

工厂分析化学手册

(修订本)

陈必友 主编



国防工业出版社

工厂分析化学手册

(修订本)

陈必友 主编

化学工业出版社

(京)新登字106号

内 容 简 介

本书较详细、全面地对现代分析测试领域内的化学分析方法和仪器测试技术进行了系统的汇总和论述，全书分湿法化学分析和仪器分析两大篇，共17章。湿法化学分析方法多采用内容新颖、先进、快速、准确、可靠、实用的方法，包括黑色金属及合金、有色金属及合金、化工材料及辅料、耐火材料及炉渣、表面处理溶液成分分析技术等；仪器分析部分汇集了目前在国内外居领先地位的AAS、ICP、FIA、GA、IR、WDX、EDX等方面的成分测试应用技术，可帮助各类测试人员解决实际工作中遇到的问题。

此外，为贯彻计量法，修订再版时全部采用法定计量单位。书末还附有附录、附表等具有实用价值的参考资料。

本书可供工厂实验室，科研单位和大专院校等有关科技人员和工人使用及参阅。

工厂分析化学手册

(修订本)

陈必友 主编

责任编辑 崔金泰

*

国防工业出版社出版发行

(北京市海淀区紫竹院南路23号)

(邮政编码 100044)

新华书店经售

国防工业出版社印刷厂印装

*

787×1092 1/16 印张33¹/₄ 777千字

1992年5月第一版 1992年5月北京第一次印刷 印数：16 001—3 500册

ISBN 7-118-00865-6/O·67 定价：27.90元

前 言

由重庆国营长安机器制造厂编写，国防工业出版社于1982年出版的《工厂分析化学手册》（上、下册），已重印两次，深受广大读者欢迎。

该书发行至今快10年了。近10年来，正值测试技术迅速发展和测试人员新老交替的关键时期，很有必要对新近发展起来的分析测试技术进行系统汇总，以满足广大分析测试人员知识更新和业务技术素质提高的需要。

最近，不少读者来信热切要求将《工厂分析化学手册》这样一本既有深入浅出的分析测试基础理论，又有实践性较强的分析测试技术的工具书再版。据不完全统计，仅我们收到的有关信息，就数以千计。相信这次进行的《工厂分析化学手册》修订再版，同样会像初版一样，受到广大读者的欢迎。值此再版的机会，向曾给予《工厂分析化学手册》厚爱的广大读者，表示由衷的感谢。

修订后的《工厂分析化学手册》改为一册出版，除保留原书的精华外，其显著特点是：内容新颖、先进、实用，分析方法更加快速、准确、可靠。为了适应近年来高新技术材料开发与应用的需要，手册中增加了部分有关微量、痕量、超痕量方面的化学分析测试技术，以及在国外居领先地位的现代仪器分析测试技术，如AAS、ICP、FIA、GAIR、WDX、EDX等仪器分析测试应用技术。此外，修订再版的手册中全部采用了法定计量单位。

该手册在修订工作中充分体现了集体智慧的高度凝聚和数十年丰富经验的总结。参与该书编写与修订工作的有：唐杏容、周光玉、王绍模、冯仪丰等高级工程师；邓仁发、袁香春、廖万芳、邓履新、李作银、汪嘉惠等高级测试人员；李启华、梅克力、黄显铭、刘传德等中级测试人员；机电部五二研究所李贯一高级工程师等提供了资料；同时，得到了中国兵器工业（集团）总公司质量技安局张盛英高级工程师、国营长安机器制造厂江从寿总工程师、机电部西南地区理化检测中心负责人徐兴富高级工程师等各级主管领导的大力支持与鼓励；徐秀兰、蒋岳川、叶嗣丽、冯天秀、吴治萍、罗克俭、陈文芬、王亚利、凡家庆、杨学彬、刘菊英、尹琼玲、幸伟、陈敏等同志参与了再版稿的校对与誊写等工作；梅开运、罗玉屏等同志对原书编写也作了部分工作。借再版机会，一并向他们致以最诚挚的谢意。

