



中华人民共和国国家标准

GB/T 15337—2008
代替 GB/T 15337—1994

原子吸收光谱分析法通则

General rules for atomic absorption spectrometric analysis

2008-06-04 发布

2008-12-01 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

前 言

本标准代替 GB/T 15337—1994《原子吸收光谱分析法通则》。

本标准与 GB/T 15337—1994 主要差异如下：

- 在 7.2.5.2 中增加了消除物理干扰的内容；
- 在 9.2.3 中将“应放置在橡胶或合成树脂板等绝缘物上面”改为“不应放置在橡胶或合成树脂板等绝缘物上面”；
- 删除了原标准附录 A。

本标准附录 A、附录 B 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(SAC/TC 63)归口。

本标准由中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司、中化化工标准化研究所负责起草。

本标准主要起草人：于洪洸、杨建海、邢素霞、魏静。

本标准于 1994 年首次发布。

原子吸收光谱分析法通则

1 范围

本标准规定了用原子吸收光谱仪进行定量分析的通用规则。

本标准适用于利用原子吸收光谱仪对从常量到痕量化学元素的定量分析。

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 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析术语(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

JJG 694—1990 原子吸收分光光度计 检定规程

3 术语和定义

GB/T 4470 规定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。

3.2

无火焰原子吸收光谱法 flameless atomic absorption spectrometry

用非火焰方法(如电热、激光或化学反应等),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。

3.3

电热原子吸收光谱法 electrothermal atomic absorption spectrometry

用电热(如石墨炉等)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。

3.4

氢化物发生原子吸收光谱法 hydride generation atomic absorption spectrometry

基于待测元素还原生成氢化物,经加热(电热或火焰)分解成该元素的自由原子,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。

3.5

冷蒸气发生测汞火焰原子吸收光谱法 mercury by cold vapour generation atomic absorption spectrometry

将欲分析试样中汞离子,还原为自由原子,通过测量蒸气相中的基态原子对特征电磁辐射的吸收,以确定汞元素含量的方法。

3.6

保护气 sheath gas

分析操作时,防止被测元素及原子化系统周围材料氧化的惰性气体。

4 原理

从光源辐射出待测元素的特征波长的电磁辐射,通过火焰或电热等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,在一定试验条件下,吸光度值与试样中待测元素的浓度关系符合光吸收定律(公式(1)):

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

式中:

A ——吸光度;

Φ_0 ——入射电磁辐射通量;

Φ_{tr} ——透射电磁辐射通量;

K ——吸收系数,在一定试验条件下为常数;

L ——吸收光程长度;

c ——待测元素的浓度。

利用此定律可进行定量分析。

5 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯或优于分析纯的试剂,并应在使用前检查试剂空白,试剂空白值应符合要求。

5.1 水

采用原子吸收光谱分析法进行常量分析时,所用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规格;进行痕量分析时,所用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规格。

5.2 试剂

无机酸是常用试剂,它常含有痕量金属元素,使用前应严格检查。必要时,应经亚沸蒸馏提纯,蒸馏装置参见附录 A。

配制溶液应符合如下要求:

- 应选用合适的溶剂,配制成的溶液不应有不溶物析出,溶液应保存于洁净的适宜的容器中。
- 配制标准溶液的试剂,应采用纯度高、组成准确符合化学式、性质稳定的物质。如果用高纯度金属配制时,金属在溶解之前,应用酸清洗以除去表面的氧化层。
- 标准贮备溶液的质量浓度一般为 1 mg/mL,有些元素的标准溶液需加入少量无机酸,以利于贮存。质量浓度小于 1 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液,一般应现用现配,浓度大于 1 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液可保持数天或更长时间,不同元素其保存时间有所不同。

标准溶液和标准贮备溶液应存放于聚四氟乙烯或聚乙烯容器中,以防浓度改变或受污染,某些见光容易发生分解的溶液应贮存于棕色玻璃瓶中,必要时,应存放于清洁、低温和阴暗处,以防光照使浓度发生变化。

