



# 国家职业资格培训教程 用于国家职业技能鉴定

# 玻璃分析检验员

中国就业培训技术指导中心组织编写

(技师 高级技师)



中国劳动保障出版社



用于国家职业技能鉴定

国家职业资格培训教程

YONGYU GUOJIA ZHIYE JINENG JIANDING

GUOJIA ZHIYE ZIGE PEIXUN JIAOCHENG

# 玻璃分析检验员

(技师 高级技师)

## 编审委员会

主任 刘 康  
副主任 张亚男 刘建平  
委员 毕 洁 蒋中鳌 薛 实 周建勇 冯云喜  
李志伟 刘新年 袁春梅 李 刚 于晓杰  
陈兰武 吴 飞 陈 蕾 张 伟

主 编 毕 洁  
编 者 毕 洁 袁春梅 刘新年 于晓杰 陈兰武  
吴 飞  
主 审 蒋中鳌



中国劳动社会保障出版社

**图书在版编目(CIP)数据**

玻璃分析检验员：技师 高级技师/中国就业培训技术指导中心组织编写. —北京：中国劳动社会保障出版社，2010

国家职业资格培训教程

ISBN 978-7-5045-8376-5

I. ①玻… II. ①中… III. ①玻璃-分析-技术培训-教材②玻璃缺陷-检验-技术培训-教材 IV. ①TQ171.6

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 127602 号

**中国劳动社会保障出版社出版发行**

(北京市惠新东街 1 号 邮政编码：100029)

出版人：张梦欣

\*

北京北苑印刷有限责任公司印刷装订 新华书店经销

787 毫米×1092 毫米 16 开本 14.5 印张 247 千字

2010 年 7 月第 1 版 2010 年 7 月第 1 次印刷

定价：29.00 元

读者服务部电话：010-64929211/64921644/84643933

发行部电话：010-64961894

出版社网址：<http://www.class.com.cn>

版权专有 侵权必究

举报电话：010-64954652

如有印装差错，请与本社联系调换：010-80497374

# 前 言

为推动玻璃分析检验员职业培训和职业技能鉴定工作的开展，在玻璃分析检验员从业人员中推行国家职业资格证书制度，中国就业培训技术指导中心在完成《国家职业标准·玻璃分析检验员》（试行）（以下简称《标准》）制定工作的基础上，组织参加《标准》编写和审定的专家及其他有关专家，编写了玻璃分析检验员国家职业资格培训系列教程。

玻璃分析检验员国家职业资格培训系列教程紧贴《标准》要求，内容上体现“以职业活动为导向、以职业能力为核心”的指导思想，突出职业资格培训特色；结构上针对玻璃分析检验员职业活动领域，按照职业功能模块分级别编写。

玻璃分析检验员国家职业资格培训系列教程共包括《玻璃分析检验员（基础知识）》《玻璃分析检验员（初级）》《玻璃分析检验员（中级）》《玻璃分析检验员（高级）》《玻璃分析检验员（技师 高级技师）》5本。《玻璃分析检验员（基础知识）》内容涵盖《标准》的“基本要求”，是各级别玻璃分析检验员均需掌握的基础知识；其他各级别教程的章对应于《标准》的“职业功能”，节对应于《标准》的“工作内容”，节中阐述的内容对应于《标准》的“技能要求”和“相关知识”。

本书是玻璃分析检验员国家职业资格培训系列教程中的一本，适用于对玻璃分析检验员技师和高级技师的职业资格培训，是国家职业技能鉴定推荐辅导用书，也是玻璃分析检验员技师和高级技师职业技能鉴定国家题库命题的直接依据。

本书由安徽省第一轻工业学校高级讲师毕洁主编，由原国家轻工业玻璃产品质量监督检测中心享受国务院特殊津贴的教授级高级工程师蒋中鳌主审。参加编写的人员有（按在教材中出现的先后顺序）：安徽省第一轻工业学校毕洁编写了第1章、第2章、第8章；北京市药品包装材料检验所、国家轻工业玻璃产品质量监督检测中心袁春梅编写了第3章、第4章；北京玻璃研究院特种玻璃事业部于晓杰编写了第5章、第10章；陕西科技大学材料学院刘新年编写了第6章、第9章；山东德州晶华集团振华有限公司陈兰武编写了第6章；中国建材国际工程有限公司中国玻璃发展中心物化所吴飞编写了第7章、第11章、第12章。

