



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 694—2009

原子吸收分光光度计

Atomic Absorption Spectrophotometers

2009-10-09 发布

2010-04-09 实施

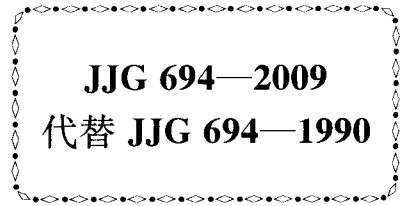
国家质量监督检验检疫总局 发布

JJG 694—2009

**原子吸收分光光
度计检定规程**

Verification Regulation for

Atomic Absorption Spectrophotometers



本规程经国家质量监督检验检疫总局于 2009 年 10 月 9 日批准，并自 2010 年 4 月 9 日起施行。

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

参加起草单位：北京同洲维普科技有限公司

河北省计量科学研究所

本规程委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

崔彦杰（中国计量科学研究院）

马联弟（中国计量科学研究院）

史乃捷（中国计量科学研究院）

参加起草人：

孙宏伟（北京同洲维普科技有限公司）

杨 雪（河北省计量科学研究所）

目 录

1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量性能要求	(1)
4 通用技术要求	(2)
5 计量器具控制	(2)
5.1 检定条件	(2)
5.2 检定项目	(3)
5.3 检定方法	(4)
5.4 检定结果的处理	(7)
5.5 检定周期	(7)
附录 A 线性回归中斜率与截距的计算	(8)
附录 B 原子吸收分光光度计检定记录格式 (参考)	(9)
附录 C 检定证书内页格式	(12)
附录 D 检定结果通知书内页格式	(13)

原子吸收分光光度计检定规程

1 范围

本规程适用于锐线光源原子吸收分光光度计（以下简称仪器）的首次检定、后续检定和使用中检验。仪器的型式评价中有关计量性能试验可参照本规程进行。

2 概述

原子吸收分光光度计是根据被测元素的基态原子对特征辐射的吸收程度进行定量分析的仪器。其测量原理基于朗伯比尔光吸收定律：

$$A = -\lg \frac{I}{I_0} = -\lg T = kcL \quad (1)$$

式中：A——吸光度；

I_0 ——入射光强度；

I ——透射光强度；

T ——透射比；

k ——吸光系数；

c ——样品中被测元素的浓度；

L ——光通过原子化器的光程。

仪器的主要结构方框图见图 1。

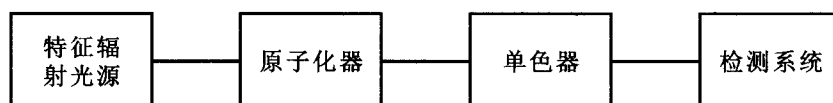


图 1 仪器构造图

按光束形式可将仪器分为单光束型及双光束型；按原子化器类型可分为火焰原子化器及无火焰（石墨炉）原子化器等。

3 计量性能要求

原子吸收分光光度计的计量性能要求见表 1。

表 1 仪器计量性能要求

项 目	计量性能	
	火焰原子化器	石墨炉原子化器
波长示值误差与重复性	波长示值误差不超过 $\pm 0.5 \text{ nm}$ ， 波长重复性不大于 0.3 nm	同左
光谱带宽偏差	不超过 $\pm 0.02 \text{ nm}$	同左

JJG 694—2009

表 1 (续)

项 目	计量性能	
	火焰原子化器	石墨炉原子化器
基线稳定性	零点漂移吸光度不超过 $\pm 0.008/15 \text{ min}$ ；瞬时噪声吸光度 ≤ 0.006	—
边缘能量	谱线背景值/谱线峰值应不大于2%，瞬时噪声吸光度应不大于0.03	同左
检出限	$\leq 0.02 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	$\leq 4 \text{ pg}$
测量重复性	$\leq 1.5\%$	$\leq 5\%$
线性误差	$\leq 10\%$	$\leq 15\%$
表观雾化率	不小于8%	—
背景校正能力	≥ 30 倍	同左
注：1 对于波长自动校准的仪器不进行波长示值误差项测量。 2 手动波长仪器光谱带宽项测量用分辨率测量代替，进行 Mn279.5 nm 和 279.8 nm 谱线扫描，其峰谷能量不应超过40%。		

