

第 7 章 分析方法及应用

内容提要:

本章在简单讨论了分析化学的基本概念的基础上,着重从应用角度讨论了在分析测试时如何选择合适的分析方法及进行分析测试的一般过程和基本方法,并对标准体系进行了简单介绍。

本章要求:

了解分析化学的任务和作用;了解分析方法的分类、各种方法的特点及选择分析方法的依据;了解试样分析的一般过程及试样的采集与制备、试样的溶解与分解方法;了解标准的初步知识。

7.1 分析化学简介

7.1.1 分析化学的任务和作用

分析化学 (analytical chemistry) 是研究物质的化学组成的分析方法及有关理论的一门学科。其任务包括鉴定物质的组成、测定物质的含量及确定物质的结构。与此任务相对应, 分析化学可分为定性分析(qualitative analysis)、定量分析(quantitative analysis)和结构分析(structure analysis)。**定性分析**是为了确定物质由哪些组分(元素、离子、基团或化合物)组成;**定量分析**是测定物质中有关组分的含量;而**结构分析**则是为了鉴定物质的化学结构。基础的分析化学主要是讨论定性和定量分析化学的内容。另外由于目前利用仪器进行定性分析的方法比较方便, 而且根据样品来源也可初步判断样品的组成, 所以利用化学方法进行定性分析的操作越来越少, 而重点主要放在定量分析上。

分析化学无论是在生产、科研还是日常生活中都有着极其重要的作用。如原料、材料、中间产品和出厂成品的质量检查。生产过程的控制和管理。新材料、新技术和新工艺的探索和推广, 食品卫生、环境保护中大气和水质的连续检测, 武器装备的生产和研制, 刑事犯罪活动的侦破, 生命科学研究等等, 无一不依赖分析化学的配合。可以说, 只要涉及到化学现象, 在其研究中都要用到分析化学。因此, 分析化学被称为科学技术的眼睛, 是进行科学研究的基础。

现以各种国际运动会上兴奋剂的检验为例来说明分析化学的作用。各种违禁药物大约有 100 余种, 主要可以分为 4 类: 挥发性含氮化合物、非挥发性含氮化合物、咖啡因和甾体。对于第一类挥发性的含氮化合物, 分析时先将尿液碱化, 用有机溶剂萃取、富集, 然后在气相色谱仪中分析、检测; 对于第二类非挥发性的含氮化合物, 分析时先将尿液萃取, 然后通过化学反应使其变为气相, 再进行气相色谱分析等等。这只是物质分析的一个具体实例, 实际上分析方法是多种多样的, 而且在分析过程中常常伴随着采样、溶样、分离、富集等操作, 如前面所提到的萃取就是一种分离技术。下面就定量分析化学的分类及其特点作一简单介绍。