由于编者业务理论水平所限，加之修改时间仓促，书中错误和不妥之处在所难免，恳请广大读者批评指正。

主编 陈必友

1990年9月25日

目 录

第一篇 湿法化学分析

第一章 分析质量的保证..... 1	§ 16 醋酸锌标准溶液..... 36
§ 1 质量控制与质量评价..... 1	§ 17 硫代硫酸钠标准溶液..... 37
§ 2 化学试剂..... 1	§ 18 重铬酸钾标准溶液..... 38
§ 3 标准物质..... 2	§ 19 草酸标准溶液..... 40
§ 4 计量器具..... 2	§ 20 硝酸铅标准溶液..... 41
§ 5 人员素质..... 3	第三章 钢铁分析..... 42
§ 6 规章制度..... 4	§ 1 碳的测定..... 42
§ 7 检测标准..... 4	§ 2 硫的测定..... 47
§ 8 法定计量单位..... 6	§ 3 磷的测定..... 50
§ 9 原始记录..... 7	§ 4 硅的测定..... 57
§ 10 检测报告..... 7	§ 5 锰的测定..... 62
§ 11 分析误差..... 7	§ 6 镍的测定..... 64
§ 12 分析方法的评价..... 9	§ 7 铬的测定..... 69
§ 13 分析结果的检验..... 10	§ 8 钨的测定..... 73
§ 14 可疑数据的取舍..... 11	§ 9 钒的测定..... 75
§ 15 有效数字及其运算规则..... 13	§ 10 钨的测定..... 79
§ 16 分析结果的表达..... 15	§ 11 钛的测定..... 82
§ 17 分析质量标准..... 16	§ 12 硼的测定..... 84
§ 18 质量保证体系..... 18	§ 13 铜的测定..... 86
§ 19 分析质量管理..... 19	§ 14 铝的测定..... 89
第二章 标准溶液的制备及标定..... 20	§ 15 铌的测定..... 93
§ 1 基本要求..... 20	§ 16 钴的测定..... 96
§ 2 一般规定..... 21	§ 17 稀土的测定..... 99
§ 3 标准溶液的有效日期..... 21	§ 18 铈组稀土的测定..... 103
§ 4 标准溶液配制须知和计算公式..... 22	§ 19 镁的测定..... 104
§ 5 各种酸的标准溶液..... 23	§ 20 砷的测定..... 105
§ 6 氢氧化钠标准溶液..... 25	§ 21 锡的测定..... 107
§ 7 氢氧化钾乙醇标准溶液..... 26	§ 22 铅的测定..... 110
§ 8 碳酸钠标准溶液..... 27	§ 23 铈的测定..... 112
§ 9 高锰酸钾标准溶液..... 28	§ 24 铋的测定..... 113
§ 10 硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵) 标准溶液..... 29	§ 25 氮的测定..... 114
§ 11 硝酸银标准溶液..... 31	§ 26 锆的测定..... 117
§ 12 硫氰酸铵(或硫氰酸钾)标准溶液..... 32	§ 27 硒的测定..... 118
§ 13 亚铁氰化钾标准溶液..... 33	§ 28 钽的测定..... 120
§ 14 溴酸钾-溴化钾标准溶液..... 34	第四章 铁合金分析..... 123
§ 15 乙二胺四乙酸二钠标准溶液..... 35	§ 1 锰铁的测定..... 123
	§ 2 硅铁的测定..... 12 6

VI

§ 3	硅锰合金的测定	130	§ 6	铅的测定	213
§ 4	铬铁的测定	130	第八章	锡、铅合金及银焊合金的	
§ 5	钼铁的测定	136		分析	214
§ 6	钨铁的测定	138	§ 1	铈的测定	214
§ 7	钒铁的测定	143	§ 2	锡的测定	215
§ 8	钛铁的测定	145	§ 3	铅的测定	215
§ 9	磷铁的测定	148	§ 4	铜的测定	216
§ 10	稀土合金的测定	151	§ 5	银的测定	217
第五章	铝合金的分析	165	§ 6	锌的测定	217
§ 1	硅的测定	165	§ 7	镉的测定	219
§ 2	铜的测定	166	§ 8	镍的测定	219
§ 3	铁的测定	169	§ 9	铜的测定	220
§ 4	镁的测定	170	第九章	纯金属的分析	221
§ 5	锰的测定	173	§ 1	纯铜的测定	221
§ 6	锌的测定	174	§ 2	纯锌的测定	226
§ 7	镍的测定	175	§ 3	纯铅的测定	230
§ 8	钛的测定	176	第十章	化工产品及其辅料的分析	236
§ 9	铬的测定	177	§ 1	工业硫酸的测定	236
§ 10	铍的测定	178	§ 2	工业盐酸的测定	238
§ 11	锆的测定	180	§ 3	工业硝酸的测定	239
§ 12	锶的测定	181	§ 4	工业磷酸的测定	241
§ 13	铈组稀土的测定	182	§ 5	工业铬酸的测定	242
第六章	铜合金的分析	184	§ 6	氢氟酸的测定	247
§ 1	铜的测定	184	§ 7	硼酸的测定	249
§ 2	铅的测定	186	§ 8	醋酸的测定	251
§ 3	锡的测定	188	§ 9	氢氧化钠(钾)的测定	252
§ 4	锌的测定	189	§ 10	液氨的测定	254
§ 5	镍的测定	191	§ 11	纯碱的测定	255
§ 6	铝的测定	193	§ 12	磷酸三钠的测定	256
§ 7	铁的测定	194	§ 13	十水四硼酸钠的测定	256
§ 8	锰的测定	196	§ 14	锡酸钠的测定	257
§ 9	硅的测定	198	§ 15	硅酸钠(水玻璃)的测定	259
§ 10	铍的测定	199	§ 16	碳酸氢钠的测定	260
§ 11	磷的测定	200	§ 17	硝酸钠(钾)的测定	261
§ 12	砷的测定	203	§ 18	黄血盐(亚铁氰化钾)的测定	262
§ 13	铋的测定	204	§ 19	硝酸锌的测定	263
§ 14	铈的测定	205	§ 20	硫酸铜的测定	264
第七章	锌合金的分析	207	§ 21	硫酸锌的测定	265
§ 1	镁的测定	207	§ 22	氧化锌的测定	266
§ 2	铝的测定	208	§ 23	重铬酸钾(钠)的测定	267
§ 3	铜的测定	209	§ 24	亚硝酸钠的测定	268
§ 4	锡的测定	210	§ 25	硫酸亚铁的测定	269
§ 5	铁的测定	212	§ 26	氯化亚锡的测定	270