4 通用技术要求

- 4.1 仪器应有下列标识：仪器名称、型号、出厂编号、制造厂名、制造日期、额定工作电源电压及频率，国产仪器应有制造计量器具许可证标志及编号。
- 4.2 所有紧固件均应安装牢固，连接件应连接良好，各调节旋钮、按键和开关均能正常工作，无松动现象，电缆线的接插件应接触良好。
- 4.3 气路连接正确，不得有漏气现象，气源压力应符合出厂说明规定的指标。
- 4.4 外观不应有影响仪器正常工作的损伤。仪表的所有刻线应清晰、粗细均匀。指针的宽度不应大于刻线的宽度，并应与刻线平行。数显部位显示清晰、完整。

5 计量器具控制

仪器的控制包括首次检定、后续检定和使用中检验。

5.1 检定条件

5.1.1 检定用标准器及配套设备

- 5.1.1.1 空心阴极灯：Hg, Mn, Cu, Cd, As, Cs 等。
- 5.1.1.2 光衰减吸光度相当于1的衰减器。
- 5.1.1.3 检定用标准物质：其浓度列于表2，其扩展不确定度不低于表2所示数值。
- 5.1.1.4 秒表，分度值不大于0.1 s。
- 5.1.1.5 50 mL (2个) 量筒。

5.1.2 检定环境条件

JJG 694—2009

表 2 标准物质的浓度及其不确定度

溶液名称	浓度		不确定度
空白	—		—
铜	0.50	$\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	1% ($k=2$)
	1.00		
	3.00		
	5.00		
镉	0.50	$\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	2% ($k=2$)
	1.00		
	3.00		
氯化钠	$5.0 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$		3% ($k=2$)

5.1.2.1 环境温度: (10~35) °C。

5.1.2.2 相对湿度: $\leq 85\%$ 。

5.1.2.3 电源: 电压(220±22) V, 频率(50±1) Hz, 并具有良好的接地。

5.1.2.4 仪器位置于水平无振动的工台上, 操作时不得有摇动现象。

5.1.2.5 检定场所应通风良好, 不得有强光直射, 仪器周围无强磁场、电场或振动源干扰, 无强气流影响。

5.2 检定项目

检定项目见表 3。

表 3 检定项目

序号	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检验
1	标志、标识、外观结构	+	+	+
2	波长示值误差与重复性	+	+	-
3	光谱带宽偏差	+	-	-
4	基线稳定性	+	-	+
5	边缘能量	+	-	-
6	检出限	-	+	+
7	测量重复性	+	+	+
8	线性误差	+	+	+
9	表观雾化率	+	-	-
10	背景校正能力	+	-	-

注: “+”为应检项目, “-”为可不检项目。

JJG 694—2009

5.3 检定方法

5.3.1 标志、标记、外观结构检查

按第4章的要求,用目视及手动方法逐一进行检查。

5.3.2 波长示值误差与重复性

按空心阴极灯上规定的工作电流点亮汞灯,待其稳定后,在光谱带宽 0.2 nm 条件下,从下列汞、氦谱线 253.7, 365.0, 435.8, 546.1, 640.2, 724.5 nm 和 871.6 nm 中按均匀分布原则,选取三至五条逐一作三次单向(从短波向长波方向)测量,以给出最大能量的波长示值作为测量值,按公式(2)计算波长示值误差,按公式(3)计算波长重复性。

注:对于波长自动校准的仪器,不进行该项测量。

$$\Delta\lambda = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \lambda_i - \lambda_r \quad (2)$$

式中: λ_r ——汞、氦谱线的标准波长值;

λ_i ——汞、氦谱线的测量波长值。

$$\delta\lambda = \lambda_{\max} - \lambda_{\min} \quad (3)$$

式中: λ_{\max} ——某谱线三次波长测量值中的最大值;

