

中华人民共和国国家标准

GB/T 9723—2007
代替 GB/T 9723—1988

化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

Chemical reagent—
General rule for flame atomic absorption spectrometric analysis

2007-09-26 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂
火焰原子吸收光谱法通则
GB/T 9723—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2008年2月第一版 2008年2月第一次印刷

*

书号: 155066·1-30707

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准代替 GB/T 9723—1988《化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则》。

本标准与 GB/T 9723—1988 相比主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件(本版的第 2 章)；
- 增加了术语和定义一章(本版的第 3 章)；
- 修改了试剂和材料(1988 年版的第 4 章,本版的第 5 章)；
- 补充了仪器一章的有关内容(1988 年版的第 5 章,本版的第 6 章)；
- 修改了测定一章中的有关内容,并取消了其中的基体配制法(1988 年版的第 6 章,本版的第 7 章)；
- 修改了精密度一章(1988 年版的第 7 章,本版的第 8 章)；
- 修改了安全事项一章(1988 年版的第 8 章,本版的第 9 章)；
- 修改了附录 C。

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录,附录 C 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:上海化学试剂研究所。

本标准主要起草人:盛晓华、隋琦颖。

本标准于 1988 年首次发布。

化学试剂

火焰原子吸收光谱法通则

1 范围

本标准规定了化学试剂火焰(乙炔-空气)原子吸收光谱法对仪器的要求和测定方法。
本标准适用于化学试剂中部分微量杂质元素的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析法术语(GB/T 4470—1998, idt ISO 6955:1982)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

JJG 694 原子吸收分光光度计检定规程

3 术语和定义

GB/T 4470 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

火焰原子吸收光谱法 flame atomic absorption spectrometry

用火焰将欲分析试样中待测元素转变为自由原子,通过测量蒸气相中该元素的基态原子对特征电磁辐射的吸收,以确定化学元素含量的方法。

4 方法原理

从光源辐射出待测元素的特征波长的光,通过火焰原子化系统产生的样品蒸气时,被蒸气中待测元素的基态原子吸收,在一定的试验条件下,吸光度(A)的大小与样品中待测元素的浓度关系符合光吸收定律,见式(1):

$$A = \log \Phi_0 / \Phi_{tr} = K \cdot L \cdot c \dots\dots\dots (1)$$

式中:

Φ_0 ——入射光通量;

Φ_{tr} ——透射光通量;

K ——吸收系数,在一定的试验条件下为常数;

L ——吸收程长度;

c ——待测元素的浓度。

当吸收光程的长度 L 与吸收系数 K 一定时,吸光度 A 与待测元素的浓度 c 成正比。利用此定律可进行定量分析。

5 试剂和材料

本标准除另有规定外,所用标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水规格,燃气应使用高纯气体。

6 仪器

6.1 一般规定

原子吸收光谱仪应符合 JJG 694 的规定。

6.2 仪器组成

原子吸收光谱仪主要由光源系统、原子化系统、分光系统、检测系统等四部分组成,另有背景校正系统和进样系统等。

6.2.1 光源系统

光源为空心阴极灯。

6.2.2 原子化系统

原子化系统为火焰原子化系统,由雾化器、雾化室和燃烧器组成。

要求各组件能耐腐蚀,噪声小,性能稳定,有安全泄压装置,废液排放流畅。

6.2.3 分光系统

分光系统由分光元件、入射和出射狭缝及若干块反射镜组成。波长范围一般为 190 nm~900 nm。

6.2.4 检测系统

检测系统由检测器、信号处理器及指示记录器组成。

7 测定

7.1 测定条件的选择

7.1.1 光源灯电流

在整机有足够稳定性的前提下,应选用较小的灯电流。

7.1.2 燃烧器高度

调节燃烧器,使光源辐射出的光通过火焰中基态原子浓度较大的部分。

7.1.3 火焰类型

根据样品及待测元素的性质,可选用氧化性火焰或还原性火焰。

7.1.4 通带宽度

使共振线和非共振线分开。在保证能量足够的前提下,选择尽可能窄的通带宽度。一般对谱线简单的元素可使用较宽的通带,谱线复杂的元素可使用较窄的通带。同时注意入射光通量不能太弱。

