

# 原子吸收分析方法手册

冶金工业部建筑研究总院 环保所监测技术研究室 编  
技术情报研究室

# 原子吸收分析方法手册

〔美〕PERKIN-ELMER公司编著

穆家鹏 译  
孟庆文 秦荣大 校

冶金工业部建筑研究总院

## 译 者 序

近年来，原子吸收分光光度分析技术发展很快，目前已成为检测工作的重要手段。我国有关部门也十分重视这项技术的应用和发展，陆续出版书籍，介绍它的基础理论和仪器、装置方面的知识，做了许多有益的工作。现在，广大分析工作者急需分析方法方面的专著，于是我们将美国PERKIN-ELMER公司的《原子吸收分析方法手册》译出，以供从事检测工作的同志参考。

该手册介绍的内容，除个别图表和参数只适合于PERKIN-ELMER公司的仪器外，其余部分适合于任何类型的原子吸收仪器。全书包括三部分：第一章“一般知识”——系统地介绍了原子吸收分光光度分析中的基础知识；第二章“标准条件”——介绍了以火焰原子吸收法测定73种元素的标准条件，其中包括储备标液的制备、仪器参数、灵敏度、线性工作范围、火焰类型、光源、火焰发射分析等内容；第三章“分析方法”——提供了有关农业、冶金、地球化学、工业分析、生物化学、环境、食品、法庭化学、塑料—纤维及间接测定等方面的118个分析方法。

由于我们外文水平和技术水平有限，译稿中难免有错误之处，请读者批评指正。

一九八〇年八月

# 目 录

<b>第一章 一般知识</b> ..... ( 1 )	测定铊的标准条件..... (65)
一般分析方法..... ( 3 )	测定铀的标准条件..... (66)
火焰..... ( 9 )	测定铁的标准条件..... (68)
气体控制箱..... (11)	测定镓的标准条件..... (69)
燃烧器操作注意事项..... (19)	测定钆的标准条件..... (70)
光源..... (21)	测定锗的标准条件..... (71)
辅助进样系统..... (24)	测定铈的标准条件..... (72)
火焰发射..... (27)	测定汞的标准条件..... (74)
干扰..... (30)	测定铟的标准条件..... (75)
试剂与标准..... (33)	测定碘的标准条件..... (76)
检出极限..... (37)	测定铷的标准条件..... (77)
灵敏度..... (39)	测定铪的标准条件..... (78)
计算..... (39)	测定钾的标准条件..... (80)
<b>第二章 标准条件</b> ..... (43)	测定镉的标准条件..... (81)
原子吸收的标准条件..... (45)	测定铯的标准条件..... (82)
测定银的标准条件..... (47)	测定镨的标准条件..... (83)
测定铝的标准条件..... (48)	测定镁的标准条件..... (84)
测定砷的标准条件..... (49)	测定锰的标准条件..... (86)
测定金的标准条件..... (51)	测定钼的标准条件..... (87)
测定硼的标准条件..... (52)	测定钠的标准条件..... (88)
测定钡的标准条件..... (53)	测定铌的标准条件..... (89)
测定铍的标准条件..... (54)	测定钹的标准条件..... (90)
测定铋的标准条件..... (55)	测定镥的标准条件..... (91)
测定钙的标准条件..... (56)	测定钷的标准条件..... (93)
测定镉的标准条件..... (58)	测定磷的标准条件..... (94)
测定铈的标准条件..... (59)	测定铅的标准条件..... (95)
测定氯的标准条件..... (59)	测定钶的标准条件..... (96)
测定钴的标准条件..... (59)	测定锆的标准条件..... (97)
测定铬的标准条件..... (61)	测定铂的标准条件..... (98)
测定铯的标准条件..... (62)	测定铷的标准条件..... (99)
测定铜的标准条件..... (63)	测定铥的标准条件..... (101)
测定镉的标准条件..... (64)	测定铱的标准条件..... (102)
	测定钨的标准条件..... (103)