本书在编写过程中得到中国日用玻璃协会、中国轻工业职业技能鉴定指导中心、安徽省第一轻工业学校、安徽华光玻璃集团方兴科技股份有限公司、陕西科技大学材料学院、北京

市药品包装材料检验所、国家轻工业玻璃产品质量监督检测中心、安徽蚌埠新黄山玻璃制品有限公司、北京玻璃研究院特种玻璃事业部、山东德州晶华集团振华有限公司和中国建材国际工程有限公司中国玻璃发展中心等单位的大力支持与协助，在此一并表示衷心的感谢。

中国就业培训技术指导中心

# 目 录

## CONTENTS 国家职业资格培训教程

### 第一部分 玻璃分析检验员技师

<b>第 1 章 玻璃及原料的仪器分析</b> .....	( 3 )
<b>第 1 节 原子吸收分光光度分析法测定玻璃及原料成分</b> .....	( 3 )
学习单元 1 原子吸收分光光度分析法的基本知识 .....	( 3 )
学习单元 2 配制原子吸收分光光度分析法标准溶液 .....	( 18 )
学习单元 3 原子吸收分光光度分析法测定钾、钠、钙、镁、铁 .....	( 22 )
<b>第 2 节 电位分析法测定玻璃及原料成分</b> .....	( 24 )
学习单元 1 电位分析法的基本知识 .....	( 24 )
学习单元 2 直接电位法测定氟离子 .....	( 27 )
学习单元 3 电位滴定法测定氧化硼 .....	( 30 )
本章思考题 .....	( 33 )
<b>第 2 章 玻璃及原料的重量分析</b> .....	( 34 )
<b>第 1 节 硫酸钠和硫酸钡的测定</b> .....	( 34 )
学习单元 1 测定芒硝中硫酸钠 .....	( 34 )
学习单元 2 测定重晶石中硫酸钡 .....	( 38 )
<b>第 2 节 测定氧化硅</b> .....	( 40 )
学习单元 1 重量法测定氧化硅的原理 .....	( 40 )
学习单元 2 动物胶凝聚法测定氧化硅 .....	( 41 )
学习单元 3 盐酸二次脱水重量法测定氧化硅 .....	( 44 )
本章思考题 .....	( 48 )

<b>第3章 玻璃化学性能的检测</b> .....	( 49 )
第1节 火焰光谱法测定玻璃容器内表面耐水性 .....	( 49 )
第2节 原子吸收分光光度法测定玻璃耐酸性 .....	( 55 )
本章思考题 .....	( 58 )
<b>第4章 玻璃溶出物的测定</b> .....	( 59 )
第1节 分光光度法测定玻璃溶出的微量砷、锑 .....	( 59 )
第2节 原子吸收分光光度法测定玻璃溶出的 微量铅、镉 .....	( 65 )
本章思考题 .....	( 68 )
<b>第5章 玻璃体缺陷分析</b> .....	( 69 )
第1节 鉴定玻璃中的结石和条纹 .....	( 69 )
学习单元1 偏光显微镜法检测玻璃中结石和条纹的显微结构 .....	( 69 )
学习单元2 偏光显微镜法检测玻璃中结石和条纹的折射率 .....	( 89 )
第2节 分析气泡 .....	( 95 )
学习单元1 显微镜法测定气泡大小 .....	( 95 )
学习单元2 气泡气体的定性分析 .....	( 101 )
本章思考题 .....	( 104 )
<b>第6章 检验结果分析</b> .....	( 106 )
第1节 检验结果的误差分析 .....	( 106 )
第2节 检验结果的表示 .....	( 116 )
第3节 审核分析检验报告 .....	( 119 )
第4节 分析不合格品产生的原因 .....	( 122 )
本章思考题 .....	( 124 )
<b>第7章 培训与指导</b> .....	( 125 )
第1节 玻璃分析检验员培训指导计划 .....	( 125 )
第2节 玻璃分析检验员培训指导要求 .....	( 127 )
本章思考题 .....	( 131 )

