

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 43970—2024

## 化学蒸气发生-原子荧光光谱 分析方法通则

General rules for chemical vapor generation-atomic fluorescence spectrometry

2024-04-25 发布

2024-11-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2071-9749 购买单位: TC 481

TC 481 专用

# 目 次

前言 ..... III

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 分析方法原理 ..... 1

5 试剂和材料 ..... 2

6 仪器 ..... 2

7 样品预处理 ..... 2

8 分析步骤及方法 ..... 3

9 分析结果 ..... 5

TC 481 专用

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2071-9749 购买单位: TC 481

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2071-9749 购买单位: TC 481

TC 481 专用

## 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。

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。

本文件由中华人民共和国科学技术部提出。

本文件由全国仪器分析测试标准化技术委员会(SAC/TC 481)归口。

本文件起草单位：清华大学、北京清质分析技术有限公司、中国地质大学(武汉)、四川大学、北京海光仪器有限公司、北京电子科技职业学院、北京锐光仪器有限公司、北京吉天仪器有限公司、北京普析通用仪器有限责任公司、埃坭克仪器(北京)有限公司、上海烟草集团北京卷烟厂有限公司、北京宝德仪器有限公司。

本文件主要起草人：黄秀、李铭、郭伟、范博文、邢志、吴曦、赵慷、李曙光、李毅、时超、郑清林、高永刚、徐同广、赵萍。

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2071-9749 购买单位: TC 481

TC 481 专用

# 化学蒸气发生-原子荧光光谱 分析方法通则

## 1 范围

本文件确立了化学蒸气发生-原子荧光光谱分析方法进行元素定量分析的通用规则。

本文件适用于采用化学蒸气发生-原子荧光光谱仪以液体进样方式对样品中易形成氢化物、气态组分或冷蒸气等元素的含量进行定量分析。

本文件不适用于固体直接进样分析。

## 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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 4842 氫

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13966 分析仪器术语

GB/T 27411 检测实验室中常用不确定度评定方法与表示

JJG 939 原子荧光光度计

## 3 术语和定义

GB/T 4470 和 GB/T 13966 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**化学蒸气发生 chemical vapor generation**

利用化学反应使元素生成气态的原子或化合物。

注:包括氢化物发生和冷蒸气发生等。

### 3.2

**氢化物发生 hydride generation**

元素化合物与还原剂反应生成气态共价氢化物。

### 3.3

**冷蒸气发生 cold vapor generation**

元素化合物与还原剂反应生成气态基态自由原子。

## 4 分析方法原理

试样中的待测元素以一定方式生成气态化学蒸气并在原子化器中转化成基态原子,根据基态原子

受光源特定波长辐射激发后发出的特征荧光辐射强度进行元素定量分析。

## 5 试剂和材料

### 5.1 氙气

应符合 GB 4842 要求,体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

### 5.2 水

痕量元素分析用水,GB/T 6682,一级。

### 5.3 试剂

应选用分析纯及以上规格。

### 5.4 标准溶液

可使用有证标准物质/有证标准样品(质量浓度为 1 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  或 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。适宜时可用高纯度的金属(纯度大于或等于 99.99%)、氧化物或盐类(基准或高纯试剂)按照 GB/T 602 配制。

## 6 仪器

### 6.1 仪器主要组成部分

化学蒸气发生-原子荧光光谱仪(以下简称仪器)主要组成部分包括进样系统(包含蒸气发生系统和传输系统)、原子化器、光源、检测系统和数据处理系统。

### 6.2 仪器类型

可采用以下类型的仪器:

- a) 单元素测定的单道型仪器;
- b) 双元素同时测定的双道型仪器;
- c) 3 个或 3 个以上元素同时测定的多道型仪器。

### 6.3 仪器检定或校准

仪器在投入使用前,应对检测分析结果的准确性或有效性有影响的设备和用于测量环境条件等辅助测量设备进行检定或校准。检定或校准按照 JJG 939 的要求进行。

## 7 样品预处理

不能直接进样测试的样品(包括固体样品、含有机物或悬浮物样品、高盐基体样品、待测元素含量低的样品等)在分析之前,应针对分析目的、样品性质和测试项目采用最合适的方法进行消解、基体分离、浓缩富集等预处理后测定。处理过程避免造成待测元素的损失或沾污,或对测定过程产生干扰,应同时制备相应的空白试验溶液以及校准溶液。若专项标准中有明确的预处理步骤,则按该标准进行预处理。必要时,使用过滤、分离装置对样品溶液进行过滤或分离以除去不溶物。

