

ICS 71.040.01
N 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 21187—2007

原子吸收分光光度计

Atomic absorption spectrophotometer

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2007-09-12 发布

2008-05-01 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

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量和控制标准化技术委员会分析仪器分技术委员会(SAC/TC 124/SC 6)归口。

本标准起草单位:北京瑞利分析仪器公司、清华大学、国家地质实验测试中心、国家有色金属及电子材料分析测试中心、北京市计量检测科学研究院、上海精密科学仪器有限公司、北京市北分仪器技术公司。

本标准主要起草人:章诒学、邓勃、杨啸涛、郑永章、臧甲鹏、单继烈、陶崇文。

本标准为首次发布。

 **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

原子吸收分光光度计

1 范围

本标准规定了原子吸收分光光度计的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输及贮存、质量保证等。

本标准适用于具有火焰原子化、电热原子化功能的原子吸收分光光度计(以下简称“仪器”)。

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 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1977)

GB/T 2829—2002 周期检验计数抽样程序及表(适用于对过程稳定性的检验)

GB/T 15464—1995 仪器仪表包装通用技术条件

JB/T 9329—1999 仪器仪表运输、运输贮存基本环境条件及试验方法

JB/T 9355—1999 原子吸收测量用校准溶液的制备方法

3 要求

3.1 正常工作条件

仪器工作环境应满足:

- a) 环境温度 $15^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$;
- b) 相对湿度不应大于 75%;
- c) 无影响仪器使用的振动和电磁干扰;
- d) 室内无腐蚀性气体,有良好的通风装置;
- e) 供电电源:电压 $220\text{ V}\pm 22\text{ V}$,频率 $50\text{ Hz}\pm 1\text{ Hz}$ 。

3.2 波长准确度与波长重复性

- a) 波长准确度不应超过 $\pm 0.5\text{ nm}$;
- b) 波长重复性不应大于 0.3 nm 。

3.3 分辨率

0.2 nm 光谱带宽时测量谱线半宽度不应超过 $0.2\text{ nm}\pm 0.02\text{ nm}$ 。

3.4 基线稳定性

- a) 基线漂移在 30 min 内不应大于 0.005 Abs;
- b) 基线最大瞬时噪声在 30 min 内不应大于 0.005 Abs。

3.5 灵敏度

3.5.1 火焰法

铜质量浓度 $2.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 标准溶液测量的吸光度不应小于 0.200 Abs(塞曼型仪器为 0.06 Abs)。

3.5.2 石墨炉法

铜质量浓度 20 ng/mL , $20\text{ }\mu\text{L}$ 进样量,标准溶液测量的吸光度不应小于 0.08 Abs; $10\text{ }\mu\text{L}$ 进样量,标准溶液测量的吸光度不应小于 0.04 Abs。

3.6 检出限

3.6.1 火焰法

铜元素检出限不应大于质量浓度 $0.008 \mu\text{g}/\text{mL}$ (塞曼型仪器为质量浓度 $0.010 \mu\text{g}/\text{mL}$)。

