

目 次

前言 Ⅲ

引言 V

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 量、单位和符号 3

4.1 通则 3

4.2 试验方法的选择 3

4.3 化学品命名 3

4.4 数值及其公差 3

5 化学分析方法标准编写的基本要求 3

附录 A(规范性附录) 化学分析方法标准编写细则 5

A.1 前言 5

A.2 引言 5

A.3 标准名称 5

A.4 警告 5

A.5 范围 5

A.6 规范性引用文件 6

A.7 术语和定义 6

A.8 原理 6

A.9 反应式 6

A.10 试剂和材料 6

A.10.1 通则 6

A.10.2 以市售形态使用的产品 7

A.10.3 水溶液 7

A.10.4 确定了浓度的溶液 7

A.11 仪器 7

A.12 采样(取样) 7

A.12.1 通则 7

A.12.2 采样步骤 8

A.12.3 试样的制备 8

A.13 分析步骤 8

A.13.1 通则 8

A.13.2 试料 8

A.13.3 空白试验 9

A.13.4 预试验或验证试验 9

A.13.5 比对试验 9

A.13.6 测定或试验 9

A. 13.7 校准 9

A. 14 结果计算 10

A. 15 精密度 10

A. 16 质量保证和控制 11

A. 17 特殊情况 11

A. 18 试验报告 11

A. 19 附录 11

A. 20 参考文献 12

附录 B(资料性附录) 标准溶液的制备和化工产品的采样国家标准 12

附录 C(资料性附录) 精密度条款表述形式的示例 13

C.1 重复性条款 13

C.2 再现性条款 13

附录 D(资料性附录) 从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据 14

参考文献 15



前 言

GB/T 20001《标准编写规则》分为以下几个部分：

- 第1部分：术语；
- 第2部分：符号；
- 第3部分：信息分类编码；
- 第4部分：化学分析方法。

本部分为 GB/T 20001 的第4部分。

GB/T 20001 的本部分修改采用 ISO 78-2:1999《化学——标准编写规则——第2部分：化学分析方法》(英文版)。

本部分根据 ISO 78-2:1999 重新起草。

考虑到我国国情，本部分与该国际标准的主要差异如下：

- 引用了 ISO 78-2:1999 中引用的 ISO 31 和 ISO 1000 对应的我国国家标准 GB 3100、GB 3101 和 GB 3102(本部分的第2章)。我国国家标准规定的计量单位为我国法定计量单位；
- 化学品命名引用了中国化学会提出的《无机化学命名原则》和《有机化学命名原则》的规定[根据“国际理论化学与应用化学联合会”(IUPAC)的规定而制定的]；
- 用相应的国家标准示例代替了 ISO 78-2:1999 中有关的国际标准示例(本部分的 A.10.1 和 A.11)。这是为了方便我国标准使用者；
- 将 ISO 78-2:1999 中 A.13.2.1.2 的第三段称取大约量试样的表述“称取约 1.2 g 的试样”修改为“称取约 2g 的试样”，以便于与此条的两个示例相协调；
- 在结果计算中增加了一个国内常用的计算公式的示例(本部分的 A.14)；
- 对于分析方法测试结果的评价与计算，本部分提供了 ISO 5725 中有关“正确度”概念的信息(本部分的 A.15)。这是为了给验证分析方法的有效性提供指导并适应国际上对于分析方法测试结果评价与计算的最新发展，同时顺应国际上对于分析方法测试结果重视溯源性的趋势；
- 增加了附录 B“标准溶液的制备和化工产品的采样国家标准”。这是为了方便我国标准使用者；
- 本部分的附录 C 和附录 D 分别对应 ISO 78-2:1999 的附录 B 和附录 C；
- 对于 ISO 78-2:1999 附录 C 的统计结果表的示例中的计算错误做了更正；
- 对应于 ISO 78-2:1999 附录 C 的本部分的附录 D 增加了提供痕微量成分测定的回收率数据的选择，同时为了提供有关“偏倚”的信息，增加引用了 ISO 5725-4。

本部分代替 GB/T 1.4—1988《标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定》。

本部分与 GB/T 1.4—1988 相比主要变化如下：

- a) 增加第3章“术语和定义”和第4章“量、单位和符号”；
- b) 化学分析方法的编写细则用附录 A“化学分析方法标准编写细则”给出。在此附录中：
 - 增加有关前言、引言、标准名称和参考文献的规定(见 A.1、A.2、A.3 和 A.20)；
 - 取消有关指示剂的规定(GB/T 1.4—1988 的 6.4.5)；
 - 部分取消和修改了结果计算中的示例(GB/T 1.4—1988 的 6.8.3；本部分的 A.14)；
 - 增加有关质量保证和控制、特殊情况和试验报告的规定(见 A.16、A.17 和 A.18)；
- c) 增加附录 B“标准溶液的制备和化工产品的采样国家标准”、附录 C“精密度条款表示形式的示例”和附录 D“从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据”；

d) 取消各种溶液的浓度表示方法的示例(GB 1.4—1988 的附录 A)。

GB/T 20001 是标准化工作导则、指南和编写规则等系列国家标准之一。下面列出了这些国家标准的预计结构,及其对应的国际标准、导则、指南,以及将代替的国家标准:

a) GB/T 1《标准化工作导则》

——第 1 部分:标准的结构和编写规则(ISO/IEC 导则第 3 部分,代替 GB/T 1.1—1993、GB/T 1.2—1996);