测定硫的标准条件	(104)
测定铈的标准条件	(105)
测定铈的标准条件	(106)
测定硒的标准条件	(107)
测定硅的标准条件	(108)
测定钪的标准条件	(109)
测定锡的标准条件	(111)
测定锑的标准条件	(112)
测定铊的标准条件	(113)
测定铋的标准条件	(115)
测定铟的标准条件	(116)
测定碲的标准条件	(117)
测定钍的标准条件	(118)
测定钽的标准条件	(119)
测定铊的标准条件	(120)
测定铊的标准条件	(121)
测定铀的标准条件	(122)
测定钒的标准条件	(123)
测定钨的标准条件	(125)
测定钇的标准条件	(126)
测定镱的标准条件	(127)
测定铟的标准条件	(128)
测定铱的标准条件	(129)

### 第三章 分析方法

农业:

土壤的分析—可交换的阳离子	(133)
土壤的分析—可浸出的阳离子	(134)
土壤的分析—全部阳离子	(135)
植物组织的分析—干法灰化处理	(137)
植物组织的分析—酸消解处理	(138)
植物组织的分析—硼的测定	(139)

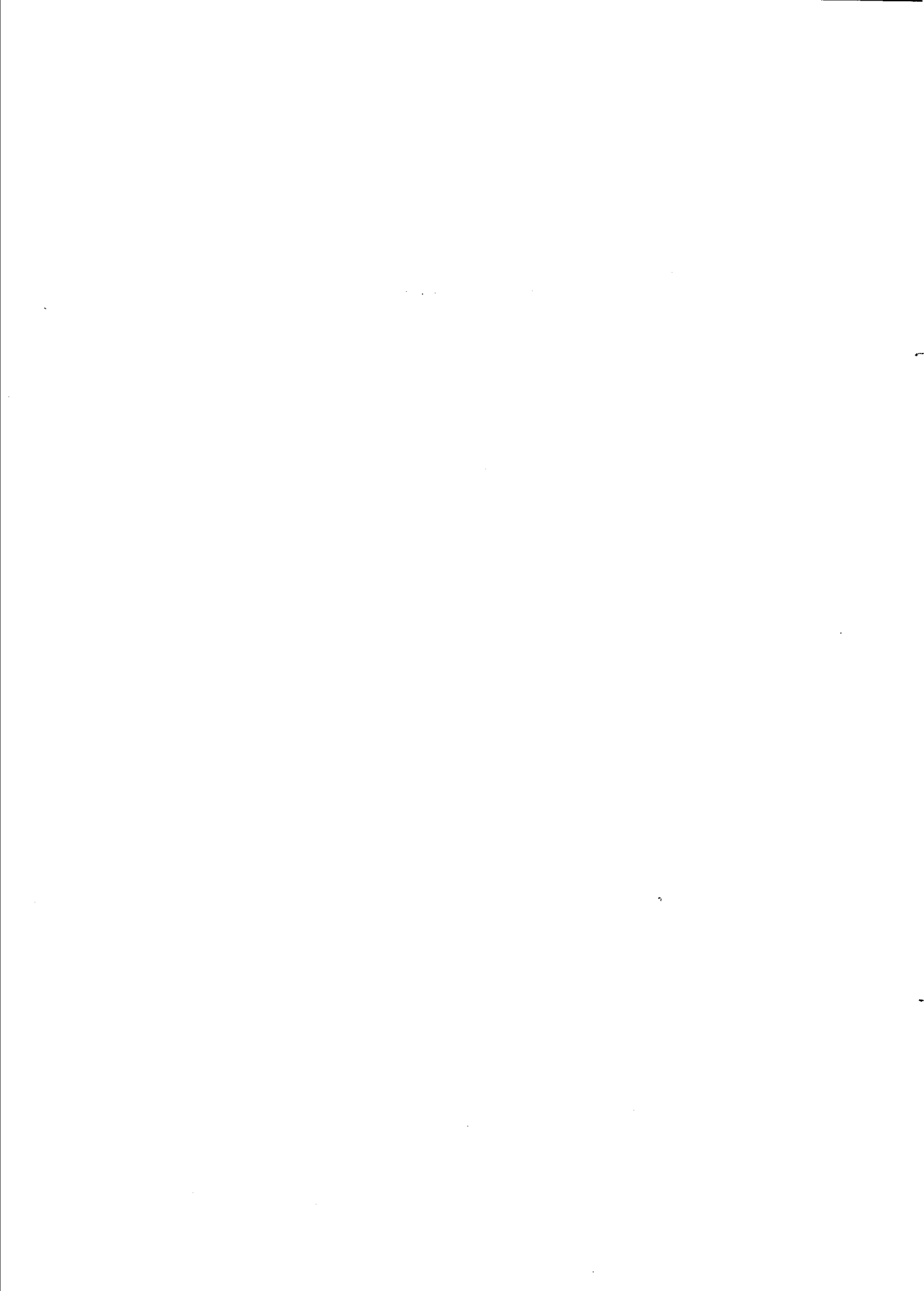
肥料的分析—次要养分	(140)
肥料的分析—酸溶性硼的测定	(141)
肥料的分析—钼的测定	(142)
肥料的分析—钾的测定	(144)
饲料的分析	(145)
土壤的分析—水溶性硫酸盐的测定	(146)
生物:	
生物化学方法	(148)
血浆的分析—钙、镁、钠及钾的测定	(148)
血浆的分析—铁与全铁—结合容量的测定	(149)
血浆的分析—锂的测定	(150)
血浆的分析—氯化物的测定	(151)
血浆的分析—铜和锌的测定	(152)
尿的分析—钙、镁、钠及钾的测定	(153)
尿的分析—镉和锌的测定	(154)
尿的分析—萃取后铅的测定	(155)
尿的分析—共沉淀后铅的测定	(156)
尿的分析—以无火焰技术测定汞	(157)
血液的分析—萃取处理后铅的测定	(158)
尿的分析—样舟法测定铅	(160)
植物组织的分析—锌的测定	(160)
血液的分析—采用Delves样杯技术测定铅	(161)
脑脊髓液的分析	(163)
血清的分析—金的测定	(164)