3.6.2 石墨炉法

铜元素检出限不应大于 25 pg (塞曼型仪器为 30 pg)。

3.7 重复性

3.7.1 火焰法

铜元素测量的相对标准偏差不应大于 1% 。

3.7.2 石墨炉法

铜元素测量的相对标准偏差不应大于 4% 。

3.8 吸光度误差

仪器吸光度误差不应超过透过率标定值对应吸光度的 $\pm 2\%$ 。

3.9 边缘波长噪声

仪器对边缘波长砷 193.7 nm 、铯 852.1 nm 谱线进行测量,当峰值能量满度时,其瞬时噪声应小于 0.02 Abs 。

3.10 背景校正能力

3.10.1 氘灯背景校正法

在背景吸收值接近 1 Abs 时,背景校正能力不应小于 30 倍。

3.10.2 自吸背景校正法和塞曼效应背景校正法

在背景吸收值接近 1 Abs 时,背景校正能力不应小于 60 倍。

3.11 狭缝换档定位误差

狭缝换档所引起的波长误差不应大于 0.3 nm 。

3.12 仪器外观

所有电镀表面不应有脱皮现象;喷漆表面色泽应均匀,不应有明显的擦伤、露底、裂纹、起泡等现象;外部零件结合处应整齐,表面无粗糙不平现象。

3.13 安全要求

3.13.1 电气系统安全

3.13.1.1 绝缘电阻

仪器在正常工作条件下,绝缘电阻应大于 $20 \text{ M}\Omega$ 。

3.13.1.2 绝缘强度

仪器在正常工作条件下,应能承受 1500 V 交流有效值连续 1 min 的电压试验,不应出现飞弧和击穿现象。

3.13.1.3 泄漏电流

仪器在正常工作条件下,泄漏电流不应大于 5 mA 。

3.13.2 火焰原子化系统安全

火焰原子化系统应具有准确可靠的气路保护、火焰监控系统,在火焰熄灭情况下,应能自动切断气源并有自动报警或提示。

3.13.3 气路系统密封性

在气路系统处于正常工作压力并密闭条件下,在 15 min 内,助燃气系统压力下降不应大于 0.01 MPa ,燃气系统压力下降不应大于 0.005 MPa 。

3.14 仪器成套性

按具体仪器标准规定。

3.15 运输、运输贮存

仪器在运输包装状态下,按 JB/T 9329—1999 表 1 中序号 1~5 的项目内容进行试验。其中高温 55℃,低温 -40℃;交变湿热:相对湿度 95%、温度 40℃;倾斜跌落高度 250 mm。全部试验完成后,将仪器置于正常工作条件下进行检验,应符合 3.2~3.14 要求。

4 试验方法

4.1 试验条件

4.1.1 本试验方法均应在 3.1 所规定条件下进行。

4.1.2 仪器在试验前应预热 30 min。

4.2 波长准确度与波长重复性

4.2.1 试验设备

空心阴极灯:汞。

4.2.2 试验程序

仪器光谱带宽 0.2 nm,在汞或氖 253.7 nm、365.0 nm、435.8 nm、546.1 nm、724.5 nm、871.6 nm 谱线中,从短波至长波均匀选择 3~5 条谱线,进行单向 3 次测量,读出各谱线能量为峰值时的波长值。3 次测量的平均值与波长名义值之差即为波长准确度。3 次测量中最大值与最小值之差,即为波长重复性。

4.3 分辨率

4.3.1 试验设备

空心阴极灯:汞。

4.3.2 试验程序

仪器光谱带宽 0.2 nm,用汞 253.7 nm 谱线在能量档测量。调节光电倍增管高压,使谱线峰值能量为 100%±1%,扫描 253.5 nm~253.9 nm,测量谱线两侧能量为 50%时所对应波长值,计算其差值。如图 1 所示。