——第 2 部分:标准的制定方法(ISO/IEC 导则第 2 部分,代替 GB/T 1.3—1997、GB/T 1.7—1988);

——第 3 部分:技术工作程序(ISO/IEC 导则第 1 部分,代替 GB/T 16733—1997)。

b) GB/T 20000《标准化工作指南》

——第 1 部分:标准化和相关活动的通用术语(ISO/IEC 指南 2,代替 GB/T 3935.1—1996);

——第 2 部分:采用国际标准的规则(ISO/IEC 指南 21);

——第 3 部分:引用文件的规则(ISO/IEC 指南 15,代替 GB/T 1.22—1993);

——第 4 部分:标准中涉及安全方面内容的编写(ISO/IEC 指南 51);

——第 5 部分:产品标准中涉及环境方面内容的编写(ISO/IEC 指南 64)。

c) GB/T 20001《标准编写规则》

——第 1 部分:术语(ISO 10241,代替 GB/T 1.6—1997);

——第 2 部分:符号(代替 GB/T 1.5—1988);

——第 3 部分:信息分类编码(代替 GB/T 7026—1986);

——第 4 部分:化学分析方法(ISO 78-2,代替 GB/T 1.4—1988)。

本部分的附录 A 为规范性附录,附录 B、附录 C 和附录 D 均为资料性附录。

本部分由中国标准研究中心提出。

本部分起草单位:中国标准研究中心、中化化工标准化研究所、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:逢征虎、白殿一、丁东江、杜宝祥、郑淳之、魏绵、毛华藻。

原 GB 1.4 于 1988 年首次发布。

引 言

GB/T 20001 的本部分对化学分析方法标准的编写只起指导作用。为了适合任何特殊的要求可对本部分的编写格式进行调整。本部分提供的全部要素有时可不必全要,宜省略那些不需要的要素。

化学产品标准宜写成前后协调的完整体系。除了规定产品所需的各种特性外,宜说明如何测定这些特性。化学产品标准可以包括化学分析的标准方法(试验方法)。试验方法可以作为单独的一章、附录或标准的单独一个部分。如果试验方法可能被其他标准所引用,那么这个试验方法通常作为一个独立的标准出版,这将简化化学产品标准。若有现成的适用于某产品的通用的化学分析方法,那么这个产品的标准只要引用这个方法即可。

采纳标准的编写规则确保:

- 在标准编写时不会疏漏要点;
- 标准中的各个要素总以同样的顺序给出;
- 无论标准的来源和范围如何,能迅速地找到所需的条文(当翻译标准文本的部分和对两种文本做比较时,这尤其重要);
- 检测实验室中的方法、试剂和设备得以简化、合理和标准化;
- 以尽可能明确的措辞起草每个标准或该领域中的其他文件。

标准编写规则

第4部分：化学分析方法

1 范围

GB/T 20001 的本部分规定了编写化学分析方法标准的格式和表述规则。

本部分适用于化学分析方法标准及在其他标准中化学分析方法的编写,本部分也可用于其他试验方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 20001 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 1.1 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则(ISO/IEC Directives,Part 3, Rules for the structure and drafting of International Standards,1997,NEQ)

GB 3100 国际单位制及其应用(eqv ISO 1000)

GB 3101 有关量、单位和符号的一般原则(eqv ISO 31-0)

GB 3102(所有部分)量和单位[eqv ISO 31(所有部分)]

ISO 5725(所有部分)测试方法与结果的准确度(正确度和精密度)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 20001 的本部分。

3.1

实验室样品 laboratory sample

为送往实验室供检验或测试而制备的样品。

[GB/T 4650]

3.2

试样 test sample

由实验室样品制备的从中抽取试料的样品。

[GB/T 4650]

3.3

试料 test portion

从试样中取得的(如试样与实验室样品两者相同,则从实验室样品中取得),并用以进行检验或观测的一定量的物料。

[GB/T 4650]

3.4

标准滴定溶液 standard volumetric solution

已知准确浓度的用于滴定分析的溶液。

3.5

基准溶液 standard reference solution

用于标定其他溶液的作为基准的溶液。

注1:它由第一标准物质制备或用一些其他方法标定过。

注2:许多能用于制备标准溶液的基准溶液市场有售。

3.6

标准溶液 standard solution

由用于制备该溶液的物质而准确知道某种元素、离子、化合物或基团浓度的溶液。

3.7

标准比对溶液 standard matching solution

已知或已确定有关特性(如色度、浊度)的并用于评定试验溶液各该特性的溶液。

注1:“标准比对溶液”这个术语仅用于此类溶液的统称,其每个溶液通常用适当的形容词精确地定义(例如,“标准比色溶液”、“标准比浊溶液”)。

注2:它可由标准滴定溶液、基准溶液、标准溶液或具有所需特性的其他溶液制备。

3.8

精密度 precision

在规定条件下,相互独立的测试结果之间的一致程度。

[ISO 5725-1]