§ 27 氯化钠(钾)的测定	271	§ 4 碱性炉渣的测定	315
§ 28 氧化镁的测定	271	§ 5 酸性炉渣的测定	323
§ 29 无水工业氯化钙的测定	272	§ 6 石灰石、石灰及白云石的测定	327
§ 30 碳酸钡的测定	273	§ 7 萤石的测定	332
§ 31 氯化钡的测定	273	§ 8 煤焦及水的测定	334
§ 32 漂白粉的测定	275	第十二章 表面处理溶液的分析	343
§ 33 醋酸钠的测定	275	§ 1 镀铬溶液的测定	343
§ 34 熟石膏粉的测定	276	§ 2 镀镍溶液的测定	357
§ 35 红丹粉的测定	277	§ 3 酸性镀铜溶液的测定	361
§ 36 黄丹粉的测定	278	§ 4 焦磷酸镀铜溶液的测定	365
§ 37 氟化钠的测定	278	§ 5 草酸镀铜溶液的测定	369
§ 38 无水亚硫酸钠的测定	279	§ 6 无氰镀铜溶液的测定	370
§ 39 硫化钠的测定	280	§ 7 锌酸盐镀锌溶液的测定	374
§ 40 冰晶石的测定	281	§ 8 镀铅溶液的测定	376
§ 41 硫酸铵的测定	282	§ 9 碱性镀锡溶液的测定	379
§ 42 氯化铵的测定	283	§ 10 酸性镀锡溶液的测定	383
§ 43 酸式磷酸锰的测定	284	§ 11 镀铁溶液的测定	384
§ 44 工业肥皂的测定	289	§ 12 N·S镀银溶液的测定	386
§ 45 桑皮纸的测定	290	§ 13 硫代硫酸盐镀银溶液的测定	388
§ 46 石棉线的测定	292	§ 14 黑色金属碱性氧化溶液的测定	390
§ 47 胶体石墨粉的测定	292	§ 15 磷化溶液的测定	395
§ 48 聚合氯化铝的测定	294	§ 16 钝化溶液的测定	401
§ 49 光卤石的测定	296	§ 17 去油溶液的测定	406
§ 50 691驻退液的测定	298	§ 18 电镀层褪除液的测定	410
§ 51 硫酸镍的测定	304	§ 19 酸洗溶液的测定	412
§ 52 淬火硝酸盐的测定	304	§ 20 钢铁电抛光溶液的测定	415
第十一章 耐火材料、炉渣、焦煤		§ 21 氯化钠电解切削溶液的测定	420
及水的分析	307	§ 22 亚硝酸环己胺防锈纸的测定	421
§ 1 白泥、铝矾土的测定	307	§ 23 苯甲酸钠-亚硝酸钠防锈纸的	
§ 2 硅砖、石英砂、黄砂、碗砂、红砂		测定	422
等的测定	313	§ 24 六次甲基四胺防锈纸的测定	423
§ 3 酸性白土的测定	314	§ 25 尿素防锈纸的测定	424

第二篇 仪器分析

第十三章 原子吸收分光光度分析	425	§ 7 铜合金中铅的测定	433
§ 1 钢中铬、镍、铜、锰的连续测定	425	§ 8 铜合金中锌、镍、铁的测定	433
§ 2 钢中微量铅的测定	426	§ 9 磷铜中间合金中磷的测定	435
§ 3 球墨铸铁中镁的测定	427	§ 10 铝合金中镁、铁、锰、铜、锌、	
§ 4 高温合金(镍铁、镍铬、镍铬铁)		镍、铬、镉、钴、铅的测定	436
中微量镁的测定	428	§ 11 铝合金中钙的测定	437
§ 5 高温合金(镍铬、镍铁)中微量		§ 12 锌合金中镁、铁、铜、铅、镉的	
钙的测定	429	测定	438
§ 6 镍铬合金中钴的测定	432	§ 13 纯锡及锡基合金中铁、铜、铅的	

