



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 7728—XXXX  
代替 GB/T 7728-1987

## 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法 通则

Chemical analysis of metallurgical products—General rule for flame atomic  
absorption spectrometric methods

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 7728-1987《冶金产品化学分析火焰原子吸收光谱法通则》。与 GB/T 7728-1987 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了前言；
- 增加了规范性引用文件；
- 增加了 4 试剂和材料
- 增加了 5 仪器
- 增加了 6 测定
- 修订了 8 仪器的准备工作及仪器性能的判断和要求（1987 版的 6）
- 修订了 9 定量分析方法（1987 版的 7）
- 修订了 9.3 标准加入法（1987 版的 7.3）
- 补充了安全有关内容（原标准中 4 安全注意事项，本版的 10 仪器实验室的条件和安全）。
- 增加了附录 A
- 增加了附录 B

本标准由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC 183）归口。

本标准起草单位：钢研纳克检测技术股份有限公司。

本标准主要起草人：范小芬、罗倩华、刘庆斌、刘正、齐荣、杨国武

历次版本的发布情况：

- GB/T 7728-1987。

# 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

## 1 范围

本标准规定了用火焰原子吸收光谱法测定冶金产品中金属元素的一般事项，包括所涉及的术语、原理、试剂与材料、仪器组成、样品制备、测定条件选择、干扰消除方法、校准溶液配制、仪器的准备工作、仪器性能判断和要求、定量分析方法、仪器实验室条件等。

本标准适用于制（修）订冶金产品的火焰原子吸收光谱法国家标准或行业标准，其他标准也可参照使用。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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法术语

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6819 溶解乙炔

## 3 术语与定义

GB/T 4470中界定的术语和定义适用于本标准。

## 4 原理

试样溶液以雾状喷入火焰，使待测元素原子化。从光源辐射出具有待测元素特征谱线的光通过试样蒸气时，被蒸气中待测元素基态原子所吸收，被吸收的部分与火焰中该原子的浓度成正比。根据辐射特征谱线光被减弱（吸收）的程度来测定试样中待测元素的含量。

## 5 试剂和材料

### 5.1 试剂

本标准所用试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯或分析纯以上试剂。

样品处理时常用到无机酸，如：盐酸、硝酸、高氯酸、氢氟酸等，使用前应检查试剂空白，试剂空白值应符合相关检测标准规定的空白要求。

### 5.2 水

实验所用水应符合GB/T 6682中二级或三级水。

### 5.3 气体

火焰用的燃气通常为乙炔，其要求应符合 GB 6819 的规定；所用的助燃气通常为空气、一氧化二氮，其要求应符合相关规定，使用压缩空气时应充分除去尘埃。

## 6 仪器组成

### 6.1 光源系统

光源系统由光源灯和灯电源两部分组成，常用光源灯有空心阴极灯、无极放电灯和高强度连续光源—高聚焦短弧氙灯等。

### 6.2 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。

### 6.3 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 190nm~900nm。

### 6.4 检测系统

检测系统由检测器、交流放大器、对数转换器和显示装置组成。

## 7 测定

### 7.1 样品制备原则

根据样品和仪器的特点，采取直接测定、稀释或者预富集制成试液上机进行测定。分离基体时，待测元素不应有损失或被污染；分离后，基体中的残留量不应对待测元素的测定造成干扰，也不应对仪器有损害。

### 7.2 测定条件的选择

#### 7.2.1 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值可参见表 1。

表 1 常测元素的分析线波长

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
------	---------	------	---------	------	---------

Zn	213.9	Cr	357.9	Pb	283.3
Al	309.3	Co	240.7	Ni	232.0
Sb	217.6	Hg	253.7	Ba	553.6
Cd	228.8	Sr	460.7	Bi	223.1
K	766.5	Fe	248.3	As	193.7
Ca	422.7	Cu	324.8	Mg	285.2
Ag	328.1	Na	589.0	Mn	279.5

### 7.2.2 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。

### 7.2.3 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。

### 7.2.4 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。

### 7.2.5 火焰类型

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，可分为富燃焰、化学计量焰和贫燃焰，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	氢气-空气	乙炔-空气	乙炔-氧化二氮
温度/°C	2000	2300	2900