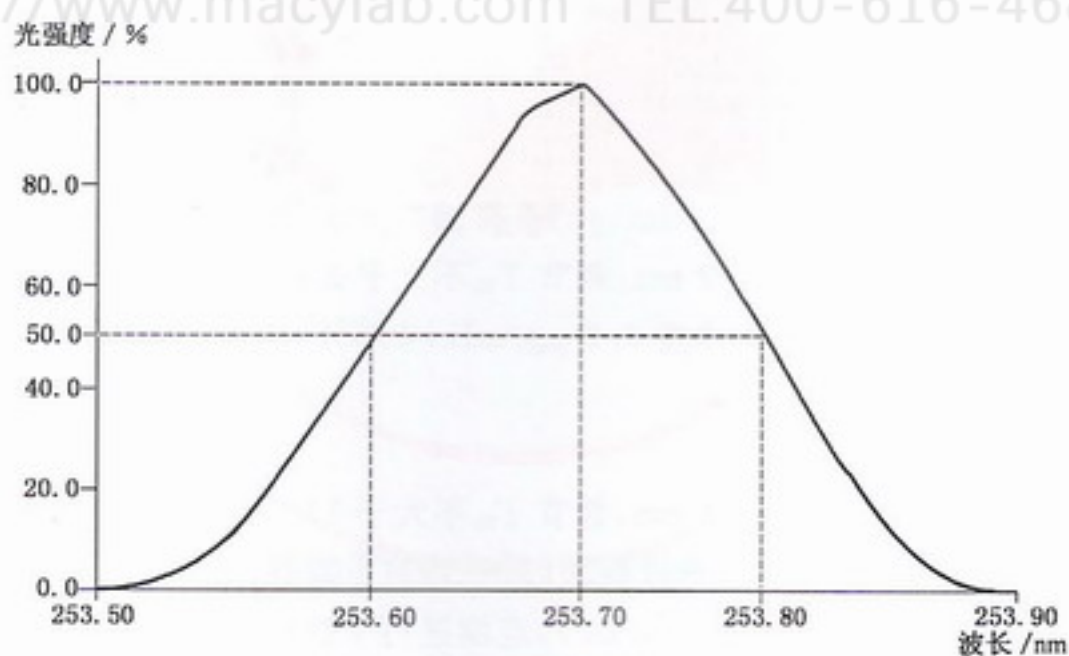


图 1 谱线半宽度

4.4 基线稳定性

4.4.1 试验设备

空心阴极灯:铜。

4.4.2 试验程序

选择铜 324.8 nm 谱线,光谱带宽 0.2 nm,用挡光方法测量仪器的 90% 响应时间 T_{90} ,调节 T_{90} 不大于 0.5 s。仪器与空心阴极灯同时预热 30 min。在不点火状态下,连续测量 30 min 内的吸光度,基线中

心位置读数的最大值与最小值之差,即为基线漂移,最大瞬时峰-峰值即为基线最大瞬时噪声。

注:90%响应时间定义:从被测特性值发生阶跃变化的瞬间起,到示值变化通过且保持在超过其稳态振幅值之差的90%所经过的时间,即: $T_{90} = T_{10} + T_r$ (或 T_f)。如图2所示。

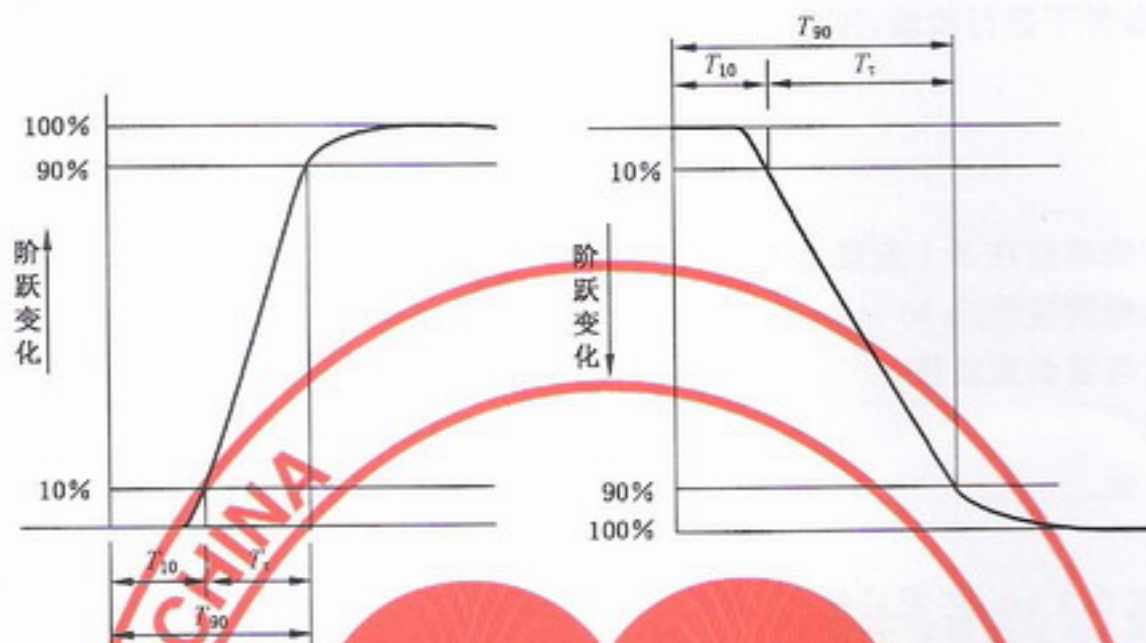


图2 90%响应时间

4.5 灵敏度

4.5.1 试验设备

- 空心阴极灯:铜;
- 标准溶液:铜质量浓度 $2.0 \mu\text{g}/\text{mL} + 0.5\%$ (体积分数) HNO_3 水溶液、铜质量浓度 $20 \text{ ng}/\text{mL} + 0.5\%$ (体积分数) HNO_3 标准溶液,按 JB/T 9355—1999 方法制备;
- 空白溶液: 0.5% (体积分数) HNO_3 水溶液;
- 空压机或钢瓶空气;
- 纯度 $\geq 99\%$ 的分析用钢瓶乙炔气;
- 纯度 $\geq 99.99\%$ 的钢瓶氩气或氮气;
- 自动进样器或微量移液管;
- 冷却水源。