测定	438
§ 14 镀铬溶液中镍、铜、铁的测定	440
§ 15 光亮镀镍溶液及镍铁电镀溶液中 微量锌等元素的测定	440
§ 16 氢化物发生原子吸收测定钢中微量 砷、锑、锡、铋	441
§ 17 石墨炉原子吸收测定钢中微量砷、 锑、铋、铅、锡	445
第十四章 发射光谱分析	448
§ 1 碳素钢中铬、锰、硅和镍的测定	448
§ 2 30SiMnMoVA中硅、锰、钼、钒的 测定	450
§ 3 中、低合金钢中钨的测定	450
§ 4 合金结构钢中铬的测定	451
§ 5 合金钢中铬、镍、钼、钒的连续 测定	451
§ 6 弹簧钢中锰、钨、硅的测定	452
§ 7 高合金钢中铬、硅、钨的测定	452
§ 8 高速工具钢中钨、铬、钒的测定	453
§ 9 钢铁中总硼的测定	453
§ 10 纯铝中铁、铜、硅的测定	454
§ 11 铝硅合金中硅、镁、铁、锰、钛、 铜的测定	455
§ 12 铝镁合金中镁、硅、铁的测定	455
§ 13 铝铁青铜中铝、铁的测定	456
§ 14 压铸锌合金中铜、铝、镁、铁、 铅、镉、锡的测定	456
§ 15 铝合金中铅、铋、锰、铁、铜、 铬、钛、镁、锌、钴、镍的测定	457
§ 16 钢铁中铬、镍、钼、钛、钒、铝、 锰的测定	459
§ 17 锌合金中铝、铜的测定	460
§ 18 铜合金中铝、铁、锰的连续测定	461
§ 19 三氧化二铝及纯铝中18种杂质元素 的测定	462
§ 20 纯铜中杂质元素的测定	463
§ 21 铅粉中杂质元素的测定	465
第十五章 金属材料中气体的分析	466
§ 1 氢的测定	466
§ 2 氧、氮的测定	470
§ 3 碳、硫的测定	472

第十六章 流动注射分析	477
§ 1 流动注射分析简介	477
§ 2 微量锡的测定	479
§ 3 痕量银的测定	480
§ 4 钢中硅的测定	481
§ 5 稀土物料中钽的测定	482
§ 6 微量钡的测定	483
§ 7 磷化溶液中磷酸的测定	485
§ 8 镀铬溶液中铁的测定	486
§ 9 镀铬溶液中三价铬的测定	487
§ 10 镀铬溶液中六价铬的测定	487
§ 11 电镀液中锰的测定	489
§ 12 电镀液中钴的测定	489
§ 13 工业废水中六价铬的测定	490
§ 14 水中氟化物的测定	491
§ 15 水中铁的测定	492
§ 16 水中阴离子洗涤剂测定	493
§ 17 电厂炉水中 SiO_3^{2-} 的rFIA连续测定	494

第十七章 X射线微区成分分析	
方法	496
§ 1 波谱仪的定量分析方法	496
§ 2 能谱仪的定量分析方法	499
§ 3 微区分析样品制备方法	504
§ 4 波谱仪与能谱仪分析方法比较	506

附 录

§ 1 常用酸、氨水的密度及浓度	508
§ 2 酒精水溶液的密度及浓度	514
§ 3 一些常用有机溶剂的物理常数	516
§ 4 一些常用酸的最高沸点	517
§ 5 用于原子吸收分光光度分析的标准 溶液	517
§ 6 克拉克-卢布斯 (Clark-Lubs) 缓冲溶液	519
§ 7 布里顿-鲁宾逊 (Britton-Robinson) 缓冲溶液	521
§ 8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液	521
§ 9 氨-氯化铵缓冲溶液	521
§ 10 常用标准溶液温度修正表	522
§ 11 化学分析常用法定计量单位	523
§ 12 国际原子量表 (1985)	523

主要参考文献	524
---------------------	------------

第一篇 湿法化学分析

第一章 分析质量的保证

§ 1 质量控制与质量评价

众所周知，任何分析测试都会产生一定的测量误差。因此，为了保证分析测试质量就必须把所有的误差（包括系统误差、随机误差）减小到允许的限度内。这就要求我们一方面采取一系列切实可行的措施减小误差，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。

实验室质量控制的基本要素是：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；工作人员的培训和考核；经常的质量监督与检查等。

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。评价的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、交换操作人员、交换仪器设备、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、采用标准物质等办法，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，从而保证测量数据的可靠性。

质量保证是一个系统工程，必须严格对待系统中的每一个环节，忽视那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。

§ 2 化学试剂

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，对试剂的纯度选择有不同的要求。例如，配制标准溶液用的试剂纯度比溶解处理样品用的试剂纯度高一些；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。