λ_{\min} ——某谱线三次波长测量值中的最小值。

5.3.3 光谱带宽偏差

点亮铜灯,待其稳定后,在光谱带宽 0.2 nm 条件下,对 324.7 nm 谱线进行扫描,然后对扫描谱线的半高宽进行测量,测量如图 2 所示。光谱带宽偏差为:

$$\text{光谱带宽偏差} = [(\lambda_2 - \lambda_1) - 0.2] \text{ nm}$$

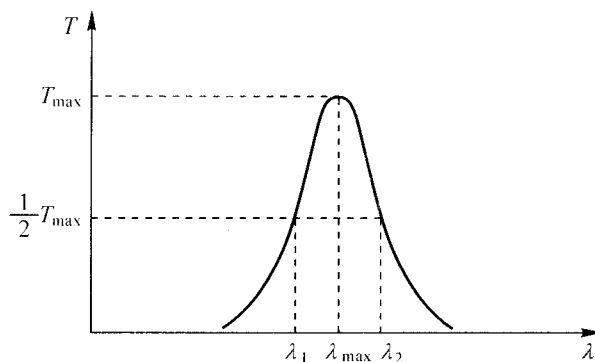


图 2 测量示意图

注:对手动调波长的仪器,由于波长最小分度值影响,此项用分辨率测量代替。方法如下:点亮锰灯,待其稳定后,光谱带宽 0.2 nm,调节光电倍增管高压,使 279.5 nm 谱线的能量为 100,然后扫描测量锰双线,此时应能明显分辨出 279.5 和 279.8 nm 两条谱线,且两线间峰谷能量应不超过 40%。

5.3.4 基线稳定性

在 0.2 nm 光谱带宽条件下,按测铜的最佳火焰条件,点燃乙炔/空气火焰,吸喷二次蒸馏水或去离子水,10 min 后,用“瞬时”测量方式,或时间常数不大于 0.5 s,波长 324.7 nm,记录 15 min 内零点漂移(以起始点为基准计算)和瞬时噪声(峰-峰值)。

JJG 694—2009

5.3.5 边缘能量

点亮砷和铯灯，待其稳定后，按仪器推荐的最佳工作条件设定光谱参数，响应时间不大于 1.5 s 的条件下对砷 193.7 nm 和铯 852.1 nm 谱线按 5.3.5.1 和 5.3.5.2 进行测量。

5.3.5.1 在两谱线的峰值能量达到最佳化条件下，测量背景值/峰值。

5.3.5.2 测量谱线的瞬时噪声，5 min 内最大瞬时噪声（峰-峰值）。

5.3.6 火焰原子化法测铜的检出限

5.3.6.1 将仪器各参数调至正常工作状态，用空白溶液调零，根据仪器灵敏度条件，选择系列 1：0.0，0.5，1.0，3.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 或系列 2：0.0，1.0，3.0，5.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 铜标准溶液，对每一浓度点分别进行三次吸光度重复测定，取三次测定的平均值后，按线性回归法（见附录 A）求出工作曲线的斜率（ b ），即为仪器测定铜的灵敏度（ S ）。

5.3.6.2 在与 5.3.6.1 完全相同的条件下，对空白溶液进行 11 次吸光度测量，并按下列公式计算出检出限 C_L ：

$$s_A = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{0i} - \bar{I}_0)^2}{n-1}} \quad (4)$$

式中： I_{0i} ——单次测量值；

\bar{I}_0 ——测量平均值；

n ——测量次数。

$$C_L = 3s_A/b \quad (5)$$

5.3.7 火焰原子化法测铜的重复性

在进行 5.3.6 测定时，选择系列标准溶液中的某一浓度溶液，使吸光度在 0.1~0.3 范围内，进行七次测定，求出其相对标准偏差（RSD），即为仪器测铜的重复性。重复性计算方法如下：

$$\text{RSD} = \frac{1}{\bar{I}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (6)$$

式中：RSD——相对标准偏差，%；

I_i ——单次测量值；

\bar{I} ——测量平均值；

n ——测量次数。

5.3.8 火焰原子化法测铜的线性误差

在 5.3.6.1 操作完成后按照公式（7）~（9）计算标准曲线测量中间点（系列 1 计算 1.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ；系列 2 计算 3.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ）的线性误差 Δx_i ：

线性方程：

$$\bar{I}_i = a + bc_i \quad (7)$$

$$c_i = \frac{\bar{I}_i - a}{b} \quad (8)$$

JJG 694—2009

线性误差:

$$\Delta x_i = \frac{c_i - c_{si}}{c_{si}} \times 100\% \quad (9)$$

式中: \bar{I}_i ——三次吸光度测量值的平均值;

c_i ——第 i 点按照线性方程计算出的测得浓度值, $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$;

c_{si} ——第 i 点标准溶液的标准浓度, $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$;

a ——工作曲线的截距;

b ——工作曲线的斜率, $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})^{-1}$;

