中的硫等。

四是增加部分练习题。在原来练习题的基础上增加部分选择题、填空题和计算题。

本书由李广超任主编，田久英任副主编，王兴汉、屠树江、王香善、孟庆华、卢菊生等参与了修订。顾明华、黄一石、袁红兰、丁敬敏、凌昌都、张小康、穆华荣、杨永杰、王炳强、王凯、吉分平、李志富、盛晓东、丁邦东、张红、王利人等提出了宝贵建议，化学工业出版社在本书的编写和出版方面给予了大力支持，在此一并表示感谢。

由于编者水平有限，再加上时间仓促，不妥之处在所难免，诚望广大读者批评指正。

编者  
2014 年 4 月

# 第一版前言

工业分析是分析化学在工业生产中的应用，其内容十分广泛，涉及制造业中的 30 个小类。

本教材的章节是按照人们习惯的工业分类安排的，比较详细地介绍了试样的采集和制备、煤质分析、硅酸盐分析、冶金工业分析、石油产品分析、化工生产分析、肥料分析、气体分析、工业用水和工业污水分析、农药分析等内容，简单介绍了制浆造纸、塑料和合成橡胶及日用化学品分析等内容。既体现了内容和知识的系统性，又与同类教材的体系安排相对一致，使读者容易接受，力求做到既有较广泛的适用性，又注重实用性。如将以往相关教材中的“水质分析”一章改为“工业用水和工业污水分析”，所讲述的内容也是以工业锅炉用水和循环冷却水等有关分析项目和国家标准方法为基础编写的，以区别环境监测中有关的水分析项目和方法，更符合工业分析所应该讲述的内容。近年来，我国矿石等原材料进口量逐年增加，成为金属矿石进口大国，全国各地的出入境检验检疫局及相关单位对从事金属矿石检验工作的人员要求不断增加。为此将金属矿石分析增加到钢铁分析和有色金属分析的内容中，并合并为“冶金工业分析”一章，既充实了冶金工业分析的内容，又加强了教材的适用性。

本教材以介绍国家标准方法为主要内容，并采用小字简单介绍了有关项目分析的新方法和新仪器，不但可以拓宽读者的视野，而且可以加强理论和实际的紧密联系，使学生在走上工作岗位前就能了解这些仪器，这对学生综合素质的提高和快速适应工作岗位的要求会有一定的帮助。

在编写上尽量避免相似内容的重复，力求做到语言简练，以减少篇幅。另外，在第一章至第九章后安排了填空题、选择题和计算题等不同类型的练习题，便于加强学生对所学知识的巩固了解和练习。

本书由李广超编写，在编写过程中得到了卢菊生等同行的帮助，顾明华、黄一石、袁红兰、丁敬敏、凌昌都、张小康、穆华荣、杨永杰、王炳强、王凯、吉分平、李志富、盛晓东、丁邦东、张红、王利人等提出了宝贵建议。化学工业出版社在本书的编写和出版方面给予了大力支持，在此一并表示感谢。

由于编者水平有限，难免有疏漏和欠妥之处，诚望广大读者批评指正。

编者  
2007 年 5 月



# 目 录

绪论	1	二、电量-重量法	41
一、工业分析的任务和作用	1	第五节 煤中氮的测定	43
二、工业分析的对象和特点	1	一、半微量开氏法	43
三、工业分析项目	2	二、半微量蒸汽法	44
四、工业分析方法	3	第六节 煤发热量的测定	45
五、质量检验的方式和步骤	4	一、发热量的表示方法	45
习题	4	二、发热量的测定方法——氧弹 式量热计法	45
第一章 试样的采集、制备与分解	5	习题	50
第一节 试样的采集	5	第三章 硅酸盐分析	52
一、采样的基本术语、采样原则和 基本要求	5	第一节 概述	52
二、固体样品的采集	6	一、天然硅酸盐	52
三、液体样品的采集	10	二、人造硅酸盐	52
四、气体样品的采集	13	第二节 硅酸盐系统分析	54
第二节 试样的制备	15	一、经典分析系统	54
一、制样的基本程序	15	二、快速分析系统	55
二、样品的保存	16	第三节 水分和烧失量的测定	57
第三节 试样的分解	16	一、水分的测定	57
一、湿法分解法	17	二、烧失量的测定	57
二、干法分解法	17	第四节 二氧化硅的测定	58
三、其他分解法	18	一、氯化铵重量法	58
习题	19	二、氟硅酸钾容量法	61
第二章 煤质分析	21	第五节 三氧化二铁的测定	63
第一节 概述	21	一、EDTA 滴定法	63
一、煤的组成和分类	21	二、原子吸收分光光度法	64
二、煤的分析项目	21	第六节 三氧化二铝的测定	65
第二节 煤的工业分析	23	一、EDTA 直接滴定法	65
一、水分的测定	23	二、铜盐返滴定法	66
二、灰分的测定	27	三、铬天青 S 分光光度法	67
三、挥发分的测定	29	第七节 二氧化钛的测定	67
四、煤中固定碳含量的计算及不同 基的换算	30	一、苦杏仁酸置换-铜盐溶液返滴定法	68
第三节 煤中全硫的测定	33	二、二安替比林甲烷分光光度法	68
一、艾氏卡法	33	第八节 氧化钙的测定	69
二、高温燃烧-酸碱滴定法	34	一、总氧化钙的测定	69
三、库仑滴定法	36	二、硅酸盐水泥中游离氧化钙的测定	71
四、高温燃烧-红外光谱法	38	三、氧化镁含量的测定	72
第四节 煤中碳和氢的测定	38	第九节 其他项目的测定	74
一、元素炉法	38	一、一氧化锰的测定（高碘酸钾氧化分 光光度法）	74
		二、氧化钾和氧化钠的测定	