我国生产的化学试剂，按纯度分为四级：优级纯（GR）、分析纯（AR）、化学纯（CP）和实验试剂（LR）。工厂实验室常用 AR 和 CP 试剂，其纯度 GR 级用得较少，LR 级不能使用。

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。一般分析用蒸馏水；较高质量的分析用二次去离子水。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，可参见国家标准 GB6682-88《实验室用水规格》。

§ 3 标准物质

标准物质的定义是：已经确定其一种或多种特性的物质或材料，可用于校准仪器或验证测量方法。

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。亦即标准物质的任一适当小量都应在描述的不确定限内，表现出全部标准物质的特性量值。

标准物质是一种应用很广、种类繁多的实物标准。目前已有上千种标准物质用于工业和工程的质量控制。标准物质，大体上可分为三类：化学成份类，物理性质类和工程类。国际标准化组织/标准委员会（ISO/REMCO）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，大部分属于化学成份类。

对于标准物质，实验室应做到合理选择、严格保管、正确使用。合理选择是指品种要能覆盖检测项目，而且储量不应过大，因为标准物质在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份，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。

我国于 1982 年 7 月 26 日颁布了《一级标准物质的审定和授权生产办法》的规定。一级标准物质是统一全国量值的一种重要依据。一级标准即国家级标准，其编号方法是用三个汉语拼音字母“GBW”加 5 位阿拉伯数字组成，共分为 13 大类。例如 GBW01101~GBW01999 为钢铁标准物质；GBW02101~GBW02999 为有色金属标准物质。

标准物质具有以下用途：①校准分析仪器；②评价分析方法的准确度；③绘制分析工作曲线；④监控或校正连续测定过程的数据漂移；⑤考核分析人员水平，评价实验室工作质量；⑥作为技术仲裁依据等。

§ 4 计量器具

计量器具指凡能用以直接或间接测量出被测对象量值的器具、仪器或装置。它是确保分析测试质量的重要手段，必须进行严格管理和正确使用。

分析化学所涉及到的计量器具有如下几种类型：

1. 衡量仪器：如砝码、天平；
2. 容量仪器：如滴定管、移液管、容量瓶；
3. 热学计量器具：水银温度计；
4. 时间频率计量器具：秒表；
5. 通用理化检测仪器：酸度计、密度计、粘度计；
6. 成份分析仪器：光电分光光度计、原子吸收分光光度计、发射光谱仪、气相摄谱仪、红外定碳定硫仪、氮氧测定仪、定氢仪、极谱仪、电解仪、等离子光谱仪等。

计量器具的选择，应根据分析测试的对象和分析所要求的准确度来决定。如果计量器具不可靠或者使用不当，必然影响分析结果的准确度。此外，计量器具在使用过程中，其精度必然会发生变化。因此，为了保持准确一致的量值传递，必须做到下列几点：

1. 凡是国家规定有检定规程的计量器具，必须由持有“检定员证书”的人，根据相应的检定规程进行周期检定。例如，分析天平，按 JJG98-72《天平检定规程》，每年必须检定一次；光电比色计，按 JJG178-77《分光光电比色计试行检定规程》进行检定，合格才能应用。

2. 国家暂时没有检定规程的器具，理化检测人员应编制“暂行校验方法”进行校验或比较，确信仪器正常，性能满足要求，才能应用。

3. 计量器具应有专责人员保管，不允许不检定或超周期使用。此外，计量器具，应有明确的标志。即：检定合格的，挂绿色“合格”标记；自校合格的仪器，挂黄色“准用”标记；暂时不能使用的（即待修、待检的），挂红色“停用”标记。标记上，应注明有效期、检（校）日期、器具编号和检定人。

4. 严格遵守计量器具的使用规则和维护保养规定。大型精密仪器设备，还应建立档案管理，专责保管。

§ 5 人员素质

理化检测工作的特点是：技术性强，知识面广，责任心大。因此，理化检测人员的技术素质是实现检测科学化，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，首先应重视下列三点：

1. 保持理化人员数量占企业职工一定比例，并逐步提高理化人员中技术人员的比例，保持专业理化人员的相对稳定。

2. 理化室各专业应有技术带头人。不少企业理化检测队伍缺乏专业技术带头人，结果导致理化检测不能很好地为科研、生产服务；使先进的仪器设备长期不能发挥应有的作用；影响新技术、新标准的引进和贯彻执行。

3. 大力加强技术业务培训，坚持理化人员持证上岗操作制度。如：兵器工业系统，将理化人员划分为初级、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”。持有证书者，才能出据分析检测数据，审查检测报告。

§ 6 规章制度

没有规矩，不成方圆。工厂实验室必须建立与其工作范围相适应的规章制度和工作程序，才能实现科学化、规范化管理和高质量工作目标。规章制度不是越多越好，而是抓住要害，切合实际，既具有先进性，又具有可行性。只有这样，才便于执行和检查。

