

金属手册

第九版 第十卷

材料特征性能及测定

〔美〕美国金属学会 主编

机械工业出版社

TG-62
M-45

金属手册

第九版 第十卷

材料特征性能及测定

〔美〕美国金属学会 主编

中国机械工程学会热处理专业学会 主译

GT09/29



机械工业出版社

22510

(京)新登字054号

《材料特征性能及测定》是美国金属手册第九版中新增加的一卷，目的是为了满足不同现代工程技术中，对各种材料的本质及特性的鉴别和检测的要求。这些技术大多是近年来发展起来或被完善的了的，并成为现代生产和科研中不可缺少的部分。

本书内容包括光谱、质谱、色谱、X-射线谱、衍射技术、透射和扫描电镜、电子和离子探针、俄歇谱仪、共振技术和穆斯堡尔仪、图象分析等现代分析方法。本书以一般工程技术和科研人员为对象，对理论问题做了深入浅出的介绍，并将重点放在测试技术及其具体应用上。也对各种方法的优缺点和适用范围作了对比，以使读者对这一领域能有全面的了解，以便针对具体工程问题进行选用。

本书实用性强，读者面广，对机械、冶金、化工、电子等各个行业的工程技术人员都是一部极有价值的参考书，也可供高校教师在教学中参考。

METALS HANDBOOK
9th Edition Vol10
Materials Characterization
AMERICAN SOCIETY FOR METALS

* * *
金 属 手 册

第九版 第十卷

材料特征性能及测定

[美]美国金属学会 主编

中国机械工程学会热处理专业学会 主译

*
责任编辑：韩会民 丁文华 责任校对：丁丽丽
封面设计：肖 晴 版式设计：胡金瑛
责任印制：卢子祥

*
机械工业出版社出版（北京阜成门外百万庄南街一号）

邮政编码：100037

（北京市书刊出版业营业许可证出字第117号）

人民交通出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

*
开本 787×1092^{1/16}·印张 54^{1/2}·插页 2·字数1757千字

1993年8月北京第1版·1993年8月北京第1次印刷

印数 0 001—2 000·定价：72.00元

*
ISBN 7-111-03337-X/TB·165

译者序

长久以来，材料科学就是科学技术发展的基础和先驱学科之一，任何一位工程师都会面临正确选择和使用材料的课题，而选用材料又有赖于对材料本质的深入了解和借助对材料特性的检测。然而，现代材料种类之多，发展之快，性能上的千差万别，往往令人难以适从。同时，对材料的本质和特性的测试方法也在不断发展和完善着，以帮助人们了解材料和使用材料，满足材料科学的研究和应用的需要。在这种情况下，美国金属学会主编出版的《金属手册》第九版，及时地新增加了一卷——《材料的特征性能及测试方法》，无疑是很有意义的。

原书英文名称为《Materials Characterization》首先，题目中使用了“材料”，而不是“金属”，是因为这些检测方法，不仅适用金属，也适用于非金属；适用于无机的或有机的材料；适用于固态、液态和气态材料。我们把Characterization译为“特征性能及测定”是为了与Property相区别。后者常用来指材料的某些物理性能，特别是力学性能。这些性能本身并不能说明材料的本质，或者说，它们不是材料所特有的。例如，人们不能根据某个硬度值或强度值来判明这是哪一种材料。而Characterization，则用来说明另一类能表示材料本质的特征性能。例如材料光谱和X-射线谱中的发射谱线，或电镜的电子衍射图，都能用来鉴别材料的本质，包括材料的成分、含量、相的组成和状态。总之，可以使我们对材料本身有更深入的了解，而这些了解不论对科学研究，还是生产应用都是所必需具备的知识。

最后，本书基本内容是各种特征性能的测试方法，不对这些特征性能进行深入的理论探讨，而是立足于应用。本书的主要篇幅用于较详尽地描述了试验方法、设备、应用范围和具体实例。更为可贵的是全书是把材料特征性能的测试做为一个整体加以介绍的，从各种方法的应用范围，局限性和相互比较都做了介绍，这不能不说是本书的一个特色。

我们把本书介绍给读者，也是由于目前国内还没有一本全面和系统地介绍材料特征性能测试方法的书。由于这些检测技术方法很多，其中多数是近年发展起来的，并且设备昂贵，所以我国不少技术人员可能还比较陌生。由于本书深入浅出和具有资料丰富便于查阅的特点，很适合广大工程技术人员参考、阅读和查阅，这就是我们翻译本书的本意。

本书的翻译是在很多材料工作者的通力合作下完成的。参加本书翻译的有朱沅浦、张麟瑞、吴跃、周恩绚、过梅丽、王世中、朱文喻、贾清、齐敬远、阎允杰、康飞宇、唐迺泳、赵海鸥。参加校对的有刘迨、王唯千、李崇谟、周瑞泉、唐迺泳、齐敬远、陈培榕、王小芹。最后全书由刘迨通校一遍。由于本书内容涉及到很多学科和领域，译者水平所限，错误之处，还望读者予以指正。

本书的出版，得到机械工业出版社韩会民、丁文华同志的大力支持和帮助，并对本书内容和文字做了精心的修改和润色，仅在此表示深切的谢意。

刘迨

前 言

当第十卷组织委员会在1983年第一次会议上开始计划编写《金属手册》新的一卷“材料特征性能及测定”时，讨论大多集中于读者的需要和怎样最有效地满足这个需要。在送给第十卷作者们的报告中，委员会主席 Ruth E. Whan 博士最后总结一致的意见为：

“委员会坚定地认为读者对象应是从事材料工作而需要特征性能测试的个人，但他们本身都不是性能测试专家……。一般地说，这些人不需要本人进行所需要的材料特征性能测试工作，但是，他们将要和专门进行各种材料特征性能测试的组织和个人相互配合。所以本手册的目的将是促进材料工程师和性能测试专家之间的相互沟通，即帮助材料工程师在解决他的问题时有利地利用特征性能测试工程师。