血清的分析—锰的测定…(165)	测定……………(192)
血浆的分析—磷酸盐的测定……………(166)	葡萄酒的分析—重金属的测定……………(193)
血液的分析—血红素中铁的测定……………(168)	啤酒的分析……………(194)
毛发与指甲的分析……………(168)	海味食品的分析—重金属的测定……………(195)
食物的分析……………(170)	食品的分析—用无火焰原子吸收技术测定食品中汞(196)
生物物料的分析—铊的测定……………(171)	奶粉的分析—铅的测定…(198)
血液的分析—汞的测定…(172)	食品上色染料的分析—铅的测定……………(200)
生物物料的分析—铷的测定……………(173)	法庭化学:
环境:	手枪子弹的分析……………(201)
海水的分析—主要阳离子的测定……………(175)	油漆刮料的分析……………(202)
海水的分析—可溶性金属的测定……………(176)	海洛因的分析……………(203)
海水的分析—悬浮物中金属的测定……………(177)	陶瓷的分析—从釉表面浸提下来的铅和镉的测定…(203)
天然水的分析……………(178)	地球化学:
空气污染物中金属的分析(179)	矾土的分析……………(205)
各种物料中铍的分析……(180)	岩石与土壤的分析—采用无火焰技术测定汞……………(206)
新鲜水的分析—总铬的测定……………(181)	硫化矿的分析……………(207)
天然水的分析—经萃取后金属的测定……………(183)	硅酸盐与碳酸盐的分析—偏硼酸锂熔融法……………(209)
食品:	土壤与矿石的分析—HF分解法……………(210)
食品的分析……………(184)	矿石、原矿料、尾矿及精矿的分析—银和金的测定(210)
肉和肉制品的分析……………(185)	工业分析:
鱼及其它海产物的分析…(186)	水泥的分析—HCl浸出法(212)
鱼组织的分析—采用无火焰原子吸收技术测定汞…(187)	水泥的分析—偏硼酸锂熔融……………(214)
油脂的分析……………(189)	碳化钨的分析……………(214)
奶品的分析……………(190)	煤灰的分析……………(215)
果汁的分析……………(191)	磷化钇的分析……………(216)
酒的分析……………(192)	荧光磷的分析……………(217)
葡萄酒的分析—钠和钾的	玻璃和陶瓷釉料的分析…(218)