工厂实验室的规章制度，应该包括下列诸方面的内容：

1. 实验室的职责

会同有关部门，根据国家标准、部颁标准、企业标准共同制订出原材料、辅料、燃料、半成品和成品的理化检验工艺规范，要明确规定理化检验的范围、程序、项目、取样要求、验收标准等，并经审批作为企业标准。实验室的职责在于组织实施这些规定，为科研、生产提供高质量的服务。

2. 理化检测管理制度

包括工作计划、检查、总结制度；试验与测量工作的质量监督检查制度；测试记录与报告制度；标准物质的管理制度；试样收发、制取、保管制度；设备仪器的使用、计量、管理、维修制度；分析质量抽查制度等。

3. 各级各类人员的岗位责任制度

要因事设人，不能因人设事，从实验室主任到每一个工作人员，都应有各自明确的工作职责。

4. 各级各类人员的质量责任制度

实验室主任、组长、工程师、技术员、分析检测人员，对分析测试的质量负有不同程度的责任，必须明文规定，不能混淆不清。

5. 人员培训考核制度

6. 技安、保密、事故分析报告、可追踪性文件的保管和销毁制度

7. 标准、图书、资料、档案管理制度

§ 7 检测标准

分析测试所涉及到的标准，大体可分为三类：

1. 通用标准。它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 国家军用标准 GJB466-88《理化试验质量控制规范》，从十个方面规定了理化试验的通用原则和要求。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 GB3100-86《国际单位制及其应用》、GB3101-86《有关量、单位和符号的一般原则》、GB3102.8-86《物理化学和分子物理学的量和单位》等标准，对理化分析涉及到的量和符号都作了明确的规定，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 的量浓度的量的符号用 c_B 表示等。

③ 国标 GB8170-87《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时，除另有规定外，均应按本标准规定的原则进行修约。

④ 国标 GB1.4-88《化学分析方法标准编写规定》，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。编制工厂分析工艺规程（企标）时，应参照该标准的格式。

⑤ GB1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》；

YB949-79《化学分析允许差制定方法》；

GB3360-82《数据的统计处理和解释 均值的估计和置信区间》；

GB1361-78《铁矿石分析方法总则及一般规定》；

GB2595-81《冶金分析化学实验室安全技术标准》；

GB7729-87《冶金产品化学分析 分光光度法通则》；

GB601-77《化学试剂 标准溶液制备方法》；……等都是应熟悉的通用标准。

2. 产品标准。它包括各种化学试剂和制剂标准、被分析产品的技术条件。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 GB624-77《重铬酸钾》。它给出了重铬酸钾的分子式： $K_2Cr_2O_7$ ；相对分子量 294.18；基本特征：橙红色结晶颗粒或粉末，溶于水，不溶于乙醇。

重铬酸钾试剂分为三个等级，其质量指标如下表所示：

杂质最高含量（以%计）

杂质名称	等 级		
	优级纯 (GR)	分析纯 (AR)	化学纯 (CP)
水不溶物	0.003	0.005	0.01
氯化物 (Cl^-)	0.001	0.002	0.005
硫酸盐 (SO_4^{2-})	0.005	0.01	0.02
钠 (Na^+)	0.02	0.05	0.2
铝 (Al^{3+})	0.002	0.005	0.01
钙 (Ca^{2+})	0.002	0.005	0.01
铁 (Fe)	0.001	0.003	0.005

此表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 GB1259-77《基准试剂 重铬酸钾》。由此可见，同一种试剂用途不同，技术标准也不同。

② GB2272-87《硅铁》。这是产品技术条件，从中我们可以查到：化学分析用的试样的取样，应按 GB4010-83《铁合金化学分析用样的采取法》的规定进行；化学分析用试样的制备，应按 GB4332-84《铁合金化学分析用试样制备法》的规定进行；硅铁的化学分析方法，应按 GB4333.1~4333.8-84《硅铁化学分析方法》的规定进行。此外，检测人员熟悉了产品标准，就可以知道被测样品成份的大概含量范围，从而有利于正确选择控制标样，粗略判断分析结果是否正确等。因此，熟悉被测产品的技术条件是十分重要的。

