

化学分析中的误差控制

马 龙 刘 军 孟庆鹏

新疆维吾尔自治区矿产实验研究所 830000

摘 要: 化学分析是一个非常复杂的过程, 在化学分析中, 由于各种因素的存在, 使得分析结果的精度受到了很大的影响, 从而影响了后续工作的顺利进行。通过分析误差问题产生的原因, 把它贯穿到全流程中, 在取样质量、样品处理、方法选择、数据检查 and 数据分析等各个环节中, 都有可能出现误差问题, 从而对化学分析的准确性产生影响。因此, 想要提高分析的准确性, 就必须找到一种可行的方法, 来保证分析的质量。文章对化学分析过程中的误差控制作了一些探讨, 并根据实际情况, 提出了一种较为合理的控制方法。

关键词: 化学分析测试; 误差; 控制措施

引言

在化学分析中, 主要是以量化的化学反应为基础, 对被测对象进行有目的的分析。化学过程因为流程比较繁琐, 包含的内容也比较多, 所以要进行复杂的操作, 才能得到最终的化学分析结果。但是, 在化学分析结果的准确度方面, 会受到很多客观因素的影响。比如, 操作的仪器设备条件, 或者分析方法, 都会对测量结果造成不同程度的影响, 从而会出现错误现象, 从而对后续决策工作产生制约。因此, 必须根据实际情况, 寻找出一套合理的控制误差的方法, 使其尽量保持在一个较小的范围之内, 以提高化学分析的准确性。因此, 有必要对化学分析中的误差进行深入的研究, 并对今后的工作进行借鉴。

一、化学分析的概述

分析化学是一门对物质化学组成、结构信息、分析方法和相关理论进行研究的学科, 其所要解决的问题是: 决定一种物质中包含了什么成分, 这些成分在一种物质中是怎样存在的, 每一种成分的相对含量有多大, 以及怎样对物质的化学结构进行表征等。它涉及到了化学的组成与结构。成份分析有定性与定量之分。定性分析的主要目的是鉴别出一种物质的组成成分, 并对一种有机化合物进行定性研究。定量的工作就是确定材料中各种成分的含量。分析化学作为一门新兴学科, 在工业生产中, 从选材、流程测定、“中控”到成品检验, 再到“三废”的治理与综合利用, 都扮演着重要的角色。而在新产品、新工艺、新技术的研发与推广中, 分析化学又是不可或缺的一环。根据其检测原理及使用方式, 分析化学可划分为化学分析与仪器分析两大类。化学分析方法具有较高的精确性, 适合于常量的分析, 如重量分析、滴定法等; 仪器分析方法快速、简便、灵敏, 适合于光学分析、电化学分析、色谱分析、热分析等多种分析方法。

二、化学分析测试中误差的表示方法

(一) 正确度

在试验中, 正确性被用来表示系统误差的大小。它是指在给定的情况下, 对全部系统误差进行合成, 并对给定的系统误差进行校正, 进而对未知的系统误差进行估计。

(二) 精密性

在试验结果中, 随机误差的大小一般是由精度来表示的。它指的是在规定的条件下, 进行多次测量的时候, 测量结果之间相互接近的程度, 它只代表了各个数据的精密程度, 但是并没有对所测量数据的真实性进行分析, 在使用统计方法对数据进行处理时, 通常采用的是标准偏差法。通常, 人们通常会用“精密性”这个词来表示测试仪器和测试方法的稳定性, 同时, 测量精度也是一个重要的

指标。测量数据的双差、极差、标准偏差以及相对标准偏差等都与精度有密切的关系, 如果测试数据的相对标准偏差较大, 这就意味着, 试验的精度更高。

(三) 准确度

在试验中, 精度是随机误差与系统误差的结合, 它能使测量结果的平均值与真值、标准值相一致。在评估某种分析方法的精确性时, 一般情况下, 将测试数据与标准值进行对比, 或者将分析方法一的测试数值与分析方法二的测试数值进行对比, 并且还可以添加标准物质的检验方式来进行评价。所谓的偏差, 随机误差, 都是和精确度直接相关的, 偏差越大, 精确度就越低, 而偏差越小, 精确度也就越高。