7.1.2 分析化学的分类和特点

除了按分析任务分为定性分析、定量分析和结构分析外，分析化学还可以按分析方法和具体的要求不同而又可以分为许多种类。

1. 化学分析和仪器分析

按分析方法来分，分析化学又可分为化学分析和仪器分析。见图 7-1

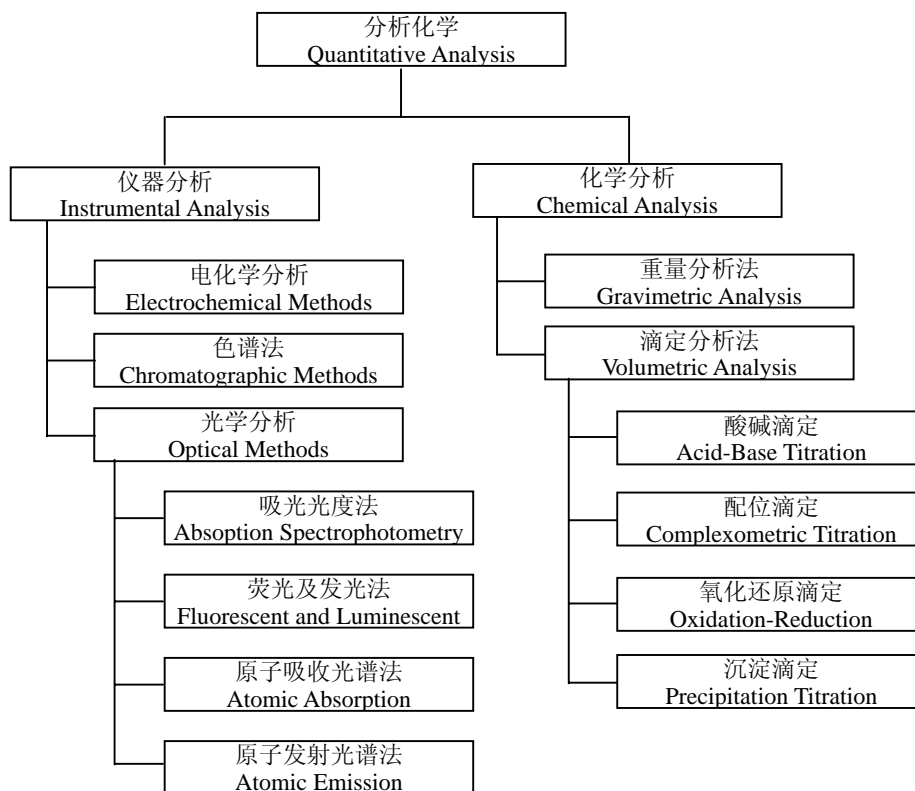


图 7-1 分析化学按分析方法的分类表

化学分析法

化学分析法是利用物质的化学性质进行分析的方法，主要有重量分析和滴定分析（容量分析）法等。

(1) **重量分析法**根据反应产物（一般是沉淀）的质量来确定被测组分在试样中的含量。例如试样中钡的测定，是在试样中加入适量过量的稀硫酸，使之生成 BaSO_4 沉淀，经过滤、洗涤、灼烧后称量，以测得试样中 Ba 的质量

分数 $w(\text{Ba})$ 。重量法适用于含量在 1% 以上的常量组分的测定，准确度高，误差在 0.1%~0.2% 之间，但操作麻烦、费时。

(2) **滴定分析法**是将一种已知浓度的标准溶液，用滴定管滴加到被测物质的溶液中，直到反应完全为止，根据滴定所消耗的标准溶液的体积和浓度，即可利用化学计量关系计算出被测组分的含量。可见，化学计量关系是滴定分析的理论依据。由于所用的测量数据是体积，所以滴定分析法又称为**容量分析法**。根据所依据的化学反应的类型不同，**滴定分析法又分为酸碱滴定法、配位滴定法、沉淀滴定法和氧化还原滴定法**。酸碱滴定主要是利用酸碱中和反应测定酸或碱的物质的量；配位滴定主要是利用配位剂如螯合剂乙二胺四乙酸 (EDTA) 与金属的反应来测定样品中金属元素的含量；沉淀滴定主要是利用沉淀反应进行测定 (如利用 AgNO_3 与卤素离子的反应测定卤素离子或银离子)；氧化还原滴定是利用氧化还原反应测定一些具有氧化性或还原性的物质，或用间接的方法测定非氧化还原性物质。

在滴定分析中，通常将已知准确浓度的试剂溶液称为“滴定剂”，把滴定剂从滴定管加到被测物质溶液中的过程叫“滴定”(titrate)，加入的标准溶液 (已知浓度的溶液) 与被测物质定量反应完全时，反应即达到了“化学计量点”(stoichiometric point)。一般化学计量点是由指示剂 (indicator) 的变色来确定的，把在滴定中指示剂改变颜色的那一点称为“滴定终点”(end point)。滴定终点与化学计量点不一定恰好一致，由此造成的分析误差称为“终点误差”。不同的滴定方法所用指示剂是不同的，如酸碱滴定用酸碱指示剂，配位滴定用金属指示剂，沉淀滴定中不同的方法选用不同的指示剂，如吸附指示剂等，氧化还原指示剂中有自身指示剂、特征指示剂、氧化还原指示剂等。

滴定分析法适用于常量组分的测定，比重量分析简便、快速，准确度高，可用于测定很多元素，应用非常广泛。

仪器分析法

仪器分析法是利用物质的物理及物理化学性质进行分析的方法，由于在分析过程中常常使用一些特殊的仪器设备，所以常称为仪器分析法。按照所利用的物理及物理化学性质的不同，仪器分析中又可分为光学分析法、电化学分析法和色谱法等。

(1) **光学分析法** 根据物质的光学性质所建立的方法，又可分为①分子

光谱法,如可见-紫外吸光光度法、红外光谱法、分子荧光和磷光分析法;②原子光谱法,如原子发射光谱法、原子吸收光谱法等;③其他,如激光拉曼光谱法、光声光谱法、化学发光法等。