(火焰光度法) .....	75	硫醇的测定 .....	128
三、三氧化硫的测定(硫酸钡重量法) .....	75	第六节 其他项目的测定 .....	128
四、硫化物的测定(碘量法) .....	75	一、苯胺点的测定 .....	128
五、氯离子的测定(硫氰酸铵容量法) .....	76	二、水分的测定 .....	129
习题 .....	77	三、碘值的测定 .....	130
<b>第四章 冶金工业分析</b> .....	79	四、车用汽油辛烷值的测定 .....	130
第一节 金属矿石分析 .....	79	习题 .....	131
一、铁矿石中全铁的测定 .....	79	<b>第六章 化工生产分析</b> .....	133
二、铜矿石中铜的测定 .....	80	第一节 概述 .....	133
三、锰矿石中锰的测定 .....	81	一、基础化学原料 .....	133
四、锌矿石中锌的测定 .....	83	二、化学原料生产分析 .....	134
五、铅矿石中铅的测定 .....	84	第二节 硫酸生产分析 .....	134
六、铀矿石中铀的测定 .....	85	一、矿石中硫的测定 .....	134
第二节 钢铁分析 .....	85	二、净化气和转化气分析 .....	136
一、钢铁中碳的测定 .....	86	三、工业硫酸分析 .....	139
二、钢铁中硫的测定 .....	91	第三节 碳酸钠生产分析 .....	144
三、钢铁中磷的测定 .....	95	一、母液分析 .....	144
四、钢铁中锰的测定 .....	97	二、工业碳酸钠分析 .....	146
五、钢铁中硅的测定 .....	100	第四节 工业乙醇分析 .....	150
六、钢铁中合金元素的测定 .....	101	一、乙醇含量的测定 .....	151
第三节 有色金属及合金分析 .....	102	二、硫酸试验 .....	151
一、铜及铜合金分析 .....	102	三、氧化试验 .....	152
二、铝及铝合金分析 .....	103	四、醛的测定 .....	153
三、锌及锌合金分析 .....	106	五、杂醇油的测定 .....	155
四、钛和钛合金分析 .....	107	六、甲醇的测定——变色酸比色法 .....	157
五、其他有色金属及合金分析 .....	107	七、酯的测定 .....	158
习题 .....	108	习题 .....	159
<b>第五章 石油及石油产品分析</b> .....	110	<b>第七章 肥料分析</b> .....	161
第一节 密度的测定 .....	110	第一节 氮肥分析 .....	161
一、密度瓶法 .....	110	一、氮的测定 .....	161
二、密度计法 .....	111	二、尿素的质量分析 .....	163
三、韦氏天平法 .....	112	第二节 磷肥分析 .....	168
第二节 馏程的测定 .....	113	一、有效磷的测定 .....	168
第三节 黏度的测定 .....	115	二、游离酸的测定 .....	172
一、动力黏度的测定 .....	116	第三节 复混肥分析 .....	173
二、运动黏度的测定 .....	118	一、复混肥中钾含量的测定——四苯硼	
三、条件黏度的测定 .....	119	酸钠重量法 .....	173
第四节 闪点和燃点的测定 .....	121	二、复混肥中游离水分的测定——真	
一、克利夫兰开口杯法 .....	121	空烘箱法 .....	174
二、宾斯基-马丁(Pensky-Martens)		习题 .....	175
闭口杯法 .....	123	<b>第八章 气体分析</b> .....	177
第五节 元素和化合物的测定 .....	125	第一节 化学分析法 .....	177
一、硫的测定 .....	125	一、吸收法 .....	177
二、原油中有机氯的测定 .....	128	二、燃烧法 .....	183
三、原油中硫化氢、甲基硫醇和乙基		第二节 仪器分析法简介 .....	186