5.3 气体

火焰用的燃气通常为乙炔、氢气等,助燃气为空气、氧气和一氧化二氮等。应使用符合有关标准规定的气体产品。使用压缩空气时应充分除去尘埃。

无火焰法用的保护气如氩气、氮气等,应不含待测元素。

6 仪器

6.1 仪器主要组成部分

原子吸收光谱仪主要由光源系统、原子化系统、分光系统、检测系统和数据处理系统等五部分组成,另有背景校正系统、自动进样系统等。

6.1.1 光源系统

6.1.1.1 光源灯

用于分析的光源。常用的光源灯有空心阴极灯和无极放电灯。

空心阴极灯能发射待测元素特征谱线的锐线,是原子吸收光谱中应用最广的锐线光源。

无极放电灯是专用于砷、硒、锡、锑、铅、铋、锗和碲等元素的分析,发射的元素特征谱线强度比空心阴极灯强,且谱线宽度窄,自吸变宽小,光谱纯度好,可改善分析灵敏度和检出限,但一般稳定性及寿命不如空心阴极灯。

6.1.1.2 氙灯

用于背景校正的光源,属于连续光谱灯。可发射 190 nm~430 nm 的连续光谱。

6.1.1.3 光源灯电源

点亮光源灯并稳定其光强度。

6.1.2 原子化系统

使样品中待测元素转化为基态原子,以便能实现原子吸收测量。

常用的原子化系统有:火焰原子化系统、电热原子化系统、氢化物发生原子化系统和冷蒸气发生原子化系统等。

6.1.2.1 火焰原子化系统

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、离解试样,最后使待测元素形成基态原子。

火焰原子化系统的常用气体有乙炔、氢气、空气、氧气、一氧化二氮和氩气等。

火焰原子化系统应具有一定雾化效率,耐腐蚀、原子化效率高、噪声小及火焰稳定性能好,且应有安全保护装置,废液排放装置等。

6.1.2.2 电热原子化系统

电热原子化系统由以下两部分组成:

- a) 电热炉:将试样溶液干燥、灰化,最后使待测元素形成基态原子。一般以石墨作为发热体,炉中通入保护气,以防氧化及输送试样蒸气。
- b) 电源部分:可分段或连续地加热电热炉的发热体到需要的温度。

6.1.2.3 氢化物发生原子化系统

氢化物发生原子化系统用于砷、硒、锡、锑、铅、铋、锗和碲等元素的测定,由以下两部分组成:

- a) 氢化物发生器:将待测元素在酸性介质中还原成氢化物,再由载气导入原子吸收池的装置。
- b) 原子吸收池:石英管、加热器及温度控制器组成,将氢化物加热分解成基态原子的装置。

6.1.2.4 冷蒸气发生原子化系统

冷蒸气发生原子化系统由汞蒸气发生器和原子吸收池组成,它专用于汞元素的测定。

- a) 汞蒸气发生器:它的功能是将试液中汞离子还原成汞蒸气,再由载气导入原子吸收池的一种装置。
- b) 原子吸收池:两端具有石英窗,并可流通气体的石英原子吸收池。

6.1.3 分光系统

分光系统是由分光元件、入射和出射狭缝以及若干块反射镜组成,波长范围一般为(190.0~900.0)nm,从光源发射的电磁辐射中分离出所需的电磁辐射。

6.1.4 检测系统

检测系统由检测器、信号处理器和指示记录器组成。

通过检测器将微弱光信号转换为可测的电信号,通过信号处理器分离出所需要测定的电信号,并通过指示记录器来读取以吸光度或元素浓度表示的测定值。

应具有较高的灵敏度和较好的稳定性,并能及时跟踪吸收信号的急速变化。

6.1.5 背景校正系统

当仪器没有背景校正系统装置时,才可按下述方法进行背景校正。

常用的背景校正系统有以下四种:

a) 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,得到待测元素原子吸光度值,从而达到扣除背景的目的。

常用的连续光源有氘灯,适用于(190~430)nm 波长范围内。

适用于装有连续光谱校正装置的仪器。

b) 塞曼效应背景校正系统

利用塞曼效应扣除背景,有多种塞曼调制方式,对于恒定磁场横向塞曼调制,是将恒定磁场加于原子化系统上,并使磁场方向与光束方向垂直,在强磁场作用下,原子吸收线分裂为其偏振方向与磁场平行的 π 组分,和其偏振方向与磁场垂直的 σ ±组分。来自光源的光在偏光元件作用下变为偏振光,与磁场平行和垂直的偏振光交替通过原子化系统,平行于磁场的偏振组分与吸收线塞曼分裂 π 组分波长相同,偏振方向相同,产生共振吸收,测得原子吸收和背景吸收的吸光度值,垂直于磁场的偏振组分和吸收线塞曼分裂 π 组分偏振不同,不为 π 组分吸收,仅能为背景吸收,测得背景吸光度值,两次测定吸光度值相减,得到待测元素原子吸光度值,从而达到扣除背景的目的。