(2) **电化学分析法** 根据物质的电学性质所建立的分析方法,主要包括电位分析法、电解分析法、库伦分析法、电导分析法、伏安法和极谱法等。

(3) **色谱法** 是一类重要的集分离与分析于一体的分离、分析方法。主要有气相色谱法、液相色谱法以及离子色谱法。

近年发展起来的质谱法、核磁共振波谱法、X射线、电子显微镜分析以及毛细管电泳等大型仪器的分离分析方法使得分析手段更为强大。

仪器分析较化学分析具有快速、灵敏的特点。由于微处理机的应用,加强了仪器的功能,减轻了操作的难度,并且能获得人工操作所无法比拟的大量信息。

2. 常量分析、半微量分析和微量分析

根据试样的用量及操作规模不同,分析化学又可分为常量、半微量、微量和超微量分析。具体分类情况如图7-2所示。

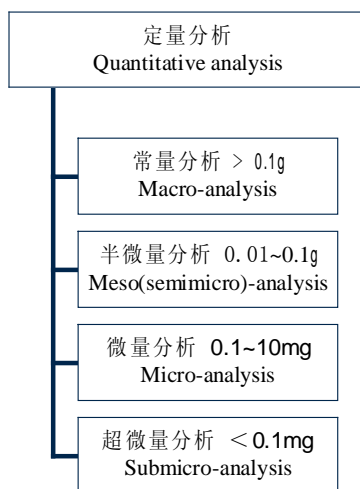


图7-2 分析化学按试样用量的分类表

根据待测组分含量高低不同,又可粗略分为**常量组分**(质量分数 $>1\%$),**微量成分**(质量分数 $0.01\% \sim 1\%$)和**痕量成分**(质量分数 $< 0.01\%$)的测定。痕量成分的分析不一定是微量分析,为了测定痕量成分,有时取样千克以上。

7.1.3 分析化学的发展

分析化学的起源可以追溯到古代的炼金术。当时的分析手段主要是依靠人类的感官和双手进行分析和判断。16 世纪出现了第一个使用天平的试金实验室，使分析化学开始赋有科学的内涵。

直到 19 世纪中期，德国的分析化学家富里西尼乌斯（C.R.Fresenius，1818~1897）出版了两部分析化学书《定性分析化学导论》和《定量分析导论》，使化学分析方法基本上开始形成一套较完整的体系。1862 年，富里西尼乌斯又创办了《分析化学学报》，为分析化学的发展打下了良好的基础。当时全世界本来只有专载全面的各类化学论文的几种期刊，而《分析化学学报》却是最早的专载化学一个分支学科论文的期刊，该刊至今还在定期出版，而且是国际上负有盛名的科学刊物。

进入 20 世纪，由于现代科学技术的发展，相邻学科之间的相互渗透，使分析化学发生了巨大的变革，并发展成为一门学科。其发展经历了 3 次巨大的变革。

第 1 次是在 20 世纪初，由于物理化学溶液理论的发展，为分析化学的发展提供了理论基础，建立了溶液中四大平衡理论，使分析化学由一种技术发展为一门科学。

第 2 次巨大变革发生在第二次世界大战前后，由于物理学和电子学的发展，促进了分析化学中物理方法的发展。分析化学从以化学分析为主的经典分析化学发展到以仪器分析为主的现代分析化学。因此有些人曾怀疑经典分析化学是否仍有必要存在，并在 1962 年流传着“不管你喜欢不喜欢，化学正在走出分析化学”的名言。

自 20 世纪 70 年代末至今，以计算机应用为主要标志的信息时代的来临，给科学技术的发展带来了巨大的冲击，也促使分析化学进入了第 3 次变革时期。这次变革的推动力是生命科学、环境科学、新材料科学发展的需要，对分析化学的要求不再局限于“有什么”和“有多少”，而是要求提供更多、更全面的信息。从常量分析发展到微量分析、从确定组成到形态分析、从样品的总体分析到微区表面、分布及逐层分析、从宏观组分到微观结构分析、从

静态分析到快速反应追踪、从破坏试样到无损分析、从离线分析到在线分析,分析化学吸收了当代科学技术的最新成就,成为最有活力的学科之一。因此又流传“与其说化学正在走出分析化学,不如说数学、物理学、电子学、计算机科学、生命科学等正在走进分析化学”的名言。

从分析对象来看,生命科学、环境科学、新材料科学中的分析化学是分析化学中最热门的课题。如与生命科学有关分析化学课题多集中在多肽、蛋白质、核酸等生物大分子分析、生物药物分析,超痕量、超微量生物活性药物分析等方面。如用生物发光分析测定 ATP(三磷酸腺苷)可达 10^{-18} mol,即只要有一个细菌,其 ATP 就可测出,由此可研究外星球是否有生命存在。