(四) 不确定性

不确定性指的是受测量误差的影响, 对于被测要素的不确定度, 又叫可信度范围, 测试样品的真值就在可信度范围内。

三、化学分析测试中误差产生的原因

(一) 化学分析方法不恰当

在常量的分析方法中, 通常都是采用化学分析法, 但是当进行微量分析的时候, 通过仪器分析方法所获得的数据的准确性往往会比通过化学分析法所获得的数值要好, 从中可以发现, 在某种程度上, 分析方法的选择以及相应的方法对测试样品的适用性都会影响到了化学分析结果的准确性。化学分析法在进行常量研究时, 也可能出现较大的错误, 例如: 在滴定时, 由于反应条件不完全, 而导致计量总合与滴定终点不一致, 又或是对反应条件未能掌控很好, 又或在试验过程中产生了副反应等, 均会导致全系统的测量误差。所以, 应该科学、合理地使用各种分析方法, 以最大限度地降低分析或化学试验中的错误。

(二) 化学分析工作中的实验室操作失误

试验人员因操作错误或缺乏经验引起的错误也属于系统错误, 这类错误可以在试验中重复发生。如: 试验时, 试验样本的选取不符合实际条件, 造成样本不具有代表性等。或试验中所选用的试验溶剂有问题, 造成对测试温度的错误控制或造成溶解样品的不完整, 在溶化加热期间, 测试成分有可能丢失, 在滴定结束时未能对指示剂的颜色进行精确判断。当读出试管中的样品体积时, 不按标准进行观测, 视野时高时低, 没有对管中的气泡进行有效地排除, 导致了阅读的不精确, 这些错误都是因为实验人员的操作失误造成的。

(三) 化学分析试剂或仪器不合格

在化学分析试验中, 由于对仪器设备和试剂的选择错误, 可能会造成全系统失败。例如, 在试验时使用的天平的灵敏度不能满足试验条件, 砝码的精度不够准确, 滴定管和容量杯的刻度也不能得

到准确的测定等等。在试验过程中,所采用的化学仪器,或是蒸馏水的纯度不高,或者标准溶液失效等,也可能造成试剂或仪器设备发生错误。

(四) 分析样品制备不规范

在使用化学分析方法对地质样品进行检测的时候,需要事先对样品进行准备,例如采集样品、样品缩分、样品研磨等等,以确保样品的粒度和其他性能满足检测的需要,提高检测结果的准确性。在正式的样品粒径试验之前,需要采集样品,浓缩,浓缩样品的用量等。但在实际的分析检测中,因样品的准备不规范,会造成检测结果与要求不符,进而造成检测结果的偏差。

(五) 化学分析测试环境发生变化

化学分析中因实验条件而产生的错误属于随机错误。一般来说,实验室的环境由两个指示器组成,一个是温度,一个是湿度。比如,在测试样品时,在试验过程中,若试验过程中温度过低或过高,则会引起天平的腐蚀。在进行试样检测时,会从空气中吸取湿气,导致称量产生误差。在涂料含量的测量中,对实验条件的要求比较严格,另外,实验温度的改变也会影响到滴定管中的溶液含量。标定仪器的容积温度一般在 20℃左右,标定仪器的容积温度经常不在 20℃,这就引起滴定试管中溶液的体积变化。

四、化学分析测试中误差控制措施

(一) 选择适合的化学分析方法

不同的化学分析方法,会导致实验结果的准确性有很大的差别,在对分析方法的选择中,应当将测试的精确性和测试中所需的成分含量结合起来,并对多种解析方法进行了比较,选用最佳的化学分析方法。例如:在铁质部分的测定中,用 K₂Cr₂O₇ 滴定后,测定值为 50.10%,测定结果的相对误差为 0.2%,因此,Fe 的含量在 50.02%~50.18%之间。而用直接比色方法,由于其相对误差仅为 2%,因此与真实值有很大的差异。从这一点来看,仪器分析方法更具优势。

(二) 强化取样控制

在采用化学分析方法进行检测之前,必须先对试样进行采样,采样的工作对试样检测的准确度有很大的影响,所以必须确保试样的正确性。在采样过程中,既要确保样本的有较高的代表性,又要根据标准的操作程序,对样本进行分解、处理,以免对样本产生损伤,并对其组成产生影响。对于低浓度的试样,通过分离富集等手段,可以减小测定的误差。为减少试验过程中的误差,必须严格按照规范要求进行试样取样。