一、气相色谱法 .....	186	二、商品农药采样方法 .....	230
二、电导法 .....	187	第二节 农药理化性能测试 .....	231
三、库仑法 .....	187	一、水分的测定 .....	231
四、热导法 .....	187	二、乳液稳定性的测定 .....	232
五、红外光谱法 .....	187	三、热贮稳定性的测定 .....	232
六、气体分析仪 .....	187	四、低温稳定性的测定 .....	233
第三节 气体分析应用实例 .....	189	五、丙酮不溶物的测定 .....	233
一、天然气的主成分分析 .....	189	六、乳化剂苯不溶物的测定 .....	234
二、半水煤气分析 .....	192	第三节 农药分析实例 .....	234
三、天然气中硫化氢的测定 .....	196	一、氧乐果分析 .....	234
习题 .....	197	二、多菌灵原药分析 .....	236
<b>第九章 工业用水和工业废水分析</b> .....	199	三、氰戊菊酯原药分析 .....	239
第一节 工业用水分析 .....	199	<b>第十一章 其他工业生产分析简介</b> .....	241
一、pH 值的测定 .....	200	第一节 制浆造纸分析 .....	241
二、电导率的测定 .....	201	一、概述 .....	241
三、浊度的测定 (福马胂浊度) .....	203	二、造纸植物纤维原料的化学成	
四、悬浮固形物和溶解固形物的测定 .....	205	分分析 .....	242
五、碱度的测定 .....	206	三、纸浆化学成分分析 .....	243
六、硬度的测定 .....	207	四、化学助剂分析 .....	244
七、氯化物的测定 .....	209	第二节 塑料和合成橡胶分析 .....	245
八、硫酸盐的测定 .....	210	一、概述 .....	245
九、磷酸盐的测定 .....	210	二、增塑剂主要性能指标分析 .....	246
十、钼酸盐的测定 .....	211	三、防老剂、硫化促进剂分析 .....	247
十一、溶解氧的测定 .....	212	四、丁苯橡胶生产分析 .....	249
十二、铜的测定 .....	214	第三节 日用化学品分析 .....	252
第二节 工业废水分析 .....	215	一、洗涤用品分析 .....	252
一、高氯废水中化学需氧量 (COD)		二、化妆品分析 .....	252
的测定 .....	215	三、香料分析 .....	252
二、挥发酚的测定 .....	218	<b>附录</b> .....	254
三、铬的测定 .....	220	附录一 实验室常用酸碱的相对密度、质量	
四、铅的测定 .....	221	分数和物质的量浓度 .....	254
五、镉的测定 .....	222	附录二 实验室常用基准物质的干燥方法	
六、汞的测定 .....	223	(干燥温度和干燥时间) .....	254
七、氰化物含量的测定 .....	224	附录三 常用化合物的相对分子质量	
习题 .....	227	$M_r$ (1985 年) .....	254
<b>第十章 农药分析</b> .....	229	<b>参考文献</b> .....	257
第一节 概述 .....	229		
一、农药分类 .....	229		



# 绪 论

## 一、工业分析的任务和作用

工业分析 (industrial analysis) 的任务是研究工业生产的原料、辅助材料、中间产品、最终成品、副产品及各种废物组成的分析检验方法, 它不仅是分析化学在工业生产中的具体应用, 而且是一门融化学、物理、物理化学及数理统计等知识为一体的综合性应用学科。

工业分析的作用是客观、准确地评定原料和产品的质量, 检查工艺流程是否正常, 从而能够及时正确地组织生产, 经济合理地使用原料、燃料, 及时发现问题, 减少废品, 提高产品质量, 提高企业的经济效益等。因此, 工业分析有指导和促进生产的作用, 是国民经济行业制造业中不可缺少的一种专门技术, 被誉为工业生产的“眼睛”, 在工业生产中起着“把关”的作用。

## 二、工业分析的对象和特点

在《国民经济行业分类》标准 (GB/T 4754) 中, 把行业共分为: 20 个门类, 96 个大类, 432 个中类, 1100 个小类。在 20 个行业门类中, 与工业分析内容有关的主要归属于制造业, 另外还包括电力、热力、燃气及水生产和供应业的部分相关内容。在制造业中, 有 31 个大类 (见表 1)、175 个中类和 542 个小类。从大的范围来说, 这 31 个制造业大类都属于工业分析的研究对象, 可见工业分析的研究对象多, 范围广。但考虑到教材篇幅的限制, 本教材主要介绍化学原料、化学制品、非金属矿物制品、黑色金属冶炼、有色金属冶炼、石油加工、橡胶和塑料制品等制造业以及煤质等相关项目的分析。

表 1 我国制造业分类表

大类	类别名称	大类	类别名称
13	农副食品加工业	29	橡胶和塑料制品业
14	食品制造业	30	非金属矿物制品业
15	酒、饮料和精制茶制造业	31	黑色金属冶炼和压延加工业
16	烟草制品业	32	有色金属冶炼和压延加工业
17	纺织业	33	金属制品业
18	纺织服装、服饰业	34	通用设备制造业
19	皮革、毛皮、羽毛及其制品和制鞋业	35	专用设备制造业
20	木材加工和木、竹、藤、棕、草制品业	36	汽车制造业
21	家具制造业	37	铁路、船舶、航空航天和其他运输设备制造业
22	造纸和纸制品业	38	电气机械和器材制造业
23	印刷和记录媒介复制业	39	计算机、通信和其他电子设备制造业
24	文教、工美、体育和娱乐用品制造业	40	仪器仪表制造业
25	石油加工、炼焦和核燃料加工业	41	其他制造业
26	化学原料和化学制品制造业	42	废弃资源综合利用业
27	医药制造业	43	金属制品、机械和设备修理业
28	化学纤维制造业		