## 第二部分 玻璃分析检验员高级技师

<b>第 8 章 玻璃及原料的仪器分析</b> .....	(135)
第 1 节 X 射线荧光光谱法测定玻璃及原料成分 .....	(135)
第 2 节 电弧或火花发射光谱法测定玻璃及原料成分 .....	(141)
本章思考题 .....	(149)
<b>第 9 章 玻璃工艺性能测试</b> .....	(150)
第 1 节 测定玻璃的黏度 .....	(150)
学习单元 1 旋转式黏度计法测定玻璃的高温黏度 .....	(151)
学习单元 2 拉丝法测定玻璃的低温黏度 .....	(157)
第 2 节 测定玻璃的退火温度 .....	(161)
学习单元 1 偏光仪法测定玻璃的退火温度 .....	(162)
学习单元 2 拉丝法测定玻璃的退火温度 .....	(164)
第 3 节 测定玻璃的析晶温度 .....	(168)
本章思考题 .....	(171)
<b>第 10 章 玻璃体缺陷分析</b> .....	(173)
第 1 节 分析玻璃中结石和条纹 .....	(173)
第 2 节 分析玻璃中气泡 .....	(186)
本章思考题 .....	(194)
<b>第 11 章 玻璃分析检验室管理</b> .....	(195)
第 1 节 玻璃分析检验室技术要求与管理要求 .....	(195)
第 2 节 玻璃分析检验室制度管理 .....	(207)
第 3 节 玻璃检验方法的发展 .....	(213)
本章思考题 .....	(215)
<b>第 12 章 培训与指导</b> .....	(216)
第 1 节 玻璃分析检验员培训指导计划 .....	(216)
第 2 节 玻璃分析检验员培训指导要求 .....	(219)
本章思考题 .....	(222)
<b>参考文献</b> .....	(223)



## 第一部分

# 玻璃分析检验员技师



### 第1节 原子吸收分光光度分析法 测定玻璃及原料成分

#### 学习单元1 原子吸收分光光度分析法的基本知识

#### 学习目标

- ▶掌握原子吸收分光光度分析法的基本原理
- ▶掌握原子吸收分光光度计的结构和原理
- ▶了解原子吸收分光光度法定量分析技术、干扰抑制
- ▶能制订原子吸收分光光度分析法的工作方案
- ▶能对原子吸收分光光度计进行日常保养和维护

#### 一、原子吸收分光光度分析法的基本原理

自然界的各种物质是由不同元素的原子组成。原子是由原子核和绕核运动的电

子组成。每个电子处在一定的能级上，具有一定的能量。在正常情况下，原子处于稳定状态，能量最低，这种状态称为基态。当原子受到外界能量作用时，原子中外层电子吸收了一定的能量而被激发，从基态跃迁到较高的能级上，处在这种状态的原子称为激发态。吸收的能量是激发态与基态两能级间的能量差。处于激发态的原子非常不稳定，在极短时间内（约  $10^{-3}$  s）便从激发态返回基态或其他较低的能级上，同时辐射出激发时吸收的能量。

原子具有多种能级状态，受外界能量激发时，最外层电子可能跃到不同的能级，因此有不同的激发态，如图 1—1 所示。电子从基态跃迁到能量最低的第一激发态，要吸收一定频率的辐射，对应的谱线称为共振吸收线（简称共振线）。它再回到基态时，又发射出同样频率的辐射，对应的谱线称为共振发射线（也简称共振线）。因此，共振线是电子从基态跃迁到第一激发态，随后又回到基态所产生的吸收或发射的谱线。

各种元素的原子结构和外层电子排布不同，不同元素的原子从基态激发至第一激发态（或由第一激发态跃回到基态）时，吸收（或发射）的能量不同，因此各种元素的共振线不同，因而具有特征性，于是，元素的共振线又称为元素的特征谱线。从基态到第一激发态的激发电位最低，这一跃迁最容易发生，对大多数元素来说，共振线是所有谱线中最灵敏的谱线。