“编辑本手册的方法，应该使材料工程师能很快地决定去找哪一种特征性能测试专家，同时也将使他获得关于这种技术工作的基础知识，怎样才可以提供他需要的信息，需要哪种试样等等。委员会认为，如果我们提供一本容易被读者使用的手册，帮助他们和合适的材料专家进行有效的相互配合，这本手册就将能被广泛地使用，而我们就完成了一种有价值的工作。

Whan 博士和她的委员会，作者和校阅者，ASM 手册委员会和ASM手册工作者的不懈努力确实是有价值的，本卷已成为有关材料特征性能测试这个题目的几种基础参考资料之一，它删除了分析方面由于缩写和行话造成的混淆，以及有时形成严重的堆集。我们相信读者将发现本书是方便的和易于使用的。

感谢Whan博士和第10卷章节主编邀请的国内外著名分析专家对本手册作出的贡献。作者之一，海军研究所的 Jerome Karle 是1985年化学诺贝尔奖金的共同获得者，他和 Buffalo 医学基金会的 Herbert Hauptman 由于优异地发展了化学品、药品，荷尔蒙和抗菌剂的晶粒结构直接测定方法而分享了这项荣誉。

美国金属学会荣幸地有机会和这样天才的学者一起工作，我们感谢所有帮助完成这本手册的人。

主席：John W. Pridgeon

秘书长：Edward L. Langer

目 录

译者序

前 言

引言.....1

如何使用这本手册.....2

取样..... 11

光谱学和 X-射线光谱学

发射光谱学..... 21

电感耦合等离子区原子发射光谱学..... 33

原子吸收光谱学..... 48

紫外和可见光吸收光谱学..... 68

分子荧光光谱学..... 84

X-射线光谱学 96

粒子诱发X-射线发射122

红外光谱学.....131

拉曼光谱学.....153

质 谱 法

火花质谱法.....173

质谱气相分析.....187

经典的、电化学的以及

放射化学的分析方法

经典湿法化学分析.....197

电位分析法的膜电极.....223

伏安法.....232

电重量分析法.....242

电化学滴定.....248

控制电势库仑法.....254

元素分析和官能团分析.....260

高温燃烧.....271

惰性气体熔化.....276

中子活化分析.....284

放射性分析.....297

共 振 法

电子自旋共振.....309

铁磁共振.....327

核磁共振.....341

穆斯保尔谱.....354

金相检查方法

光学金相检查.....369

图象分析.....380

衍 射 法

绪言.....399

X-射线粉末衍射408

单晶X-射线衍射422

晶体学织构的测量和分析.....439

X-射线貌相分析449

X-射线衍射残余应力技术468

径向分布函数分析.....484

小角X-射线与中心散射494

延伸X-射线吸收精细结构500

中子衍射.....517

电子光学法

分析透射电子显微学.....529

扫描电子显微学.....601

电子探针 X-射线显微分析633

低能电子衍射.....657

电子及 X-射线谱法

俄歇电子谱学.....673

X-射线光电子谱学698

基于溅射或散射现象的方法

场离子显微镜及原子探针显微分析.....719

低能离子散射谱学.....747

二次离子质谱学.....756

卢瑟福背散射谱仪.....779

色 谱 学

气相色谱学/质谱学793

液相色谱学.....807

离子色谱学.....819

术语.....832

米制转换指南.....858

公制换算指南.....860

缩写和符号.....863

引 言

R. E. Whan

(Sandia 国家研究所, 材料性能试验室)

范 围

《材料特征性能及测定》是为对材料分析具有较少知识的工程师和科学家们提供一本易于理解的分析方法参考书。虽然有许多很深的特征性能测试方法教科书和手册,但是,对于一位只要求主要解决他的问题,而不要求成为一个分析专家的一般工程师来说,它们常常是太详细和/或太理论了。本手册以简化的词语叙述近代分析方法,同时,重点放在每个方法的最普通的应用和局限性上。企图使读者熟悉用于解决他的问题的技术,帮助他判别最合用的技术,和给予他以足够知识去和合适的分析专家互相交谈,因而可以有效地和高效率地指导材料性能测试和检查。本手册不会使一位工程师成为一位材料性能测试专家。

在设计这本手册时,我们必须慎重地定义“材料特征性能”这个名词,以规定书的范围,达到可控制的篇幅,这是很明显的。材料特征性能代表着许多不同的学科,决定于使用者的背景。这些概念的范围包括思考着原子概念的科学家,思考着性能、工艺和质量保证的工艺工程师,思考着应力分布和热传导的机械工程师。这本书所选的定义是取自国家研究委员会材料咨询局的材料特征性能委员会^[1]所提出的,即特征性能描述了材料成分和结构(包括缺陷)的特征,对于特殊的制备,性能的研究,或者应用,及满足材料的再生产来说,这些特征是有作用的。”这个定义限制了此间包括的提供成分、结构和缺陷信息的性能测试方法,而不包括诸如热的、电的和力学的材料性能有关资料的方法。

设备良好的材料分析研究所,通常使用的大多数特征性能测试方法都在本手册中描述。它们包括用于测试诸如合金、玻璃、陶瓷、有机物、气体、无机物等材料特性的方法,而不包括主要为了生物的和医药的分析方法,也描述了有些不广泛使用,但能给出唯一的或者关键的资料的方法。取消了主要用于高度专门基础研究,或者产生和我们的材料特性测试定义不一致的资料的一些方法。有些方法可以应用于解决特殊问题,对工程师、材料科学家,