4.5.2 试验程序

4.5.2.1 火焰法

选择铜 324.8 nm 谱线,光谱带宽 0.2 nm ,调节 T_{90} 不大于 3 s ,将仪器其他各项参数调到火焰最佳工作状态,用空白溶液调零后,对铜质量浓度 $2.0 \mu\text{g}/\text{mL} + 0.5\%$ (体积分数) HNO_3 标准溶液连续进行 7 次吸光度测量,取平均值。

4.5.2.2 石墨炉法

选择铜 324.8 nm 谱线,光谱带宽 0.2 nm ,调节 T_{90} 不大于 1 s ,将仪器其他各项参数调到石墨炉最佳工作状态,对空白溶液连续进行 7 次吸光度测量,取平均值。对铜质量浓度 $20 \text{ ng}/\text{mL} + 0.5\%$ (体积分数) HNO_3 标准溶液,进样量为 $20 \mu\text{L}$ (或 $10 \mu\text{L}$),连续进行 7 次吸光度测量,取平均值。两值之差即为灵敏度。

4.6 检出限

4.6.1 试验设备

- 空心阴极灯:铜;
- 空白溶液: 0.5% (体积分数) HNO_3 水溶液;
- 空压机或钢瓶空气;
- 纯度 $\geq 99\%$ 的分析用钢瓶乙炔气;
- 纯度 $\geq 99.99\%$ 的钢瓶氩气或氮气;

- f) 自动进样器或微量移液管;
- g) 冷却水源。

4.6.2 试验程序

4.6.2.1 火焰法

仪器各项参数同 4.5.2.1 的工作状态,对空白溶液连续进行 7 次吸光度测量,按公式(1)计算其标准偏差,根据 4.5.2.1 测量标准溶液吸光度平均值,按公式(2)计算检出限。

$$S_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}{n-1}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- S_0 ——空白溶液 7 次测量标准偏差;
- A_i ——单次测量的吸光度值;
- \bar{A} ——空白溶液 7 次测量的吸光度平均值;
- n ——测量次数。

$$C_L = \frac{3S_0 \times C_1}{\bar{A}_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- C_L ——检出限,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- C_1 ——被测标准溶液浓度值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- \bar{A}_1 ——标准溶液 7 次测量的吸光度平均值。

4.6.2.2 石墨炉法

仪器各项参数同 4.5.2.2 条的工作状态,根据 4.5.2.2 测量空白溶液吸光度值,按公式(1)计算其标准偏差,根据 4.5.2.2 测量标准溶液吸光度平均值,按公式(3)计算检出限。

$$C_L = \frac{3S_0 \times C_2}{\bar{A}_1 \times V} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- V ——进样体积,单位为微升(μL);
- C_2 ——被测标准溶液浓度值,单位为纳克每毫升(ng/mL)。

4.7 重复性

4.7.1 试验设备

与 4.5.1 相同。

4.7.2 试验程序

4.7.2.1 火焰法

根据 4.5.2.1 测量的标准溶液吸光度,按公式(1)进行标准偏差计算,按公式(4)进行相对标准偏差计算。

4.7.2.2 石墨炉法

根据 4.5.2.2 测量的标准溶液吸光度,按公式(1)进行标准偏差计算,按公式(4)进行相对标准偏差计算。

$$\text{RSD} = \frac{S}{\bar{A}_1} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- RSD——相对标准偏差, %;

S ——标准溶液 7 次测量的标准偏差。

4.8 吸光度误差

4.8.1 试验设备

- a) 空心阴极灯:汞;
- b) 可见光区透过率为 10%、20%、30% 标准中性滤光片组,透过率示值标定误差不大于 0.5%。

4.8.2 试验程序

在汞 546.1 nm 谱线处,仪器基线调零,用可见光区透过率为 10%、20%、30% 标准中性滤光片,垂直光轴插入光路,检测吸光度误差。

4.9 边缘波长噪声

4.9.1 试验设备

空心阴极灯:砷、铯。

4.9.2 试验程序

选择光谱带宽 0.2 nm,调节 T_{90} 不大于 2 s,砷、铯空心阴极灯预热 10 min,在砷 193.7 nm、铯 852.1 nm 谱线峰值处调节能量为 100%,仪器吸光度示值调零,测量 5 min 内基线吸光度瞬时噪声值。

