

# 浅析化学分析测试中的误差控制措施

王小军 (联化科技股份有限公司, 浙江 台州 318020)

**摘要:** 本文首先对化学分析方法不恰当、化学分析过程中实验人员操作不当、化学分析试剂或仪器不合格、分析样品制备不规范以及化学分析测试环境等方面对化学分析测试中误差来源进行分析, 并对化学分析测试中, 正确度、精密度、准确度、不确定性等误差的表示方法展开阐述, 最后从选择适合的化学分析方法、强化取样控制、加强定量分析精准度、控制测量误差、进行平行重复测试、消除系统误差、保证实验室质量等方面对化学分析测试中误差控制对策进行论述。

**关键词:** 化学分析测试; 误差; 控制对策; 精密度

化学分析是分析类专业中一项关键的基础课程, 对分析结果的误差进行分析并对数据进行处理是该项学科中至关重要的一项内容。通常情况下, 在对地质样品进行测试时, 常常应用重量法、容量法、射线荧光光谱法等化学分析法。在测试过程中, 分析方法不正确、试验人员原因、化学仪器及试剂等原因可能会导致化学分析试验结果存在误差, 从而影响地质样品分析结果准确性。由此可见, 需对化学分析测试中误差的来源和误差的防控对策展开分析, 从而不断提升化学分析测试的精准度, 推动我国化工医疗、国防军事等领域健康稳定发展。

## 1 化学分析测试中误差来源

### 1.1 化学分析方法不恰当

在常量分析中通常应用化学分析法, 在微量分析时, 通过仪器分析所得到的数据准确度要高于化学分析法所获得的数据, 由此可见, 分析方法的选择和相应方法对试验样品的适用性一定程度上决定这化学分析结果的准确度。在进行常量分析时, 化学分析法也会存在较大误差, 例如: 在滴定时, 没有发生完全反应, 导致计量总合与滴定终点存在差异, 或者没有控制好反应条件, 在试验过程中发生了副反应, 都将引起系统测定误差<sup>[1]</sup>。因此, 为尽量缩小分析测试误差, 应科学合理的选择分析方法。

### 1.2 化学分析过程中实验人员操作不当

实验人员操作失误或由于经验不足所导致的误差也归属于系统误差, 该类误差能在测试过程中反复出现。例如: 在测试过程中并没有根据实际情况选择实验样品, 导致样品不具备代表性。或者在实验时所选择的实验溶剂不合理, 致使试验温度控制不当或溶样不全, 在溶解加热过程中, 被测组分可能会发生损失, 滴定终点时不能准确判定出指示剂的变色情况。读取管内样品体积时, 没有按照标准进行观测, 视线时高时低, 管内气泡没有有效排除, 致使读书不准确, 以上误差都是由于实验人员操作不当引起的。

### 1.3 化学分析试剂或仪器不合格

仪器或试剂选择不合理也会导致化学分析实验存在系统误差。例如: 实验所使用的天平灵敏度不符合实验要求、砝码不精准, 滴定管、容量瓶等刻度未经有效检

定。实验过程所使用的试剂或者蒸馏水纯度不够, 标准溶液过期等均会导致试剂或者仪器产生误差。

### 1.4 分析样品制备不规范

在利用化学分析法测试地质样品时, 需提前制备样品, 比如采集样品、样品缩分、样品研磨等等, 从而保证样品颗粒度等性质能够符合测试要求, 提升测试结果准确度。在正式进行样品粒度测试前, 需采集样品、缩分、对样品用量进行缩分等等。然而在实际分析测试过程中, 可能由于样品制备不规范, 导致样品不能满足测试需求, 从而产生实验误差。

### 1.5 化学分析测试环境发生变化

由于实验室环境所导致的化学分析误差归属于随机误差。通常情况下, 实验室环境包括温度和湿度两项指标。例如, 在对试样进行测试时, 对天平室的温度和湿度都有着较高要求, 若实验时温度过低、湿度过大, 将导致天平生锈。样品测试过程中吸收空气中水分, 从而导致称重误差出现。在对油漆进行测试时, 对于实验室环境要求较为严苛, 此外, 实验室温度发生变化对于滴定管内溶液的体积也会产生影响。通常情况下, 校准仪器容量的温度为 20℃左右, 使用仪器的温度往往不是 20℃, 进而导致滴定管内部溶液体积发生变化。

## 2 化学分析测试中误差的表示方法

### 2.1 正确度

正确度是用来表达实验过程中系统误差大小的。其是指在规定条件下, 综合所有系统误差, 利用修正值消除已定系统误差, 通过系统不确定度估计未确定的系统误差。

### 2.2 精密度

实验结果中随机误差大小通常用精密度表示, 其表示在规定条件下进行多次测定时, 测定结果间相互接近的程度, 其只表示各项数据的精密程度, 而不分析所测定数据的真假, 在利用统计方法处理数据时, 标准偏差法往往是衡量数据精密程度的主要方法。一般情况下, 人们在往往通过精密度这一术语表达试验仪器和实验方法的稳定性, 同时精密度也是衡量准确度的关键条件。测量数据的双差、极差、标准偏差以及相对标准偏差等等都是与精密度息息相关的, 若试验数据的相对标准偏