和/或分析学家提供选择,或者可能用作补充的方法。除了气体色谱/质谱分析外,不讨论综合两种或更多的技术串联方法,而鼓励读者去参阅个别方法的描述。

组 织

本手册是为了便于使用者参考而组织编写的。

“如何使用这本手册”一章描述了能够用来迅速鉴别应用于解决给定问题方法的表、流程卡片,和大量的横向参考索引。“取样”一章使读者注意到取样的重要性,叙述获得具有代表性试样的正确方法。

这本手册的最大分段标志为章,每一章谈一种有关方法,例如,“电子光学方法”。在每章中有几节,每一节叙述一个个别的分析方法。例如,在“电子光学方法”章中,有“分析透射电子显微镜”,“扫描电子显微镜”,“电子探针 X-射线显微分析”和“低能量电子衍射”节。每个题目从有关方法的一般使用,用途、局限性、试样要求和能力的综合介绍开始,这样的综述企图给予读者对这个方法的快速回顾,并帮助他决定这个方法能否用于解决他的问题。总结后,随即以简单的语言叙述这个方法怎样工作,分析是如何完成的,能够获得哪些资料和能够建议解决哪一种材料问题。也包括一些表达曾使用这种方法来解决典型问题的简例。每节终了的参考文献表指导读者获得这个方法的更详细的资料。

最后一章后面是“术语”和米制转换数据、本书使用的缩写词和金属使用的符号的附录。手册以分析方法名称,交叉主题词或要求的分析和材料牌号来分类的详细综合索引来结束。这个索引和“如何使用这本手册”一节中的表和流程卡一起,是企图使用户迅速决定用哪种方法是最适宜解决他的问题的。

参 考 文 献

1. *Characterization of Materials*, prepared by The Committee on Characterization of Materials, Materials Advisory Board, MAB-229-M, March 1967

如何使用这本手册

R. E. Whan, K. E. Eckelmeyer 和 S. H. Weissman

(Sandia 国家研究所)

有效的分析方法

成功地解决大多数材料问题的关键，是在相应的工程师、材料科学家和分析专家之间密切合作。工程师和其他从事应用的个人常常是首先遇到材料失效和其他问题的人。在遇到这样问题时，在检查过程中重要的第一步，是和材料专家商量。借助于材料的知识，材料专家能够帮助工程师解释问题，判定可能的原因，并决定需要什么类型的资料（分析的或其他）来确认或排除每个可能的原因。一旦做出有关所需资料的决定，他们必须决定用什么分析方法对解决问题最有用。

具有大量可用的方法时，常难以判别哪一种对于给定问题的最好方法。本手册的目标是帮助工程师和材料科学家判别最适用的分析方法，以便和合适的分析专家门有效地进行互相联系，使这些专家能够帮助制定分析试验的模型，决定取样步骤，取得资料，并协助解释资料。这些工作人员一起能够解决的问题，比他们中间任何一个人，或甚至任何两个人更为有效。

这种合作解决问题的方法是有很多益处的。当一位分析专家充分了解了问题的性质和它的可能原因时，他更加希望了解研究什么，以及如何能更好地去研究。因此，他能够建议补充的和供选择的试验技术，并由此产生补充的和更有用资料。他就能发现未能料到的性能和数据的趋势，并在解决问题上起重大作用。总之，把分析专家作为取得完整资料的集体成员，是解决问题的最有效方法。

方法选择的工具

为了便于确定技术鉴别方法，这本手册包含有几种实用的用于筛选分析方法的参考工具。这些工具的第一类是一组标定材料级别的普通方法表。在本章下一节中材料分类中给出了每一项的表格，即无机固体（金属、合金、和半导体；玻璃和陶瓷；无机物，矿物，等等），无机液体，无机气体，有

机固体，有机液体和有机气体。分析一个特定级别材料的最普通方法（不需要包括所有的）列于左边。各种有用的资料列为每栏的标题。在应用一个特定方法时，适用性记载在相应的栏内。应该着重指出，对一种给定方法所缺少的项目并不意味着这种方法不能适应完成所要求的分析，只是意味着不经常使用，而其他方法一般是更合适的。因为常常有要求特殊条件的情况，项目适用性用图例标志在每个表上面给出。例如，“·”表示这个方法是通常使用的，而“N”表示这个方法只是用于有限的元素或元素族。

做为如何使用这些表的一个简单例子，假如一位工程师有一根只是标明为18-8不锈钢材料的棒，而他想知道这根棒能否焊接。通过和焊接冶金师商量，他要寻找一种可焊的不锈钢，它含极少量的碳或合金元素，诸如铌和钛，这些元素与碳结合避免冷却时在晶界上形成铬的碳化物。此外，含硒或硫以改善可切削性的不锈钢是极其难焊的。所以，为了决定钢是否容易焊接，应完成铌、钛、硒、硫和碳以及铬、镍的定量分析来证明材料真正是一种18-8型不锈钢。

参阅“无机固体、金属、合金和半导体”的表，然后，工程师能够向下看分析方法的表中“宏观/主体”栏、“定量”栏和“大量”和“少量”栏下面的“·”记号，这样就会很快地找出发光发射光谱仪，火花源质谱仪，和X-射线光谱测定法是不可能的有用方法。然后工程师能参阅这些方法的各自章节前面的综述来校对局限性。例如，他会找出X-射线光谱一般不能分析原子序数小于11的元素，因此，如果选择这个方法来分析铌、钛、硒、硫、铬、和镍，另一种方法诸如高温燃烧，惰性气体熔化，或真空熔化分析（在合适栏内标注“G”字）就能用于测定碳。但是，在“发射光谱仪”和“火花源质谱”章节中的综述指出，这些方法能够分析所有需要的元素，所以，其中之一会是合理的选择。

选择分析方法的另一种方法是采用表下面所示的体系图。再发展每个不同级别材料的单独的图表。这些图表是根据要求的分析类型和/或资料的类型建立的。一些分支决定了材料的级别把分析分成几个不同的类别。例如，“无机固体：金属、合金和半导体”的体系图表被分为主体/元素分析，微量分析/结构和表面分析。这些类别的每一种再进行分类，使用户按体系能正确地获得他需要的信息或分析的种类。在每个类别中只列出最普通使用的方法，以使体系图表保持简洁。在特殊条件下，或者如同后面个别章节中叙述的特殊附加或限制条件时，可以采用几种其他方法。