7.1.5 待测元素的特征浓度及检出限

待测元素的特征浓度及检出限的测定见附录 A。

7.1.6 非特征衰减(背景吸收)

在测定高浓度基体的溶液时,有时会产生非特征衰减(背景吸收),由于背景吸收的吸光度与原子吸收的吸光度叠加,造成分析误差。非特征衰减(背景吸收)的检定和校正方法见附录 B。

7.1.7 其他干扰

减少或消除样品中共存物对待测元素的干扰的方法参见附录 C。

7.2 测定方法

根据样品和仪器的特点,采取直接、稀释或预富集制成试液进行测定。

7.2.1 工作曲线法

按产品标准的规定,制备试样溶液、空白实验溶液及四至五个质量浓度成比例的标准溶液,以水或

溶剂调零,在规定的仪器条件下,分别测定其吸光度。以标准溶液质量浓度(ρ)为横坐标,相应的吸光度(A)为纵坐标,绘制标准工作曲线。在标准工作曲线上查出试样溶液中待测元素的质量浓度(见图 1)。待测元素的质量浓度应在工作曲线范围内,并尽量位于工作曲线的中部。待测元素的质量浓度也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

此方法适用于主体无干扰情况下的测定。

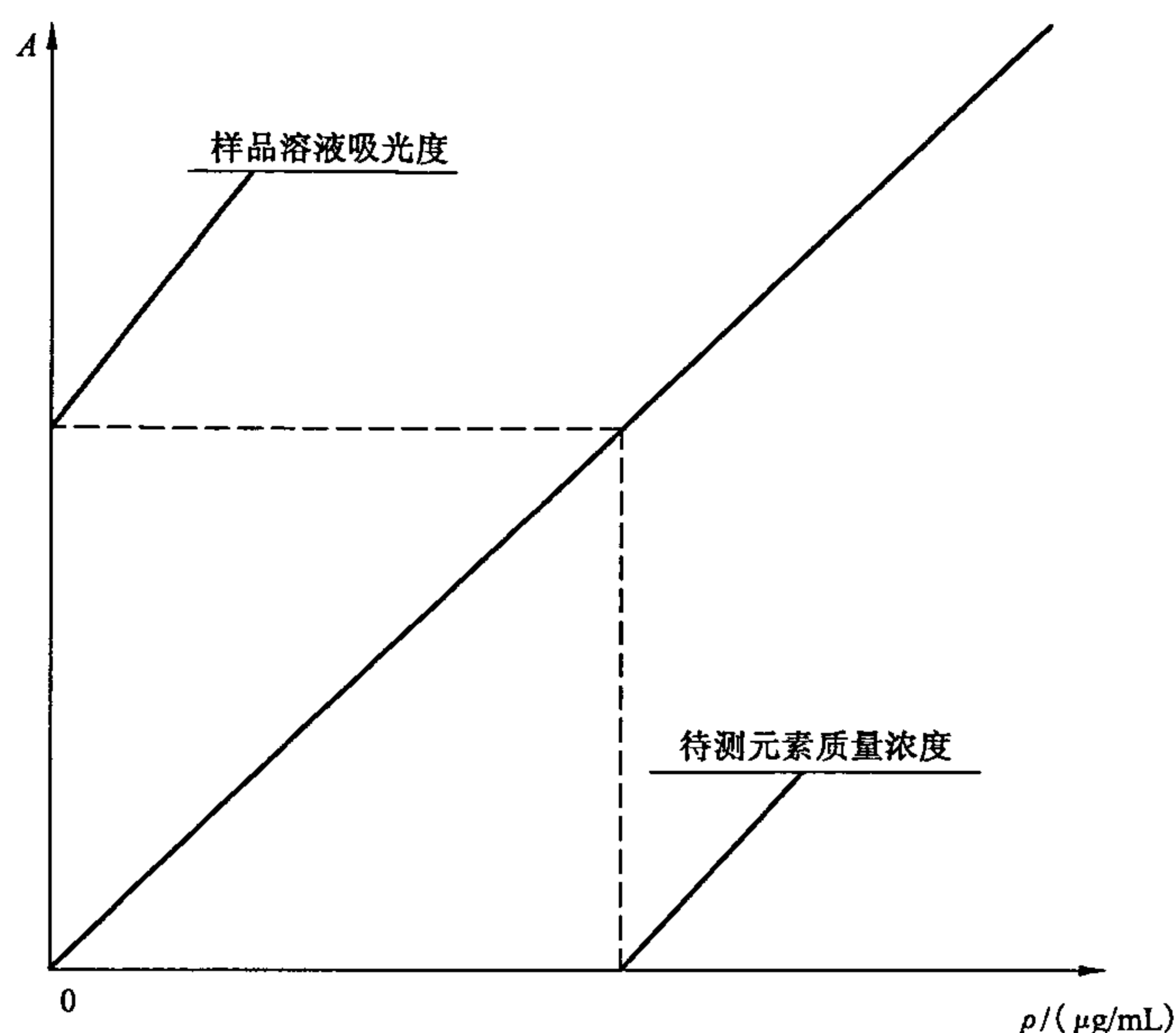


图 1 标准工作曲线

7.2.2 标准加入法

按产品标准的规定制备试液。量取相同体积的上述试液,共四份。第(1)份不加标准溶液,第(2)、(3)、(4)份分别加入成比例的标准溶液,均用水或溶剂稀释至 100 mL。以空白溶液调零,在规定的仪器条件下,分别测定其吸光度。以加入标准溶液的质量浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横轴相交,交点(ρ)即为待测元素的质量浓度(见图 2)。待测元素在所测的质量浓度范围内应与吸光度成线性关系。待测元素标准加入的质量浓度应和样品稀释后待测元素规格点的质量浓度相当,且处于第(2)份和第(4)份范围内。待测元素的质量浓度也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

此方法适用于主体干扰不大时的测定,但不能消除非特征性衰减引起的干扰。

在制定产品检验标准时,加入规格点的标准溶液的量应在第(2)份或第(3)份标准溶液中。在满足样品检测要求的情况下,根据测定条件下的灵敏度来选择标准的加入量,使标准加入的量既不过高而落入标准曲线的非线性范围;又不太低而造成较大的测定误差,最终在第(2)份标准溶液中加入待测元素的量接近该元素检出限的 20 倍。

