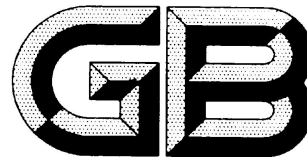


ICS 71.060.01
CCS G 10



中华人民共和国国家标准

GB/T 23768—XXXX
代替 GB/T 23768-2009

无机化工产品
火焰原子吸收光谱法通则

Inorganic chemicals for industrial use –

General rules for flame atomic absorption spectrometry

征求意见稿

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 23768-2009《无机化工产品 火焰原子吸收光谱法通则》，与GB/T 23768-2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了标准范围（见第1章，2009年版的第1章）；
- b) 修改了溶液和标准溶液的配制要求（见5.3，2009年版的5.3）；
- c) 光源系统中增加了连续性光源（见6.1.1，2009年版的6.1.1）；
- d) 增加了无机化工产品取样方法要求（见7.1）；
- e) 修改了固体样品的样品处理方法（见7.2.1，2009年版的7.1.1）；
- f) 修改了样品处理中的其他注意事项（见7.2.3，2009年版的7.2.3）；
- g) 增加了部分分析元素的推荐分析波长（见7.3.1）；
- h) 修改和增加了测定中的干扰和消除方法（见7.5.2，2009年版的7.4.2）；
- i) 修改了实验室的安全要求（见9.2，2009年版的9.2）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2009年首次发布为GB/T 23768—2009；

——本次为第一次修订。

无机化工产品 火焰原子吸收光谱法通则

警告：本文件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。

1 范围

本文件规定了无机化工产品火焰原子吸收光谱法的术语和定义、方法原理、试剂和材料、仪器、测定、精密度、仪器实验室的条件和安全。

本文件适用于利用火焰原子吸收光谱法对无机化工产品中部分微量金属杂质元素的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析术语

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6819 溶解乙炔

GB/T 27476（所有部分） 检测实验室安全

GB/T 34525 气瓶搬运、装卸、储存和使用安全规定

GB/T 32465 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 术语和定义

GB/T 4470 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

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

用火焰将分析试样中的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来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特征波长的电磁辐射（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。在实验条件下，吸光度值与试样中待测元素的浓度关系符合朗伯—比尔定律： $A = \log \frac{\phi_0}{\phi_r} = K \cdot l \cdot c$ （ A 为吸光度； ϕ_0 为入射光通量； ϕ_r 为透射光通量； K 为吸收系数； l 为吸收光程长度； c 为待测元素的浓度）。

当吸收光程长度 l 与吸收系数 K 一定时，吸光度 A 与试样中待测元素的浓度 c 成正比。利用此定律可进行定量分析。

5 试剂或材料

5.1 试剂

5.1.1 本文件所用试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯或分析纯以上要求试剂。

5.1.2 试验方法中所用的无机酸，如：盐酸、硝酸、高氯酸、氢氟酸等，使用前应检查，其不含有待测金属元素或待测金属元素含量低于方法检出限值。

5.2 水

符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水或一级水。

5.3 杂质标准溶液、试剂及制品

试验方法中所用的杂质标准溶液、试剂及制品，在没有注明其他规定时，均按 HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.4 气体