3. 分析方法标准。这类标准的数目很大，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。例如，

GB223.1~223.70-88《钢铁及合金化学分析方法》；

GB8002.1~8002.15-87《锡青铜化学分析方法》；

GB4336—84《碳素钢和中低合金钢的光电直读光谱分析方法》；

GB6987.1~6987.23—87《铝及铝合金化学分析方法》；

GB5122.1~5122.20—85《黄铜化学分析方法》；

GB6520.1~6520.14—86《硅青铜、硅黄铜化学分析方法》；

GB8550.1~8550.21—87《白铜化学分析方法》。

此外，油脂、涂料、化工等产品的分析方法，也是实验室必须收集的资料。

国外标准，如美国分析家协会出版的AOAC分析方法；美国材料协会出版的ASTM标准；日本的JIS标准等，都很有参考价值。

§ 8 法定计量单位

计量单位与每个人都有密切关系。世界各国对统一计量制度历来十分重视，多以法令形式予以规定。在米制基础上发展起来的国际单位制(SI)，作为一种先进、科学、合理、适用的计量单位制，已为各国普遍采用或正在过渡。我国也不例外，1984年2月27日国务院发布了《关于在我国统一实行法定计量单位的命令》，并颁布了《中华人民共和国法定计量单位》。它是以国际单位制为基础，结合我国的实际情况增加了一些非国际单位构成的。实行法定计量单位，对理化分析有很大影响，尤其是对化学分析中的滴定分析影响最大。因为作为滴定分析基础的“当量定律”废除之后，当量、当量浓度(N)都是非法定计量单位，应予以废除。过去常用的量名称和符号，都有很多变化，如原子量A；分子量M；当量E；式量F；摩尔浓度M；当量浓度N；式浓度F等等，都已废弃。

今后，所有的原始记录、检测报告、工艺技术文件，均应采用法定计量单位。量的名称和量的符号，均要准确无误。分析化学常用的法定计量单位的名称和符号如下：

1. 质量，m；千克，kg（依次为量的名称、量的符号；单位名称，单位符号。下同）。
2. 物质的量，n；摩〔尔〕，mol。
3. 摩尔质量，M；千克每摩，kg/mol；克每摩，g/mol。
4. 物质的量浓度，c_B；摩每升，mol/l。
5. 元素的相对原子质量，A_r；无量纲。
6. 物质的相对分子质量，M_r；无量纲。
7. 密度，ρ；克每立方厘米，g/cm³；克每毫升，g/ml。
8. 体积（容积），V；立方米，m³；立方分米（升），dm³（l）；立方厘米（毫升），cm³（ml）。

应特别注意的是：上述量的符号下标泛指基本单元，即用到这些量时，必须指明基本单元。当基本单元有所指时，应将基本单元写在符号后的圆括号内。例如：A_r(Cl) = 35.453； $C\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.1000\text{mol/l}$ ； $n_{(\text{NaOH})}$ ； $M\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)$ 等。

§ 9 原始记录

原始记录是实验室最重要的资料之一。它既是实验时的真实记录，又是具有可追踪性的资料。测试人员认真地做好原始记录，是保证测试数据可靠的重要条件。

对于原始记录，一是要求设计的格式合理，项目内容满足要求，品种应能覆盖分析测试对象；二是记录清楚，数据真实，校核手续齐全；三是妥善保管，随时备查，保存期一般应不少于3年；四是单位、符号应符合法定计量单位规定。

§ 10 检测报告

理化检测报告是理化检测人员辛勤劳动的结晶，是工厂实验室的最终产品。因此，必须认真填写，严格审核，妥善保存。

检测报告，应由操作者或数据汇总人填写签字后，经过技术审核，再由实验室质量负责人（即理化室主任）审签，并加盖“理化检测专用章”后发出。这就是常说的“三级审查制度”。

检测报告，要求填写规整，字迹清楚，不许涂改，其数据应准确可靠。检测报告有效数字的位数，除技术条件等另有规定外，一般表达如下（×表示数字），

$$\times \times \cdot \times \times$$

$$\times \cdot \times \times$$

$$0 \cdot \times \times$$

$$0 \cdot 0 \times \times$$

$$0 \cdot 0 0 \times \times$$

每个数据只保留一位可疑数字。

未经过培训考核取得“技术资格证书”的理化检测人员，不得单独操作和填写分析检测报告。检测报告至少应保存5年以上。它属于实验室核心机密资料，必须严格保管和查阅手续。

此外，检测报告必须贯彻法定计量单位。即量的名称要正确，量的符号要准确。

§ 11 分析误差

在分析测试过程中，由于测定用的仪器、器具本身精度的限制，测试方法的不够完善，测试环境条件的变化等客观因素的影响，以及操作人员的技术水平和工作经验等主观因素的影响，不可避免地会给分析测试结果带来误差。这就是说，误差是客观存在的，测试人员的任务在于了解误差产生的原因，从而在测试过程中尽量减小误差。

误差根据其性质可分为三类，即系统误差、随机误差和过失误差。

1. 系统误差 指在一定试验条件下，由于某一个或某几个因素，按照一定的规律起作用而形成的误差，在每次测定过程中都会重复出现，使测定结果经常偏高或偏低。它决定了测定结果的准确度。

系统误差的主要来源有：

① 方法误差：这是由于分析方法本身不完善而引起的误差。例如在质量分析中沉淀的溶解损失；因为共沉淀或后沉淀现象使沉淀带有杂质；灼烧沉淀时部分沉淀分解或挥发等，都会导致分析结果偏高或偏低。