例如上面讨论的不锈钢，工程师可以查阅“无机固体：金属、合金和半导体”的体系表，随这个体系看到“主体/元素/一定量”，并在“大量/少量”下面找出方法。图表中叙述了在表中判定的同样方法，引导工程师找手册中合适的章节。

最后，在上述任何或所有恰当类别，均可查阅本手册后的详细的交叉主题词索引。在这个索引中，不仅按类别，诸如定性一定量，宏观—微观，和大量—少量—痕迹列出方法，而且也按应用它们来解决材料问题的典型方法来列出。例如，“孪晶”主题下，列出的项目是能测试孪晶的金相检查，能测定单晶中孪晶的X-射线衍射，以及能测定多晶试样中孪晶的透射电子显微镜。同样，在“夹杂物”主题下，列出的项目是能证明夹杂物形貌的金相检查；能定量检查夹杂物数目、间距和形貌的图象分析；能测定夹杂物化学成分的扫描电子显微镜，透射电子显微镜、电子探针X-射线显

微分析和俄歇电子光谱。

应该再着重指出，这本手册作为使非分析专家熟悉近代分析方法的工具，和帮助他判定用来解决问题的方法。这本手册并不意味着是一本分析教科书，或者代替材料与分析专家所不可缺少的咨询。

表和体系图表

本章中的表和体系图表，已成为提供各类材料最广泛使用的分析方法的工具。这些表和图表并不企图无所不包，而是给出为鉴别所要测定特性材料类型和所需要资料类型的最普通使用的方法、结果，删去了要求特殊的限制或条件来完成所要求分析的许多方法。在本系前面一节中描述了如何使用这些工具。在查阅这些表或图表后，鼓励读者在请教分析专家前，去参阅手册中合适的章节以获得更多的资料。

表和图表中标题所用的缩写如下：

Elem	元素分析
Alloy ver	合金检验
Iso/Mass	同位素或质谱分析
Qual	定性分析(检验组成元素)
Semiquant	半定量分析(数量级)
Quant	定量分析(与标准偏差±20%的精度)
Macro/Bulk	宏观分析或主体分析
Micro	微观分析(≤10μm)
Surface	表面分析
Major	大量(>10质量%)
Minor	少量(0.1到10质量%)
Troce	痕迹组分(1到1000ppm或0.0001到0.1质量%)
Ultratrace	超痕迹组分(<1ppm或<0.0001质量%)

下面是用于表和图表中的字首缩写(其他字首缩写和缩写参阅本卷的“缩写和符号”)。

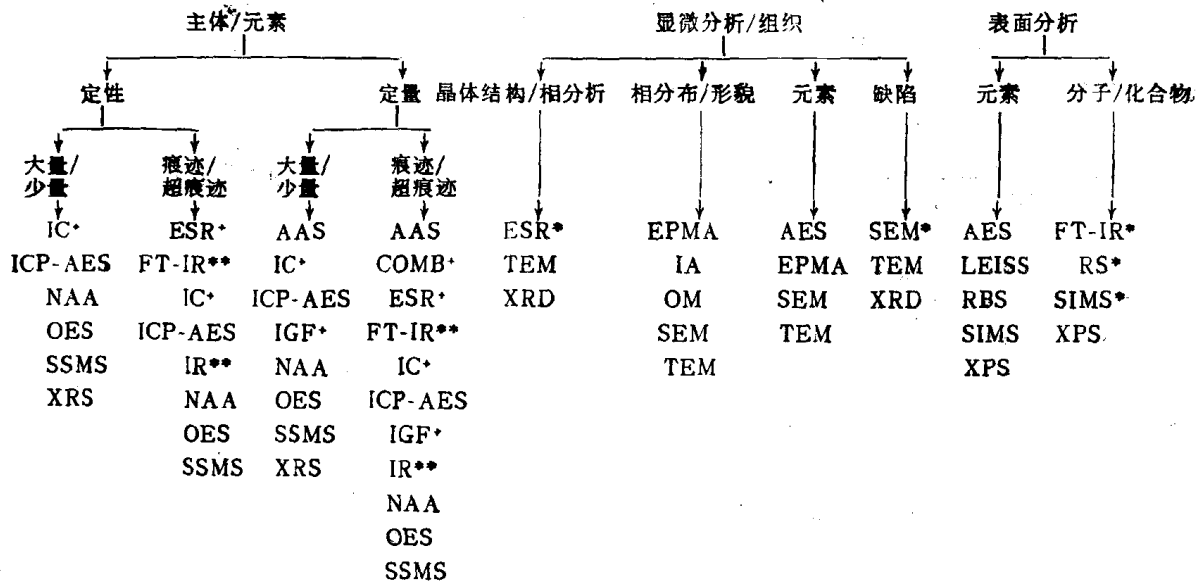
AAS	原子吸收光谱	AES	俄歇电子光谱
COMB	高温燃烧	EFG	元素和功能类分析
EPMA	电子探针X-射线微区分析	ESR	电子自旋共振
FT-IR	傅立叶变换红外光谱分析法	GC/MS	气相色谱/质谱
GMS	气相质谱学	IA	图象分析
IC	离子色谱	ICP-AES	电感耦合等离子体-原子发射光谱分析法
IGF	惰性气体熔化	ISE	离子选择电极
IR	红外光谱	LEISS	低能离子散射光谱
LC	液体色谱	NAA	中子活化分析
MFS	分子荧光光谱法	OES	发光分光镜
NMR	核磁共振	RBS	Rutherford背散射光谱学
OM	光学金相分析法	SAXS	小角度X-射线散射
RS	Raman光谱学	SIMS	二次离子质谱
SEM	扫描电子显微镜	TEM	透射电子显微镜
SSMS	火花源质谱学	XPS	X-射线光电子光谱分析法
UV/VIS	紫外/可见吸收光谱	XRS	X-射线光谱学
XRD	X-射线衍射		