火焰原子吸收光谱仪所用燃料气如乙炔、液化石油气（丙烷）等，助燃气体如空气、一氧化二氮等，气体质量应满足仪器配套的要求。

6 仪器

6.1 仪器组成

火焰原子吸收光谱仪主要由光源系统、火焰原子化系统、光学系统、检测系统和数据处理系统组成，另有背景校正系统和自动进样系统等。标准的仪器示意图如图 1 所示：

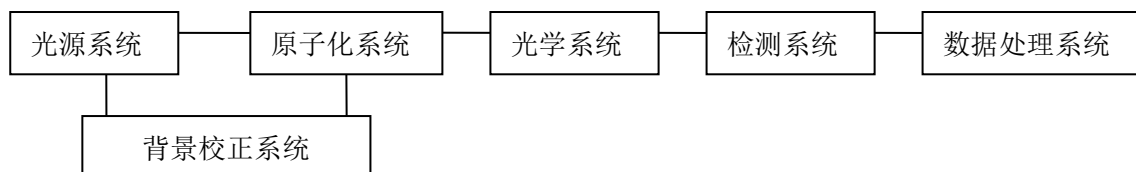


图 1 原子吸收光谱仪组成示意图

注：背景校正系统并不是原子吸收光谱仪的独立组成部分，在部分仪器中不包括该部分。

6.2 光源系统

6.2.1 光源系统由光源灯和灯电源两部分组成，常用光源灯如下：

- a) 空心阴极灯：常用的分析光源，也用于背景校正；
- b) 无极放电灯：用于特定元素（如砷、硒、锡、锑、铅、铋和锗等元素）的分析；
- c) 连续光源—高压短弧氙灯：连续性光源，包含从紫外到红外的连续光谱，用于多元素顺序测定；
- d) 氘灯：用于背景校正。

6.2.2 灯电源：灯电源应提供足够的能量来确保光源灯正常、稳定的使用。

6.3 原子化系统

火焰原子化器由雾化器、雾化室和燃烧器组成，其功能是将试液雾化成气溶胶后再与燃气混合，进入燃烧器产生的火焰中，使其干燥、蒸发、离解，最后使待测元素形成基态原子。火焰原子化器分为预混型原子化器和全耗型原子化器两种。

火焰原子化器应具备高效率雾化、耐腐蚀、高效率原子化、噪声小及火焰稳定性好等功能，且应装有防止燃气、助燃气及废液泄漏的排放装置。

6.4 光学系统

6.4.1 光路系统

光路系统分为单光束系统和双光束系统。单光束型只有一束光通过，双光束型产生的光通量通过分光镜分为两束，一束通过原子化系统，一束则作为参比。

6.4.2 单色器

单色器将由光源发出的复合光分解成单色光或有一定宽度的谱带以便分析使用。单色器装有衍射光栅，应具有足够的分辨率将邻近谱线分开。

6.5 检测系统

检测系统通过检测器将入射光光强转变为电信号。常用元件有光电倍增管、光电管或半导体探测器。

6.6 数据处理系统

数据处理系统用来进行数据处理，显示，记录吸光度、浓度、工作曲线和测定结果。数据处理系统包括模拟系统和数字系统；另外，显示系统由显示器、打印机、记录仪等组成。

注：数据处理包含积分信号、读取吸收峰值、绘制并记录工作曲线等功能，以便获得更好的精密度，并加快读取检测结果的速度。

6.7 背景校正系统

6.7.1 连续光源背景校正系统

利用空心阴极灯辐射的锐线光谱所测得原子吸收和背景吸收的总吸光度值与连续光源辐射的连续光谱所测得背景吸收的吸光度值之差，得到待测元素原子的吸光度值，达到扣除背景的目的。

用于背景校正的光源灯有氘灯、钨丝灯等。用于背景校正的氘灯适用于 180 nm~350 nm 波长范围，钨丝灯适用于 350 nm~800 nm 波长范围。

6.7.2 塞曼效应背景校正系统

利用磁场产生塞曼效应来进行背景校正。由产生塞曼效应的磁铁和分离光信号的信号处理器组成。

塞曼效应应用于原子吸收做背景校正可有多种方法。可将磁场施加于光源，也可将磁场施加于原子化器；可利用横向效应，也可利用纵向效应；可用恒定磁场，也可用交变磁场；交变磁场又分固定磁场强度和可变磁场强度。

6.7.3 非共振吸收线背景校正系统

用分析线测量原子吸收和背景吸收的总吸光度，用非共振吸收线来测量背景吸收的吸光度（因非共振吸收线不产生原子吸收），两次测量值相减，即得到扣除背景之后的待测元素原子的吸光度值。

此方法的背景吸收随波长而改变，因此校正背景的准确度不高，只适用于分析线附近背景分布比较均匀的场合。选用的非共振吸收线应尽量靠近吸收线，同时必须证实其确为非吸收线。