② 仪器误差：这是由于仪器本身不够精密所造成的误差。例如天平两臂不等长；砝码质量未校正；滴定管、容量瓶、移液管的容积不准确等，都会引起误差。

③ 试剂不纯引起的误差：如试剂不纯；所用去离子水不符合规定，会引入干扰组分而造成误差。

④ 操作误差：这是由于操作人员掌握分析方法和测定条件的差异而引起的误差。例如，判断滴定终点的颜色变化程度不一致引入的误差。

针对上述四个方面采取一些相应措施，就可使误差接近消除。常用的方法有：

① 对照试验。这是检验系统误差的有效方法。即用已知准确含量的标准实物与被测试样按同样分析方法进行操作，以资对照。如果试样组成不完全清楚，亦可采用“加入回收法”进行试验，即向试样中加入已知量的被测组分，然后进行对照试验，以加入量的定量回收情况判断分析方法是否存在系统误差。

② 校准测量仪器。分析仪器或量器在出厂前虽经过校正，一般能满足分析要求。但是为了保证测量的准确度，使用前必须经过检定，使用中应按规定周期复检，求出校正值以减少误差。

③ 空白试验。由试剂、器皿和环境引入杂质造成的系统误差，可用空白试验予以减少或消除。即在不加入试样的情况下，按所选用的测定方法，以同样条件和同样试剂进行分析，从试样分析结果中扣除空白值。

④ 方法校正。某些分析方法的系统误差可用化学分析方法直接校正。例如电解法测定铜，母液中残存的微量铜可用吸光光度法测量，在精确分析中，将此结果加到电解结果中去。

⑤ 改进分析方法。影响分析结果准确度的因素是多方面的，一般来说分析方法本身影响较大。因此，如果采取上述几个措施后仍不能满足分析要求，就应该选择更有效的分析方法，或者从改进分析方法着手。

2. 随机误差 指分析测定过程中由于一系列的有关因素微小的波动而形成的具有互相抵偿性质的误差。它决定了测定结果的精密度。随机误差，又叫做偶然误差，因为产生这类误差的原因常常难于察觉。即使是一个有丰富经验的分析者，对同一试样进行多次分析，得到的分析结果也不能完全一致，而是在一定范围内波动。

随机误差符合一般的统计规律，它具有下列特征：

① 绝对值相等的正误差与负误差出现的机会相等，称为误差的对称性。

② 绝对值小的误差出现的次数比绝对值大的误差出现的次数多，称为误差的单峰性。

③ 在一定的测定条件下，随机误差的绝对值不会超过一定界限，称为误差的有界性。

④ 随着测定次数的增加，随机误差的算术平均值趋向于零，称为误差的抵偿性。在消除了系统误差的情况下，采用多次测定，取算术平均值的方法，可以减少随机

误差。

由于存在着系统误差和随机误差，因此在分析和计算过程中，若未消除系统误差，即使分析结果有很高的精密度，也并不能说明分析结果准确；只有在消除了系统误差之后，精密度高的分析结果，才能是既准确又精密的。

3. 过失误差 指显然与事实不符、没有一定规律的误差。例如，对于初学分析者，除了会产生系统误差和随机误差外，往往还可能由于粗枝大叶，不遵守操作规程等而引入过失误差（器皿不清洁，试剂加错，砝码看错，滴管刻度读错，记录错，算错等）。过失误差会对分析结果带来严重影响，因此不管造成过失误差的具体原因如何，在分析中只要确知存在过失误差，就必须将含有过失误差的分析测定值作为异常值，从一组测定数据中剔除，不能将它参加平均计算。

§ 12 分析方法的评价

评价一个分析方法的基本指标有：检出限、精密度和准确度。

1. 检出限 在误差分布遵守正态分布的条件下，从统计学的观点出发，可以对检出限定义为：检出限是指能以适当的置信概率被检出组分的最小量或最低浓度。它是衡量一个分析方法最大检测能力的指标。检出限与测定限有区别，后者指定量分析方法实际可测定到的某组分含量的极限。由于受到检量线在低浓度区域线性关系、试剂纯度等的限制，测定限在数值上往往高于检出限。

从检出限的定义可知，提高测量的精密度和降低噪声，可以改善分析方法的检出限。

2. 精密度 精密度指在相同条件下，对同一试样进行重复测定时，所得测定结果相互接近的程度。用以描述测定数据的离散程度，以偏差表示。

偏差的表示方法有多种，常用的如下：

① 绝对偏差：

$$d_{\text{绝}} = X - \bar{X}$$

② 相对偏差：

$$d_{\text{相}} = \frac{X - \bar{X}}{\bar{X}} \times 100\%$$

③ 平均偏差：

$$d = \frac{\sum |X - \bar{X}|}{n}$$

④ 标准偏差：

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

⑤ 相对标准偏差

$$\text{RSD} = \frac{S}{\bar{X}} \times 100\%$$

式中 X ——单次测量值；

\bar{X} ——多次测量值的算术平均值；