从分析方法来看,计算机在分析化学中的应用和化学计量学是分析化学中最活跃的领域。

7.2 分析方法选择

由上一节可见,分析方法的种类很多,同一种组分往往可以用多种方法进行测定,如可用滴定分析法、重量分析法以及仪器分析法等。而同一类方法中还有多种方法,如滴定分析中的氧化还原滴定法中又有高锰酸钾法、重铬酸钾法和碘量法等。因此选用哪种测定方法必须根据不同情况予以考虑。由于不同试样的测定要求不相同,且选择分析方法时应考虑的因素很多,因此,本节只能从原则上简单介绍在选择测定方法时应着重考虑的一些问题。

1. 测定的具体要求

首先应明确测定的目的及要求,主要包括需要测定的组分、准确度及完成测定的速度等。一般对标准物和成品分析的准确度要求较高,对微量成分分析则灵敏度要求较高,而中间控制分析则要求快速简便。如标准溶液的标定就需要准确度非常高的方法,可采用滴定分析法;煤中硫的测定,如要求测定结果的准确度高,则需采用重量分析法,但测定费时、繁琐;若准确度要求不高,则可通过定硫仪进行分析,虽然准确度没有重量分析法高,但操作简单、快捷。另外,若同一样品需要进行多个组分的分析,最好选择能同时测定多组分的方法或同一次溶样,连续测定多个组分的方法。

2. 待测组分的含量范围

一般来说, 适用于测定常量组分的分析方法常不适用于测定微量组分或低浓度的物质的分析; 反之, 测定微量组分的方法也多不适用于常量组分的测定, 因此在选择测定方法时应考虑欲测组分的含量范围。对于常量组分的测定, 常采用滴定分析法和重量分析法, 这些方法的准确度高, 但灵敏度较低, 不适于测定微量组分。对于微量组分的测定, 应选用灵敏度较高的仪器分析法, 如分光光度法、原子吸收光谱法、色谱分析法等。虽然这些仪器分析法相对误差较滴定分析法和重量分析法大, 但对微量组分的测定, 这些方法的准确度已能满足要求了。另外对含量很低的组分, 往往还需事先进行富集, 然后再进行测定。

3. 待测组分的性质

了解待测组分的性质常有助于测定方法的选择。例如大部分金属离子均可与 EDTA 形成稳定的螯合物, 因此配位滴定法是测定常量金属离子的重要方法。对于碱金属, 特别是钠离子等, 由于它们的配合物一般都很不稳定, 大部分盐类的溶解度较大, 又不具有氧化还原性质, 所以不能采用滴定分析以及重量分析法。但它们却能发射或吸收一定波长的特征谱线, 因此火焰光度法及原子吸收光谱法是首选的测定方法。又如农药残留量的测定, 由于待测物组分较多、性质又极相近, 应采用选择性好, 灵敏度高的色谱分析法。

4. 共存组分的影响

分析较复杂的试样时, 其它组分的存在往往影响测定, 因此在选择测定方法时必须考虑干扰组分对测定的影响, 尽量选择选择性比较高、共存元素干扰小的分析方法, 或者适当改变分析条件, 用掩蔽法或分离法来消除干扰。

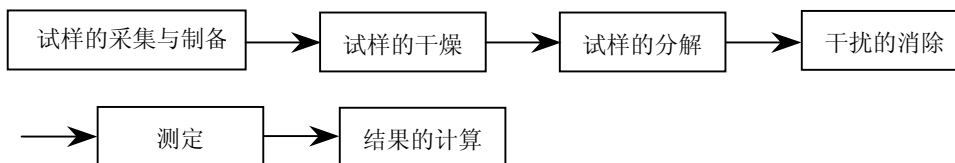
5. 实验室条件

在选择测定方法时, 还应根据实验室的条件因地制宜地。虽然有些方法在选择性、灵敏度及准确度方面都能满足某一物质测定的要求, 但所需仪器昂贵, 一般实验室不一定具备, 也只能选用其他方法。

上述这些原则都是相互联系的，所以在选择分析方法时，应首先查阅有关文献，然后根据上述原则及实际情况综合考虑，以便选出一个较为适合的测定方法。

7.3 分析过程概述

定量分析的任务是测定物质中有关组分的含量。要完成一项定量分析工作，通常包括以下几个步骤。



7.3.1 试样的采集与制备

根据分析对象是气体、液体或固体，采用不同的取样方法。在取样过程中，最重要的是要取到能代表被测物料的平均组成的样品，若所取样品的组成没有代表性，分析再准也是无用的，甚至可能导致错误的结论，给生产或科研带来很大的损失。通常分析时的取样量是很少的，甚至到不足 1g，怎样使少至不足 1g 的样品组分含量能代表多至数千吨的物料的含量呢？取有代表性的样品通常使用的方法是：从大批物料中的不同部位和深度，选取多个取样点进行取样，所得大量的样品经多次粉碎、过筛、混匀、缩分，以制得少量的分析试样。现以矿石为例，简要介绍试样的采集和制备方法。