6.7.4 自吸背景校正系统

该系统利用双脉冲供电空心阴极灯来扣除背景。用低电流脉冲供电空心阴极灯测得待测元素和背景吸收的吸光度总和，用高电流脉冲供电空心阴极灯测得背景吸收的吸光度值。将两次测的吸光度相减，即得待测元素原子吸光度值。

6.8 附属设备

根据需要可附加自动进样、自动稀释和流动注射等设备。

a) 自动进样设备：该装置可使样品自动替换、抽样和进样。

b) 自动稀释设备：当样品溶液进入喷雾器后，样品可自动被稀释剂稀释。稀释方法，包括稀释率及工作曲线上限等，可以作为操作条件进行设置，当稀释率设定后测定中的样品均按照此比率稀释，如果测定的浓度超出了工作曲线上限，样品溶液也将被自动稀释并重新测定，以便使测定结果符合工作曲线浓度范围。

c) 流动注射设备：用于将一定量的样品溶液随着载体溶液注入雾化器和反应器的情况。其信号通常是瞬时变化的。

7 测定

7.1 取样

按照产品标准中检验规则进行取样，或按照 GB/T 6678 确定的方法进行产品取样。

7.2 试样处理

7.2.1 产品标准中有相关试样处理要求的，依照产品标准中的方法进行。产品标准中没有明确试样处理或无产品标准的依照下列方法进行处理：

a) 固体样品

——常温下溶于水，或加热后溶于水的试样，溶于水后分析测定；。

——不溶于水的样品应加入酸、碱或有机溶剂溶解后测定，或借助其他辅助方式溶解，如密闭消解法等赶酸、定容后测定；

——待测元素不损失的情况下可采用高温熔融处理、溶解后测定；

——对于采用任何方法处理后仍有悬浮固体或沉淀的样品溶液，可以采用过滤或离心分离等方法处理。

b) 液体样品

——液体样品可直接测定或稀释后测定；

——对于有悬浮固体或沉淀的样品溶液可根据样品特点采取适宜的分离方法对样品进行预处理后测定；

——部分样品也可用有机溶剂萃取后测定。

7.2.2 试样处理中其他注意事项如下：

a) 样品处理后，待测试验溶液，不应存在氢氟酸等腐蚀进样系统的物质。

b) 待测试验溶液中总溶解固体（TDS）含量不宜超过 2%。

c) 待测元素浓度超出曲线范围或总溶解固体（TDS）含量过高，优先采用逐级稀释，并保证稀释后的酸度与工作曲线绘制所用溶液介质一致。

d) 使用分离或预富集的方法进行样品处理时，分离步骤要少，在分离富集过程中待测元素不应损失；分离富集过程中所用试剂、器皿不应含有待测元素。

e) 待测溶液配好后应尽快检测，或冷藏保存并尽快进行检测。

7.3 测定条件的选择

7.3.1 分析线的选择

所选的分析线，其波长应符合仪器示数盘的要求，且经显示调节后应处在最佳波长位置。对于带有波长自动调节系统的仪器上述程序可省略。通常选择灵敏度高的谱线作为分析线，但根据样品浓度等具体条件也可选次灵敏线作为分析线。常测元素的分析线波长推荐值见表 1。

表 1

元素符号	吸收波长 (nm)	元素符号	吸收波长 (nm)	元素符号	吸收波长 (nm)
Ag	328.1	Cu	324.8	Ni	232.0
Al	309.3	Fe	248.3	Pb	283.3
As	193.7	Hg	253.7	Sb	217.6
Ba	553.6	K	766.5	Sn	224.6
Bi	223.1	Li	232.0	Sr	460.7
Ca	422.7	Mg	285.2	Ti	364.3
Cd	228.8	Mn	279.5	V	318.4