定影液的分析·····	(219)	瓦斯油的分析·····	(244)
铀化合物的分析·····	(219)	石油添加剂的分析—铅和	
聚硅氧烷的分析·····	(221)	铈的测定·····	(245)
乙烯树脂添加剂和涂料添		药品和化妆品:	
加剂的分析·····	(222)	药物制剂的分析·····	(246)
皮革的分析—铬的测定···	(223)	商品洗手剂的分析·····	(247)
高纯度氯化银的分析·····	(223)	化妆品的分析—铅的测定	(248)
油漆的分析·····	(224)	氰基钴维生素(维他命B <sub>12</sub> )	
冶金学:		的测定·····	(249)
铝合金的分析·····	(225)	胰岛素的分析—锌的测定	(250)
镁合金的分析·····	(226)	药剂的分析—铝的测定···	(251)
钨的分析·····	(227)	塑料和纤维:	
铈和钽的分析·····	(228)	聚丙烯的分析·····	(252)
铅、锡及铅锡合金的分析	(229)	纺织品的分析·····	(253)
铜合金的分析·····	(230)	合成纤维的分析·····	(254)
锆和铪的分析·····	(231)	毛织品的分析·····	(255)
钛合金的分析·····	(232)	纤维素的分析·····	(256)
镍及其合金的分析·····	(233)	人造纤维的分析—金的测	
钢铁的分析·····	(234)	定·····	(257)
金的分析·····	(235)	通用方法:	
电镀液的分析·····	(236)	间接测定硫酸盐的通用方	
钢与黄铜的分析·····	(237)	法·····	(258)
饰用合金的分析·····	(238)	间接测定磷酸盐的通用方	
石油化学:		法·····	(259)
润滑油的分析—磨损金属		间接测定氯化物的通用方	
的测定·····	(239)	法·····	(260)
润滑油和添加剂的分析···	(241)	利用硼氢化钠还原测定气	
汽油的分析—铅的测定···	(242)	态氢化物的通用方法·····	(261)
燃料油的分析·····	(243)		

# 第一章 一般知识





在“一般知识”和“标准条件”章节中，PERKIN-ELMER原子吸收仪器系按照仪器的系列进行介绍的。包括在每种仪器系列中的各种型号列于下面。

仪器系列	包括的型号
×03	303、305(A、B)、306、403、503、603
×60	360、307(A)、460
×00	300、400、420
×90	290(B)、103、107

×03仪器系列组装有二块光栅和一个光栅区域转换。在“紫外”区域，波长以毫微米直接显示。在“可见光”区域，读数为波长以毫微米除以2表示。例如780nm是以 $780 \div 2 = 390$ 而被显示的。相反之，读数乘以2则给出“可见光”区域的以nm为单位的波长（ $390 \times 2 = 780\text{nm}$ ）。

×60仪器系列装有一个单一的光栅，并且波长直接以毫微米表示。提供了两套狭缝。常规狭缝适用于火焰进样，并且在以标准燃烧器/雾化器系统操作时才被应用。当着打算使用诸如HGA石墨炉进行无火焰进样时，交替狭缝提供了最佳性能的减小了的光束尺寸。

×00仪器系列波长直接以毫微米来表示。

×90仪器系列装一个单一的光栅，并且波长是非线性以任意单位显示。

## 一般分析方法

下面所讨论的方法，适用于大多数原子吸收分光光度法的测定。常规法是最一般的，因此，也是最广泛应用的；其它方法用于满足特殊的需要。除另有注明以外，在常规法中所述的技术，同样地也适用于所述的其它方法。