3.9

准确度 accuracy

测试结果与被测量真值或约定真值间的一致程度。

注:当应用于一组测试结果时,“准确度”这个术语则包括随机成分的集合和一个共有系统误差或偏倚成分。

[ISO 5725-1]

3.10

重复性 repeatability

在重复性条件下,相互独立的测试结果之间的一致程度。

[ISO 5725-1]

3.11

重复性条件 repeatability conditions

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内从同一被测对象取得相互独立测试结果的条件。

[ISO 5725-1]

3.12

重复性限 repeatability limit

一个数值,在重复性条件下,两次测试结果的绝对差值不超过此数的概率为95%。

注:重复性限符号为 r 。

[ISO 5725-1]

3.13

再现性 reproducibility

在再现性条件下,测试结果之间的一致程度。

[ISO 5725-1]

3.14

再现性条件 reproducibility conditions

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,从同一被测对象取得测试

结果的条件。

[ISO 5725-1]

3.15

再现性限 reproducibility limit

一个数值,在再现性条件下,两次测试结果的绝对差值不超过此数的概率为 95%。

注:再现性限符号为 R 。

[ISO 5725-1]

4 量、单位和符号

4.1 通则

应使用 GB 3100、GB 3101 和 GB 3102 的规定的量、单位和符号。

如果用数字表示有关数值,则后面的计量单位应用符号来表示。在其他情况下,只能用单位名称,但在曲线图、坐标图上和表的表头中除外。

用于表示数值 0.001 的符号‰(“每厘”或“每千”)宜避免使用。

因为百分数和千分数是数值,所以,质量百分比(数)还是体积百分比(数)这种说法本身基本上是没有意义的。因此当需要补充信息时不宜将 (m/m) 、 (V/V) 与单位符号连在一起,例如 $\%(m/m)$ 或 $\%(V/V)$ 。表示质量分数或体积分数的方法应是“质量(或体积)分数是 0.75”或“质量(或体积)分数是 75%”。质量和体积分数还能分别用 $5\text{ }\mu\text{g/g}$ 或 4.2 mL/m^3 这样的形式表示。诸如“ppm”、“pphm”和“ppb”等缩写也不应使用。

4.2 试验方法的选择

在相关标准中对有关化学产品的指定性质或特性应尽可能采用相同的试验方法和表述。如果在特殊行业,这一规则与其合理的和良好习惯的做法相矛盾时,可以例外。

4.3 化学品命名

化学品命名宜采用中国化学会提出的《无机化学命名原则》和《有机化学命名原则》的规定。[这两个文件是根据“国际理论化学与应用化学联合会”(IUPAC)制定的关于高纯度化学品命名及其名称的拼写和印刷规定而制定的。]如有这些化学品名称的化学文摘登记号(CAS 号)(见 A.10)也宜给出。当某种试剂第一次出现时,如有俗名宜写在中国化学会提出的命名的后面,并用圆括号括起。在正文的其余部分,使用中国化学会提出的命名或俗名均可,但应只使用一种,不得混用。

尽管商品名或商标名使用较普遍,也应尽可能避免使用。

对于市售化学品(工业用基本化学品),宜在标准的名称和“范围”一章给出其俗名;而相应的中国化学会提出的命名宜写在俗名后的圆括号中,以后仅使用俗名。

化学品符号的使用应只限于化学分子式和指明以化学分子式表示的物质的量的符号,例如 $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ 。在行文中应写出化学品的全称。