## 8 分析步骤及方法

### 8.1 分析步骤

#### 8.1.1 开机预热

在开启仪器之前应先确认有足够的氩气用于连续工作,废液收集桶有足够的空间用于收集废液。打开通风系统,调节氩气压力输出,使其满足仪器正常工作的要求。将仪器通电后打开仪器主机和计算机电源,使仪器处于待机状态。必要时,按仪器操作说明书调整空心阴极灯的位置。按仪器操作说明书对仪器进行开机预热。

#### 8.1.2 分析条件选择

根据分析需要选择空心阴极灯灯电流、原子化器高度、光电倍增管负高压、载气和屏蔽气的气体流量等参数,使仪器的分析性能达到最佳。

#### 8.1.3 基线稳定性的确认

仪器开机稳定后,检查仪器的基线噪声和基线漂移,确认基线的波动对测定没有影响。

#### 8.1.4 样品分析

按 8.2 的分析方法进行样品分析,分析过程中应添加干扰消除和质量控制步骤。

#### 8.1.5 分析完毕

分析完毕后,应按仪器操作说明书用水(5.2)进样清洗进样系统,再使仪器处于待机状态或关机状态。

### 8.2 分析方法

#### 8.2.1 干扰的消除

##### 8.2.1.1 液相干扰

可采用适当增加酸度、加入掩蔽剂、加入干扰元素抑制剂、化学分离等手段进行消除。

##### 8.2.1.2 气相干扰

可采用加入掩蔽剂防止干扰元素形成气态化合物,也可采用气相分离、加热、吸附剂等手段消除已形成气态化合物的干扰元素。

#### 8.2.2 定量分析

##### 8.2.2.1 概述

根据所测元素的荧光强度,按 8.2.2.2 和 8.2.2.3 给出的方法测定试样溶液中待测组分的质量浓度。无论采用哪种方法,校准曲线的绘制完成后,要紧接测定试样溶液。若质量浓度是由仪器软件自动计算,要确保软件的计算原理与以下方法一致。

##### 8.2.2.2 校准曲线法

配制 5 个或 5 个以上不同质量浓度的标准溶液(多个标准溶液之间的质量浓度应分布合理),按照

质量浓度从低到高依次测定标准溶液中待测元素荧光强度,并绘制校准曲线、计算回归方程。同时配制适当质量浓度的试样溶液,在相同条件下测定其荧光强度,试样溶液中待测元素的质量浓度按公式(1)计算。

$$\rho_{\text{检}} = \frac{I_{\text{检}} - b}{a} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho_{\text{检}}$ ——试样溶液中待测元素质量浓度;

$I_{\text{检}}$ ——试样溶液中待测元素荧光强度;

$b$  ——校准曲线与纵坐标轴的截距;

$a$  ——校准曲线的斜率。

校准曲线法只适合于无基体干扰情况下的测定,在使用校准曲线法时:

- a) 要尽量消除试样溶液中的干扰;
- b) 使标准溶液与试样溶液基体尽可能保持一致;
- c) 如果存在基体干扰,可采用标准加入法;
- d) 当试样中待测元素质量浓度高于校准曲线范围时,可将样品稀释至校准曲线范围内重新测定。

校准曲线法校准曲线见图 1。

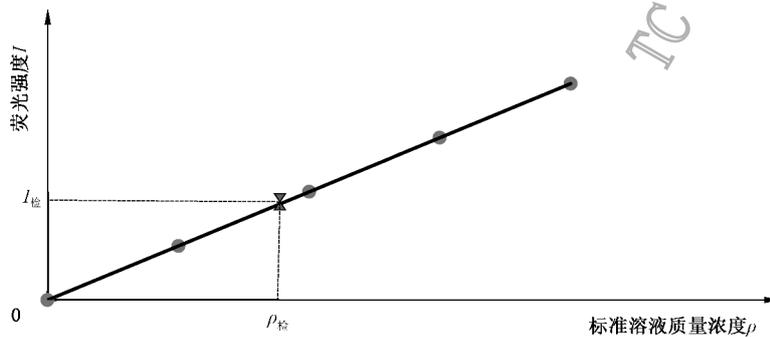


图 1 校准曲线法校准曲线

### 8.2.2.3 标准加入法

分别吸取等体积的试样溶液  $n$  份,一份不加标准溶液,其余  $n-1$  份溶液分别按比例加入不同体积标准溶液,再稀释至一定体积,溶液质量浓度通常分别为  $\rho_{\text{检}}, \rho_{\text{检}} + \rho_0, \rho_{\text{检}} + 2\rho_0, \dots, \rho_{\text{检}} + (n-1)\rho_0$ 。在优化的仪器条件下,依次测定这  $n$  份溶液待测元素的荧光强度,以加入标准溶液质量浓度为横坐标,相应的待测元素荧光强度为纵坐标绘制校准曲线,曲线反向延伸与质量浓度轴的交点的绝对值即为试样溶液中待测元素的质量浓度  $\rho_{\text{检}}$ 。