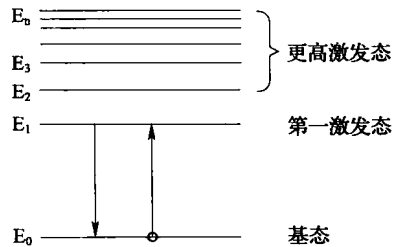


图 1—1 原子能量的吸收和发射示意图

原子吸收分光光度分析法就是利用处于基态的待测原子蒸气，对光源辐射出的特征谱线的吸收进行分析的。基态原子吸收光能从基态跃迁到第一激发态，随后又回到基态时，主要以热能的形式释放多余能量，而不是辐射出与吸收时相同频率的特征谱线。所以，光源辐射光通过基态原子蒸气后，光强减弱，根据其减弱程度，可测定待测物质的含量。

图 1—2 为原子吸收分光光度分析法原理示意图。实际测定时，将待测物质制成溶液，经喷雾，与可燃性气体混合进入火焰，在高温下分解成原子蒸气。以待测元素制成的空心阴极灯发射该元素的特征谱线，通过原子蒸气时，被基态原子吸收。测定吸收程度可求得该元素的含量。

例如，测定氯化钙溶液中钙的含量时，氯化钙试液由喷雾器分散成细雾，在雾化室中与乙炔燃气混合，进入燃烧火焰中。在高温作用下，氯化钙挥发分解成钙原

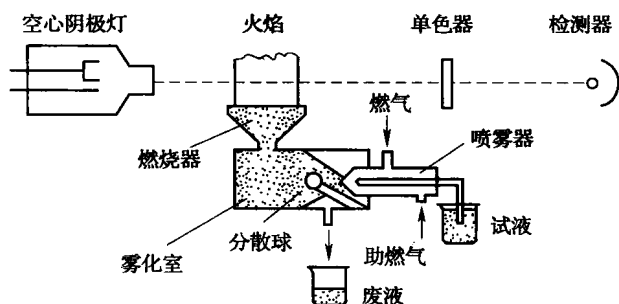


图 1—2 原子吸收分光光度分析法原理示意图

子蒸气。用钙空心阴极灯作光源，辐射出波长为 422.7 nm 的钙特征谱线，当它通过钙原子蒸气时，部分光被蒸气中基态钙原子吸收而减弱，通过单色器和检测器测得钙特征谱线 422.7 nm 的光被减弱的程度，即可求出试样中钙的含量。

原子吸收分光光度分析法的准确度高。因为分析不同元素时使用相应的元素灯，发射的谱线与待测元素的吸收谱线具有特征性，所以提高了选择性，干扰少，试样只需简单处理就可直接用于分析，易于得到准确的分析结果，尤其在低含量物质的分析中，能达到 1% ~ 3% 的准确度。

同时，原子吸收分光光度分析法的灵敏度高。用火焰原子吸收光谱法可测到  $10^{-9}$  g/mL 数量级，用无焰原子吸收光谱法可测到  $10^{-13}$  g/mL 数量级，且测定范围广，可测定 70 多种元素。

对于玻璃分析检验而言，原子吸收分光光度分析法的不足之处在于：测定不同元素时需要更换光源灯，使用不太方便；每一元素的分析条件各不相同，不能同时进行多元素的分析等。但由于此法操作简便，分析速度快，因此，在玻璃分析检验中的应用正在不断扩大。

## 二、原子吸收分光光度计

### 1. 原子吸收分光光度计的基本结构和工作原理

原子吸收分光光度分析法所使用的仪器称为原子吸收分光光度计。目前，国内外原子吸收分光光度计的种类很多，但基本构造原理相似。GGX610 型原子吸收分光光度计如图 1—3 所示。