无机固体：金属、合金、半导体

湿法分萤化学、电化学、紫外/可见吸收光谱、和分子荧光光谱一般能被采用来完成列出的许多主

体分析。· = 一般可用；N或+ = 有限数目的元素或元素族；G = 碳、氮、氢、硫或氧；细节参阅各章节前面概要；S或* = 特殊条件；D = 分解后；Z或** = 仅适用于半导体

方法	页次	元素分析	合金检验	同位素或质谱分析	定性分析	半定量分析	定量分析	宏观/主体	微观分析	表面分析	大量	少量	痕迹	相分析	组织	形貌
AAS	48	D					D	D			D	D	D			
AES	671	·			·	·			·	·	·	·	S			S
COMB	271	G	G				G	G				G	G			
EPMA	632	·	S		·	·	·		·		·	·	N	S		·
ESR	309	N			N	N	N	N				N	N		N	
IA	380							·	·							·
IC	818	D,N			D,N	D,N	D,N	D,N			D,N	D,N	D,N			
ICP-AES	33	D	D		D	D	D	D			D	D	D			
IGF	276	G	G				G	G				G	G			
IR/FT-IR	131	Z			Z	Z	Z	Z				Z	Z			
LEISS	745	·			·	·			S	·	·	·	·			
NAA	384	·		N	·	·	·	·				·	·			
OES	21	·	·		·	·	·	·			·	·	·			
OM	369							·	·							·
RBS	777	·			·	·	·			·	·	S	S			
RS	153	Z			Z	Z	Z	Z			Z	Z	Z			
SEM	600	·			·	·	S		·		·	·		S		·
SIMS	754	·	·		·	·	·	·			·	·	·	S		
SSMS	173	·	·		·	·	·	·			·	·	·			
TEM	529	·			·	·	S		·		·	·	·		·	·
XPS	696	·			·	·	·	·		·	·	·	·			
XRD	399	·			·	·	S	·			·	·	·		·	·
XRS	96	·	·		·	·	·	·			·	·	N			

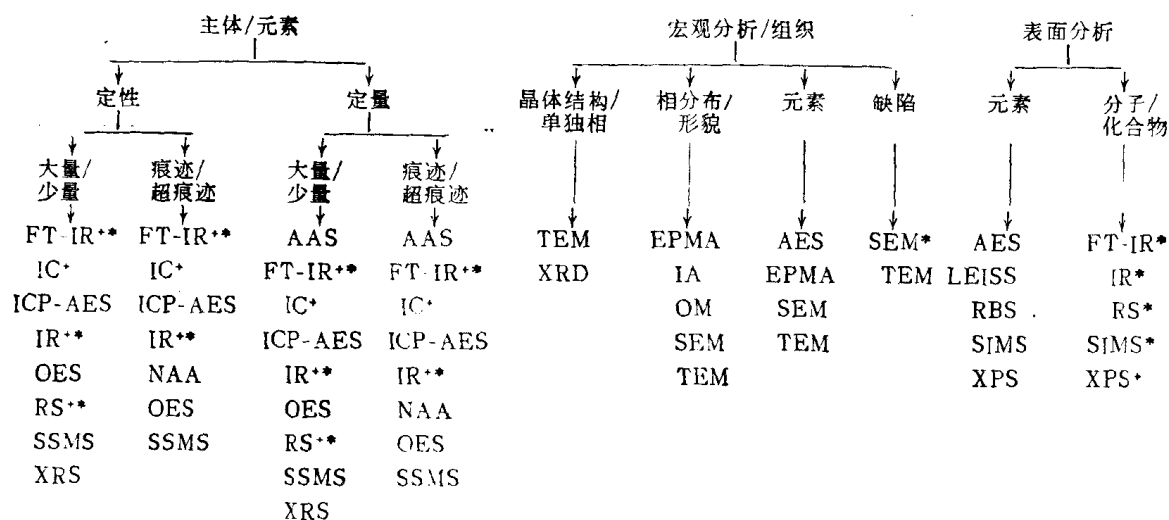


无机固体：玻璃、陶瓷

湿法分析化学，紫外/可见吸收光谱，和分子荧光光谱一般能够适合于完成所列许多主体分析。

· = 一般可使用；N或+ = 有限数目的元素或元素族；S或* = 特殊条件下；D = 分解以后。

方法	页次	元素	类别	同位素/ 质谱分析	分析类型												
					定性	半定量	定量	宏观/ 主体	微观 分析	表面 分析	大量	少量	痕迹	相分析	组织	形貌	
AAS	48	D					D	D			D	D	D				
AES	671	S				S
EPMA	717	S	S			.
IA	380								.	.							.
IC	818	D,N			D,N	D,N	D,N	D,N			D,N	D,N	D,N				
ICP-AES	33	D			D	D	D	D			D	D	D				
IR/FT-IR	131	S	S		S	S	S	S			S	S	S	S	S		
LEISS	745	.			.	.			S				
NAA	284	.	N				S	.	.				
OES	21				
OM	369							.	.								.
RBS	777	S	S				
RS	153	S	S		S	S	S	S	S		S	S	S	S	S		
SEM	600		S			.
SIMS	754	S				
SSMS	173				
TEM	529	.			.	.	S		.		.	.					
XPS	696	.	N					
XRD	399	.			.	.	S		.		.	.					
XRS	96		N			