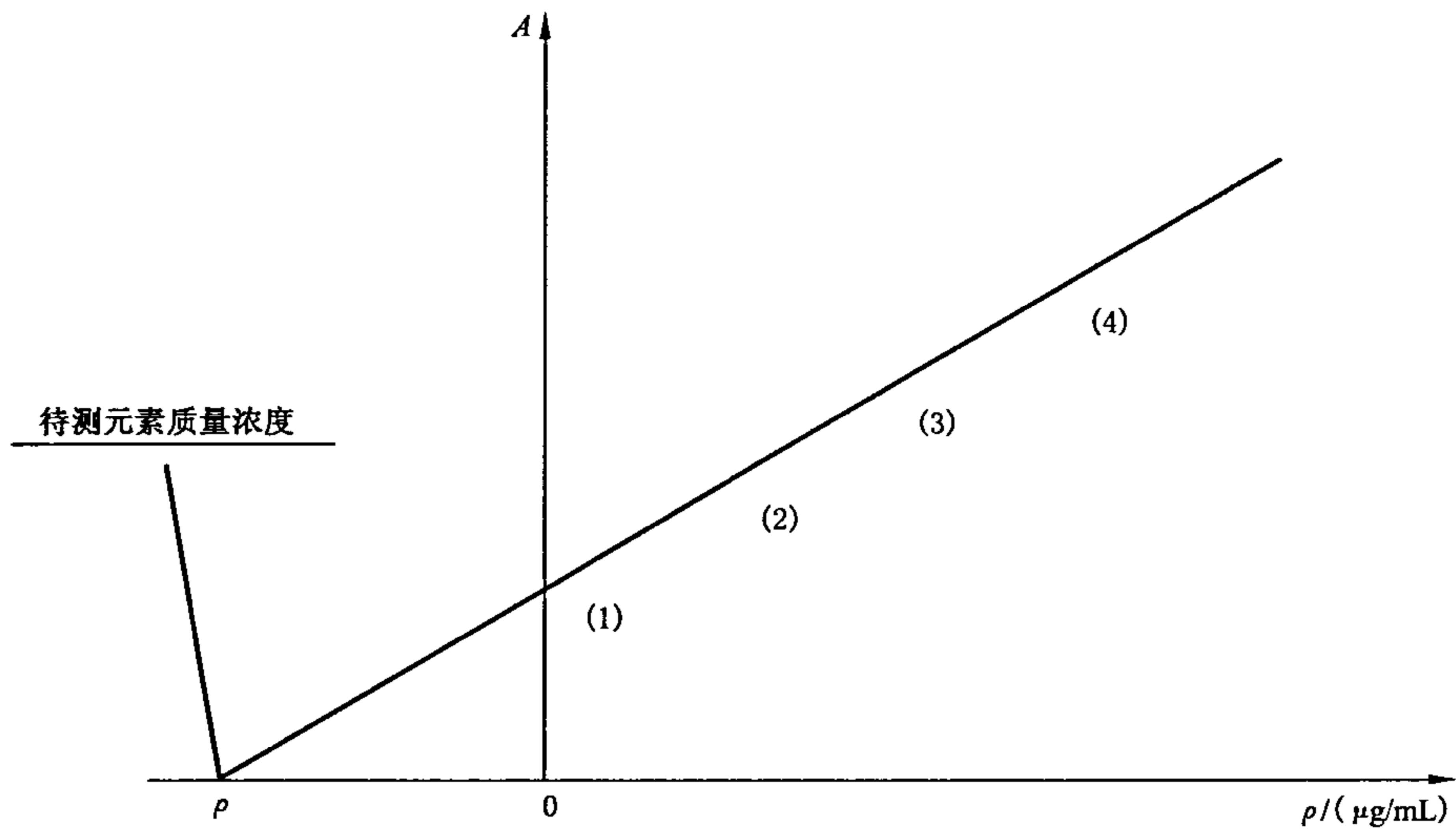


图 2 标准加入法工作曲线

7.2.3 结果计算

待测元素的质量分数以 w 计,数值以“%”表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ ——由曲线上查出被测元素质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——样品溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

8 精密度

一般在测定次数不少于 11 次的情况下,相对标准偏差应不大于 5%。在制定产品标准时,应符合精密度的要求。

9 安全事项

9.1 仪器的燃烧器上方必须安装排风装置。

9.2 两种气源与仪器间的距离应符合仪器安装的要求。应经常检查管道,防止气体泄漏,并严格遵守有关操作规定。

附录 A

(规范性附录)

特征浓度和检出限的测定方法

A.1 特征浓度

配制一待测元素的标准溶液,其质量浓度应在线性范围内,调节仪器至最佳条件,测定标准溶液的吸光度。

特征浓度以 ρ_c 计,数值以微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)表示,按式(A.1)计算:

$$\rho_c = \frac{0.0044 \times \rho}{A} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

ρ ——标准溶液的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

A ——标准溶液的吸光度。

A.2 检出限

配制一待测元素的标准溶液 A,使其吸光度在仪器最佳条件下为 0.003 左右,在上述条件下,点火,吸入水,燃烧 2 min~3 min 以达到热平衡状态,调节读数装置(检流计、数字显示器或记录器)的基线(或零点)至最平稳。然后交替读取水和标准溶液的吸光度各 10 次以上,由此计算出标准偏差。

另配制一待测元素的标准溶液 B,并使其溶液的吸光度为 0.1 左右,在上述测定条件下,测定标准溶液 B 的吸光度。

检出限以 D 计,数值以微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)表示,按式(A.2)计算:

$$D = \frac{\rho \cdot 2S}{A} \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

ρ ——标准溶液 B 的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

A ——标准溶液 B 的吸光度;

S ——标准偏差。

标准偏差 S ,按式(A.3)计算:

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{X})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中:

x_i ——每次测定时标准溶液 A 吸光度与水吸光度的差值;

\bar{X} —— n 次测定吸光度差值的平均值;

n ——测定次数的数值。

附录 B

(规范性附录)

非特征衰减(背景吸收)的检定和校正方法

B.1 检定方法

B.1.1 连续光谱灯检定方法

在待测元素的特征波长处,保持通带及仪器其他条件不变,用连续光谱灯代替空心阴极灯作光源,测定样品溶液的吸光度。如产生明显的吸收,表明存在非特征衰减。连续光谱灯可用氘灯(紫外区)或钨丝灯(可见区)。

B.1.2 非吸收线的检定方法

在待测元素特征波长邻近选择一非吸收线,保持仪器条件不变(可适当改变灯电流)的情况下,测定样品溶液的吸光度。如产生明显的吸收,表明存在非特征衰减。非吸收线可以是待测元素的谱线,待测元素的非吸收线见表 B.1;也可以是其他元素的谱线,其他元素的非吸收线见表 B.2。

表 B.1

单位为纳米

被测元素	共振吸收波长	非吸收线波长	
		被测元素本身的非吸收线	
Cd	228.8	226.5	
Co	240.7	238.3	
Cu	324.7	296.1	
Fe	248.3	251.1	
Mg	285.2	281.7	
Mn	279.5	257.6	
Ni	232.0	231.6	
Pb	217.0	220.4	
	283.3	282.0	
Sb	217.5	215.2	
Se	196.0	198.1	
V	318.4	319.6	
Zn	213.9	210.4	

表 B.2

单位为纳米

被测元素	共振吸收波长	非吸收线波长	
		其他元素的非吸收线	
Zn	213.9	Cu	213.6
		Tl	214.3
		Sb	217.6
Pb	217.0 283.3	Sb	217.6
		Cr	283.5
			283.9
Pd	247.6	Fe	247.3
Mg	285.2	Sn	286.3
Cu	324.7	In	325.6
Cd	228.8 326.1	Bi	227.7
		In	325.6

B.1.3 基体溶液检定方法

配制一个基体溶液,使其质量浓度与样品溶液质量浓度相同,在测定样品溶液的条件下,测定基体溶液的吸光度。如有明显的吸收,表明存在非特征衰减。

B.2 校正方法

B.2.1 在 B.1.1 情况下,从空心阴极灯测得的样品溶液吸光度减去连续光谱灯测得的样品溶液吸光度,其差值即为真实的原子吸光度。若仪器装有适当的光源,可以进行自动校正。

B.2.2 在 B.1.2 情况下,在待测元素的特征波长处测得的样品溶液吸光度减去其邻近非吸收线处测得的样品溶液吸光度,其差值即为真实的原子吸光度。

B.2.3 在 B.1.3 情况下,从样品溶液的吸光度减去基体溶液的吸光度,其差值即为真实的原子吸光度。

附 录 C
(资料性附录)

测定中对各种干扰的消除或减少的方法

C.1 基体干扰

先作工作曲线,再作标准加入法曲线,当发现两线的斜率有差异,而样品的成分对测定元素又不会造成化学干扰时,则表明有基体干扰存在,应考虑采用标准加入法。

C.2 电离干扰

发生电离干扰时不仅使待测元素的吸收灵敏度降低,工作曲线斜率变小;而且当待测元素的浓度增加时,相对电离度降低,工作曲线还会向吸光度轴弯曲。这时可向测定溶液中加入易电离元素的化合物作为消电离剂。当基体本身有消电离作用时,可采用标准加入法而不必另加消电离剂。

C.3 化学干扰

消除干扰的方法主要有三种:

C.3.1 加入抑制剂

常用的抑制剂有释放剂、络合剂、缓冲剂等。

释放剂能与干扰元素化合,生成更稳定的化合物,从而使待测元素从干扰元素的化合物中释放出来,常用的释放剂为铯盐或镧盐。

络合剂能与干扰元素或待测元素配合,从而使待测元素不与干扰元素结合。

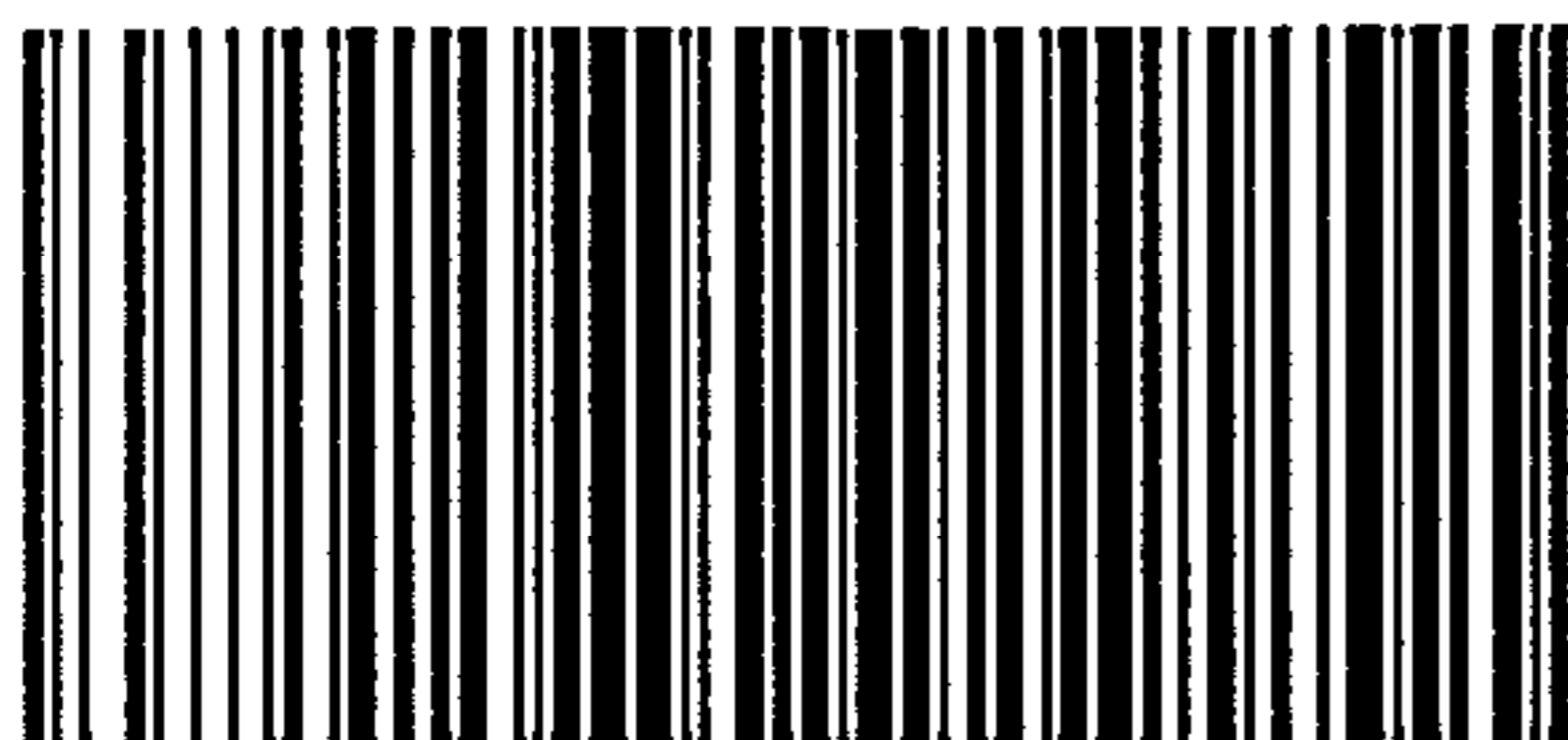
缓冲剂是加入一定数量的干扰元素,使干扰效应达到饱和点,以消除或抑制干扰元素的影响。

C.3.2 高温火焰法

提高原子化的温度,使难离解的化合物离解。

C.3.3 化学分离法

用萃取、离子交换、沉淀法等将干扰离子除去,但操作比较麻烦,且容易引起沾污或损失。



GB/T 9723—2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-30707