4.10 背景校正能力

4.10.1 试验设备

- a) 空心阴极灯:铅;
- b) 氯化钠溶液:质量浓度 2.5 mg/mL;
- c) 紫外区中性滤光片:280.2 nm 谱线处透过率 $T=10\%$ (吸光度值=1 Abs);
- d) 纯度 $\geq 99.99\%$ 的钢瓶氩气或氮气;
- e) 自动进样器或微量移液管;
- f) 冷却水源。

4.10.2 试验程序

- a) 将仪器的各项参数调到石墨炉法测铅的最佳工作状态,选择铅 280.2 nm 谱线,向石墨炉注入氯化钠溶液并读出仪器的吸光度 A_1 ,选择溶液进样量使 $A_1 \approx 1$ Abs,然后将仪器处于背景校正工作状态,再向石墨炉注入等量的氯化钠溶液,读出仪器在背景校正时的吸光度 A_2 ,计算 A_1/A_2 值。
- b) 将仪器的各项参数调到火焰法测铅的最佳工作状态,选择铅 280.2 nm 谱线,调零后将紫外区中性滤光片插入光路,读出仪器的吸光度 A_1 ,然后将仪器处于背景校正工作状态,再将紫外区中性滤光片插入光路,读出仪器在背景校正时的吸光度 A_2 ,计算 A_1/A_2 值。

4.11 狭缝换档定位误差

4.11.1 试验设备

空心阴极灯:铜。

4.11.2 试验程序

在 0.2 nm 光谱带宽档,对铜 324.8 nm 波长谱线进行单向 3 次测量。改变光谱带宽档,对每档光谱带宽用同样方式测量 3 次。计算各档对应的波长平均值与 0.2 nm 光谱带宽档的波长平均值之差。

4.12 仪器外观

目视和手感检查。

4.13 安全要求

4.13.1 电气系统安全

4.13.1.1 绝缘电阻

4.13.1.1.1 试验设备

500 V 绝缘电阻表。

4.13.1.1.2 试验程序

仪器的电源插头不接入电网,电源开关置于接通位置,用绝缘电阻表在电源插头相、中联线与地线之间施加 500 V 直流试验电压,稳定 5 s 后测绝缘电阻。

4.13.1.2 绝缘强度

4.13.1.2.1 试验设备

耐电压测试仪;耐电压测试仪产生的试验电压应为正弦波形,其失真系数不大于 5%,频率为 50 Hz \pm 2.5 Hz。

4.13.1.2.2 试验程序

仪器的电源插头不接入电网,电源开关置于接通位置,将耐电压测试仪的击穿电流置于 5 mA 档,在电源插头相、中联线与地线之间施加试验电压,试验电压应在 5 s~10 s 内逐渐上升到 1 500 V,并保持 1 min,然后在 5 s~10 s 内平稳下降到零。

4.13.1.3 泄漏电流

4.13.1.3.1 试验设备

泄漏电流测量仪。

4.13.1.3.2 试验程序

仪器置于绝缘工作台上,其电源插头与泄漏电流测量仪相联,泄漏电流测量仪接入电网并通电,仪器电源开关置于接通位置,将电压调至 242 V,测量 1 次,记录电流值;变换电源极性,重复测量 1 次,记录电流值,取两次中的最大值。

4.13.2 火焰原子化系统安全

4.13.2.1 试验材料

- a) 挡光板;
- b) 肥皂水。

4.13.2.2 试验程序

按仪器点火操作规程点燃火焰后,在火焰传感器与火焰之间,快速插入挡光板后,仪器应能自动切断气源并有自动报警或提示。点燃火焰状态下,用肥皂水涂敷雾化室检漏。

4.13.3 气路系统密封性

4.13.3.1 试验设备

- a) 空压机或钢瓶空气;
- b) 开关阀。

4.13.3.2 试验程序

将压缩空气源和开关阀分别接入助燃气或燃气气路系统入口,堵死气路出口。助燃气系统压力升至 0.2 MPa,燃气系统压力升至 0.05 MPa 后,关断气源。分别检测 15 min 内,助燃气系统和燃气系统压力下降值。

4.14 仪器成套性

目视检查。

4.15 运输、运输贮存

仪器在包装状态下,按 JB/T 9329—1999 中 4.1~4.5 方法进行。

5 检验规则

5.1 检验分类

本标准的检验分为:

- a) 出厂检验;
- b) 型式检验。

5.2 出厂检验

- a) 每台仪器应经检验合格,并附有仪器合格证方能出厂;
b) 出厂检验应按 3.2~3.14 要求进行。

5.3 型式检验

5.3.1 产品在下列情况之一时,应按 4.2~4.15 要求进行型式检验。

- a) 新仪器和老仪器转厂生产试制定型鉴定;
b) 正式生产后,如结构、材料、工艺有较大改变,可能影响仪器性能时;
c) 正常生产时,定期或积累一定产量后,应周期进行一次检验;
d) 产品长期停产,恢复生产时;
e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
f) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

5.3.2 型式检验的样品应从出厂检验合格的批中随机抽取。

5.3.3 型式检验应按 GB/T 2829—2002 的规定进行,采用一次抽样方案。仪器的检验项目、不合格分类、不合格质量水平(RQL)、判别水平(DL)按表 1 规定进行。批质量以每百单位仪器不合格数表示。

表 1

序号	不合格分类	检验项目及章条			不合格质量水平(RQL)	判别水平(DL)	抽样方案	
		项目	要求章条	试验方法章条			样品量 n	判定数组(Ac, Re)
1	A	安全要求	3.13	4.13	30			(0,1)
2		波长准确度,重复性	3.2	4.2	65	I	3	(1,2)
3		分辨率	3.3	4.3				
4		基线稳定性	3.4	4.4				
5		灵敏度	3.5	4.5				
6		检出限	3.6	4.6				
7		重复性	3.7	4.7				
8		吸光度校准	3.8	4.8				
9		边缘能量	3.9	4.9				
10		背景校正倍数	3.10	4.10				
11		狭缝换档定位误差	3.11	4.11				
12		运输、运输贮存	3.15	4.15				
13	C	仪器外观	3.12	4.12	100			(2,3)
14		仪器成套性	3.14	4.14				

5.3.4 若型式检验不合格,应分析原因找出问题并落实措施,重新进行型式检验。若再次型式检验不合格,则应停产整顿,仪器停止出厂,待问题解决,型式检验合格后方可恢复出厂检验。

5.3.5 若型式检验合格,经出厂检验合格的批,作为合格品可以出厂或入库。若入库超过 12 个月再出厂,则必须重新进行出厂检验。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 仪器标志

- a) 制造厂名称;

- b) 仪器型号;
- c) 仪器名称;
- d) 商标;
- e) 制造日期、仪器编号;
- f) 制造计量器具许可证标志和编号。

6.1.2 包装标志

- a) 制造厂名称及地址;
- b) 仪器型号;
- c) 仪器名称;
- d) 商标;
- e) 制造计量器具许可证标志和编号;
- f) 仪器质量,单位为 kg;体积为长×宽×高,单位为 mm×mm×mm;
- g) 包装储运图示标志:“易碎物品”、“向上”、“怕雨”等应符合 GB/T 191—2000 规定;
- h) 发货、收货单位名称及地址。

6.2 包装

6.2.1 仪器包装

仪器包装应符合 GB/T 15464—1995 中防潮、防震包装规定。

6.2.2 随机文件

- a) 装箱单;
- b) 使用说明书;
- c) 合格证;
- d) 附备件清单。

6.3 运输

仪器在包装完整的情况下,可用一般交通工具运输。运输过程中应按印刷的运输标志的要求进行运输作业,防止雨淋、翻倒、曝晒及剧烈冲击。

6.4 贮存

仪器在运输包装状态下,应贮存在环境温度为 0℃~40℃、相对湿度不应大于 85%,且空气中不应含有腐蚀性气体的室内。

7 质量保证

在用户遵守保管和使用规则的条件下,仪器自发货之日起 12 个月内,因制造质量不良而不能正常工作时,制造厂商应无偿为用户修理或更换零部件(不包括易损易耗件的调换)。

M **MACY** **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

原子吸收分光光度计

GB/T 21187—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 1 字数 19 千字

2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

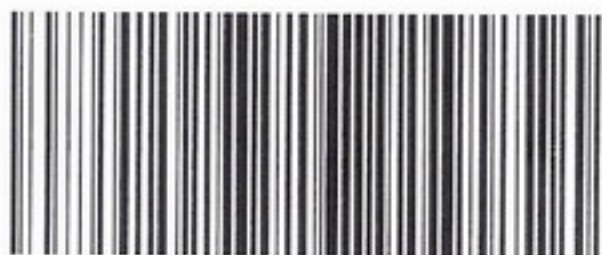
*

书号: 155066·1-30948 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 21187-2007