### 常规法

根据所用仪器和样品的消光值的不同，该法将提供约0.5—2%的变差系数。最佳的分析范围约为0.1~0.5消光值单位。凡精确度能得到满足，待测元素的浓度在检出限量以上的分析工作均应采用常规法。

将试样制备成通过雾化器容易汽化的溶液。待测的金属（离子）浓度应给出0.1~0.5的消光值。所要求的浓度可以由在标准条件章节中所给出的灵敏度来估计。每次测定应准备约2 ml溶液。

以制备试样用的同样溶剂，来制备已知金属浓度的标准溶液。标准溶液的浓度应将待测试样的浓度包括在其范围内。凡使用周期超过一天，而浓度又很低的标准溶液，则应先配制浓度大于 $500\mu\text{g}/\text{ml}$ 的储备溶液。此种储备溶液能长期储存，当需要作为标准

溶液时予以稀释。如此，可避免非常稀的溶液在存放时，浓度的改变（三天内变化高达2~3%）。

在全部试液和标准溶液配制好之后，测量试样和标准溶液消光值。通常标准溶液在实验开始和终了要进行分析，对时间较长的实验，在实验过程中，还要定期地分析。试剂空白一般在每个试样或标样之间进行喷测，以检验记录曲线基线的稳定性。

测定浓度的方法，依所使用的仪器而定。对于以消光法或浓度直接读数的仪器，如果试样或标准溶液的浓度是处于线性工作范围之内，则可直接以浓度进行读出。这时只需用一个试剂空白和位于线性浓度范围上端的一个标准来进行校准。

在用303型仪器时，读数为吸收百分率（%A），每个试样，标准及空白的读数均应按如下的方法换算为净消光值。

1. 将所有的读数除以所用的量程扩展倍数，则得%A
2. 查表1，将所有的数值换算为消光值。
3. 将所有的试样和标准溶液的消光值减去空白（或非零点基线）的消光值，改正成净消光值。

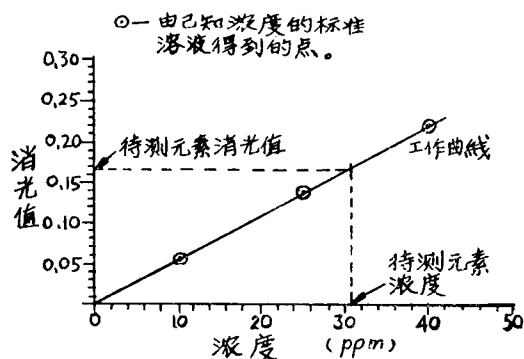


图1 常规分析的消光值—浓度工作曲线实例

如图1所示将消光值和浓度对划来绘制校准曲线。测定中若试样溶液与标准溶液的浓度均处于线性浓度范围之内，则只需一个标准和试剂空白，即使曲线的线性应以标准溶液进行校正，也可如此操作。如果校准曲线延伸超出了线性工作范围，则必须增加标样数量。工作曲线每天可能稍有变动，因此，在分析每批试样时应做检查。

如果试样与标样的浓度落在线性工作范围之内，则试样中待测元素的浓度可按下式计算

$$\text{元素} (\mu\text{g}/\text{ml}) = \frac{(\text{试样的净消光值}) (\text{标准的浓度} \mu\text{g}/\text{ml})}{(\text{标准的净消光值})}$$

表 I

吸收率与消光值换算表 (303型)