工业生产和工业产品的性质决定了工业分析具有如下特点。

### 1. 分析对象的物料量大

工业分析所涉及的物料量非常大, 往往数以千吨、万吨计, 但进行分析时只能测定其中

很少的一部分，因此，科学合理地采取具有代表性的分析试样是工业分析的重要环节，是获得准确可靠的分析结果的先决条件。

### 2. 分析对象的组成复杂

工业物料的组成是比较复杂的，在分析测定某组分时，常常受到共存组分的干扰，因此，在选择分析方法时，必须考虑到共存组分的影响。另外，测定同一种组分，可选择分析方法也有多种，因此选择一种能满足准确度要求的分析方法是一个分析工作者需要认真考虑的问题。

### 3. 分析试样的处理复杂

分析中的反应一般在溶液中进行，但有些物料却不易溶解，需要采用熔融或烧结的方法来制备分析溶液。由于对试样处理的成功与否将直接影响分析结果，因此，试样处理也是工业分析的重要环节。要求分析工作者必须选择适当的试样分解方法，以利于分析测定。

### 4. 分析的任务广

工业分析的研究对象十分广泛，不同的工业产品具有不同的分析项目和分析方法，即便是同一产品也有多个分析项目，因此分析任务十分广泛。分析时要求在保证一定准确度的前提下，尽可能地快速化。

## 三、工业分析项目

工业分析项目是由工业产品质量特性所决定的。各种工业产品的质量特性可以概括为适用性、可靠性、安全性、寿命和经济性等。其中，工业产品的适用性是指产品适合一定的用途，满足人们需要所具备的特性。它包括产品的内在特性，如产品的结构、物理性能、化学成分、可靠性、精度、纯度等；也包括产品的外在特性，如形状、外观、色泽、气味、包装等；还有经济特性如成本、价格、使用维修费等，以及其他方面的特性如污染公害等。工业产品的不同特性，区别了各种产品的不同用途，同时也决定了具有不同的工业分析项目。

工业分析主要注重于化学成分和部分物理性能的测试，概括起来可以分为以下几个方面。

### 1. 物理性能测试

工业产品的物理性能与物质的本质、结构和纯度等有着密切关系，是检验产品质量的重要参数。常见的物理性能主要包括密度、粒径、黏度、光泽度、白度、硬度、比旋光度、折射率、沸点和沸程、熔点、结晶点、闪点和燃点等。

### 2. 水分的测定

产品质量标准对许多工业产品中水分的含量有明确要求，因此，水分的含量是工业分析的一项重要分析项目。常见的测定方法有重量法、蒸馏法、卡尔·费休法、近红外分光光度法、气相色谱法等。

### 3. 灰分和烧失量的测定

物质经过高温灼烧后的残留物称为灰分，表示被测定物质中无机物成分大致含量。在灼烧过程中失去的质量称为烧失量，表示被测定物质中有机物大致含量。这些指标可以作为某些工业产品质量控制的重要指标。

### 4. pH 值和酸碱度的测定

pH 是测定样品中  $H^+$  的浓度，酸度是指能与强碱作用的物质的量，碱度是指能与强酸作用的物质的量。在工业分析中，工业用水、工业废水、工业废弃物及某些工业产品需要测定 pH 值和酸碱度。常用电位法测定 pH 值，用酸碱滴定法测定酸碱度。

## 5. 元素和化合物的测定

元素和化合物的测定是工业分析中最常见的和最重要的分析项目。从元素来说有金属元素和非金属元素；从化合物来说有金属化合物和非金属化合物，有无机物和有机物。

## 四、工业分析方法

由于工业分析对象广泛，分析项目和测定要求是多种多样的，因此分析方法也是多种多样的。按照方法原理，可分为化学分析法、物理化学分析法和物理分析法；按照分析任务，可分为定性分析、定量分析和结构分析、表面分析、形态分析等；按照分析对象，可分为无机分析和有机分析；按照试剂用量，可分为常量分析、微量分析和痕量分析；按照分析要求，可分为例行分析和仲裁分析；按照完成分析的时间和所起的作用不同，可分为快速分析和标准分析；按照分析测试程序的不同，可分为离线分析和在线分析。