使用标准加入法时:

- a) 只适用于质量浓度与荧光强度呈线性区域;
- b) 至少采用 5 点(包括试样溶液本身)来绘制外推关系曲线,同时首次加入的标准溶液质量浓度和试样溶液的质量浓度大致相同,即  $\rho_{\text{检}} \approx \rho_0$ 。

标准加入法校准曲线见图 2。

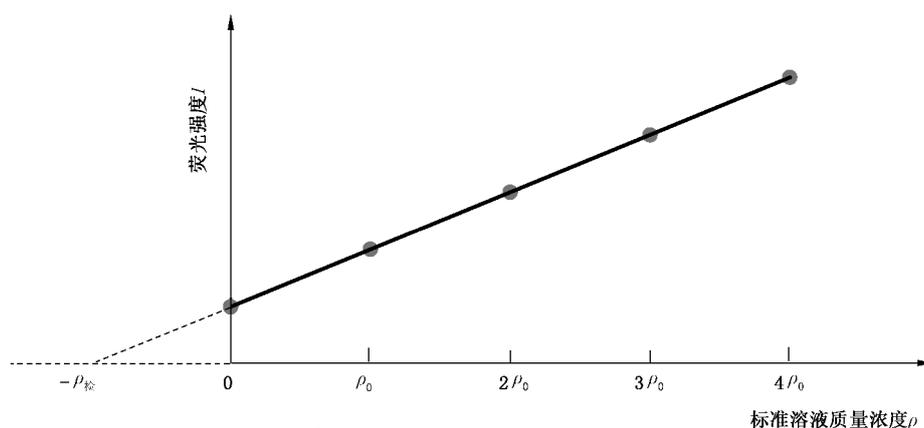


图2 标准加入法校准曲线

### 8.2.3 质量控制

为确保分析结果的准确度,可在样品分析过程中添加质控样品。质控样品可采用与分析样品具有相同或相似基质的标准物质/标准样品,将其在相同条件下进行平行分析,并将所得结果与标准物质/标准样品的标准值进行比较,以保证检测结果的准确。

## 9 分析结果

### 9.1 定量分析的结果表述

样品中待测元素含量一般以质量分数或质量浓度表示。样品中待测元素含量按公式(2)计算。

$$X = \frac{(\rho_{\text{检}} - \rho_{\text{空白}}) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X$  ——样品中被测元素的含量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )或微克每升( $\mu\text{g}/\text{L}$ );

$\rho_{\text{检}}$  ——试样溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g}/\text{L}$ );

$\rho_{\text{空白}}$  ——空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g}/\text{L}$ );

$V$  ——试样溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$f$  ——稀释倍数;

$m$  ——测量过程中所取用样品的总量,单位为克( $\text{g}$ )或毫升( $\text{mL}$ )。

### 9.2 分析方法与测定结果的评价

#### 9.2.1 概述

分析方法可用方法检出限、定量限、重复性来评定,分析结果用测量不确定度评定。

#### 9.2.2 方法检出限

方法检出限宜采用 11 个实验全流程空白溶液测定值的 3 倍标准偏差所对应的分析物浓度或质量。

#### 9.2.3 定量限

定量限宜采用 11 个实验全流程空白溶液测定值的 10 倍标准偏差所对应的分析物浓度或质量。

9.2.4 重复性

重复性应独立连续测定,且一般测定次数大于等于7次。通常用标准偏差  $s$  或相对标准偏差 RSD 来表示。重复性与质量浓度有关,报告重复性时应指明获得该重复性的被测元素的质量浓度。标准偏差  $s$  和相对标准偏差 RSD 分别按公式(3)和公式(4)计算。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (3)$$

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $s$  ——  $n$  次测量结果的实验标准偏差;
- $n$  —— 测量次数;
- $x_i$  —— 第  $i$  次测量结果;
- $\bar{x}$  ——  $n$  次测量结果平均值;
- RSD ——  $n$  次测量结果的相对实验标准偏差。

9.2.5 测量不确定度

分析结果的测量不确定度按照 GB/T 27411 中的评定方法和原则进行评定。

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2071-9749 购买单位: TC 481

TC 481 专用

TC 481 专用

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2071-9749 购买单位: TC 481

TC 481 专用

TC 481 专用

## ⚠ 版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!



购买者: TC 481  
时间: 2024-08-14  
定价: 31元



GB/T 43970-2024

中华人民共和国  
国家标准  
化学蒸气发生-原子荧光光谱  
分析方法通则

GB/T 43970—2024

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.net.cn

服务热线: 400-168-0010

2024年4月第一版

\*

书号: 155066 · 1-75726

版权专有 侵权必究