能在全波段校正背景。

适用于装有塞曼效应背景校正装置的仪器。

c) 自吸效应背景校正系统

利用双脉冲供电空心阴极灯来扣除背景的方法,即用低电流脉冲供电空心阴极灯产生的发射线,测得原子吸收和背景吸收的吸光度值,用高电流脉冲使空心阴极灯产生有强自吸的变宽谱线,测得背景吸收的吸光度值,两次测定吸光度值相减,得到待测元素原子吸光度值,从而达到扣除背景的目的。

适用于装有自吸效应背景校正系统的仪器。

d) 非吸收线背景校正系统

利用吸收线测得原子吸收和背景吸收的吸光度值,用非吸收线测得背景吸收的吸光度值,两次测定吸光度值相减,得到待测元素原子吸光度值,从而达到扣除背景的目的。

选用的非吸收线应符合下列原则:

- 应证实所选用的确是非吸收线。
- 选用非吸收线的波长应尽可能靠近吸收线,一般两者相差在 10.0 nm 以内为宜。
- 光源辐射的非吸收线应有足够的强度,以保证有较好的信噪比。

6.1.6 附属设备

根据需要可附加自动进样系统等设备。

6.2 仪器性能要求

6.2.1 波长示值误差

指元素灵敏吸收线的波长示值和波长标准值之差,应不超过 ± 0.5 nm。

6.2.2 波长重复性

在不考虑系统误差的情况下,仪器对某一波长测量值能给出相一致读数的能力,应不大于 0.3 nm。

6.2.3 分辨率

指仪器对元素灵敏吸收线与邻近谱线分开的能力,当仪器光谱带宽为 0.2 nm 时,它应能分辨 279.5 nm 和 279.8 nm 双线。

6.2.4 基线稳定性

是指在一段时间内,仪器保持其零吸光度值稳定性的能力。在 30 min 内,它的静态基线稳定性最大零漂应不大于 ± 0.006 A 和最大瞬时噪声应不大于 0.006 A;其点火基线的稳定性最大零漂应不大于 ± 0.008 A 和最大瞬时噪声应不大于 0.008 A。

6.2.5 边缘能量

反映仪器边缘波长处对光源辐射集光的能力。在仪器边缘波长处,对砷 193.7 nm、铯 852.1 nm 谱线进行测定,其背峰比应不大于 $\pm 2\%$,且 5 min 内瞬时噪声应小于 0.03 A。

6.2.6 检出限 [$c_L(k=3)$ 或 $Q_L(k=3)$]

是指以一定的置信度检测出试样溶液中元素的最低含量,与仪器、待测元素及分析方法有关。当给定元素、分析方法之后,是仪器的一项综合性指标。当仪器用火焰原子吸收光谱法测铜时,应不大于 0.02 $\mu\text{g/mL}$;用石墨炉原子吸收光谱法测镉时,应不大于 4 pg。

6.2.7 特征浓度(或特征量)

反映仪器灵敏度性能的一种指标,与仪器、待测元素、分析方法有关,即在给定试验条件下,相当于能产生 1% 吸收信号(即 0.004 4 A 吸光度值)的待测元素浓度(或质量)。当仪器用火焰原子吸收光谱法测铜时,应不大于 0.04 $\mu\text{g/mL}$;用石墨炉原子吸收光谱法测镉时,应不大于 2 pg。

6.2.8 仪器的精密度

指仪器在给定的试验条件下,用同一试样经多次重复测定结果之间一致的程度,与仪器、待测元素及分析方法有关。当仪器用火焰原子吸收光谱法测铜时,应不大于 1.5%,用石墨炉原子吸收光谱法测镉时,应不大于 7%。