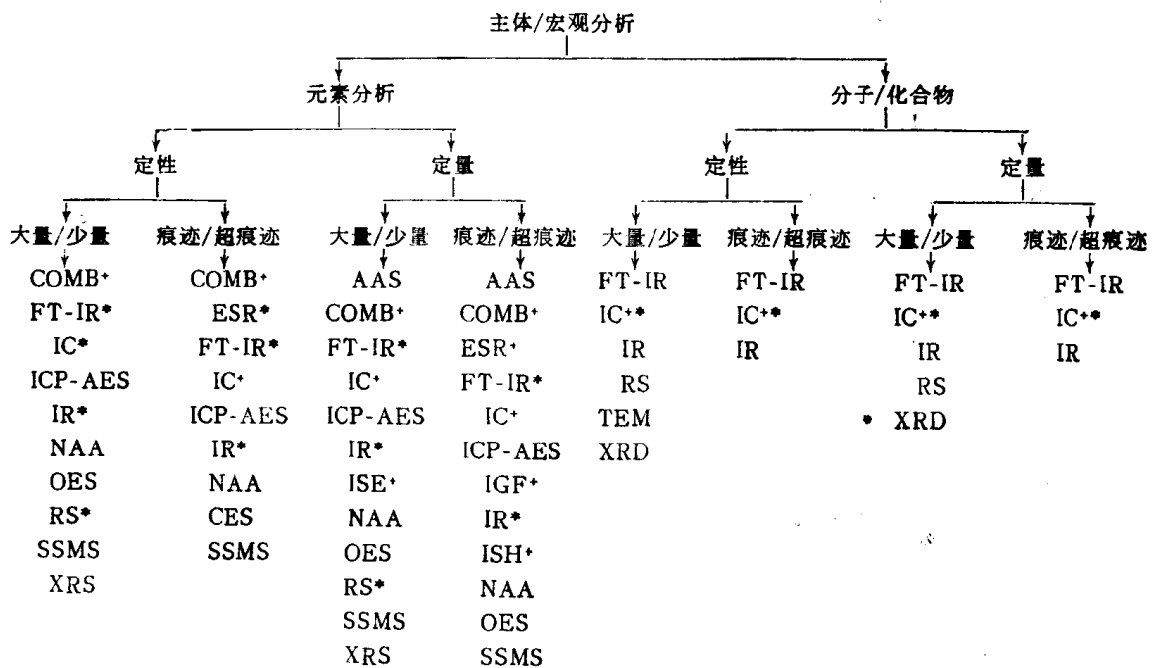


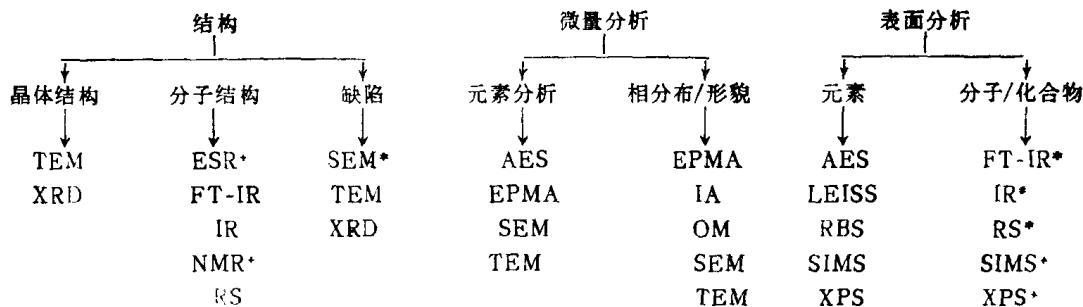
无机固体：无机物、矿物、渣、颜料、无机化合物、流出物、化学试剂、合成材料、触媒剂

湿法分析化学、电化学、紫外/可见吸收光谱，和分子荧光光谱通常能适用于完成所列的许多主体

分析。· = 通常可用的；G = 碳、氮、氢、硫、或氧；细节参阅各章节前面概要；N 或 + = 有限数的元素或元素族；S 或 * = 在特殊条件下；D = 分解后

方法	页次	元素	类别	同位素/谱分析	定性	半定量	定量	宏观/主体	显微分析	表面分析	大量	少量	痕迹	化合物/相	组织	形貌
AAS	18	D					D	D			D	D	D			
AES	671	.			.	.			S	.	.	.	S			S
COMB	271	G				G	G	G			G	G	G			
EPMA	632	S	S		.
ESR	309	N	N		N	N	N	N				N	N		N	
IA	380							.	.							.
IC	818	D	S		D	D	D	D			D	D	D			
ICP-AES	33	D			D	D	D	D			D	D	D			
IGF	276	G					G	G				G	G			
IR, FT-IR	131	S, D			S, D	S, D	S, D	S, D		S	S, D	S, D	S, D	S, D	S, D	S, D
ISE	223	D, N				D, N	D, N	D, N			D, N	D, N	D, N			
LEISS	745			
NAA	284	.		N			
OES	21			
OM	369							.								.
RBS	777	S	S			
RS	153	S, D			S, D	S, D	S, D	S, D		S	S, D	S, D	S, D	S, D	S, D	S, D
SEM	600		S		.
SIMS	754	S	S		
SSMS	173			
TEM	529	.			.	.	S
XPS	696	S		
XRD	399				.	.	S
XRS	96	N			