4.4 数值及其公差

在表示一个量,例如温度或时间段时,应规定其临界时的公差。

5 化学分析方法标准编写的基本要求

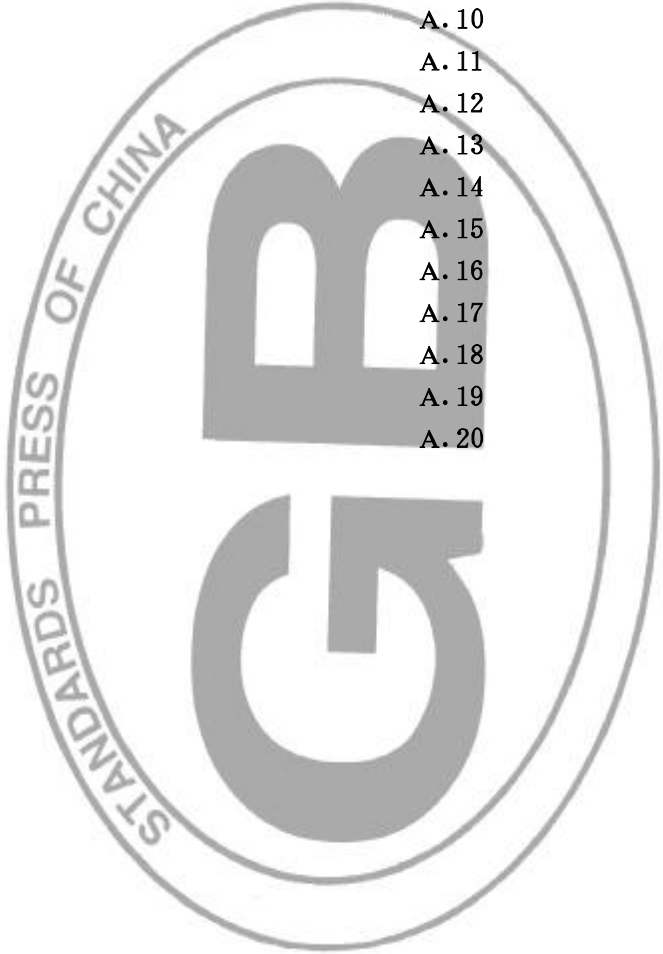
化学分析方法标准的起草应符合 GB/T 1.1 的要求,并采用本部分给出的详细编写规则。

下面给出化学分析方法标准中各要素的适当的标题和顺序。

在个别情况下,不需要的章或条可以省略,如果需要其他章条,也可加在最恰当的位置上。章和条应用阿拉伯数字从每个文件的开头至结尾连续编号。应明确区分标准的规范性和资料性的内容,例如附录。

具体要求见附录 A 中相应的章、条。

标准中的要素	见下列条文
前言	A. 1
引言	A. 2
标准名称	A. 3
警告	A. 4
范围	A. 5
规范性引用文件	A. 6
术语和定义	A. 7
原理	A. 8
反应式	A. 9
试剂与材料	A. 10
仪器	A. 11
采样(取样)	A. 12
分析步骤	A. 13
结果计算	A. 14
精密度	A. 15
质量保证和控制	A. 16
特殊情况	A. 17
试验报告	A. 18
附录	A. 19
参考文献	A. 20



附 录 A
(规范性附录)
化学分析方法标准编写细则

A.1 前言

适用时,应给出与前一版的主要差异,分部分的标准应给出各部分的名称。

A.2 引言

引言是可选要素,如需要,可用于表述附加信息如说明标准的有关技术内容及其制定原因。
若需要方法的背景材料,宜在本章给出。

A.3 标准名称

标准名称应简明而准确地表述:试验方法适用的产品、所测的指定成分或特性和测定方法的性质。
标准名称的内容不宜超出上述三个要素。

示例 1:工业用轻烯烃 痕量氯的测定 威克鲍尔德(Wickbold)燃烧法

示例 2:工业用液体化学产品 密度的测定(20℃)

A.4 警告

对健康或环境有危险或有危害的所分析的产品、试剂或分析步骤,必须引起注意并注明所需的注意事项以避免伤害。这些内容应该用黑体字印刷和安排:

- 如果危险属于一般性提示或来自于所分析的产品,应在标准名称后立即标出;
- 如果危险来自于特殊的试剂或材料,应在试剂或材料的名称后标出;
- 如果危险属于分析步骤(见 A.13.1)固有的,应在“分析步骤”一章的开始标出。

示例:

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

A.5 范围

本章应简明地陈述化学分析方法,并特别说明所适用的产品。如果适用,应指明其检出限和定量测定范围。

本章应包括任何附加的、有用的而在标准名称中不能包括的内容。

本章还应包括以下内容:能使读者很快判断标准是否适用于欲测产品或存在各种限制。这些限制应考虑到拟分析的一种或若干种产品的其他成分及其允许含量。

本章也应包括从任何来源的资料提供的关于对本方法的可能干扰的内容。如果需要对基本方法提出修改,例如要消除某些干扰因素,这些修改应作为特殊情况处理。这些特殊情况应在“范围”一章中指明,相应的修改应在“特殊情况”一章中表述(见 A.17)。

对于一个指定成分的测定,有时需要提供几种方法,例如,这取决于产品的组成或取决于待测成分有不同的含量或准确度的需要,每种方法有它自己的特定使用范围。如果标准中包括几种测定方法,就应清楚地指明所列方法的各自不同的适用范围。

“范围”这一章的文字应简洁,以便能作为内容提要供检索或信息传递。

A.6 规范性引用文件

本章应列出标准中规范性引用文件一览表。

在标准编制过程中参考过的文件应列入标准最后的“参考文献”中。

A.7 术语和定义

本章应给出为理解标准中某些术语所必需的定義。建议引用现成的定义或术语标准。

A.8 原理

本章是可选要素。需要时可用于指明所用方法的基本原理、决定方法用途的方法特性和基本步骤，如果必要，还可说明选择这一分析步骤的理由。

A.9 反应式

如果考虑到对文本理解和计算的需要，本章应写出主要反应式，如适宜，以离子反应式表示。

给出这些反应式仅仅为了指导，并不试图解决任何有争议的问题。特别是在被测元素的氧化态相继发生若干变化时，这些反应式可以说明利用测定得到的数据进行的计算是正确的，也可以帮助更好地理解测定方法。