### 7.2.6 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。

### 7.2.7 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。

### 7.2.8 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范围。

## 7.3 测定中的干扰及消除方法

### 7.3.1 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、物理干扰和化学干扰等。

### 7.3.2 干扰的消除方法

#### 7.3.2.1 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收背景校正）。用作背景校正的非共振吸收线可参附录 A。

#### 7.3.2.2 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。

#### 7.3.2.3 化学干扰

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。

## 8 校准溶液的配制

配制一套（约 6~8 个）校准溶液，使分析元素的浓度范围包含所求得特征浓度的 20-125 倍（最佳范围）或更大些。校准溶液内除已知量的分析元素外，所含其他物质，应尽可能与试样的最终测试液中的组分一致。溶液中所溶解的固体的总量最好不超过 1%，以防燃烧器缝被堵塞。在这套校准溶液中，加入的分析元素量为零的那一个校准溶液，称为“零”校准溶液（或基体溶液）。

注：如喷测的溶液中试样量（包括其他所溶解的固体）不超过 0.1%，则校准溶液中其他组分不一定要和试样溶液中完全一致。这时为了确认是否存在基体影响，可以用标准试样进行分析检验。

如果不了解试样组分，无法配制与分析试样一致的校准溶液，则可按加入法（10.3）配制校准溶液。

## 9 仪器的准备工作及仪器性能的判断和要求

### 9.1 仪器操作参数的调节

9.1.1 装好所需要的元素灯，接通电源，按说明书所推荐的数值范围选定灯电流（或电功率）。

9.1.2 按说明书和分析方法所推荐的光谱通带调好狭缝宽度（若用多元素灯工作，狭缝宽度可能需要更小些）。在保证光束不被燃烧器遮挡的情况下调节波长按钮使达到所需波长，并根据仪器的能量指示的极大值找到波长的精确位置（注意调节增益钮，使能量指示适宜，不宜过大或过小）。

9.1.3 调节元素灯的位置，对准在光轴上，这时信号强度指示应为极大。

9.1.4 元素灯按说明书所述经过一段预热时间（一般为 15min）后，调节仪器的吸光度数为零（透光率为 100%）。在选用阻尼常数或积分时间为数秒钟的条件下，检查仪器读数的稳定性。这时读数的波动在数秒钟内不应大于 0.002 吸光度单位（或 99.5%透光率）。

9.1.5 根据所用火焰的类别装好合适的燃烧器，并初步调好位置，使处于光束的正下方。

9.1.6 在检查并确保废液排放管水封良好、并打开仪器上方排风扇后，点燃空气-乙炔火焰，在用水喷雾的情况下使火焰燃烧十余分钟，使仪器达到热的平衡（如有必要，按说明书所述将空气-乙炔火焰转换为一氧化二氮-乙炔火焰，并在用水喷雾的情况下使火焰再燃烧数分钟）。

### 9.2 仪器操作参数的最佳化

9.2.1 当仪器按（9.1）调好，并待信号稳定后，用“零”校准溶液喷雾并把吸光度读数调为零后，这两个校准溶液的读数的差值为极大。注意勿使燃烧器挡住光束。

9.2.2 重新核查波长的精确位置。再喷测上述两个校准溶液。若其吸光度差值未变，则表明仪器操作参数已达最佳状态。

### 9.3 仪器性能的判断和要求

#### 9.3.1 精密度的最低要求

测量最高校准溶液的吸光度 10 次，并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差一般不应超过该吸光度平均值的 1.0-1.5%。

测量最低校准溶液（不是“零”校准溶液）的吸光度 10 次，并计算其标准偏差。该标准偏差一般不应超过最高校准溶液平均吸光度的 0.5%。

### 9.3.2 特征浓度

在绘制的校准曲线上，在吸光度 0.1 附近查得相当于吸光度该改变量  $\Delta A=0.10$  的浓度改变量  $\Delta c$  ( $\mu\text{g/ml}$ )。然后按式 (1) 计算特征浓度：

$$c_k = \frac{\Delta c \times 0.0044}{\Delta A} \dots\dots\dots(1)$$

若所求得特征浓度，与该仪器说明书所提供的数值相差不超过 25%，并且不超过各分析方法标准所规定的具体数值，一般可认为满意。

### 9.3.3 检出限

准备 2 份与样品溶液基体一致的溶液，被测元素的浓度如下：

- 浓度为  $\rho'$   $\mu\text{g/mL}$  的溶液所产生的吸光度  $A$  约为 0.01；
- 基体空白溶液的吸光度为  $A_0$ 。