Co	240.7	Mo	313.3	Zn	213.9
Cr	357.9	Na	589.0	--	--

7.3.2 灯电流的选择

应综合考虑光源发出的锐线光强度、待测元素波长和检测器特性等因素，选择信噪比最好的灯电流值。

7.3.3 光谱仪狭缝宽度

在能分离出待测元素分析线的范围内应尽量选择较宽的狭缝，以获得好的信噪比。一般对谱线简单的元素使用较宽的通带，多谱线元素使用较窄的通带，且入射电磁辐射不能太弱。

7.3.4 火焰类型的选择

火焰类型是影响原子化效率的重要因素，它与燃气和助燃气的种类和比例有关，按照燃气和助燃气比例不同，可分为氧化性火焰（燃气量小于化学计量）、化学计量性火焰（燃气和助燃气比例与化学计量相近）和还原性火焰（燃气量大于化学计量），应根据分析试样和待测元素的性质选择合适的火焰。下表列出了几种常见的火焰，其中乙炔—空气火焰的应用比较广泛，其背景干扰较小，但火焰温度不及乙炔—氧化二氮火焰高。

表 2 几种常见火焰的温度

气体组成对	氢气—空气	乙炔—空气	乙炔—氧化二氮	氢气—氧化二氮	丙烷—空气	氢气—氧气
温度（℃）	2050	2300	2955	1577	1925	2700

7.3.5 燃气和助燃气的混合比

选择燃气和助燃气的混合比时，应综合考虑待测试样的性质、待测元素的灵敏度、稳定性等因素。

选择方法：固定助燃气（或燃气）的流量，改变燃气（或助燃气）流量，测量标准溶液在不同流量时的吸光度，绘制吸光度—燃助比关系曲线，选择吸光度值大，且火焰比较稳定的燃气和助燃气混合比。

7.3.6 燃烧器高度和角度

在火焰区内，自由原子的空间分布是不均匀的，且随火焰条件而改变，因此，应调节燃烧器的高度，以使来自空心阴极灯的光束从基态原子浓度最大的火焰区域通过，以获得高的灵敏度。

燃烧器的角度决定吸收光程的长度，根据待测元素含量的高低选择合适的吸收光程长度。

7.3.7 稳定性确定

仪器在运转状态并经充分预热后，应确保其波长、灯强度等条件的稳定。

7.3.8 工作曲线线性范围

应用火焰原子吸收光谱法通常在低浓度区能获得较好的线性，但在高浓度区由于多种因素的影响往

往不能获得理想的线性。所以在定量分析时，工作曲线应用在浓度和吸光度能呈现较好线性的范围。

7.4 待测元素的检出限和特征浓度

7.4.1 待测元素的检出限

测定方法参见附录 A 中 A.1 所述。

7.4.2 待测元素的特征浓度

测定方法参见附录 A 中 A.2 所述。

7.5 测定中的干扰及消除方法

7.5.1 测定中的干扰

影响分析测定的干扰按其性质和产生的原因，可分为光谱干扰、物理干扰、化学干扰和电离干扰等。

7.5.2 干扰的消除方法

a) 光谱干扰

消除光谱干扰可用背景校正法（连续光源背景校正、塞曼效应背景校正、非共振吸收线背景校正和自吸背景校正）。用作背景校正的非共振吸收线可参附录 B。

b) 物理干扰

使校准溶液和试样溶液的组成保持一致可以减小物理干扰。在不知道试样组成或无法匹配试样时，可采用标准加入法或稀释法来减小或消除物理干扰。

c) 化学干扰

化学干扰的消除主要有以下方法：

——可以通过加入释放剂、保护络合剂、缓冲剂等干扰抑制剂来消除化学干扰；

——高温火焰法，适当提高原子化温度，使难解离的化合物解离；

——预先分离法，通过萃取、离子交换、沉淀法等将干扰除去或使待测元素与基体分离后检测。

d) 电离干扰

通过加入消电离剂来减少或消除电离干扰，常用消电离剂有氯化铯、氯化钾和氯化钠等。

7.6 定量分析方法

7.6.1 工作曲线法

工作曲线法是最基本分析方法。配制一组适用的标准溶液，在最佳测定条件下，由低浓度到高浓度依次测定吸光度 A ，以吸光度 A 对浓度 C （或被测物的质量）作图。在相同的测定条件下，测定未知样品的吸光度，从 $A-C$ 标准曲线上用内插法求出未知样品中被测元素的浓度（也可用回归方程计算），如图 2 所示。