原子吸收分光光度计一般由光源、原子化系统、分光系统和检测系统四部分组成。其中单光束原子吸收分光光度计用得最多，它的基本结构如图 1—4 所示。

由光源发出待测元素的光谱线，经过原子化系统的火焰，其中的共振线即被火焰中待测元素的原子蒸气吸收一部分，透射光进入单色器，经分离出来的共振线照

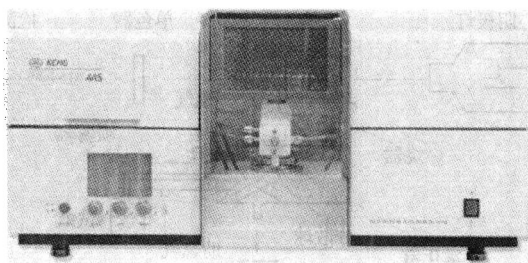


图 1—3 GGX610 型原子吸收分光光度计外形

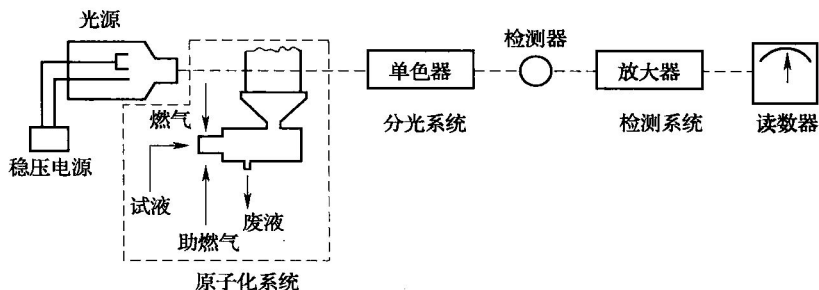


图 1—4 原子吸收分光光度计基本结构示意图

射到检测器上，产生直流电信号，经放大器放大后，就可以从读数器（或记录器）读出吸光值。

### （1）光源

光源的作用是发射待测元素的特征光谱，供吸收测量用。为了获得较高的灵敏度和准确度，光源必须有足够的光强度且稳定。

目前，使用最普遍的光源是空心阴极灯。空心阴极灯的结构如图 1—5 所示。它主要由一个阳极和一个空心圆筒形阴极组成。阴极由待测元素或其合金制成，并以相应的金属元素来命名。一种元素一个灯，测定某个元素就要用该元素的灯。灯管内压力很低。当在两极上施加一定电压时，就有电子由空心阴极内射向阳极。此时在电子通路上的惰性气体被高速运动的电子碰撞而变成离子，带正电荷的惰性气体离子受到电场引力的作用，就向阴极内面猛烈轰击，使阴极金属原子溅射出来。溅射出的金属原子与电子、惰性气体的分子及离子发生碰撞，因而被激发发光。由于空心阴极的特殊形状，使阴极凹孔内的金属原子云浓度最大，所以这一部分发光最强。

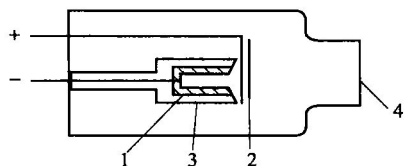


图 1—5 空心阴极灯

1—阴极 2—阳极 3—屏蔽管 4—石英窗口

使用空心阴极灯时，必须有一个预热时间。只有经过预热的空心阴极灯，测定结果才是稳定可靠的。

在使用空心阴极灯过程中，封入气体的失气以及低熔点阴极物质因溅射而过分消耗等现象，最终使灯失效。所以，每个灯都有一定使用寿命，一般约为 500 ~ 1 000 h。当灯失效时，通常是分析灵敏度降低和输出漂移增大。此时，如果仪器对其他元素正常，就可以推断这个灯已失效，应该使用新灯。

## (2) 原子化系统

原子化系统通常采用火焰原子化法。原子化装置应有足够高的温度，以使溶液中待测元素转变成原子蒸气。近年来有的仪器采用了无火焰的石墨管炉原子化装置，进一步提高了测定的灵敏度。火焰原子化装置主要包括喷雾器、燃烧器和火焰。