测量浓度为  $\rho'$  的溶液和空白溶液各 10 次，每次读数时间约为 10s，应使用足够大的标尺，以便能清楚地看到信号波动。计算吸光度平均值  $\bar{A}'$  和  $\bar{A}_0$  及标准偏差  $s_{A'}$ 。

由式(2)计算检出限 LOD：

$$LOD = \frac{\rho' \times s_{A'} \times k}{\bar{A}' - \bar{A}_0} \dots\dots\dots(2)$$

$k$  通常取 4.65。

若求得的检出限数值不大于该仪器说明书标称值的三倍，并且不超过各分析方法标准所规定的具体数值，一般可认为满意。

### 9.3.4 校准曲线的线性（弯曲程度）

对绘制的校准曲线（见图 A.1）进行任何校直处理之前，得到校准浓度范围上端 20%的净吸光度值  $A_A$ ，以及校准浓度范围下端 20%的净吸光度值  $A_B$ ，计算  $A_A/A_B$ ，该值应不小于 0.7。



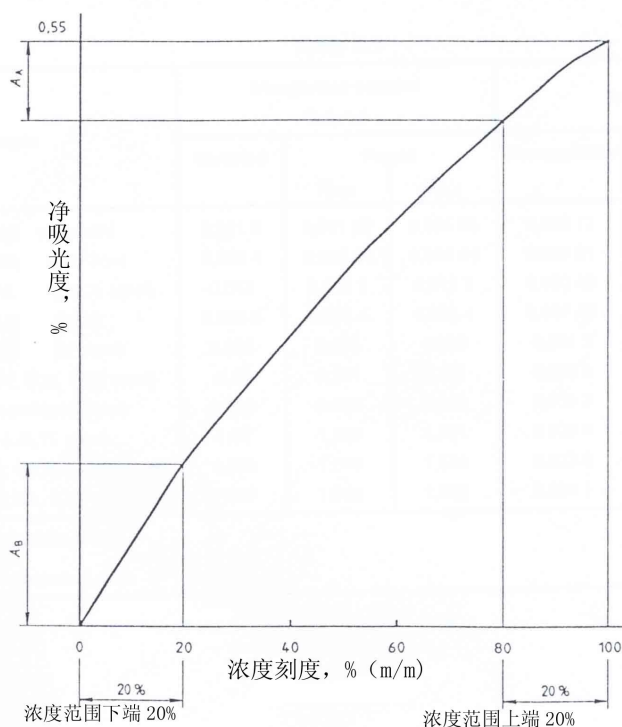


图 1

## 10 定量分析方法

### 10.1 校准曲线法

10.1.1 当仪器调整到最佳状态并满足性能要求后，喷入“零”校准溶液，并将吸光度调为零。然后试测各校准溶液和试样溶液各一次，记下各个溶液的读数，以便按读数递增的顺序排列。如试样溶液的读数过高或过低，应另予处理。

注：在测定痕量元素时，如精密度能满足分析方法的规定，也可以在吸光度较小的情况下进行测定。若吸光度在 0.1 以下，读数可予放大。

10.1.2 喷入“零”校准溶液，待信号稳定后调整吸光度为零。按读数递增的顺序，每个溶液各测一次，并待信号稳定后记下读数。用水喷洗后，再以“零”校准溶液喷雾并调吸光度为零，并如上作第二轮喷测。至少喷测三轮，使各溶液的读数不少于三次。如发现波动太大，应找出原因并予以纠正后，重新测量。

10.1.3 用校准溶液的吸光度平均值对浓度 ( $\mu\text{g/ml}$ ) 绘制校准曲线。求出试样测试液中元素的浓度。根据试样质量和稀释倍数等计算试样中该元素的含量。