% A	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
0.0	.0000	.0004	.0009	.0013	.0017	.0022	.0026	.0031	.0035	.0039
1.0	.0044	.0048	.0052	.0057	.0061	.0066	.0070	.0074	.0079	.0083
2.0	.0088	.0092	.0097	.0101	.0106	.0110	.0114	.0119	.0123	.0128
3.0	.0132	.0137	.0141	.0146	.0150	.0155	.0159	.0164	.0168	.0173
4.0	.0177	.0182	.0186	.0191	.0195	.0200	.0205	.0209	.0214	.0218
5.0	.0223	.0227	.0232	.0236	.0241	.0246	.0250	.0255	.0259	.0264
6.0	.0269	.0273	.0278	.0283	.0287	.0292	.0297	.0301	.0306	.0311
7.0	.0315	.0320	.0325	.0329	.0334	.0339	.0343	.0348	.0353	.0357
8.0	.0362	.0367	.0372	.0376	.0381	.0386	.0391	.0395	.0400	.0405
9.0	.0410	.0414	.0419	.0424	.0429	.0434	.0438	.0443	.0448	.0453
10.0	.0458	.0462	.0467	.0472	.0477	.0482	.0487	.0491	.0496	.0501
11.0	.0506	.0511	.0516	.0521	.0526	.0531	.0535	.0540	.0545	.0550
12.0	.0555	.0560	.0565	.0570	.0575	.0580	.0585	.0590	.0595	.0600
13.0	.0605	.0610	.0615	.0620	.0625	.0630	.0635	.0640	.0645	.0650
14.0	.0655	.0660	.0665	.0670	.0675	.0680	.0685	.0691	.0696	.0701
15.0	.0706	.0711	.0716	.0721	.0726	.0731	.0737	.0742	.0747	.0752
16.0	.0757	.0762	.0768	.0773	.0778	.0783	.0788	.0794	.0799	.0804
17.0	.0809	.0814	.0820	.0825	.0830	.0835	.0841	.0846	.0851	.0857
18.0	.0862	.0867	.0872	.0878	.0883	.0888	.0894	.0899	.0904	.0910
19.0	.0915	.0921	.0926	.0931	.0937	.0942	.0947	.0953	.0958	.0964
20.0	.0969	.0975	.0980	.0985	.0991	.0996	.1002	.1007	.1013	.1018
21.0	.1024	.1029	.1035	.1040	.1046	.1051	.1057	.1062	.1068	.1073
22.0	.1079	.1085	.1090	.1096	.1101	.1107	.1113	.1118	.1124	.1129
23.0	.1135	.1141	.1146	.1152	.1158	.1163	.1169	.1175	.1180	.1186
24.0	.1192	.1198	.1203	.1209	.1215	.1221	.1226	.1232	.1238	.1244
25.0	.1249	.1255	.1261	.1267	.1273	.1278	.1284	.1290	.1296	.1302
26.0	.1308	.1314	.1319	.1325	.1331	.1337	.1343	.1349	.1355	.1361
27.0	.1367	.1373	.1379	.1385	.1391	.1397	.1403	.1409	.1415	.1421
28.0	.1427	.1433	.1439	.1445	.1451	.1457	.1463	.1469	.1475	.1481
29.0	.1487	.1494	.1500	.1506	.1512	.1518	.1524	.1530	.1537	.1543
30.0	.1549	.1555	.1561	.1568	.1574	.1580	.1586	.1593	.1599	.1605
31.0	.1612	.1618	.1624	.1630	.1637	.1643	.1649	.1656	.1662	.1669
32.0	.1675	.1681	.1688	.1694	.1701	.1707	.1713	.1720	.1726	.1733
33.0	.1739	.1746	.1752	.1759	.1765	.1772	.1778	.1785	.1791	.1798
34.0	.1805	.1811	.1818	.1824	.1831	.1838	.1844	.1851	.1858	.1864
35.0	.1871	.1878	.1884	.1891	.1898	.1904	.1911	.1918	.1925	.1931
36.0	.1938	.1945	.1952	.1959	.1965	.1972	.1979	.1986	.1993	.2000
37.0	.2007	.2013	.2020	.2027	.2034	.2041	.2048	.2055	.2062	.2069
38.0	.2076	.2083	.2090	.2097	.2104	.2111	.2118	.2125	.2132	.2140
39.0	.2147	.2154	.2161	.2168	.2175	.2182	.2190	.2197	.2204	.2211
40.0	.2218	.2226	.2233	.2240	.2248	.2255	.2262	.2269	.2277	.2284
41.0	.2291	.2299	.2306	.2314	.2321	.2328	.2336	.2343	.2351	.2358