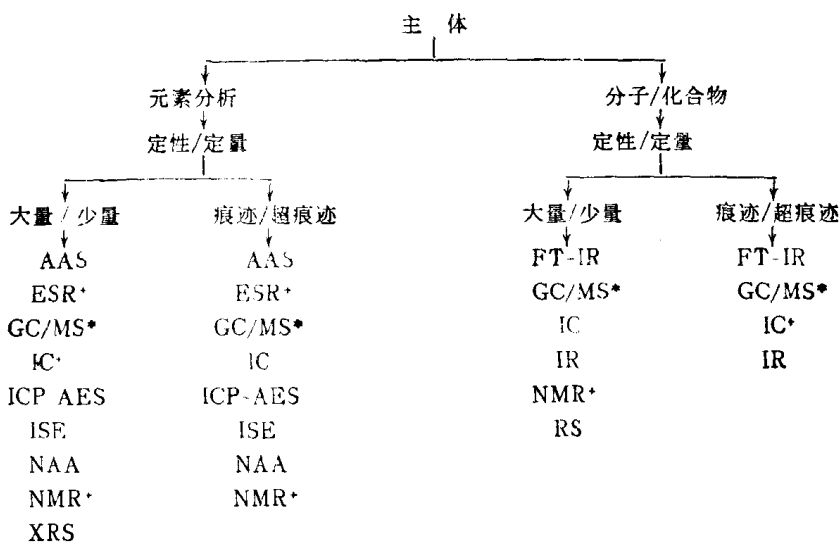


无机液体和溶液：水、流出物、溶渣、酸、碱、化学试剂

湿法分析化学、电化学、紫外/可见吸收光谱,以及分子荧光光谱,通常能适用于完成所列的主体分

析。对无机固体所用的所列技术的大多数,可用于分析溶液蒸发到干的剩余物。· = 通常可用的; N或+ = 有限数目的元素或元素族; S = 特殊情况下; V或* = 挥发性液体或组分

方法	页次	元素分析	类别	化合物	同位素/ 质谱分析	定性	半定量	定量	宏观/ 主体	大量	少量	痕迹	结构
AAS	48	·						·	·	·	·	·	
EFG	260	N	N	N			N	N	N	N	N	N	
ESR	309	N	N			N	N	N	N		N	N	N
GC/MS	791	V,N		V	V	V	V	V	V		V	V	
GMS	188	V,N		V	V	V	V	V	V	V	V	V	
IC	818	·	·	S		·	·	·	·	·	·	·	
ICP-AES	33	·				·	·	·	·	·	·	·	
IR/FT-IR	131	·	·	·		·	·	·	·	·	·	·	
ISE	223	·	S			·	·	·	·	·	·	·	
NAA	284	·			N	·	·	·	·	·	·	·	
NMR	341	N		N		N	N		N		N		N
RS	153	·		·		·	·	·	·	·	·	S	
XRS	96	·				·	·	·	·	·	·	N	

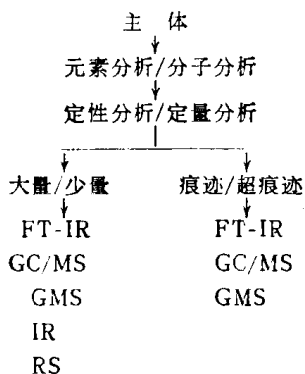


无机气体：空气、排出物、过程气体

如果气体吸附在无机固体上或吸入液体时,

大多数所列的无机固体和无机液体的分析技术能够应用。· = 通常可用

方法	页次	元素分析	类别	化合物	同位素/ 质谱分析	定性	半定量	定量	宏观/ 主体	大量	少量	痕迹
GC/MS.....	791	•		•	•	•	•	•	•	•	•	•
GMS.....	188	•		•	•	•	•	•	•	•	•	•
IR/FT-IR ...	131	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
RS.....	153	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•

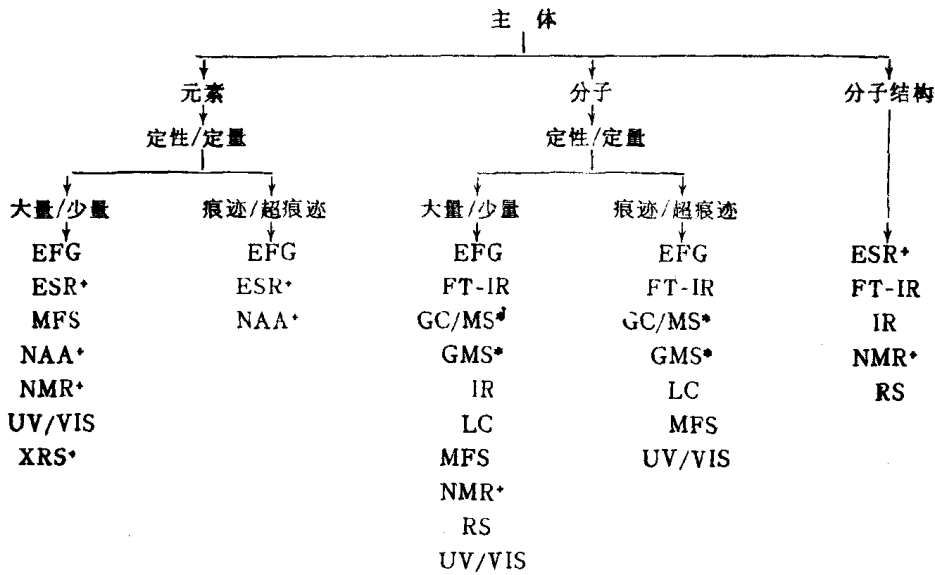


有机固体：聚合物、塑料、环氧树脂、长链碳氢化合物、酯、泡沫、树脂、去垢剂、颜料、有机合成物、煤和煤的衍生物、树木产品、化学试剂、有机金属物

大多数用于无机固体和无机液体的所列分析技

术能用于任何成灰后的剩余物。• = 通常可用；N 或 + = 有限数目的元素或元素族；S 或 * = 特殊条件下；D = 分解/萃取后；V = 挥发的固体或组分（也能用GC/MS分析），热解固体；C = 结晶固体