差或者标准偏差越大,则说明实验精密度越高。

### 2.3 准确度

准确度是实验中随机误差和系统误差的综合表现形式,其可表达出所测定结果平均值和真值、标准值之间的一致性。通常情况下在对某一分析方法的准确度进行评定时,通常是进行测定值与标准值的对比、分析方法一的测定值与分析方法二的测定值进行对比,此外还可以加入标准物测定方法展开评价。人们所说的误差和随机误差是与准确度息息相关的,误差越大说明准确度越低,反之误差越小则说明准确度越高。

### 2.4 不确定性

不确定性是表示在测定误差影响下,被测元素结果量不能肯定程度的,也称之为测定值的置信区间,测试样品的真值就在这一区间内。

## 3 化学分析测试中误差控制措施

### 3.1 选择适合的化学分析方法

化学分析方法不同那么相应的实验准确度就会存在一定差异,在选择分析方法时,应综合试验对准确度的要求以及试验对组分含量的要求,并对多个分析方法展开比较,选择出最适合的化学分析方法。例如:在测定铁的质量分数时,利用  $K_2Cr_2O_7$  滴定法测定后的结果为 50.10%,分析方法的相对误差为 0.2%,因此,铁的质量分数范围应当是 50.02%~50.18%。若采用直接比色法,其相对误差为 2%,其测定结果和真值就会存在较大出入。由此可见,仪器分析法更加具备优越性。

### 3.2 强化取样控制

在应用化学分析法进行试验前,首先需对样品进行取样,样品取样工作会对样品测试准确性产生较大影响,因此应保证样品取样规范性。在取样时,应保证样品具有高度代表性,同时也应当按照规范流程进行样品的分解和处理工作,避免对样品造成损坏,对成分带来影响。针对于浓度较低的样品,可根据分离、富集等方法来降低测量误差。为了降低实验操作误差,需严格按照规范标准进行样品的取样工作。

### 3.3 加强定量分析精准度

对化学分析过程中各个关键性环节展开质量控制可以一定程度上提升化学分析结果精准度,进而保证每一环节的试验质量。在定量分析过程中,分析结果精准度直接影响着样品的真实特性,并且在整个实验过程中同时存在着较多的影响因素。因此,在实际过程中,应当结合实际情况,对实验室内各项因素进行综合控制,选择应用最适合的量化指标,进而对所检验数据的准确性得已保证。

### 3.4 控制测量误差

通常利用加标回收率的方式对准确度进行测定,即在待测样品中加入一定量标准物质时,通过规范化操作对回收率进行测定。这也是化学实验过程常用的一种方式,通过多次进行试验测量能够有效发现系统误差。分析具有差异且争议性较大的测量结果,以比较值和准确

度为依据对准确度进行估计。对于由于试剂或者环境因素所导致的误差,通常利用空白试验的方式对试验结果进行修正。

### 3.5 进行平行重复测试

实验证明,进行平行测定的次数越多,所获得的平均值就越接近真值,因此,在化学分析时应进行多次平行测定,通常要进行 2~4 次平行测定,再计算平均值。例如:在标定标准滴定溶液浓度时,要保证两人以上操作,每人至少操作 4 次,至少进行 8 次平行试验,试验要求决定这平行测定的次数。多进行平行重复试验是提升试验结果精准度的最直接、最有效的方法。

### 3.6 有效消除系统误差

首先,进行全面检查。在试验开展前,针对试验环境、试剂、仪器等试验过程中所必须的物品进行全面检查,保证所有物品均满足实验要求。在实验过程中,及时检查纠正分析仪器,避免产生误差。其次,进行对照试验。一方面对样品进行比较,将被测样品与已经测验过且结果准确的样品进行对照试验,将准确物质和准确样品作为参考,展开实验分析。例如:在进行钠离子与钾离子标准溶液进行色谱分析时,所使用的标准溶液中,应含有适量的甲醇。另一方面,应针对不同方式进行比较,针对标准方法与其他方法展开对照试验,通过对比实验,选出最适合的分析方法,尽量降低系统误差。最后进行空白试验。获取空白值应在不加被测分组的情况下进行,根据试验要求,按照同样步骤,独立完成试验。

### 3.7 保证实验室质量

通过保证实验室质量,能够有效将系统误差和随机误差控制在合理范围,尽可能降低由于误差问题对测量结果精准度带来的影响。在保证实验室质量时,其关键内容包括,从取样到数据分析过程中,通过合理的方式对误差进行控制,强化质量控制效果;此外,通过科学有效的方法对数据结果质量进行分析,针对可能存在的问题展开针对性分析,保证分析结果的精准、可靠。

在控制实验室质量时,应保证实验操作人员具有较强的专业技术水平和较高的职业素养。定期对实验室仪器和设备进行检修和维护,为实验室活动有效开展提供基础设施保障。此外,还需选择适合的分析方法,结合针对性质量控制方法,开展质量控制活动,进而保证实验结果的可靠、精准。

综上所述,为了避免误差出现,最大程度降低化学分析系统误差,应当掌握了解误差所产生的原因和规律,选择合理的误差分析方法,加强仪器、试剂等检查,保证仪器精准度,保证化学分析结果精准度和可靠性。

#### 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.

#### 作者简介:

(1970-), 王小军, 男, 汉族, 硕士研究生, 工程师, 研究方向: 化学分析。