注 为了将吸收率(%A)换算成消光值,在表左侧查找最接近的吸收率数值,处于行中的读数要求读到百分之十以下,并且读取消光值。如此,对应于26.8%吸收率的消光值为0.1355。

% A	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
42.0	.2366	.2373	.2381	.2388	.2396	.2403	.2411	.2418	.2426	.2434
43.0	.2441	.2449	.2457	.2464	.2472	.2480	.2487	.2495	.2503	.2510
44.0	.2518	.2526	.2534	.2541	.2549	.2557	.2565	.2573	.2581	.2588
45.0	.2596	.2604	.2612	.2620	.2628	.2636	.2644	.2652	.2660	.2668
46.0	.2676	.2684	.2692	.2700	.2708	.2716	.2725	.2733	.2741	.2749
47.0	.2757	.2765	.2774	.2782	.2790	.2798	.2807	.2815	.2823	.2832
48.0	.2840	.2848	.2857	.2865	.2874	.2882	.2890	.2899	.2907	.2916
49.0	.2924	.2933	.2941	.2950	.2958	.2967	.2976	.2984	.2993	.3002
50.0	.3010	.3019	.3028	.3036	.3045	.3054	.3063	.3072	.3080	.3089
51.0	.3098	.3107	.3116	.3125	.3134	.3143	.3152	.3161	.3170	.3179
52.0	.3188	.3197	.3206	.3215	.3224	.3233	.3242	.3251	.3261	.3270
53.0	.3279	.3288	.3298	.3307	.3316	.3325	.3335	.3344	.3354	.3363
54.0	.3372	.3382	.3391	.3401	.3410	.3420	.3429	.3439	.3449	.3458
55.0	.3468	.3478	.3487	.3497	.3507	.3516	.3526	.3536	.3546	.3556
56.0	.3565	.3575	.3585	.3595	.3605	.3615	.3625	.3635	.3645	.3655
57.0	.3665	.3675	.3686	.3696	.3706	.3716	.3726	.3737	.3747	.3757
58.0	.3768	.3778	.3788	.3799	.3809	.3820	.3830	.3840	.3851	.3862
59.0	.3872	.3883	.3893	.3904	.3915	.3925	.3936	.3947	.3958	.3969
60.0	.3979	.3990	.4001	.4012	.4023	.4034	.4045	.4056	.4067	.4078
61.0	.4089	.4101	.4112	.4123	.4134	.4145	.4157	.4168	.4179	.4191
62.0	.4202	.4214	.4225	.4237	.4248	.4260	.4271	.4283	.4295	.4306
63.0	.4318	.4330	.4342	.4353	.4365	.4377	.4389	.4401	.4413	.4425
64.0	.4437	.4449	.4461	.4473	.4485	.4498	.4510	.4522	.4535	.4547
65.0	.4559	.4572	.4584	.4597	.4609	.4622	.4634	.4647	.4660	.4672
66.0	.4685	.4698	.4711	.4724	.4737	.4750	.4763	.4776	.4789	.4802
67.0	.4815	.4828	.4841	.4855	.4868	.4881	.4895	.4908	.4921	.4935
68.0	.4948	.4962	.4976	.4989	.5003	.5017	.5031	.5045	.5058	.5072
69.0	.5086	.5100	.5114	.5129	.5143	.5157	.5171	.5186	.5200	.5214
70.0	.5229	.5243	.5258	.5272	.5287	.5302	.5317	.5331	.5346	.5361
71.0	.5376	.5391	.5406	.5421	.5436	.5452	.5467	.5482	.5498	.5513
72.0	.5528	.5544	.5560	.5575	.5591	.5607	.5622	.5638	.5654	.5670
73.0	.5686	.5702	.5719	.5735	.5751	.5768	.5784	.5800	.5817	.5834
74.0	.5850	.5867	.5884	.5901	.5918	.5935	.5952	.5969	.5986	.6003
75.0	.6021	.6038	.6055	.6073	.6091	.6108	.6126	.6144	.6162	.6180
76.0	.6198	.6216	.6234	.6253	.6271	.6289	.6308	.6326	.6345	.6364
77.0	.6383	.6402	.6421	.6440	.6459	.6478	.6498	.6517	.6536	.6556
78.0	.6576	.6596	.6615	.6635	.6655	.6676	.6696	.6716	.6737	.6757
79.0	.6778	.6799	.6819	.6840	.6861	.6882	.6904	.6925	.6946	.6968
80.0	.6990	.7011	.7033	.7055	.7077	.7100	.7122	.7144	.7167	.7190
81.0	.7212	.7235	.7258	.7282	.7305	.7328	.7352	.7375	.7399	.7423
82.0	.7447	.7471	.7496	.7520	.7545	.7570	.7595	.7620	.7645	.7670
83.0	.7696	.7721	.7747	.7773	.7799	.7825	.7852	.7878	.7905	.7932
84.0	.7959	.7986	.8013	.8041	.8069	.8097	.8125	.8153	.8182	.8210
85.0	.8239	.8268	.8297	.8327	.8356	.8386	.8416	.8447	.8477	.8508
86.0	.8539	.8570	.8601	.8633	.8665	.8697	.8729	.8761	.8794	.8827
87.0	.8861	.8894	.8928	.8962	.8996	.9031	.9066	.9101	.9136	.9172
88.0	.9208	.9245	.9281	.9318	.9355	.9393	.9431	.9469	.9508	.9547
89.0	.9586	.9626	.9666	.9706	.9747	.9788	.9830	.9872	.9914	.9957