10.1.4 若“零”校准溶液中分析元素的浓度不能忽略不计，须用溶剂（水或有机试剂）代替“零”校准溶液调零，并进行上述（10.1.1-10.1.3）测量。求出“零”校准溶液中该元素的浓度值。将该浓度值分别加到每个校准溶液的原浓度值上，作为真实浓度值。并以真实浓度值对吸光度作校准曲线。“零”校准溶液中分析元素的浓度按式(3)计算：

$$c_2 = c_1 \times \frac{A_2}{A_1 - A_2} \dots\dots\dots(3)$$

式中：

$c_2$ ——“零”溶液中该元素的浓度；

$c_1$ ——最低校准溶液中该元素的加入浓度；

$A_2$ ——“零”校准溶液的吸光度；

$A_1$ ——最低校准溶液的吸光度。

若需扣除“空白试验”，应将试样溶液和“空白”溶液的吸光度在校准曲线上分别查出各自的浓度，再进行浓度相减。这是因为校准曲线一般是弯曲的，吸光度不宜直接相减。

## 10.2 高精密度比例法（基体匹配法）

10.2.1 配制两个校准溶液，其浓度分别比试样测试液中分析元素估计值高 5%左右和低 5%左右。

10.2.2 当仪器如前调好、点火并待稳定后，喷入低校准溶液，并把读数调到零附近；再喷入高校准溶液，并把仪器读数放大系统放大到合适程度；再喷入低校准溶液，并把读数调到零附近。如此反复几次。到达稳定后，将低校准溶液、试样溶液、高校准溶液轮流喷测若干轮次，各得多次读数。

10.2.3 分别计算各溶液的读数平均值。按比例关系求出试样溶液中分析元素的浓度。再计算试样中该元素的含量。

## 10.3 标准加入法

10.3.1 取 4 份等体积的同一试样溶液，分别置于 4 个容量瓶中。除一瓶外，在其他三瓶中分别加入不同已知量的元素标准溶液，使其浓度各为试样溶液中分析元素估计量的一、二、三倍。把四个容量瓶中的溶液稀释至同体积。

10.3.2 当仪器如前调好、点火并待稳定后，以空白溶液调零，再喷测这四个溶液各一次。至少喷测三轮，使各溶液得到至少三次读数，以求平均值。

10.3.3 求出各瓶溶液的读数平均值，以读数平均值为纵坐标，加入的分析元素浓度为横坐标作图。将所作出的直线向下方延长至与横坐标轴相交。该交点与坐标原点之间的距离，就代表原测试溶液中该元素的浓度，如图 2 所示，再计算试样中该元素的含量。

注：加入法只能在没有背景、吸光度与浓度确系直线关系时才能使用。

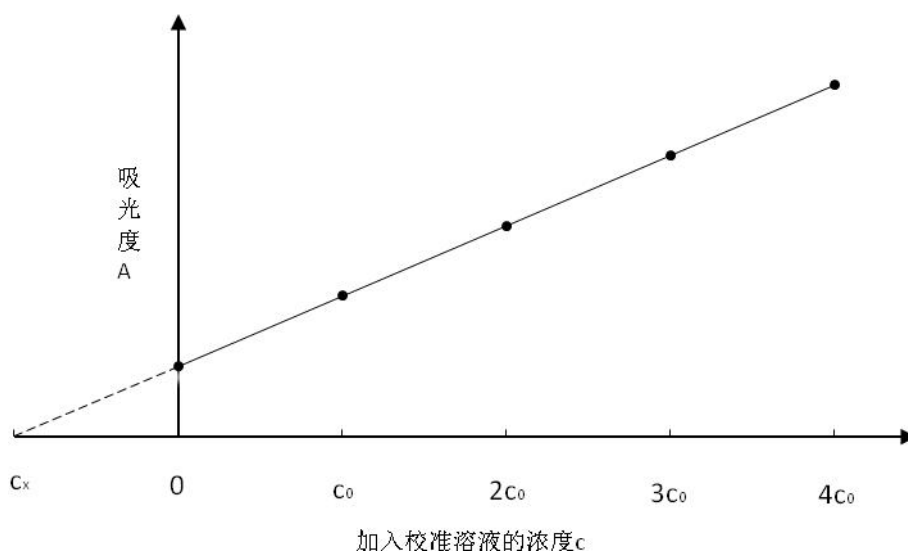


图 2 标准加入法

## 11 仪器实验室条件

### 11.1 仪器实验室环境要求

- 周围不应安放其他可能产生强磁场、电场、高频率的仪器。
- 不应存在振动。
- 不存在尘埃和腐蚀性气体。
- 仪器不受阳光直射。
- 供电电源的波动应尽可能小。
- 仪器安装固定时应考虑到抗地震措施。
- 做好绝缘和接地防止电力事故发生。
- 实验室温度应在  $10^{\circ}\text{C}$ - $35^{\circ}\text{C}$  之间；相对湿度不大于 85%；室内不能结露。
- 原子吸收光谱仪燃烧器上方须安装排风装置。