首先根据矿石的堆放情况和颗粒的大小来选取合理的取样点与采集量。根据经验公式

$$m_Q \geq kd^2 \quad (7-1)$$

可决定所需试样的最小质量 m_Q (单位 kg)。该式中 k 为**缩分常数**，它是经验值。试样均匀度越差， k 值越大， k 通常在 $0.05 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ 至 $1.0 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ 之间。 d 为试样的最大粒度 (直径，单位 mm)。

将采集到的试样经过多次破碎、过筛、混匀、缩分后才能得到符合分析要求的试样。

破碎分为粗碎、中碎和细碎甚至研磨，以便试样的粒度小到能通过要求的筛孔，标准筛的筛号及筛孔直径的关系列于表 7.1。为了保证试样的代表性，每次破碎后过筛时，应将未通过筛孔的粗粒进一步破碎，直至全部通过筛孔，决不可将粗颗粒弃去，因为它的化学成分可能与细颗粒的不同。

表 7-1 标准筛的筛号及孔径大小关系

筛号(网目)	3	6	10	20	40	60	80	100	120	140	200
筛孔直径/mm	6.72	3.36	2.00	0.83	0.42	0.25	0.177	0.149	0.125	0.105	0.074

缩分的目的是使粉碎后的试样量逐步减少，一般采用**四分法**，即将过筛后的试样混匀，堆为锥形后压为圆饼状，通过中心分为四等份，弃去对角的两份。保留的两份是否继续缩分，可按上述公式，根据粒径与取样量的关系进行计算。

例如有矿样 10 kg，经破碎后全部通过 10 号筛孔(最大粒度直径为 2mm)，设 k 值为 $0.3 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ ，应保留的试样量应为：

$$m_Q \geq 0.3 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2} \times (2 \text{ mm})^2 \text{ kg} = 1.2 \text{ kg}$$

因为

$$10 \text{ kg} \times (1/2)^3 = 1.25 \text{ kg}$$

所以要想将 10 kg 试样经缩分后保留 1.2 kg 以上，最多只能将试样连续缩分 3 次。

分析试样要求的粒度与试样的分解难易程度等因素有关，矿石试样一般要求通过 100~200 号筛。

7.3.2 试样的干燥

经粉碎的试样具有较大的表面，容易自空气中吸收水分，此吸附水称为湿存水，为了能准确测定试样中被测组分的含量，称取试样前，应根据试样的性质采用在不同温度烘干的方法除去湿存水。对于烘干时易分解或干燥后在空气中更易吸收水分的样品，则可采用“风干”法干燥。有些物质遇热易爆炸，则只能在室温下，在干燥器中除去水分。

7.3.3 试样的分解

在定量分析中, 一般需要先将试样分解, 在试样分解的过程中既要防止被测组分的挥发损失, 又要避免引入干扰测定的杂质。应根据试样的性质与测定方法的不同, 选择合适的分解方法。对于无机试样的测定常采用**湿法分析**, 即将试样分解后转入溶液中, 然后进行测定。常用的分解方法有**溶解法**和**熔融法**两种; 而对于有机试样的分解, 通常采用**干式灰化法**和**湿式消化法**。

1. 溶解法

根据试样的性质不同, 采用酸或碱及溶剂溶解试样的方法即为溶解法, 也是最常用的方法。正如第6章中所介绍的一些单质及化合物的溶解一样, 在实际样品的溶解中, 除常用的溶剂水外, 还有一些常用的酸溶液或碱溶液, 总结如下:

HCl 金属活动顺序在氢以前的金属和合金、碱性氧化物及弱酸盐都能溶解于 HCl 中。利用 Cl^- 的还原性和配位能力, 还可溶解软锰矿 (MnO_2) 和赤铁矿 (Fe_2O_3)。

HNO₃ HNO_3 具有氧化性, 除铂、金及某些稀有金属外, 绝大部分金属能溶解于硝酸。但能被 HNO_3 钝化的金属 (如铝、铬、铁) 以及与 HNO_3 作用生成不溶性酸的金属 (如铋、锡、钨) 都不能用 HNO_3 溶解。

H₂SO₄ 浓热的 H_2SO_4 有强氧化性和脱水能力, 能溶解多种合金及矿石, 还常用以分解破坏有机物。其沸点高 (338°C), 加热溶解至 H_2SO_4 冒白烟 (SO_3) 可以除去溶液中的 HCl、HF 和 HNO_3 。