7 测定

测定时,应根据样品和仪器的特点,采取直接测定或稀释或预富集制成试液进行测定,分离基体时待测元素不应损失或沾污。分离后,基体的残留量不应对待测元素的测定造成干扰,也不应对仪器有腐蚀。

应同时制备相应的空白试验溶液及校准溶液。

7.1 测定方法的选择

根据样品与待测元素的特性与含量,可选用下述的测定方法:

- a) 火焰原子吸收光谱法;
- b) 电热原子吸收光谱法;
- c) 氢化物发生原子吸收光谱法;
- d) 冷蒸气发生测汞原子吸收光谱法。

7.2 测定条件的选择

7.2.1 火焰和无火焰原子吸收光谱法测定共性条件的选择

7.2.1.1 分析线

选用不受干扰且吸光度适度的谱线。

常测元素的分析线的波长值参见附录 B。

7.2.1.2 光源灯的电流值

在整机有足够稳定性的前提下,应选用信噪比最好的灯电流。

选择方法:在不同灯电流下测量某标准溶液的吸光度,绘制灯电流和吸光度的关系曲线,选择吸光度值大,稳定性好的灯电流。

7.2.1.3 通带宽度

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,使用较宽的通带,多谱线元素需使用较窄的通带,且入射电磁辐射不能太弱。

7.2.1.4 吸光度读数范围

为了减少光度测量的误差,吸光度读数一般选在 0.1~0.6 之间,必要时可调节溶液的浓度或光程长度或扩展量程。

7.2.2 火焰原子吸收光谱法测定条件的选择

7.2.2.1 火焰类型

根据分析试样和待测元素的性质,可选用氧化性火焰、化学计量性火焰或还原性火焰。

7.2.2.2 燃气和助燃气的混合比

根据分析试样的性质、被测元素的灵敏度和稳定性加以选择。

选择方法:在固定助燃气(或燃气)的条件下,改变助燃气(或燃气)流量,测量标准溶液在不同流量时的吸光度,绘制吸光度和燃助比的关系曲线,选择吸光度值大,且火焰比较稳定的燃助比。

7.2.2.3 燃烧器高度和角度

调节燃烧器高度,使光源辐射的电磁辐射通过火焰中基态原子浓度最大的部分。

选择方法:在固定燃助比的条件下,测量标准溶液在不同燃烧器高度的吸光度,绘制燃烧器高度和吸光度曲线,选择吸光度值大的燃烧器高度。

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,选择合格的吸收光程长度。

7.2.3 石墨炉原子吸收光谱法测定条件的选择

7.2.3.1 干燥温度(或电流值)和时间

干燥的主要作用是脱溶剂。

选择的干燥温度(或电流值)和时间应以充分除去试样的溶剂又能避免试样的液滴飞溅。起始温度应选用略低于溶剂沸点的温度。

7.2.3.2 灰化温度(或电流值)和时间

灰化的主要作用是使有机物分解或使基体中盐类挥发,以减轻或消除原子化时的背景吸收和元素间的相互干扰。

选择灰化温度(或电流值)和时间应充分除去试样的基体,而又要防止被测元素挥发损失。

选择方法:绘制吸光度随灰化温度或时间的变化曲线,选择吸光度值大的最高灰化温度或时间。

7.2.3.3 原子化温度(或电流值)和时间

原子化的作用是使待测元素原子化,原子化温度由待测元素的性质决定。

选择的原子化温度(或电流值)和时间,应使被测元素得到充分原子化的前提下,原子化温度应尽可能的低,以延长石墨炉的使用寿命。

选择方法:以达到最大吸光度值的最低温度和时间。

7.2.3.4 保护气的种类和流量(或压力)

选用原则是不使发热体被氧化,石墨炉常用的保护气是氩气。

流量(或压力)的选择应根据分析试样的性质,被测元素灵敏度及稳定性等来确定。

7.2.3.5 石墨管

常用的石墨管的种类有:普通石墨管、热解涂层石墨管、全热解石墨管等,可根据需要与可能进行选择。

7.2.4 待测元素的检出限及特征浓度

见 6.2.6、6.2.7 及 JJG 694—1990 第 4 章。

7.2.5 测定中对各种干扰的消除或减少的方法

7.2.5.1 消除电离干扰的方法

可在分析试样溶液中加入电离缓冲剂。

7.2.5.2 消除物理干扰的方法

使校准溶液与试样溶液的组成保持一致。在试样组成未知或无法匹配试样时,可采用标准加入法或稀释法来减小或消除物理干扰。

7.2.5.3 消除化学干扰的方法

消除化学干扰的方法主要有:

- 添加消除干扰的化学试剂,如释放剂、络合剂、表面活性剂等;
- 添加过量的干扰元素,使干扰效应达到饱和点,以消除或抑制干扰元素的影响;

注:此法在干扰元素产生正干扰或当高浓度的干扰物质存在时,不会使待测元素的吸收显著降低的前提下使用。

- 高温火焰法;
- 添加基体改进剂;
- 化学分离法。

7.2.5.4 消除光谱干扰的方法——背景校正法

背景校正法可采用连续光源、塞曼效应、非吸收线、自吸收等方法。

用作背景校正的非吸收(校正线)参见附录 B。

另可采用无光谱干扰的谱线作分析线。

7.3 定量方法

使用指示记录器得到的吸光度值,按如下方法求出试样溶液中被测元素的浓度。但无论采用下述的哪一种方法,吸光度和浓度的关系曲线(校正曲线)的绘制必须与试样溶液的测定同时进行。

7.3.1 标准曲线法

按有关标准的规定,在仪器可能条件下,配制五个以上不同浓度的校准溶液,在规定仪器条件下,用溶剂调零,测量试剂空白溶液的吸光度值以作空白校正,在相同条件下,依次测定其吸光度值,并绘制校正曲线,同时配制适当浓度的试样溶液,在上述条件下,测定吸光度值,根据测得吸光度值,在校正曲线上查出试样溶液中待测元素的浓度(见图 1)。待测元素的浓度应在校正曲线线性范围内。

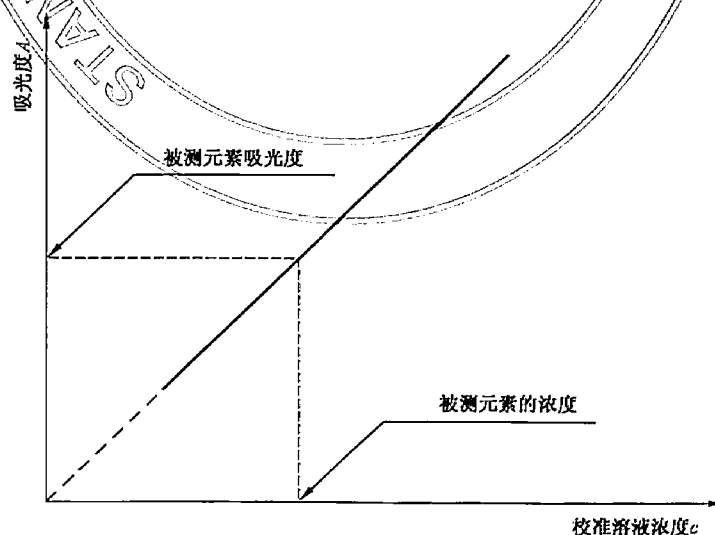


图 1 标准曲线法校正曲线

此方法只适用于无基体干扰情况下的测定。

在使用标准曲线法时应注意：

- 尽量消除试样溶液中的干扰；
- 校准溶液与试样溶液基体尽可能保持一致；
- 基体有干扰的，应采用标准加入法。

7.3.2 标准加入法

在仪器可能条件下，分别吸取等量的待测试样溶液五份。一份不加校准溶液；其他四份分别按比例加入不同浓度校准溶液，溶液浓度通常分别为 c_x 、 $c_x + c_0$ 、 $c_x + 2c_0$ 、 $c_x + 3c_0$ 、 $c_x + 4c_0$ 。在规定仪器条件下，用溶剂调零；测量试剂空白溶液的吸光度值，以作空白校正。在相同条件下，依次测定吸光度值，用加入校准溶液浓度为横坐标，相应的吸光度为纵坐标绘制吸光度与浓度校正曲线，曲线反向延伸与浓度轴的交点 c_x ，即为试样溶液中待测元素的浓度，见图 2。