### 1. 快速分析法和标准分析法

快速分析法的特点是分析速度快，但分析误差往往比较大。常用于车间控制分析（俗称中控分析），主要是控制生产工艺过程中的关键部位。

标准分析法的特点是准确，是进行工艺计算、财务核算和评定产品质量的依据。常用来测定原料、半成品和成品的化学组成，也用于校核和仲裁分析。

标准方法中又分为国际标准、国家标准、行业标准、地方标准和企业标准。

国际标准是指由国际性组织所制定的各种标准。其中最著名的是由国际标准化组织制定的 ISO 标准和由国际电工委员会制定的 IEC 标准。

中国的国家标准是由国务院标准化行政主管部门国家标准局发布，代号“GB”表示强制性国家标准，代号“GB/T”表示推荐性国家标准。

### 2. 离线分析和在线分析

通过现场采样，把样品带回实验室处理后进行测定的方法称为离线分析（off-line analysis）。采用自动取样系统，将试样自动输入分析仪器中进行分析的方法称为在线分析（on-line analysis）。

离线分析是传统的工业分析方式，得到的分析结果相对滞后于实际生产过程。因此，当出现生产异常情况时不能及时进行调整，有可能会影响生产的正常进行，甚至出现事故。为了及时了解实际生产的真实情况，需要及时得到分析结果，这就需要采用在线分析方式。

在线分析是伴随着生产过程的自动化而出现的，从 20 世纪 30 年代开始把分析仪器直接用于钢铁工业、化学工业和火力发电等工业生产流程上。20 世纪 60 年代以后，在线分析的研究和应用更加普遍，特别是随着电子技术的发展和计算机的广泛应用，使在线分析技术有了很大的发展。由于在线分析具有分析速度快、自动化程度高、结果准确、操作简单、可实现连续监测等优点，目前已在冶金工业、石化工业、煤炭工业、化肥工业、水泥工业、食品工业、原子能工业及环境保护方面得到了广泛应用。

### 3. 工业分析方法的选择

工业分析方法很多，选择合适的分析方法是非常重要的。通常，选择分析方法要考虑如下几个因素。

(1) 有国家强制性标准方法的必须选择国家标准方法，没有国家标准方法的可以选择行业标准、地方标准或企业标准。

(2) 从分析方法的准确度和灵敏度方面考虑，应首先选择能满足分析目的要求的方法。

(3) 从分析速度方面考虑，在能满足分析结果准确度要求的基础上，优先选择分析速度

比较快的方法。因为分析工作进行的速度有时也能影响工业生产的完成时间，影响效益。

(4) 从分析成本方面考虑，在能满足分析结果要求的基础上，尽量选择分析成本较低的方法。因为分析成本的降低也有助于企业提高效益。

(5) 从环境保护方法考虑，应尽量选择不使用或少使用有毒有害的试剂、不产生或少产生有毒有害物质而符合环保要求的方法。

在选择分析方法时，还应考虑分析样品的性质、共存物质的情况、实验室的实际条件等多方面的因素，权衡利弊，科学合理地进行选择。

## 五、质量检验的方式和步骤

质量检验是对产品的一项或多项质量特性进行观察、测量、试验，并将结果与规定的质量要求进行比较，以判断每项质量特性合格与否的一种活动。

(1) 质量检验的方式 按检验的数量可分为全数检验和抽样检验；按质量特性值可分为计数检验和计量检验；按检验方法可分为理化检验、感官检验和生物检验；按检验后检验对象的完整性可分为破坏性检验和非破坏性检验；按检验的地点可分为固定检验和流动检验；按检验目的可分为生产检验、验收检验、监督检验、验证检验和仲裁检验；按供需关系可分为第一方检验、第二方检验和第三方检验。

(2) 质量检验的步骤 根据产品标准明确检验项目和各个项目质量要求；规定适当的方法和手段，借助检验仪器设备等测定产品的技术指标；把测试得到的数据同标准和规定的质量要求相比较；根据比较的结果，判断单个产品或批量产品是否合格；记录所得到的数据，并把判断结果反馈给有关部门，以便促使其改进质量。

## 习 题

1. 从互联网查找《国民经济行业分类》标准（GB/T 4754），了解国民经济行业分类中的大类、中类和小类。
2. 通过互联网分别查找 5 个有关工业产品的强制性国家标准和推荐性国家标准分析方法。

# 第一章 试样的采集、制备与分解

## 第一节 试样的采集

从被检的总体物料中取得有代表性的样品的过程叫采样。采样的目的是采取具有代表性的分析试样。若分析试样不能代表原始物料的平均组成，即使后面的分析操作很准确，也是徒劳的，其分析结果也是不可靠的。因此，用科学的方法采取供分析测试的分析试样是分析工作者的一项十分重要的工作。