### 11.2 高压气体储存和使用要求

#### 11.2.1 高压气体储存要求

- 高压气瓶应设置在通风良好的地方，应避免暴露于直射阳光、风雨、冰雪之下，同时应保持存放温度不高于  $40^{\circ}\text{C}$ ，不得在使用燃气或氧气的仪器附近放置可燃或易燃物质。
- 高压气瓶应设置抗震防倾倒设施，安装固定时直射应固定两点，所用到的支架也要固定。
- 使用乙炔时应符合 GB 6819 相关规定，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  $0.3\text{MPa}$  时，应更换钢瓶。
- 一氧化二氮的压力控制阀应采用防冻型阀。

### 11.2.2 高压气体使用要求

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) 使用前应确认有足够的气体剩余，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。

c) 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。

d) 乙炔-一氧化二氮点火时，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“一氧化二氮”。熄火时操作顺序相反，先将阀门从“一氧化二氮”转换到“空气”后再熄火。

e) 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。

f) 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沉淀。

g) 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。

h) 应配置灭火器和消防沙以防紧急情况发生。

## A

附 录 A  
(资料性附录)  
原子吸收的基本原理

设一束平行的单色辐射能，其频率为 $\nu$ ，原来的强度为 $I_{0\nu}$ ，通过原子蒸气，通过原子蒸气的长度为 $l$ 。那么，若透过原子蒸气后光束的强度为 $I_\nu$ ，则蒸气在频率 $\nu$ 处的吸收系数 $K_\nu$ 由下式决定：

$$I_\nu = I_{0\nu} \exp(-K_\nu l) \quad (1)$$

由于吸收线具有有限的半宽度，故吸收系数 $K_\nu$ 将随频率 $\nu$ 而变。然而，根据经典色散理论，积分吸收 $(\int K_\nu d\nu)$ 可由下式给出：

$$\int K_\nu d\nu = (\pi e^2 / mc) N_\nu \quad (2)$$

式中： $e$ ——电子的电荷；

$m$ ——电子的质量；

$c$ ——光速；

$N_\nu$ ——每立方厘米内能吸收频率为 $\nu$ 的辐射的原子数目；

$f$ ——振子强度。

这一方程式，只有当跃迁是由基态开始时才是正确的。 $N_\nu$ 基本上等于每立方厘米内该原子的总数 $N_0$ 。于是，积分吸收就正比于蒸气中自由原子浓度，而与蒸气的温度无关。对大多数元素来说，方程式(2)中的 $N_\nu$ 可以 $N_0$ 用来代替，这就使积分吸收系数与原子浓度之间具有简单的正比关系。由于测量积分系数吸收系数困难，故采用测量峰值吸收。在实践中，方程式(1)只有在采用校准溶液时方为有效。

虽然积分吸收与吸收介质中自由原子浓度成正比而与蒸气温度无关，但火焰产生基态原子的能力是与其温度有关的。火焰必须具有足以使分子解离的温度，但又不宜太高，以免原子大量电离而导致自由原子浓度减少。

在原子吸收或火焰发射分析中，单色器用来分离并得到所需的共振线，而排除邻近的谱线和背景辐射。光谱带宽则用狭缝的宽度来调节。然而狭缝宽度又会影响到达检测器的辐射的强度。另外，火焰中还存在火焰本身及其他元素所发出的背景辐射。为消除这种干扰，分析元素辐射源的入射光需经调制，并采用交流放大器放大。这样，检测系统就只接受调制的入射光，而不接受火焰中发射的背景辐射。

A.5 窄谱线的不同宽度，会导致积分吸收系数测量上的困难。影响谱线宽度和形状的因素有多普勒变宽、压力变宽、共振变宽和自吸收等。关于原子吸收理论的详情，参阅有关专著。

附录B  
资料性附录  
用于背景校正的非吸收共振线

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 B.1、表 B.2。

表 B.1 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 B.2 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)	
		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	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