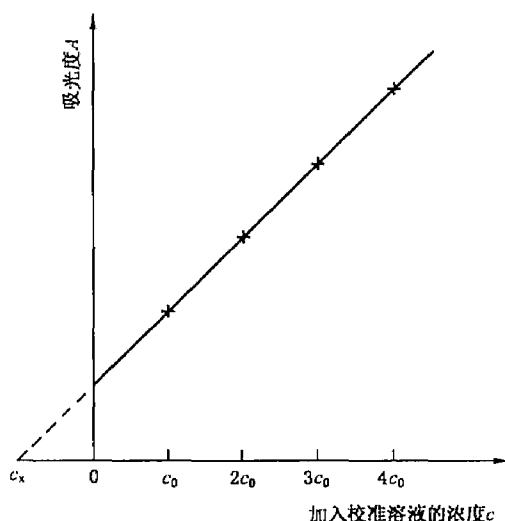


图 2 标准加入法校正曲线

使用标准加入法时应注意：

- 此方法只适用于浓度和吸光度成线性区域；
- 至少应采用四点（包括试样溶液本身）来绘制外推关系曲线，同时首次加入校准溶液浓度应和试样溶液浓度大致相同，即 $c_0 \approx c_x$ ，一般采用预测试样溶液和校准溶液，比较两者的吸光度值进行判断，然后按 $2c_0$ 、 $4c_0$ 浓度分别配制第三份、第五份校准溶液；
- 如有背景吸收，由仪器扣除背景，如没有背景校正系统装置的仪器，可利用非吸收线，单独测出背景吸收，作图时将浓度轴向上移一段距离，其大小为背景的吸收度值。

7.3.3 高精密度比例法

配制浓度分别比试样溶液浓度高 5% 和低 5% 的两份校准溶液。按测定条件，吸喷较低浓度校准溶液，调节读数系统使吸光度值为零或低读数值；吸喷较高浓度标准溶液，将标尺扩展到读数最大。重新吸喷低浓度校准溶液，并重新调节到低读数，依次测定低浓度校准溶液、试样溶液和高浓度校准溶液，重复测定三次，得到三组读数，取每组读数值的平均值，按下式(2)计算试样溶液的浓度：

$$c_s = \frac{(R_s - R_l)(c_h - c_l)}{R_h - R_l} + c_l \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_s 、 c_h 、 c_l ——分别为试样溶液、高浓度校准溶液和低浓度校准溶液的浓度数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

R_s 、 R_h 、 R_l ——分别为试样溶液、高浓度校准溶液和低浓度校准溶液的吸光度读数值。

本方法只用于用其他方法能引进较大的稀释误差的高浓度试样。

7.4 被测元素含量的计算与表示方法

由 7.3 确定试样溶液中待测元素的浓度之后,按照分析方法的规定,计算出样品中该元素的含量,并以质量分数(%,mg/kg)或质量浓度(mg/L,μg/L)等表示。

8 精密度

对于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 次情况下,确定室内标准偏差和室内重复性。

9 实验室的条件和安全

9.1 实验室的条件应符合下述要求:室内应无强烈电磁场干扰、无腐蚀性气体、灰尘或烟雾;室温应在(10~35)℃之间;相对湿度应不高于 85%;仪器不应受阳光直射和不应受到影响使用的震动;供电电源的电压变化应不超过 $220 \times (1 \pm 10\%)$ V,频率变化不超过(50±1)Hz。

9.2 安全

9.2.1 在原子吸收池上方应安装排风装置。

9.2.2 电源线不应置于暖气、散热器上。确认电路连接无误时,方可接电源。地线不应与其他仪器共用,应使用接地良好的专用地线。

9.2.3 气源离仪器应有适当距离,高压气瓶尽量放在户外,不应暴露于直射阳光、风雨冰雪下,同时保持于 40℃ 以下,为防止可燃性气体瓶带静电,不应放置在橡胶或合成树脂板等绝缘物上面,应将钢瓶固定在钢瓶架上,由管道将气体导入仪器,定期检查管道,防止气体泄漏,严格遵守有关操作规程。

9.2.4 使用乙炔气瓶时,管路不应靠近热源和电气设备,与明火的距离,一般不小于 10 m。应装有专用的减压阀、回火防止器。防止倾倒,不应卧放使用。输入主机的压力不应超过 0.15 MPa。严禁纯铜、纯银等及其制品与乙炔接触。必须使用铜合金时,含铜量应低于 10%。瓶内气体严禁用尽;一般低于 0.3 MPa 时,应更换钢瓶。凡对乙炔压力有特殊要求的仪器,应按说明书规定及时更换钢瓶。