### 一、采样的基本术语、采样原则和基本要求

#### 1. 采样的基本术语

(1) 采样单元 (sampling unit) 具有界限的一定数量物料。这里的界限可能是有形的，如一个容器；也可能是无形的，如物料流的某一时间或时间间隔。

(2) 份样 (increment) 用采样器从一个采样单元中一次取得的一定量的物料。

(3) 样品 (sample) 从一个采样单元中取得若干个份样。

(4) 原始样品 (primary sample) 合并所采取的所有份样所得的样品。

(5) 实验室样品 (laboratory sample) 为送往实验室供分析检验而制备的样品。

(6) 参考样品 (reference sample) 与实验室样品同时同样制备的样品，在有争议时，它可为有关方面接受用作实验室样品。

(7) 试样 (test sample) 由实验室样品制备的，从中抽取试料的样品。

(8) 试料 (test portion) 从试样中取得的，并用来进行检验或观测的一定量的物料。

#### 2. 采样的原则

采样的基本原则就是使采得的样品具有充分的代表性。

对于均匀物料的采样，原则上可以在物料的任意部位进行，要求在采样过程中不应带进任何杂质，且尽量避免引起物料的变化（如吸收水分、氧化等）。

对于非均匀物料，应随机采样。对所得样品分别进行测定，汇总所有样品的检测结果，可以得到总体物料的特性平均值和变异性的估计量。

#### 3. 采样的基本要求

采样时首先要设计采样方案。影响采样方案的因素主要包括：被采总体物料的性质、物理状态和范围；总体物料在生产时或产出后被污染或变质的可能性；可以接受的采样误差；被检物料的规格；物料判定标准的特性定义；检测方法的精密度；物料的价值；简化采样操作的可能性。采样方案的基本内容包括：确定总体物料的范围、采样单元和二次采样单元；确定样品数、样品量和采样部位；规定采样操作方法和采样工具、样品的加工方法以及采样安全措施。

(1) 样品数和样品量 为使所采的样品具有代表性，所采取的样品数应足够多。采取的样品量必须满足制样处理、测定、留存备查样品等方面的需要。在满足需要的前提下，能给出所需信息的最少样品数和最少样品量为最佳样品数和最佳样品量。

对于一般的化工产品，可用多单元物料来处理。采样操作分两步，即先选取一定数量的采样单元，然后对每个单元按物料特性值的变异性类型分别进行采样。

若总体物料的单元数小于 500，采样单元的选取数可按表 1-1 的规定确定；若总体物料的单元数大于 500，采样单元数可按总体单元数立方根的三倍数，即  $n=3 \times \sqrt[3]{N}$  ( $N$  为总体的单元数) 来确定。

**【注意】** 如有小数时，则进为整数。如单元数为 538，则  $n=3 \times \sqrt[3]{538} \approx 24.4$ ，将 24.4 进为 25，即选用 25 个单元。

表 1-1 选取采样单元数的规定

总体物料的单元数	选取的最少单元数	总体物料的单元数	选取的最少单元数
1~10	全部单元	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	461~512	24
152~181	17		

在满足需要的前提下，样品量至少应满足以下要求：至少满足三次重复检测的需求；当需要留存备查样品时，应满足备考样品的需求；对采得的样品物料如需进行制样处理时，还应满足加工处理的需要。

(2) 采样记录和采样报告 采样时应记录被采物料的状况和采样操作，如物料的名称、来源、编号、数量、包装情况、存放环境、采样部位、所采样品数和样品量、采样日期、采样者等。必要时可填写详细的采样报告。

(3) 采样安全 为确保采样操作的安全进行，采样时应注意以下几个方面：采样地点要有出入安全的通道、照明和通风条件；在贮罐或槽车顶部采样时要防止摔下；采样前必须了解各种危险物质的基本规定和处理办法，采样时须有防止阀门失灵、物料溢出的应急措施；采样时不能单个人进行，要求必须有陪伴者。

## 二、固体样品的采集

### (一) 采样工具

常见的固体样品采样工具有采样探子、采样钻、气动和真空探针。

#### 1. 采样探子

采样探子是由一根金属管构成的，材质是钢、铜、合金等，依需要而定（一般探子长约 750mm，外径 18mm，槽口宽 12mm）。管子的一端有一个 T 形手柄，另一端有一个锥形钝点，管子的一侧切掉，使金属管成 U 形，如图 1-1 所示。采样时，将采样探子按一定角度插入物料，插入时，应使槽口向下，把探子转动两三次，小心地把探子抽回，并注意抽回时应保持槽口向上，再将探子内物料倒入样品容器内。

采样探子适用于粉末、小颗粒、小晶体等固体化工产品采样，又分为末端

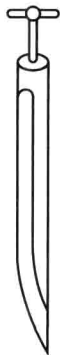


图 1-1 采样探子 开口的采样探子，末端封闭的采样探子、可封闭的采样探子和关闭式采样探子。



可封闭的采样探子是由两根紧密配合的金属管构成的，外管的一侧切一组槽子，内管的一侧也相应地切开一组槽子，如图 1-2 所示。

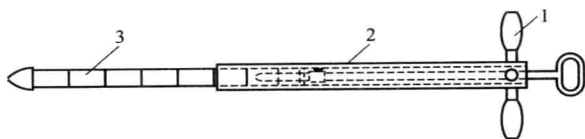


图 1-2 可封闭采样探子

1—柄；2—外管；3—内管隔仓

关闭式采样探子的内管的另一侧远离手柄的一端切两个槽，可用来采部位样品（如图 1-3 所示）。槽宽至少应为所采物料最大直径的 3 倍，固定两管的手柄用的套管上有标记，并和槽子的中心线相对应。