H₃PO₄ H_3PO_4 加热时变成焦磷酸, 具有强的配位能力, 常用以溶解合金钢和难溶矿。

HClO₄ 热的 HClO_4 具有强的氧化性和脱水能力。加热溶解至 HClO_4 冒白烟 (203°C), 可除去低沸点酸。但热的 HClO_4 遇有机物易发生爆炸, 使用时应当先用 HNO_3 氧化有机物和还原剂, 然后再加 HClO_4 。

HF HF 的酸性较弱, 但 F^- 的配位能力很强, HF 常与 H_2SO_4 或 HNO_3 混合使用以分解硅酸盐, 但由于 HF 与 Si 反应形成具挥发性的 SiF_4 , 所以用其分解试样时需在铂金或聚四氟乙烯容器中进行。

NaOH NaOH 主要用于分解某些具有两性的金属 (如铝) 或氧化物 (如

Al₂O₃)。

王水 王水是浓盐酸和浓硝酸按 3:1 体积比混合而得的, 具有极强的氧化性和分解能力, 可用于分解一些难溶的贵金属、合金和硫化物。

2. 熔融法

该法是将试样与固体溶剂混匀后置于特定材料制成的坩埚中, 在高温下熔融, 分解试样, 再用水或溶液浸取, 使其转入溶液中。按所用溶剂的酸碱性, 可分为酸熔法和碱熔法。

酸熔法 常用的酸性溶剂有 K₂Cr₂O₇ 和 KHSO₄。在高温下分解产生的 SO₃ 能与碱性氧化物反应, 以此可分解铁、铝、钛、锆、铌等氧化物矿石, 可使用石英或铂坩埚熔融。

碱熔法 常用的碱性溶剂有 Na₂CO₃、NaOH、Na₂O₂ 等, 用于分解大多数酸性矿物。由于 Na₂O₂ 腐蚀性强, 熔融时只能使用铁、银或刚玉坩埚。

3. 干式灰化法

干式灰化法是将有机物试样置于马弗炉中加高温 (400~700℃) 分解, 留下的无机残渣以酸提取后制成分析试液。由于这种方法不使用溶剂分解样品, 所以空白值低, 对微量元素的分析有重要意义。

易挥发元素可使用低温灰化操作装置来测定。如采用高频电激发的氧气流通过试样, 温度仅 150℃, 即可将样品分解, 用以测定生物样品中 As、Se、Hg 等元素。

另外, 氧瓶燃烧法也是一种使用较为普遍的干式灰化法, 它是将试样包在定量滤纸中, 用铂丝固定, 放入充满氧气的密封烧瓶中燃烧, 试样中的卤素、硫、磷及金属元素分别形成卤素离子、硫酸根、磷酸根及金属氧化物而被溶解在吸收液中, 可进行分别测定, 它具有试样分解完全、操作简便、快速、适用于少量试样的分析等优点。

4. 湿式消化法

湿式消化法使用硝酸和硫酸混合液作为溶剂与试样一同加热煮沸分解, 对于含有易形成挥发性化合物 (如氮、砷、汞等) 的试样, 一般采用蒸馏法

分解。这种方法具有简便、快速的特点，但应注意分解溶剂的纯度，否则会因溶剂不纯而引入杂质。例如克式定氮法，就是利用湿法消化法进行分解的。首先将试样中的有机氮分解为无机铵盐，再加入 NaOH 使铵盐变为氨气挥发出来，挥发出的氨气被过量的盐酸吸收，然后用标准 NaOH 溶液滴定剩余的盐酸，根据滴定过程中消耗的 NaOH 的量及盐酸的总量就可计算出原来试样中氮的含量。

7.3.4 干扰的消除

复杂样品中常含有多种组分，在测定其中某一组分时，共存的其它组分常常发生干扰，应当设法消除。采用掩蔽剂来消除干扰是一种比较简单、有效的方法。但有时只靠掩蔽剂是不能彻底消除干扰的，特别是当干扰物质的浓度很大、或没有合适的掩蔽剂时，就需要将被测组分与干扰组分事先分离除去。常用的分离方法有沉淀分离法、萃取法、离子交换法和色谱分离法。不同的分析方法中采取的消除干扰的方法也不尽相同，应区别对待。例如采用 EDTA 配位滴定法分析含 Al^{3+} 和 Zn^{2+} 的混合溶液中 Zn^{2+} 时， Al^{3+} 构成严重干扰，可加入 F^- ，使之与 Al^{3+} 形成稳定的配离子 $[\text{AlF}_6]^{3-}$ ，如此可掩蔽 Al^{3+} 而直接滴定分析 Zn^{2+} 。

7.3.5 测定及分析结果的计算

根据被测组分的性质、含量和对分析结果准确度的要求，选择合适的分析方法进行测定。测定时，按照标准试验方法的操作进行实验，记录好所测得的实验数据。为了使测定的随机误差尽量小，测定时应平行测定数次（一般 3 次）取平均值。