7.6.2 标准加入法

当无法配制组成匹配的标准溶液时，使用标准加入法。分取几份等量的被测试样，其中一份不加入被测元素，其余各份试样中分别加入不同已知量 C_0 、 $2C_0$ 、 $3C_0$ …… $5C_0$ 的被测元素，然后，在标准测定

条件下分别测定它们的吸光度 A ，绘制吸光度 A 对被测元素加入量 C 的曲线。

如被测试样中不含被测元素，在正确校正背景之后，曲线应通过原点；如曲线不通过原点，说明含有被测元素，截距对应的吸光度为被测元素引起的效应。外延曲线与横坐标轴相交，交点至原点的距离为对应的浓度 C_x ，即为所求的被测元素的含量（也可用回归方程计算），如图 3 所示。

应用标准加入法，应进行校正背景。

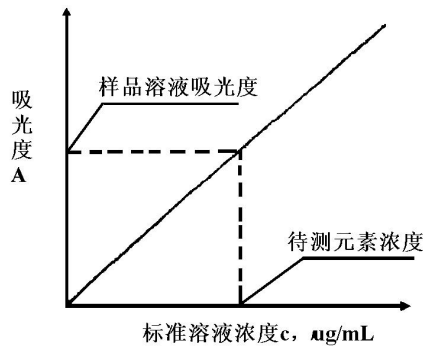


图 2 工作曲线法

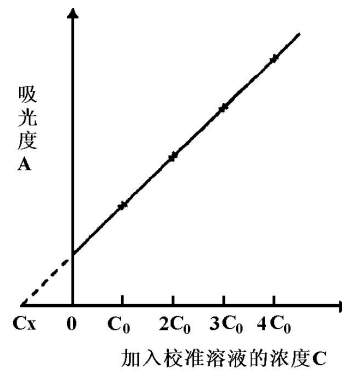


图 3 标准加入法

7.7 测量结果（待测元素含量）的表示方法

对于液体样品，待测元素含量的数值宜以质量浓度表示（ $\mu\text{g/L}$, mg/L , $\mu\text{g/mL}$ 等），也可用质量分数表示（ $\%$, $\mu\text{g/kg}$, mg/kg 等）；对于固体样品，以质量分数表示（ $\%$, $\mu\text{g/kg}$, mg/kg 等）。

8 精密度和准确度

方法测定结果的精密度和准确度应满足 GB/T 32465 的相关要求。

同一实验室室内重复性精密度可在同一台仪器相同测定条件下，由同一人测定次数不少于 11 次的情况下，确定室内标准偏差和室内重复性。

9 仪器实验室的条件和安全

9.1 仪器实验室的条件

- a) 原子吸收光谱仪周围不应安放其他可能产生强磁场、电场、高频率的仪器。
- b) 不应存在振动。
- c) 不存在尘埃和腐蚀性气体。
- d) 仪器不受阳光直射。
- e) 供电电源的波动应尽可能小。
- f) 仪器安装固定时应考虑抗地震措施。
- g) 做好绝缘和接地。