5.3.9 石墨炉原子化法测镉的检测限

5.3.9.1 将仪器各参数调至正常工作状态, 根据仪器灵敏度条件, 选择系列 1: 0.0, 0.5, 1.0, 3.0 $\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ 或系列 2: 0.0, 1.0, 3.0, 5.0 $\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ 镉标准溶液, 对每一浓度点分别进行三次吸光度重复测定, 取三次吸光度平均值后, 按线性回归法求出工作曲线斜率 b , 按公式 (10) 计算仪器测镉量的灵敏度 (S)。

$$S = b/V \quad (10)$$

式中: b ——工作曲线的斜率, $(\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1})^{-1}$;

V ——取样体积, μL 。

5.3.9.2 在与 5.3.9.1 完全相同的条件下, 对空白溶液进行 11 次吸光度测定, 并按公式 (11) 计算检出限:

$$Q_L = 3s_A/S \quad (11)$$

其中 s_A 计算方法参见公式 (4)。

5.3.10 石墨炉原子化法测镉的重复性

在进行 5.3.9 测定时, 选择系列标准溶液中的某一浓度溶液, 使吸光度在 0.1~0.3 范围内, 进行七次测定, 并求出其相对标准偏差 (RSD) [计算方法见公式 (6)], 即为仪器测镉的重复性。

5.3.11 石墨炉原子化法测镉的线性误差

5.3.11.1 在 5.3.9.1 操作完成后按照公式 (7)~(9) 计算标准曲线测量中间点 (系列 1 计算 1.0 $\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$; 系列 2 计算 3.0 $\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$) 的线性误差 Δx_i 。

5.3.12 样品溶液的表观雾化率 (ϵ) 检定

5.3.12.1 将进样毛细管拿离水面, 待废液管出口处再无废液排出后, 将它接到 50 mL 量筒 (量筒 1) 内 (注意: 保持一段水封)。在另一量筒 (量筒 2) 内注入 50 mL 二次蒸馏水或去离子水, 在与 5.3.7 相同的条件下, 将毛细管插入水中, 直至 50 mL 水全部吸喷完毕, 待废液管中再无废液排出后, 测量排出的废液体积 V (mL), 按公式 (12) 计算表观雾化率 (ϵ):

$$\epsilon = \frac{50 - V}{50} \times 100\% \quad (12)$$

5.3.13 背景校正能力检定

5.3.13.1 对于仅有火焰原子化器的仪器, 在镉 228.8 nm 波长下, 先用无背景校正方式测量, 调零后将光衰减器 (吸光度约为 1) 插入光路, 读出吸光度 A_1 , 再将测量方

JJG 694—2009

式改为有背景校正方式, 调零后, 再把光衰减器插入光路, 读出吸光度 A_2 。

5.3.13.2 对于带石墨炉的仪器, 将仪器参数调到石墨炉法测镉的正常状态, 以仪器推荐测量方式先进行无背景校正测量, 加入一定量的氯化钠溶液 (该溶液浓度为 $5.0 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, 必要时可稀释), 使产生吸光度为 1 左右的吸收信号, 读出吸光度 A_1 , 再用有背景校正方式测量, 加入相同量的氯化钠溶液并读下吸光度 A_2 。