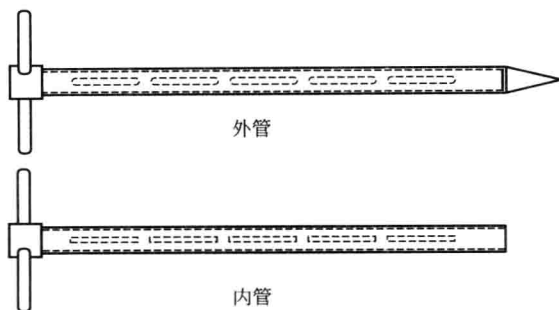


图 1-3 关闭式采样探子

当内、外管线上的标记成一线时，槽开启。如果要取代表或定向样品时，旋转内管，使所有的槽相配合；如果要取部位样品，必须使较下面的槽相配合以便取样。如果物料粒子堵在两管之间而有碍两管间的相对运动，可用一根比外管长 150mm 的金属棒或木棍代替内管与外管一起插入物料，若采集代表样或定向样品，将棒全部抽出；若取部位样品，则只抽出一部分。

## 2. 采样钻

对于较坚硬的固体采样常使用采样钻。关闭式采样钻是由一个金属圆筒和一个装在内部的旋转钻头构成的，如图 1-4 所示。关闭式采样钻的使用方法是牢牢地握住外管，旋转中心棒，使管子稳固地进入物料，必要时可稍加压力，以保持均等的穿透速度。到达指定部位后，停止转动，提起钻头，反转中心棒，将所取样品移进样品容器中。

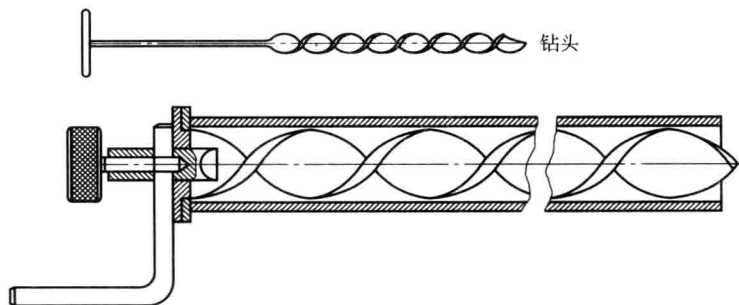


图 1-4 窗板关闭式采样钻

## 3. 气动探针和真空探针

气动探针和真空探针都适用于粉末和细小颗粒等松散物料的采样。

气动探针是由一个软管将一个装有电动空气提升泵的旋风集尘器和一个由两个同心管组成的探子构成的，如图 1-5 所示。开动空气提升泵，使空气沿着两管之间的环形通路流至探头，并在探头产生气动而带起样品，同时使探针不断地插入物料。

真空探针是由一个真空吸尘器通过装在采样管上的探针把物料插入样品容器中，如图 1-6 所示。容器的盖上装有一个金属网过滤器，阻止空气中的飞尘进入真空吸尘器。探针是

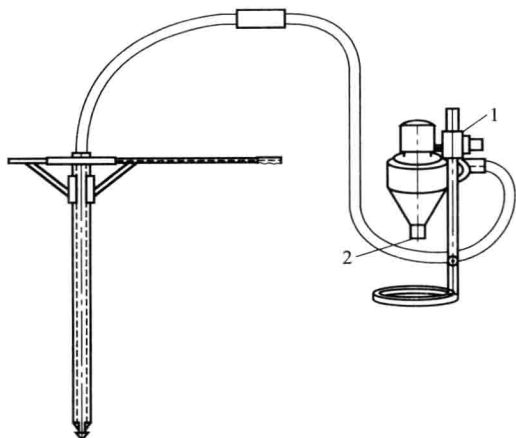


图 1-5 气动探针

1—电动空气提升泵；2—样品出口

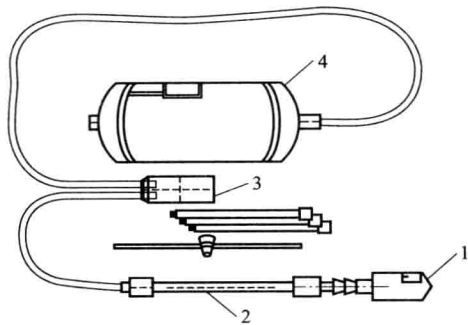


图 1-6 真空探针

1—采样探针；2—采样管；3—采样容器；4—真空清洁器

由内管和一节套筒构成的，一端固定在采样管上，另一端开口。套筒可在内管上自由滑动，但受套筒上伸入内管的销子的限制，套筒的允许行程恰能使其上的孔完全开启和关闭。套筒的上部带一个凸缘，采样时由于物料的阻力，使探针处于关闭状态，提取采样管，使内管后滑，由于物料堵住凸缘，套筒不动，使孔开启，把采样管上端连到玻璃样品容器上，使用真空吸尘器，把样品吸入容器中。