9.2 仪器实验室的安全

9.2.1 实验室安全要求

实验室安全要求应满足 GB/T 27467（所有部分）的要求。

9.2.2 高压气体及仪器的使用

实验室用气瓶应满足 GB/T 34525 的要求。高压气体及仪器使用还应注意以下事项：

- a) 为保证高压气体和仪器平稳、安全的运转，应建立健全安全检查条例和检查周期，并按此进行日检和定期检查。
- b) 不得在使用燃气或氧气的仪器附近处理和放置可燃或易燃物质。
- c) 不得猛开或猛关气体阀门。
- d) 使用前应确认有足够的气体剩余。
- e) 乙炔气体表压低于 0.3MPa 时不宜继续使用，或按仪器说明书中有关气体表压的要求使用。
- f) 如遇紧急情况（如突然断电）应关闭气体阀门。
- g) 仪器的安全设施不得随意改变和调换。
- h) 应确保样品原子化器及各结合点处无气体泄漏，并在点火前确认气体压力和流速符合燃烧头使用要求。
- i) 燃烧器点火时，应先导入助燃气，后导入燃气再点火。熄火时，先停燃气后停助燃气。
- j) 乙炔—氧化二氮点火时，应首先点燃乙炔—空气火焰，然后逐渐增加乙炔气体流量至特定值（至火焰呈黄色亮光），然后将阀门从“空气”转换到“氧化二氮”。熄火时操作顺序相反，先将阀门从“氧化二氮”转换到“空气”后再熄火。
- k) 火焰燃烧时应密切注意气体压力和流速，如出现异常情况应立即熄火。
- l) 火焰燃烧时，不要用眼睛直视火焰，必要时可以使用遮光罩、安全护目镜等设施。
- m) 使用乙炔作燃气时，应尽量避免雾化含有大量铜、银、汞等物质的溶液。雾化这些溶液时雾化室内可能会产生爆炸性金属乙炔化合物的沉淀。
- n) 分析测定含有大量高氯酸或高氯酸盐的溶液时，试验结束后要清洗雾化室和燃烧头。
- o) 应配置灭火器和消防沙以防紧急情况发生。

附录 A

检出限和特征浓度的测定方法

(资料性附录)

A.1 检出限的测定

A1.1 以铜为代表元素，将仪器各参数调至最佳工作状态，用试剂空白溶液调零，分别对三种不同浓度 (c) 的铜校准溶液进行三次吸光度 (A) 重复测定，取三次测定的平均值后，按线性回归法求出工作曲线的斜率，得到火焰原子吸收光谱法的灵敏度 [$S_c, A/(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$]。

$$S_c = dA/dc \dots\dots\dots (A1)$$

A1.2 在与“A1.1”条完全相同的条件下，将标尺扩展 10 倍，对试剂空白溶液（或浓度三倍于检出限的溶液）进行 11 次吸光度测量，并求出其标准偏差：

$$S_A = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中： S_A ——标准偏差；

A_i ——某一单次测量的吸光度值；

\bar{A} ——11 次测量的吸光度值的算术平均值；

n ——测定次数。

A1.3 按下式即可计算出仪器测铜的检出限 [$c_L(k=3)$]，单位为 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

$$c_L(k=3) = 3S_A / S_c \dots\dots\dots (A3)$$

A.2 特征浓度的测定

以铜为代表元素，用火焰原子吸收光谱法测铜的特征浓度 (C_c) 可引用“A1.1”条的测定结果，按式 (A4) 进行计算。

$$C_c = \frac{0.0044}{S_c} \dots\dots\dots (A4)$$

式中： S_c ——“A1.1”条中火焰原子吸收光谱法的灵敏度；

C_c ——火焰原子吸收光谱法测铜的特征浓度， $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ；

0.0044——相当于 1% 吸收的吸光度值。

附录 B

用于背景校正的非共振吸收线

(资料性附录)

以非共振吸收线背景校正法进行背景校正时，非吸收线可以是待测元素的谱线，也可以是其他元素的谱线，其波长值可参考表 B1、表 B2。

表 B1 待测元素的吸收线

被测元素	共振吸收波长 (nm)	非吸收线波长 (用作背景吸收)
		被测元素本身的非吸收线 (nm)
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	216.2
Se	196.0	198.1
V	318.4	319.6
Zn	213.9	210.4

表 B2 其他元素的吸收线

被测元素	共振吸收波长 (nm)	非吸收线波长 (用作背景吸收)
		其他元素的非吸收线 (nm)
Zn	213.9	Cu 213.6
		Tl 214.3
		Sb 217.6
Pb	217.0	Sb 217.6
		283.3
		283.9
Pd	247.6	Fe 247.3
Mg	285.2	Sn 286.3
Cu	324.7	In 325.6
Cd	228.8	Bi 227.7
		325.1