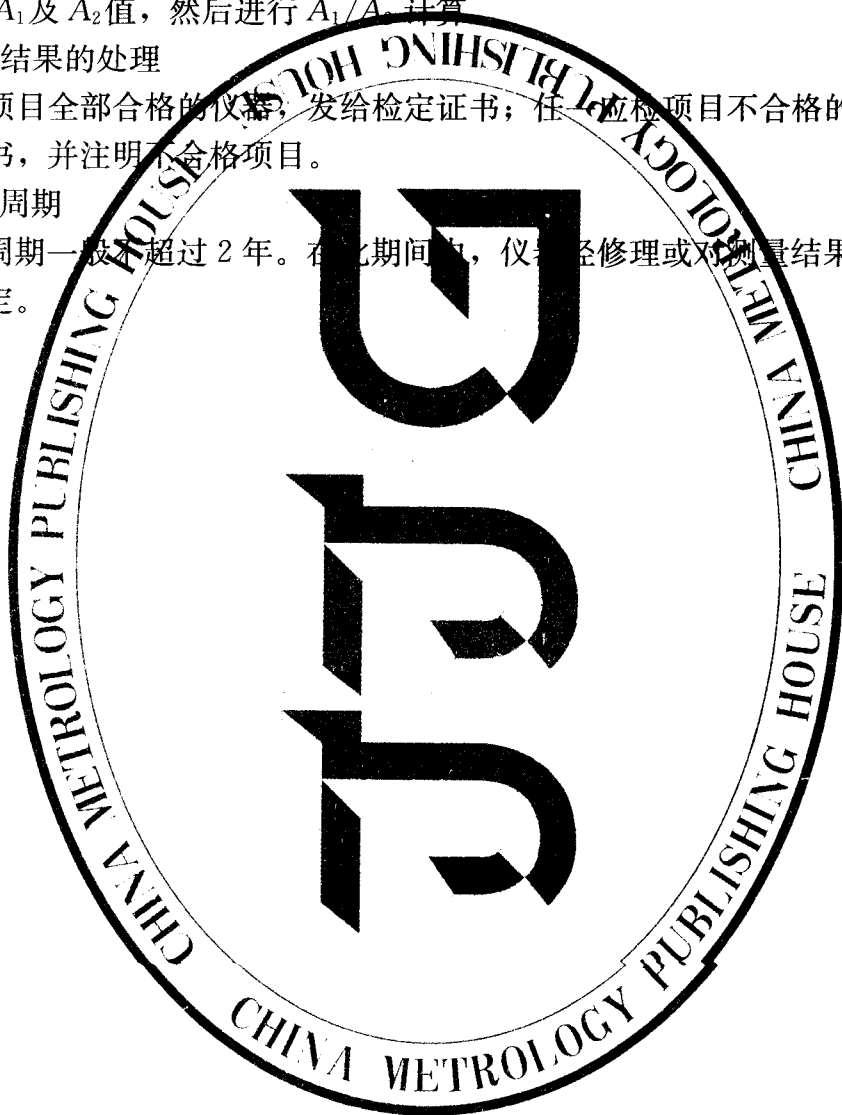
5.3.13.3 按 5.3.13.1 或 5.3.13.2 的方法测出 A_1 和 A_2 后, 计算: 背景校正能力 = A_1/A_2 。对于可同时获得吸光度数据和背景数据的仪器, 可简化操作, 在扣背景方式下直接读取 A_1 及 A_2 值, 然后进行 A_1/A_2 计算。

5.4 检定结果的处理

检定项目全部合格的仪器, 发给检定证书; 任一检定项目不合格的仪器, 发给检定结果通知书, 并注明不合格项目。

5.5 检定周期

检定周期一般不超过 2 年。在此期间内, 仪器经修理或对测量结果有怀疑时, 应及时进行检定。



附录 A

线性回归中斜率与截距的计算

(1) 直线方程: $I = a + bc$

(2) 斜率 b : $b = \frac{S_{CI}}{S_{CC}}$

(3) 截距 a : $a = \bar{I} - b\bar{c}$

(4) 相关系数: $r = \frac{S_{CI}}{\sqrt{S_{CC}S_{II}}}$

其中:

$$S_{CC} = \sum c^2 - \frac{(\sum c)^2}{n}$$

$$S_{II} = \sum I^2 - \frac{(\sum I)^2}{n}$$

$$S_{CI} = \sum cI - \frac{\sum c \sum I}{n}$$

上述式中: I ——响应值;

b ——斜率;

a ——截距;

c ——标准溶液浓度;

r ——线性相关系数;

n ——标准曲线点数。

JJG 694—2009

附录 B

原子吸收分光光度计检定记录格式 (参考)

仪器名称		实验室温度	
型 号		相对湿度	
制造厂		检定员	
出厂编号		复核员	
设备编号		检定日期	
送检单位		证书编号	
检定结果		记录编号	
检定依据			
标准物质名称、 编号及批号			