当涉及滴定分析时，反应式对于表示每摩尔反应物之间的摩尔比是十分有用的。

A.10 试剂和材料

A.10.1 通则

本章的标题视实际情况可选择“试剂”、“材料”或是“试剂和材料”。如适宜，本章应用下面一段导语（或将下面的导语适当修改）作为开头：

“除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。”

例如，当需要使用按 GB/T 6682 所规定级别的水时，用下列表述：

“除非另有规定，仅使用分析纯试剂。”

5.1 水，GB/T 6682，x 级。”

本章应列出在试验中使用的所有试剂和材料，以及它们的主要特性（浓度、密度等），如果需要，应注明纯度的级别。如果有，宜给出相应的 CAS 号。除了多次使用的产品，仅在制备某试剂中用到的产品不应列在本章中。

应对所列试剂和材料顺序编号以便标识。在“分析步骤”一章中试剂或材料的名称后的括号内写上相应的编号，能避免重复这些试剂或材料的特性，以便标准的文本较为简短。如果不会引起混淆，就没必要每次重复相应的编号。

如果需要，应特别指明贮存这些试剂的注意事项和贮存期。

如果需要标准滴定溶液或其他标准溶液，其制备方法应在本章内说明，必要时还应说明其标定方法。在另一些情况下，不需要这么说明，即：如果所用试剂使用通用的制备和核验方法，已制定成标准，则应引用这些标准（参见附录 B）。

如果要验证试剂中不含干扰成分，应给出为此所采用的试验细节。

试剂和材料按以下顺序编排：

- 以市售形态使用的产品（不包括溶液）；
- 溶液和悬浮液（不包括标准滴定溶液和标准溶液），要标明规定的大约浓度；
- 标准滴定溶液和标准溶液；
- 指示剂；

——辅助材料(干燥剂等)。

A. 10.2 以市售形态使用的产品

所列的试剂和材料,应清楚地写明以市售形态使用的产品的形式,并说明它们的特性(例如,化学名称、分子式、纯度、CAS 号),特别是固体产品要写明结晶水。

A. 10.3 水溶液

所列的试剂和材料,按惯例水溶液的溶剂不作专门说明,注明“水溶液”是多余的。

A. 10.4 确定了浓度的溶液

A. 10.4.1 常用标准溶液

A. 10.4.1.1 标准滴定溶液

此种溶液的浓度应表示为物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L)或摩尔每立方米(mol/m³)。

浓度的数值应该用整数(例如 1 mol/L, 2 mol/m³)或小数(例如, 0.1 mol/L, 0.06 mol/m³)表示。符号为 c [例如 $c(\text{CuSO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$]。

A. 10.4.1.2 基准溶液

此种溶液的浓度应按标准滴定溶液中所述的相同方法表示(见 A. 10.4.1.1)。

A. 10.4.1.3 标准溶液

此种溶液的浓度应用克每升(g/L)或其分倍数表示。

A. 10.4.1.4 标准比对溶液

此种溶液的浓度应按 A. 10.4.1.1, A. 10.4.1.2 或 A. 10.4.1.3 所示方法表示。

A. 10.4.2 其他溶液

A. 10.4.2.1 如果溶液的浓度是以质量分数或体积分数给出的,应该用毫克每千克(mg/kg),克每克(g/g),毫升每升(ml/L)或其分倍数表示。

A. 10.4.2.2 如果浓度以质量浓度给出,则浓度应以克每升(g/L)或其分倍数表示。

A. 10.4.2.3 如果溶液由另一种特定溶液稀释配制,应按下列惯例表示:

——“稀释 $V_1 \rightarrow V_2$ ”表示,将体积为 V_1 的特定溶液稀释为总体积为 V_2 的最终混合物。

——“ $V_1 + V_2$ ”表示,将体积为 V_1 的特定溶液加入到体积为 V_2 的溶剂中。

“ $V_1:V_2$ ”或“ V_1/V_2 ”的表示方法会引起不同的理解,应避免使用。

同样,也不应采用习惯上使用的与上述不同的溶液单位(例如,“过氧化氢,12 体积”)。

A. 11 仪器

除了普通的实验室仪器外,本章应列出在分析或试验中所用的仪器和设备的名称及其主要特性。

仪器的名称应使用连续的编号加以识别。在“分析步骤”一章中要在仪器名称后面的圆括号里写上这些编号,以避免重复仪器的特性,可使文本简短。然而,如果不会引起混淆,就不必每次重复这些编号。

如果适宜,应引用有关实验室的玻璃器皿和仪器的国家标准和其他适用的标准。

示例:“4.1 单刻度移液管,容量 50 mL,GB 12808 A 类。”