根据试样质量、测量所得数据及分析过程中有关反应的化学计量关系，即可计算试样中有关组分的含量，该含量可以被测物的质量、质量分数或物质的量浓度来表示，并利用数据统计原理评价分析结果的准确度与精密度。

7.4 标准体系简介

标准是标准化活动的成果，也是标准化系统的最基本要素和标准化学科中最基本的概念。由于现代科学技术的迅速发展和贸易的进步，需要对产品、技术、管理、服务，甚至对科技术语都要作出统一的规定或规范，因此便有了各种各样的标准、标准化委员会和标准化行政管理部门。

7.4.1 标准化的概念

标准(Standard)是一种技术要求、技术规范。1983年，我国在GB 3935-1《标准技术基本术语》中对标准定义如下：

标准是重复性事物或概念所做的统一规定，它以科学，技术和实践经验的综合成果为基础，经有关方面协商一致，由主管部门批准，以特定形式发布，作为共同遵守的准则和依据。

该定义具体地说明下列4个方面含义：

(1) 制订标准的对象是重复性事物或概念。

(2) 标准产生的客观基础是“科学、技术和实践经验的综合成果”。

(3) 标准在产生过程中要“经有关方面协商一致”。比如产品(如食盐)标准不能仅由生产、制造部门来决定，这样，制订出来的标准才能考虑各方面尤其是使用方的利益，才更具有权威性、科学性和使用性，实施起来也较容易。

(4) 标准的本质特征是统一。这就是说标准“由标准主管机构批准以特定形式发布，作为共同遵守的准则和依据”的统一规定。

国际标准化组织(International Organization for Standardization, ISO)的标准化原理委员会(STACO)一直致力于标准化基本概念的研究，先后以“指

南”的形式给“标准”的定义作出统一规定，1991年，ISO与IEC（International Electro technical Commission，国际电工委员会）联合发布第2号指南《标准化与相关活动的基本术语及其规定（1991年第6版）》，该指南给“标准”定义如下：

“标准是由一个公认的机构制定和批准的文件，它对活动或活动的结果规定了规则，导则或特性值，供共同和反复使用，以实现在预定结果领域内最佳秩序的效益”。

该定义明确告诉我们，制定标准的目的，基础，对象，本质和作用。由于它具有国际权威性和科学性，无疑应该是世界各国，尤其是ISO和IEC成员应该遵循的。

7.4.2 标准的分类

为了不同的目的，可以从各种不同的角度，对标准进行不同的分类方法。目前，人们常用的分类方法有以下三种：

1. 按约束分类

按约束力分，国家标准、行业标准可分为强制性标准、推荐性标准和指导性技术文件三种：

(1) 强制性标准

强制性标准主要是指那些保障人体健康，人身、财产安全的标准和法律、行政法规规定强制执行的标准。

(2) 推荐性标准

除强制性标准范围以外的标准是推荐性标准。推荐性标准不强制执行，但这些标准都是按国家或行业部门规定的标准制定程序，由专家组起草，经有关各方协商一致，并经国家或行业主管部门批准的。

(3) 指导性技术文件(暂行标准)

指导性技术文件是一种推荐性标准化文件。它的制定对象是需要标准化,但尚未成熟的内容,或有标准化价值但不急于强求统一,或者需要结合具体情况灵活执行,不宜全面统一的对象等。

2 层级分类法:

按照标准化层级可以将标准划分为不同层次和级别的标准,如结构标准、区域标准;国家标准、行业标准、地方标准和企业(公司)标准。

(1) 国际标准:由国际标准化或标准组织制定,并公开发布的标准是国际标准(ISO/IEC 第1号指南)。

因此,ISO、IEC 批准发布的标准是目前主要的国际标准,ISO 认可,即列入《国际标准题内关键词索引》的一些国际组织如国际计量局(BIPM)、食品法典委员会(CAC)、世界卫生组织(WHO)等组织制订,发布的标准也是国际标准。

(2) 区域标准:区域标准是“由某一区域标准或标准组织制定,并公开发布的标准”(ISO/IEC 第2号指南)。如欧洲标准化委员会(CEN)发布的欧洲标准(EN)就是区域标准。

(3) 国家标准:国家标准是“由国家标准团体制定并公开发布的标准”(ISO/IEC 第2号指南)。如GB、ANSI、BSI、AFNOR、DIN、JIS等是中、美、英、法、德、日等国国家标准的代号。

(4) 行业标准:

由行业标准化团体或机构发布在某行业的范围内统一实施的标准是行业标准,又称为团体标准。如美国材料与试验协会标准ASTM、石油学会标准(API)、机械工程师协会标准(ASME)、英国的劳氏船级社标准LR,都是国际上有权威性的团体标准,在各自的行业内享有很高的信誉。

我国的行业标准是“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所制定的标准”如JB、QB、FJ、TB、HG等就是机械、轻工、纺织、铁路运输、化工行业的标准代号。

(5) 地方标准:

地方标准是“由一个国家的地方部门制定并公开发布的标准”(ISO/IEC 第 2 号指南)。我国的地方标准是“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产品安全、卫生要求、环境保护、食品卫生、节能等有关要求”所制定的标准,它由省级标准化行政主管部门统一组织制订、审批、编号和发布。

(6) 企业标准:

企业标准,有些国家又称公司标准,是由企事业单位自行制订、发布的标准,也是“对企业范围内需要协调,统一的技术要求、管理要求和工作要求”所制定的标准。美国波音飞机公司、德国西门子电器公司、新日本钢铁公司等企业发布的企业标准都是国际上有影响的先进标准。

3 对象分类法:

按照标准对象的名称归属分类,可以将标准划分为产品标准,工程建设标准,方法标准,工艺标准,环境保护标准,过程标准,数据标准等等。

此外,还有工程建设标准、安全标准、卫生标准、环境保护标准、服务标准(又称服务规范)、包装标准、数据标准、过程标准、文件格式标准、接口标准等。

7.4.3 方法标准和产品质量检验

以试验、检查、分析、抽样、统计、计算,测定、作业等各种方法为对象制定的标准是方法标准(GB 3935-1)。

方法标准是一类十分重要的标准种类,无论是国际标准化团体,还是各国标准化机构,都很重视方法标准的制定。ISO 初期制定的标准中,方法标准和术语标准并列为当时的两大标准主题,美国 ASTM 标准中绝大多数是材料或产品试验方法标准。我国同样十分重视方法标准的制定工作,如 1984 年时,

国家标准总数为 6179，各种方法标准数占国家标准总数的比例仅次于产品标准数，占 36.1%（2230 个），到 1986 年，仅过了 2 年，国家标准总数增加到 9388 个。方法标准数仍名列第 2 位，但占国家标准数的比例却提高到 37.6%（3530 个）。方法标准每年平均增加 650 个，增长速度超过了国家标准数的增长，可见方法标准在我国标准体系中的重要地位。

方法标准是考核和测定产品质量是否符合标准要求而采用的一种方法和手段。它是产品制造部门和用户确定产品是否合格所共同遵守的基本原则。

方法标准包括操作和精度要求等方面的统一规定。对所用仪器、设备、检测或检验条件、方法、步骤、数据计算、结果分析、合格标准及复验规则等方面的统一规定。

我国大部分产品标准，都把检验统一为型式检验（例行检验）与出厂检验（交收检验）两类。所有产品标准中，均应规定出厂检验的规则和检验项目，而对型式检验（例行检验），则在产品标准中应明确其进行条件、规则和检验项目。

一般说来，型式检验是对产品各项质量指标的全面检验，以评定产品质量是否全面符合标准，是否达到全部设计质量要求。出厂检验是对正式生产的产品在交货时必须进行的最终检验，检查交货时的产品质量是否具有型式检验中确认的质量。产品经出厂检验合格，才能作为合格品交货，出厂检验项目是型式检验项目的一部分。无论是哪种检验都必须按一定的标准进行。

思考题

1. 分析化学的任务是什么？有什么作用？
2. 分析化学按方法分类，有哪些分析方法？各有何特点？
3. 在进行农业试验时，需要了解微量元素对农作物栽培的影响。某人从试验田中挖一小铲泥土试样，送化验室测定。试问由此试样所得分析结果有无意义。如何采样才正确？

4. 某矿石的最大颗粒直径为 10 mm，若其 k 值为 $0.1 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ ，问至少应采取多少试样才具有代表性？若将该试样破碎，缩分后全部通过 10 号筛，应缩分几次？若要求最后获得的分析试样不超过 100 g，应使试样通过几号筛？
5. 怎样溶解下列试样：锡青铜（Cu: 80%、Sn: 15%、Zn: 5%）、高钨钢、纯铝、银币、玻璃（不测硅）。
6. 分解无机试样和有机试样的主要区别有哪些？
7. 下列试样宜采用什么熔剂和坩埚进行熔融：
铬铁矿，金红石（ TiO_2 ），锡石（ SnO_2 ），陶瓷
8. 标准按层级分为几类？按约束力分为几类？
9. 企业在进行产品的出厂检验时，检验人员是否可以任意选择分析方法？