一、外观检查：_____

二、波长示值误差与重复性：_____ 光谱带宽_____ nm

λ_i/nm	$\bar{\lambda}_i/\text{nm}$	λ_r/nm	$\Delta\lambda/\text{nm}$	$\delta\lambda/\text{nm}$
		253.7		
		365.0		
		435.8		
		546.1		
		640.2		
		724.5		
		871.6		

三、光谱带宽偏差 _____ 光谱带宽_____ nm

光谱带宽偏差_____。

四、基线稳定性

光谱带宽_____ nm 标尺扩大_____倍 响应时间_____ s

JJG 694—2009

预热时间/min	测量时间/min	最大零漂 (A)	最大噪声 (A)

五、边缘能量

光谱带宽 A_s _____ nm 灯电流 A_s _____ mA 响应时间 A_s _____ s

光谱带宽 C_s _____ nm 灯电流 C_s _____ mA 响应时间 C_s _____ s

λ /nm	背景值/峰值/%	负高压 (V) 或增益/%	最大瞬时噪声 (A)
193.7 (A_s)			
852.1 (C_s)			

六、火焰原子吸收法测物的检出限、重复性和线性误差

仪器条件：光谱带宽 _____ nm 响应时间 _____ s

灯电流 _____ mA 燃烧器高度 _____ mm

乙炔流量 _____ 流量 _____

背景校正方式 _____

$c_{si}/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	吸光度 (A)	平均吸光度 (A)	s_A	回归出的浓度值 (c_i)	线性误差 /%
空白溶液 (11次)					
0.50					
1.00					
3.00 (7次)					
5.00					
截距 a		斜率 $b/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$			
检出限 $C_L(k=3)/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$		重复性 (SD)/%			

七、石墨炉原子化法测镉的检出限、重复性和线性误差

仪器条件：光谱带宽 _____ nm 灯电流 _____ mA

测量方式 _____ 进样体积 _____ μL

干燥温度 _____ $^{\circ}\text{C}$ 干燥时间 _____ s

灰化温度 _____ $^{\circ}\text{C}$ 灰化时间 _____ s

原子化温度 _____ $^{\circ}\text{C}$ 原子化时间 _____ s

背景校正方式 _____

JJG 694—2009

$c_{si}/(\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1})$	吸光度 (A)	平均吸光度 (\bar{A})	s_A	回归出的 浓度值 (c_i)	线性误差 /%
空白溶液 (11 次)					
0.50					
1.00					
3.00 (7 次)					
5.00					
截距 a		灵敏度 S/pg^{-1}			
检出限 $C_L (k=3) / \text{pg}$		重复性 RSD/%			

八、样品溶液表观雾化率

体积 $V = \underline{\hspace{2cm}}$ mL; 表观雾化率 $\epsilon = \frac{50-V}{50} \times 100\% = \underline{\hspace{2cm}}\%$

九、背景校正能力

$A_1 = \underline{\hspace{2cm}}$; $A_2 = \underline{\hspace{2cm}}$; $A_1/A_2 = \underline{\hspace{2cm}}$

十、结论:

JJG 694—2009

附录 C

检定证书内页格式

检定技术依据：

检定环境条件：温度_____；湿度_____

检定结果

检定项目	检定结果
外观	
波长示值误差与重复性	
光谱带宽偏差	
稳定性	
边缘能量	
检出限	
测量重复性	
线性误差	
表观雾化率	
背景校正能力	

JJG 694—2009

附录 D

检定结果通知书内页格式

(背面)

检定技术依据:

检定环境条件: 温度_____ ; 湿度_____

检定结果

检定项目	检定结果
外观	
波长示值误差与重复性	
光谱带宽偏差	
稳定性	
边缘能量	
检出限	
测量重复性	
线性误差	
表观雾化率	
背景校正能力	
不合格项:	
检定结论:	

中华人民共和国
国家计量检定规程
原子吸收分光光度计
JJG 694—2009
国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国计量出版社出版
北京和平里西街甲2号
邮政编码 100013
电话(010)64275360
<http://www.zgjl.com.cn>
北京市迪鑫印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行
版权所有 不得翻印

*

880 mm×1230 mm 16开本 印张1.25 字数19千字
2010年1月第1版 2010年1月第1次印刷
印数1—2 000
统一书号155026—2459 定价:26.00元