### (二) 采样量

一般而言，对于颗粒比较均匀的工业产品，其采样方法比较简单。而对于某些颗粒不均匀的产品，采样量与产品的性质、颗粒大小、均匀程度及被测组分含量的高低等因素有关。对于不均匀的物料，可采用下列经验公式计算：

$$m_Q \geq kd^{\alpha} \quad (1-1)$$

式中  $m_Q$ ——采取实验室样品的最低可靠质量，kg；

$k$ ——经验常数，一般  $k$  值在 0.02~1 之间，颗粒越不均匀， $k$  值越大；

$d$ ——实验室样品中的最大颗粒直径，mm；

$\alpha$ ——经验常数，一般取值在 1.8~2.5 之间。

由式(1-1)可知，物料的颗粒越大，最低采样量越多；样品越不均匀，最低采样量也越多。

**【例】** 采集某矿石样品时，若此矿石的最大颗粒直径为 20mm， $k$  值为 0.06，问应采取实验室样品的最低可靠质量是多少？若将矿石破碎后，其最大颗粒直径为 4mm，则应采取实验室样品的最低可靠质量又是多少？( $\alpha=2$ )

**解：**若矿石的最大颗粒直径为 20mm 时：

$$m_Q \geq kd^{\alpha} = 0.06 \times 20^2 = 24 \text{ (kg)}$$

即应采取实验室样品的最低可靠质量为 24kg。

若矿石的最大颗粒直径为 4mm 时：

$$m_Q \geq kd^{\alpha} = 0.06 \times 4^2 = 0.96 \text{ (kg)} \approx 1\text{kg}$$

即应采取实验室样品的最低可靠质量为 1kg。

### (三) 采样方法

#### 1. 从物料堆中采样

对于散装物料，当批量少于 2.5t 时，一般设 7 个采样单元；当批量为 2.5~80t 时，设置采样单元数按  $\sqrt{\text{批量}(t) \times 20}$  进行计算，结果取整数；当批量大于 80t 时，一般设 40 个单元。在实际工作中，不同的物料要求也不同。采样时，根据物料堆的形状和份样数目，将份样分布在堆的顶、腰和底部。底部采样时，采样点应距地面 0.5m。顶部采样时，应先除去 0.2m 的表面层后，再沿垂直方向用铲一类的工具进行挖取。

## 2. 从物料流中采样

所谓物料流是指输送带上传送的物料。在输送带物料流中采样时，大都是使用自动化的采样器，定时、定量连续采样。

当采用相同的时间间隔采取时，若物料流的流量均匀，则采样的时间间隔  $T$  可用下式计算：

$$T \leq \frac{60Q}{nG} \quad (1-2)$$

式中  $T$ ——采样的时间间隔，min；

$Q$ ——物料批量，t；

$n$ ——份样数目，个；

$G$ ——物料的流量，t/h。

## 3. 从运输工具中采样

从运输工具中采样，应根据运输工具的不同，选择不同的布点方法，常用的布点方法有斜线三点法、斜线四点法和斜线五点法。一般来说，当车皮容量低于 30t 时，采用三点法，如图 1-7(a) 所示；当车皮容量在 30~50t 时，采用四点法，如图 1-7(b) 所示；而当车皮容量超过 50t 时应采用五点法，如图 1-7(c) 所示。布点时应将份样分布在车皮的一条对角线上，首、末采样点至少距车角 1m，其余份样点等距离分布在首、末两份样点之间。

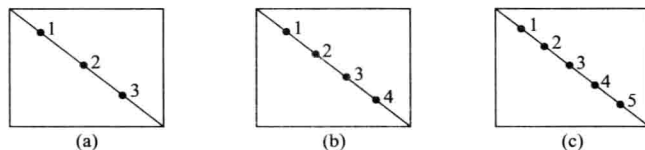


图 1-7 常用的布点方法示意图

### (四) 固体物料采样实例——商品煤样的采取方法

#### 1. 份样数和份样质量

若煤量为 1000t 时，份样数目见表 1-2。

表 1-2 煤量为 1000t 时的最少份样数目

品 种		煤流	火车	汽车	船舶	煤堆
原煤、筛选煤	干基灰分 > 20%	60	60	60	60	60
	干基灰分 ≤ 20%	30	60	60	60	60
精煤		15	20	20	20	20
洗煤(包括中煤)和粒度大于 100mm 的块煤		20	20	20	20	20

若煤量超过 1000t 时，份样数目按下式计算：

$$n_1 = n \sqrt{\frac{m}{1000}} \quad (1-3)$$

式中  $n_1$ ——实际应采份样数目，个；