特殊类型的仪器及其安装方法建议用图表示。

组装后仪器功能的验证应在“分析步骤”一章中的标题为“预试验”或“验证试验”的条中加以叙述(见 A. 13.4)。

方法中的关键仪器的特殊要求应在“仪器”一章内说明,特别是当这些要求是分析步骤中的重要部分或对方法的安全性、精密度和正确度有影响时,更应如此。

A. 12 采样(取样)

A. 12.1 通则

本章可以按 A. 12.2 和 A. 12.3 的标题分条编写。也可改用下列条的标题进行编写。

A. 12.1.1 实验室样品**A. 12.1.2 试样****A. 12.1.3 试料****A. 12.2 采样步骤**

原则上,为制备实验室样品的采样与化学分析方法本身无关,通常引用有关国家标准(参见附录 B)或产品标准的有关条款进行采样即可。如果没有这方面标准可引用,本章可包括采样方案和采样步骤,对如何避免产品发生变化给予指导,并提供国家标准中适用的统计方法。

如果需要,本章还应给出关于实验室样品的制备、质量或体积、储存实验室样品用的容器的材料和特性(例如,类型、容量、气密性)以及储存条件等内容。

A. 12.3 试样的制备

“采样”这一章应给出试样制备的所有内容,试料将从试样中抽取。试样是从“实验室样品”中制备的,实验室样品的制备按 A. 12.2 的规定。

对于各种情况,应叙述制备的所有步骤(例如,研磨、干燥),并给出所制备试样的特性的内容(例如,粒度分布、大约质量或体积)。如有必要,应给出储存样品用容器的特性(例如,类型、容量、气密性和材料)和储存条件。

A. 13 分析步骤**A. 13.1 通则**

要进行多少个操作或系列操作,本章就可以分为多少条。

每一系列操作应使用祈使句准确简明地叙述。

如果分析的步骤很多,可以将条进一步细分,分别给出一个个相应的规定的操作,包括不可少的预操作在内。

如果该分析方法在其他标准中已有叙述,则应表述为“按 GB ×××××规定的方法”或“按 GB ×××××中 5.2 规定的方法”,如果方法有所改动,还应注明改动情况。

如果在分析步骤中存在危险(例如,爆炸、着火或中毒),且必须采取专门防护措施,则应在本章的开头用黑体字标出警告内容,并写明专门的防护措施。

如果必要,可在附录中给出有关安全措施和急救措施的细节。

“分析步骤”一章通常应包括下列各条¹⁾。

A. 13.2 试料

这一条应给出从试样中(如果试样与实验室样品相同,即从实验室样品中)制备试料所需的所有内容,试样的制备见 A. 12.3。如果适宜,本条应叙述称量或量取试料的方法(例如,使用称量移液管)。本条应叙述试料的质量或体积和所需的测量准确度,如果必要,还应说明其他有关的特性。

本条还应指明是否需要一份以上的试料(例如,当需要把两次或更多次测定值的平均值作为测定结果时)。

A. 13.2.1 试料用质量表示

试料用质量表示,其称量通常用下列方式之一表示:

A. 13.2.1.1 确定量

当需要以规定的准确度称取确定量的试样时,应用下列示例表示:

示例 1:“ $m=5\text{ g}\pm 1\text{ mg}$ ”

示例 2:“ $m=(5\pm 0.001)\text{ g}$ ”

示例 3:“称取 5 g 试样,精确到 1 mg”。

A. 13.2.1.2 大约量

1) 在某些情况下,可能包括其他内容的条,例如,附加试验诸如水分的测定,标准物质(标准样品)的使用等等。

当需要以规定的准确度称取大约量的试样时,应用下列示例表示:

示例 1:“称取约 2 g 试样,精确到 1 mg”。

表示称取大约量的句型,例如“称取约 2 g 的试样”意思是:所称取的试样的量应在规定量的 10% 以内。如果要求更小的允许差,则应按下面示例表示:

示例 2:“称取 1.9 g~2.1 g 的试样,精确到 1 mg”。

A. 13.2.2 试料用体积表示

试料用给定体积表示时,采用下列两种方法指明量取试料的准确度:

A. 13.2.2.1 如果要求使用已知准确度的仪器,建议描述量取试样的量时应包括仪器的相关编号。

示例:“用移液管(4.2)量取 10 mL 试验溶液”。

A. 13.2.2.2 如果对仪器没有规定,测量的准确度应在条文中指明。

示例:“量取 10 mL $\pm$ 0.05 mL 的试验溶液”。

A. 13.2.3 从其他测定中得到的试料

如果试料是其他测定的产物(例如,滤液、沉淀、残余物),其来源应使用大写字母清楚地标识。

示例:“溶液 A——由测定硫酸钙得到的滤液 C”。

A. 13.3 空白试验

如果需要用空白试验去验证试剂的纯度或实验室环境和仪器的清洁度,本条应指明进行空白试验的所有条件。

空白试验应与测定平行进行,并采用相同的分析步骤,取相同量的所有试剂(滴定法中的标准滴定溶液的用量除外),但空白试验不加试料。

在某些情况下,不加试料可能导致空白试验的条件与实际测定的条件不同,而影响分析方法的应用。在这种情况下,本条应阐明考虑到这样的差异而对空白试验的分析步骤必须进行的调整,必要时,仍应使空白试验与测定所用的试剂量相同。