1) 喷雾器。喷雾器的作用是将试液导入火焰中，同心管型喷雾器如图 1—6 所示。一定压力的载气（例如空气或氧或氧化亚氮等）高速向喷嘴口喷出，致使毛细管尖处产生负压，吸出试液。试液被高速气流吹散成为雾滴。成为雾滴的速率取决于载气压力和温度，也取决于气体导管和毛细管孔径的相对大小和位置。利用预热的气体可以提高喷雾效率，但应保持稳定的条件。在同心管型喷雾器中，毛细管应与气体导管同心。

2) 燃烧器。预混合型燃烧器中有一个预混合室，室内装有一个分散球，由喷雾器喷出的雾首先碰在分散球上，可以使雾液分散得更细。这种细雾在预混合室内与燃气混合，较大的液滴聚集在室内，从排液管排出，而最细的雾滴进入火焰中。

3) 火焰。火焰的种类很多，常用的火焰有空气—乙炔火焰（最高温度 2 300℃ 左右）、氧化亚氮—乙炔火焰（最高温度 3 000℃ 左右）、空气—石油气火焰（最高温度 1 700℃ 左右）。在火焰中容易挥发和转化成原子蒸气的元素（锌、镉、铅等），可采用温度较低的空气—石油火焰；对于不易挥发的元素（铁、锰等），最好使用温度较高的空气—乙炔火焰；那些在火焰中生成难熔氧化物或氢氧化物的元素（铝、硅、钛、钒、铍等），需要还原力较强、温度较高的氧化亚氮—乙炔火焰，否则只有一小部分元素转化为原子蒸气而使测定的吸光度减小。

原子吸收分光光度计使用的火焰，只要其温度能够使待测元素离解成游离原子就可

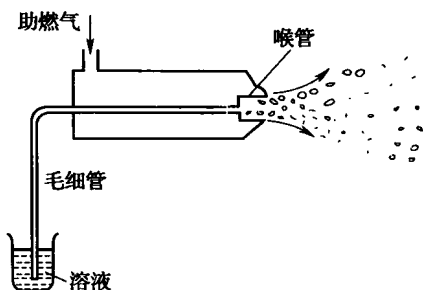


图 1—6 喷雾器

以了，如超过所需要的温度，基态原子就会减少，激发状态的原子就会增加，对吸收很不利。

### （3）分光系统

空心阴极灯发出的光线不仅包含阴极元素的光谱，而且还包含阴极中杂质和封入气体的光谱。这些杂质的谱线如果照射到光电检测器上，也要产生电信号，则会与测量的待测谱线信号混淆，而使灵敏度显著降低。因此，空心阴极灯的光线经过火焰吸收以后，必须经过分光系统的分离，把要测量的共振线与邻近谱线分开，再投射到检测器上进行谱线强度的测定。分光系统利用光栅或棱镜单色器，将经过火焰的原子吸收后的共振线分离出来，以供测定。原子吸收分光光度计的分光系统如图 1—7 所示。