9.2.5 不应在使用可燃性气体或氧气的设备附近处理自燃或易燃物质,并不应放置这些物质。

9.2.6 燃烧点火时,应先导入助燃气,后导入燃气;关闭时,应先停燃气,后停助燃气。遇特殊情况,如突然停电,应立即关闭乙炔阀门,避免回火事故发生。

9.2.7 乙炔—氧化二氮点火时,首先点燃乙炔-空气火焰,待火焰稳定后,逐渐增加乙炔流量至火焰呈黄色光亮,然后迅速将阀门从“空气”转换到“氧化二氮”,“氧化二氮”流量在未点火前已调节好,熄灭时则是迅速从“氧化二氮”转换到“空气”建立乙炔-空气火焰后再熄灭以免发生回火。

9.2.8 乙炔—氧化二氮火焰应使用专用燃烧器,绝对禁止使用乙炔-空气燃烧器,以免造成回火事故。

9.2.9 氧化二氮的管道系统绝对禁油。凡疑有油污的管道和仪表,应进行去油清洗。氧化二氮的减压阀,应使用防冻型减压阀。

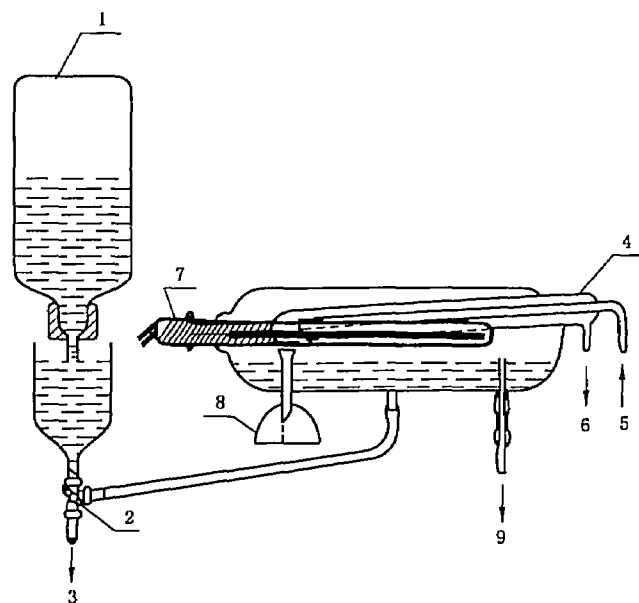
9.2.10 富氧空气-乙炔点火时,先点燃乙炔-空气火焰,逐渐增加乙炔流量至所需流量,按实验要求逐渐增加氧气流量至所需火焰状态,熄灭时,先关闭氧气气路再逐渐减少乙炔量至火焰熄灭,以防回火。

附录 A

(资料性附录)

亚沸蒸馏提纯酸的装置和注意事项

A.1 石英亚沸蒸馏器示意图



- 1——分析纯无机酸瓶；
- 2——三通活塞；
- 3——排出口；
- 4——冷凝管；
- 5——冷却水进口；
- 6——冷却水出口；
- 7——红外辐射加热器；
- 8——亚沸蒸馏提纯的无机酸；
- 9——溢流口。

图 A.1 石英亚沸蒸馏器示意图

A.2 注意事项

- A.2.1 温度应控制在酸的沸点以下，溶液不能沸腾。
- A.2.2 蒸出液体流速应控制在 40 mL/h 左右。
- A.2.3 可使用亚沸蒸馏器提纯的酸有盐酸、硝酸、硫酸和高氯酸。

附 录 B
(资料性附录)
用作背景校正的非吸收线

表 B. 1～表 B. 2 中给出了用作背景校正的非吸收线波长。

表 B. 1 待测元素的非吸收线 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	216.2
Se	196.0	198.1
V	318.4	319.6
Zn	213.9	210.4

表 B. 2 其他元素的非吸收线 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	Bi 227.7
	325.1	In 325.6

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
原子吸收光谱分析法通则
GB/T 15337—2008

*

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 1 字数 23 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号:155066·1-32834 定价 16.00 元

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



GB/T 15337—2008