A. 13.4 预试验或验证试验

如果必要,对所用仪器做一次预先检查(例如,检查气相色谱仪的性能特性),或用有证书的标准物质(标准样品)、合成样品或已知纯度的天然产品校验分析方法的有效性,本条应给出进行这一校验需要的所有细节。

A. 13.5 比对试验

如果需要考虑或消除某种现象的干扰(例如,“背景”颜色),本条应给出一个适当的试验,包括分析步骤的所有细节。

A. 13.6 测定或试验

如适用,在测定的开头陈述:“做两份试料的平行测定”。

为了便于叙述、理解和应用分析步骤,每一步操作应使用祈使句准确地叙述,应在适当的条或段中以容易阅读的形式陈述有关的试验。

在分析步骤中,如有必要保留其中某一操作步骤得到的产物(例如,滤液、沉淀或残留物)作为以后某测定的“试料”,则应予以明确说明,并用参考符号或字母标识该“试料”,当以后的分析过程中用到它时,便于识别。

示例:“保留滤液 D,用于钠含量的测定”。

A. 13.7 校准

如果分析方法需要校准过的仪器时,此内容应在“分析步骤”一章中适当的位置另立一条,写出完整的详细步骤。

如果需要,本条还应包括校准频率(例如,批量分析时)。如果有关校准的详细步骤与“测定”自身的操作完全或部分相同时,那么其中的一条应引用另一条。

示例:“……以下按 9.3.4~9.3.8 步骤进行”。

A.14 结果计算

本章应指明结果计算的方法。

应说明以下几点：

- 表示结果的单位；
- 计算公式；
- 公式中使用的代数符号的含义；
- 表示量的单位；
- 计算结果表示到小数点后的位数或有效位数。

量的符号应符合 GB 3101 和 GB 3102。

如果某种符号代表同一个量的不同含义时，应将数字下标(0,1,2,...)加到符号上(例如： m_0, m_1, m_2)。

示例 1：

某物质的碱度测定采用滴定法，以盐酸标准滴定溶液作滴定剂。盐酸的浓度 $c(\text{HCl})=0.2 \text{ mol/L}$ 。

计算方法如下：

碱度以氢氧化钾(KOH)的质量分数 W_a 计，数值以毫克每克(mg/g)表示，按下列公式计算：

$$W_a = \frac{VcM}{m}$$

式中：

V ——盐酸标准滴定溶液(给出“试剂和材料”一章中的相关编号)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=56.109$)。

计算结果表示到小数点后两位。

示例 2：

某物质的碱度测定采用滴定法，以盐酸标准滴定溶液作滴定剂。盐酸的浓度 $c(\text{HCl})=0.2 \text{ mol/L}$ 。

计算方法如下：

碱度以氢氧化钾(KOH)的质量分数 W_a 计，数值以 10^{-2} 或 % 表示，按下列公式计算：

$$W_a = \frac{(V/1\ 000)cM}{m} \times 100$$

式中：

V ——盐酸标准滴定溶液(给出“试剂和材料”一章中的相关编号)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=56.109$)。

计算结果表示到小数点后两位。

A.15 精密度²⁾

对于经过实验室间试验的方法，应指明其精密度数据(例如，重复性和再现性)。应按 ISO 5725 的有关部分或其他适用的标准(应引用这些标准)计算精密度数据。

应清楚地表明，精密度是用绝对项还是用相对项表示的。

2) ISO 5725 已使用“正确度”和“精密度”两个术语来描述测试方法的准确度。ISO 5725 给出了“正确度”的定义及其测定的基本方法。

精密度条款表述形式的示例,参见附录 C。

应在附录中给出附加的统计数据,示例参见附录 D。精密度的定义见第 3 章和 ISO 5725-1。

A.16 质量保证和控制

本章应说明质量保证和控制的程序。应给出有关控制样品、控制频率和控制准则等内容,以及当过程失控时,应采取的措施。使方法处于受控状态的最佳途径是使用控制图。

A.17 特殊情况

本章应包括分析的产品中是否因含有特殊成分而需对分析步骤做出的各种修改。这些修改均应在“范围”一章中提及。每种特殊情况应给出不同的小标题。

修改分析方法的内容应包括以下方面:

- 修改后分析方法的原理,包括对于一般分析步骤原理的必要修改,或叙述新分析步骤的原理。
- 如果需要对一般采样方法进行修改,则应说明新的采样方法。
- 新分析步骤或修改的说明。如果只给出修改内容,则有必要指明每个修改在一般步骤中的具体位置。简便方法为:指明未修改的步骤的最后一段(必要时重复最后一句或部分句子),然后给出修改,最后指明紧跟在修改之后的第一个未修改的段落(必要时重复其第一句或部分句子)。
- 适用于修改后的或附加的分析步骤的计算方法。