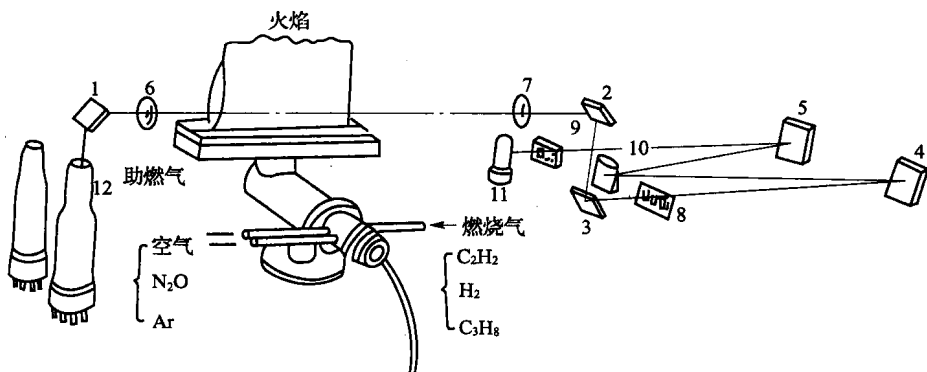


图 1—7 原子吸收分光系统示意图

1、2、3—平面镜 4、5—凹面镜 6、7—聚光镜 8、9—入口及出口狭缝

10—光栅 11—光电倍增管 12—空心阴极灯

分光系统一般采用单色器，组装于单色器中的色散元件通常用棱镜或光栅。由于棱镜的色散率较低，而且色散率随波长变化，因此近代仪器采用光栅为色散元件。常用衍射光栅。衍射光栅是在金属平面或凹面镜上刻制许多沟（刻痕）的光栅，每毫米有 600~2 880 道沟。每毫米的沟数越多，色散率越大。光栅在所测波长范围内，其色散率基本相同。

从光栅分出一定波长范围的光线，还须和狭缝配合。从入口狭缝进来的光线，经过凹面镜反射后，成为平行光束投射到光栅上，经光栅衍射分光后的光线，再被凹面镜衍射，聚焦在出口狭缝处。在出口狭缝处即可得聚焦后平行光束的光谱。

### （4）检测系统

检测系统主要由检测器、放大器、对数变换器、读数仪表或记录器等组成。因



测量的光线很微弱，故常采用灵敏度比光电池大得多的光电倍增管作为检测器。从单色器分出的共振线投射到检测器光电倍增管上产生光电流，经放大器进一步放大后，进行读数或记录。

## 2. 原子吸收分光光度计的使用注意事项

原子吸收分光光度计在玻璃分析检验室属于较大型、贵重、精密的分析仪器，分析过程中还要用到乙炔燃气和压缩空气，所以，不仅要对其进行定期的保养和维护，做好使用记录，在使用中还应注意以下事项：

(1) 原子吸收分光光度计的开关机要遵循“先开后关，后开先关”原则。如开机程序为“电源→A键→B键→C键”，关机时必须是“C键→B键→A键→电源”。气路必须先开空气压缩机，待一定空气压力和流量后，才能开乙炔气点火。当仪器测定完毕后，应先关乙炔钢瓶（或乙炔发生装置）输出阀门，等燃烧器上火焰熄灭后再关仪器上的燃气阀，最后再关空气压缩机，以确保安全。如果开关机程序操作混乱，极容易损伤或烧毁电气设备，甚至发生严重安全事故。

(2) 除了要严格按程序开关机，操作者在通电前还要仔细检查各功能键是否处于开机前（称待开机）状态。如“A/T”转换开关是否处在“T”状态，“积分/不积分”是否处于“不积分”状态，元素灯电源是否处于“关”状态，“负高压”是否处于“零”状态等。只有在——检查无误后，才能接通电源开关。同样，关机之前也必须将各功能键恢复到初始状态后才能切断电源。

(3) 测试时，如果遇到突然停电，此时如正在做火焰分析，则应迅速关闭燃气，然后将仪器各部分的控制机构恢复到停机状态。待通电后，再按仪器的操作程序重新启动，以避免突然通电而损坏仪器。

(4) 操作时如嗅到乙炔或石油气的气味，可判断燃气管道或气路系统某个连接头处漏气，应立即关闭燃气进行检测。待查出漏气部位并密封后，再继续使用。

(5) 显示仪表（表头、数字表或记录仪）突然波动，多数由电子线路中个别元件损坏，或某处导线断路或短路，高压控制失灵等造成。另外，电源电压变动太大或稳压器发生故障，也会引起显示仪表的波动现象。遇到上述情况，应立即关闭仪器，待查明原因，排除故障后再启动。

(6) 工作中万一发生回火，应立即关闭燃气，以免引起爆炸，然后再将仪器开关、调节装置恢复到启动前的状态，待查明回火原因并采取相应措施后再继续使用。回火现象之所以发生，主要是因为气流速度跟不上燃烧速度。其直接原因有：突然停电或助燃气体压缩机出现故障使助燃气体压力降低；废液排出口水封不好或根本就没有水封；燃烧器的缝增宽；助燃气体和燃气的比例失调；防爆膜破损；用