方法	页次	元素分析	类别	化合物	同位素/ 质谱分析	定性	半定量	定量	宏观/ 主体	微观分析	表面分析	大量	少量	痕迹	组织	形貌
AES.....	671	•				•	•			•	•	•	•			
COMB.....	271	N						N	N			N	N	N		
EFG.....	260	•		•		•	•					•	•			
EPMA.....	717	N				N	N	N		N		N	N	N		N
ESR.....	309	N	N			N	N	N	N				N	N	N	
GC/MS.....	791	V		V	V	V	V	V	V			V	V	V		
IA.....	380								•	•						•
IC.....	818	D,N		D,N		D,N	D,N	D,N	D,N			D,N	D,N	D,N		
IR/FT-IR ...	131	D,N	D,•	D,•		D,•	D,•	D,•	D,•		D,S	D,•	D,•	D,•	D,S	
LC.....	805			D		D	D	D	D			D	D	D		
LEISS.....	745	•				•	•					•	•	S		
MFS.....	84	D,N	D,N	D,N		D,N	D,N	D,N	D,N			D,N	D,N	D,N		
NAA.....	284	N			N	N	N	N	N			N	N	N		
NMR.....	341	N		N		N	N		N			N	N		N	
OM.....	369								•	•						•
RS.....	153	D,N	D,•	D,•		D,•	D,•	D,•	D,•		S	D,•	D,•		D,S	
SAXS.....	494	•		•		•			•							•
SEM.....	600	N				N	N					N	N			•
SIMS.....	754	•		S	•	•						•	•	•		•
TEM.....	529	S		C		N	N					N	N		C	•
UV/VIS.....	68	D,•	D,•	D,•		D,•	D,•	D,•	D,•			D,•	D,•	D,•		
XPS.....	696	•	N	S		•	•					•	•	•		
XRD.....	399			C		C	C	C,S	C			C	C		C	
XRS.....	96	N				N	N	N	N			N	N	N		



有机气体：天然气、排出物、热解产物、过程气体

如果气体吸附在固体上或吸收到液体中去，则

用于有机固体和有机液体。所列的大多数技术均能应用。· = 通常可用；S = 特殊条件下；L = 吸附在固体上或吸收在液体中后。

方法	页次	元素分析	类别	化合物	同位素/质谱分析	定性	半定量	定量	宏观分析/主体	大量	少量	痕迹	结构
GC/MS.....	791	·		·	·	·	·	·	·	·	·	·	
GMS.....	188	·		·	·	·	·	·	·	·	·	·	
IR/FT-IR ...	131	·	S	·		·	·	·	·	·	·	·	·
LC.....	805			L		L	L	L	L	L	L	L	
RS.....	153	·	S	·		·	·	·	·	·	·	·	·

总分析

- ↓
- FT-IR
- GC/MS
- GMS
- IR
- LC
- RS

取 样

John K. Taylor

(国家标准局分析化学中心)

Byron Kratochvil

(Alberta 大学化学系)

引 言

取样是为了进行试验,对总体的一部分的选取。为了经济和技术的理由,用这一部分来进行原材料、工厂生产线和工业生产的最终产品和废料的化学和物理测量。许多有关原材料和最终产品的质量控制,以及环境监测的工业决策都是依据这些测量。

任何测量的可靠性决定于试样的质量。取样方案设计得不好,或者取样过程、试样储存、保管或预处理的不可靠会使结果不明确,或妨碍对这些结果的解释。本文主要考虑主体材料,包括矿物、金属、周围环境的重要物质和工业原材料以及废品的取样问题。

整批取样的程序设计包括:

- 鉴定从中取样的取样群。
- 从抽样群中选择和抽出有效的总样。
- 把每组总样减少到适合于所用的分析方法的实验室样品。

设计中坚持的是应努力保持快速而经济地产生正确结果的取样条件。普通用的名词在本卷“名词术语”章中给出定义。

取样的初步考虑

误差的许多来源,诸如弄脏的仪器或试剂、带有偏见的方法,或者操作者错误,都能够采用正确的空白试验(测定加入的所有试剂,但不包括试样)、标准,和参考材料来控制。但是,如果取样是无效的,则控制和空白将没有用。因之,取样不可靠性常常根据其他的不可靠性来分别处理。对于随机误差来说,总的标准偏差, s_o , 和取样操作标准偏差, s_m , 及剩余的分析操作偏差, s_a , 建立了 $s_o^2 = s_m^2 + s_a^2$ 关系。有可能时,测量应该这样来

进行,使取样的变化和测量的变化能够分别评定。在已知 s_o 的统计控制测量过程中, s_o 能够由 s_m 来求值, s_a 是用试样分析来测定的。换言之,可以设想一种合适的重复测定或取样以评定两个标准偏差。

一旦取样的不可靠性是1/3或更少,那么进一步减小测量的不可靠性就不重要了〔1〕。所以,如果取样的不可靠性大,且不能减小时,则快速的、近似的分析方法可能就足够了,进一步细化测量也不会显著地改善总的结果。在这样情况下,可以进行较多试样检查的快速低精确度的方法,可以减小平均值的不可靠性。

试样类型

随机试样 有时为了获得极限数值,诸如在最好或最坏的情况来指导取样。然而,通常收集试样来决定抽样群中一些特性的分布。为了获得这种分布的最好估计,可以进行任意取样。任意取样时,抽样群的每一部分都有机会包括在试样中,不管这一部分的位置或性质。

在要获得结论的目标抽样群和实际抽取那些试样的原始抽样群之间的区别是重要的。实际上,虽然差别可能很小,但是很少相同。可通过任意选择检查的部分来使这种区别成为最小,在检查的部分中抽样群的每一部分有相等的选择机会。从这些任意试样中根据数学机率能做出结论。

根据任意数目的表中的试样集合来获得一个任意试样,而不是任意选择的。但是,用一个规定的议定书来选择的试样往往反映取样者的决定和所用设备带来的一些偏差。此外,获得试样的人们必须了解这种显然不系统的收集形式必须是有效的。

在整个一批大量的材料中任意取样时,材料分成一些真实的或假想的部分。例如一大箱原材料概念上能够水平地和垂直地再分成堆。然后每个部分