上述修改内容即使很少,也不要再在“分析步骤”一章中描述这些修改内容,为了清楚起见,仍要以“特殊情况”为标题单独列为一章。

A.18 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 使用的方法(如果标准中包括几个方法);
- 结果,包括涉及“结果计算”一章的内容;
- 与基本分析步骤的差异;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期。

示例:

- “a) 识别被试的样品所需的全部资料;
- b) 使用的标准(GB ×××××—1998);
- c) 使用的方法(A 法、B 法或 C 法);
- d) 试验结果,包括各单次试验结果和它们的平均值,按第 8 章的规定计算;
- e) 与规定的分析步骤的差异;
- f) 在试验中观察到的异常现象;
- g) 试验日期。”

A.19 附录

如果标准的详细内容便于用附录的形式表述且能使文本主体更简洁,那么可以使用附录。应明确说明附录是“规范性附录”,还是“资料性附录”。

例如,有时需要用图解表示分析步骤的不同阶段,特别是由大量操作组成的较长的分析步骤。这样的图解安排在资料性附录中最为方便。绘制时应清楚地各步骤分开,并用一条垂直线将每个阶段的操作按顺序连在一起(例如,沉淀,过滤,残余物的处理)。如果连续的操作在某一阶段结束,应明确说明(例

如,“倒掉滤液”)。

A.20 参考文献

如果需要资料性引用文件,可以在文本的相应位置通过引用给出;或者,如果有多个资料性引用文件时,可以在文本后的“参考文献”中列出。

注:GB/T 7714 提供了参考文献的著录规则。

附 录 B

(资料性附录)

标准溶液的制备和化工产品的采样国家标准

以下给出有关溶液的制备和化工产品的采样国家标准。

- GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则(neq ASTM E300)
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则(neq ISO/DIS 8213)
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则(neq BS 5309)
- GB/T 6681 气体化工产品采样通则(neq ISO 6712)
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3936)

附录 C (资料性附录)

精密度条款表述形式的示例

C.1 重复性条款

示例 1:(当精密度用绝对项表示时)

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于……,以大于……的情况不超过 5%为前提。

示例 2:(当精密度用相对项表示时)

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的……%,以大于这两个测定值的算术平均值的……%的情况不超过 5%为前提。

示例 3a 和 3b:(当精密度与分析浓度有关时)

示例 3a:

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按下列方程式计算:

油中铜的含量: $r=0.010+0.1399m$

式中:

m 是这两个测定值的平均值,单位为毫克每千克(mg/kg)。

示例 3b:

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

铜含量(mg/kg): 0.5 5.8 35.8

r (mg/kg): 0.06 0.8 3.6

注:上述叙述可以更简短些(以示例 1 为例):

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于……,以大于……的情况不超过 5%为前提。

C.2 再现性条款

示例 1:(当精密度用绝对项表示时)

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于……,以大于……的情况不超过 5%为前提。

示例 2:(当精密度用相对项表示时)

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的……%,以大于这两个测定值的算术平均值的……%的情况不超过 5%为前提。

示例 3:(当精密度与分析浓度有关时)

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按以下数据采用线性内插法求得:

铜含量(mg/kg): 0.5 5.8 35.8

R (mg/kg): 0.2 2.6 11.6

注:上述叙述可以更简短些(以示例 1 为例):

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于……,以大于……的情况不超过 5%为前提。

附 录 D
(资料性附录)

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据

可在资料性附录中列出从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据。即以数据表的形式列出对方法的合作研究结果进行统计分析得到的数据(下面给出了一个示例)。

在表格中可能不需要包括全部数据,但至少应包括以下资料:

- a) 试验结果可接受的实验室个数(即除了试验结果属界外值而被舍弃的实验室);
- b) 在每个分析样品中的被分析物的浓度的平均值;
- c) 重复性和再现性二者的标准差;
- d) 载有实验室间试验结果的引用文件。

测量方法的偏倚和确定其值时所用的参照值以及痕微量成分测定的回收率数据宜一并叙述。当偏倚随被分析物的浓度改变时,宜用表格形式给出平均值的数据、所确定的偏倚和测定中所用的参照值(见 ISO 5725-1 和 ISO 5725-4)。

统计结果表的示例			
样品的标识	A	B	C
参加试验室的数目	32	32	32
可接受结果的数目	25	28	27
平均值(g/100 g)	0.15	0.75	0.77
真值或可接受值(g/100 g)	—	—	—
重复性标准差(s_r)	0.011	0.047	0.050
重复性变异系数	7.5%	6.2%	6.4%
重复性限(r)($2.8 \times s_r$)	0.031	0.14	0.14
再现性标准差(s_R)	0.022	0.15	0.13
再现性变异系数	15%	20%	17%
再现性限(R)($2.8 \times s_R$)	0.062	0.42	0.37

参 考 文 献

- [1] GB/T 4650—1998 工业用化学产品采样词汇(idt ISO 6206:1979)
[2] GB/T 7714—1987 文后参考文献著录规则(neq ISO 690:1987)
-