(三) 加强定量分析精密度

在试验工作中,加强各个重要环节的质控,增加了化学分析结论的真实性,进而提高了每一个阶段的试验效率。在定量检验时,所测量数据的准确度对样品的真值有着很重要的作用,但同时检验中也可能有许多干扰因子的同时存在。所以,在实际操作时,必须结合实际,综合控制实验室中的各种因素,并选取最适合柔佛苏丹的测量方法,以便于提高被测数据数据的准确度。

(四) 控制测量误差

通常通过加标平均回收率的方式来判断准确性,也就是向待测样中添加少量的标物质,进行标准化运算来判断平均回收率。这个方式在化学试验中非常普遍,在多次试验时才能较好地检验出系统误差。对不同的、存在较大争议的测量数据加以分析,并通过对比值和准确度来评价其准确度。如果是因试剂及环境原因造成的偏差,通常通过空白试验的方式来校准测量数据。

(五) 进行平行重复测试

试验表明,进行平行测量的次数愈多,得到的结果愈接近于真实值,所以,在进行化学分析时,应该进行多个平行测量,一般要进行 2~4 个平行测量,然后求出平均值。比如,在校准标准滴定溶液的浓度时,必须有两个人,每个人至少要做 4 次,做 8 个平行实验,实验要求确定这平行实验的数量。多个平行重复实验是提高实验结果准确性的最直接有效的手段。

(六) 有效消除系统误差

首先,做一个彻底的检验。在开始试验之前,应对试验所需的环境、试剂和仪器等进行彻底的检验,确保其符合试验要求。在试验中,对各种分析仪器进行及时的检验和修正,以防止出现错误。其次,设计了控制实验。一方面对样品进行对比,将待测试的试样和已测试并有精确的结果的试样作比较测试,使用精确的材料和精确的样本作为参考,进行实验分析。比如,在进行钠钾离子标准溶液的层析时,需要用到一定浓度的甲醇作为标准溶液。另一方面,应该对不同的方式进行比较,将标准方法和其他方法进行对比试验,通过对比实验,选择最佳分析方法,尽量减少系统误差。最后做空白测试。空白数据的提取应该没有被测试组的,并且按照测试的要求,单独进行测试。

(七) 保证实验室质量

确保化实验室的质量,能把系统和随机误差控制在一个合理的范围之内,尽量降低错误对测试结果的影响。在确保实验室质量的过程中,其主要内容有:采用合理的方法,从采样到数据分析的整个流程中,对误差进行有效的控制,提高了质量控制的效果;另外,运用科学的手段,对数据结果的质量进行研究,并根据其中存在的问题,做出针对性的数据分析,以保证研究结论的准确、可信。在对试验室工作进行监督的活动中,必须保证检测人员的业务素质 and 业务素质。检查试验室的设备、设备进行定期的检查、维修,以保证实验室各项工作的顺利进行。在此基础上,选取合适的分析手段,采用有针对性的质控手段,进行质控工作,以确保实验结果的准确性和可靠性。

结语

总而言之,要想避免误差的出现,使化学分析过程的错误最大程度的降低,就必须对误差的出现的主要因素和原理有个充分的了解,对误差作出正确的分类,同时对设备、仪器等作出严格规范的测试,保证仪器设备的精度,从而保证了化学分析成果的精度与准确性。

参考文献

- [1]詹宝.化学分析测试中的误差控制措施[J].中国化工贸易,2019,11(30):226.
- [2]王小军.浅析化学分析测试中的误差控制措施[J].中国化工贸易,2021(19):57-58.
- [3]苏涵滋.环保检测化学分析测试中的误差控制措施[J].电脑校园,2019(9):7701-7702.
- [4]金象春,肖才锦,姚永刚,等.嫦娥五号月壤元素含量中子活化分析测定的质量保证和质量控制[J].核技术,2022,45(3):21-26.
- [5]郭子研,陈仕意,陆克定,等.化学发光法臭氧分析仪的研制与性能测试[J].中国环境监测,2023,39(1):216-222.
- [6]王健,王飞.浅谈在线化学仪表的常见问题及日常维护[J].科技风,2022(30):56-58.
- [7]彭湃.高校化学分析实验教学的优化分析[J].现代职业教育,2023(15):53-56.