### 加入法（增量法）

对于有些试样，很难配制与其相类似的标准。这种情况可能存在于试样中基质含量高且浓度变化的时候，或者，存在于试样溶液中含有大量的固体物而其对吸收的影响又难以模仿的情况。在这些情况下，应采用加入法。下面给出了采用加入法的三种办法。

#### 方法A

取三整份试样溶液。将第一份，以溶剂稀释至一定体积。将适量的已知标准溶液加到第二和第三整份试液中，并稀释至同样的体积，使后两份溶液中待测金属的加入量显著的不同。

测量每份溶液的消光值，如需要提高读数精度，则采用量程扩展。以加入的浓度和相应所得到的消光值作图。外推此直线至消光值为“0”（见图2）。此直线与浓度轴的交点，即为被稀释的试样溶液中该金属的浓度。

为了进行加入法的准确测量，在包括试样及添加量在内的浓度范围内，工作曲线必须呈线性。元素的加入量应与被稀释的试样溶液中的预计浓度相接近。

#### 方法B

Fuller (2575) 描述了采用加入法确定分析结果的另一种方法。这种方法要求采用能以浓度读出的原子吸收分光光度计，该仪器具有提供负值读出的能力，并且浓度读出可以连续调节。

喷测含有未知浓度的试样溶液，并将分光光度计的读出器调节至零。然后喷测加入了标准的试样溶液，并将分光光度计的读出器调节到相当于所加的标准读数；于是当喷测空白溶液时，则将得到负的读数。这个值（绝对值）即相当于试样溶液中元素的浓度。

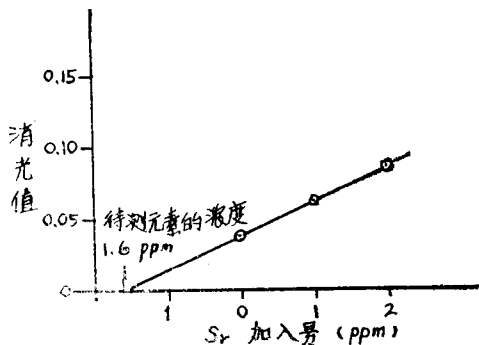


图2 加入法的典型工作曲线

当采用该法时，必须考虑到两种因素：（1）试样溶液的浓度和用以确定仪器条件而加入了标准的试样溶液的浓度必须处于校准曲线的直线部分。但是在某些情况下也可以采用曲线矫正来达到这一要求。（2）在仪器上能够得到一个最大负值。这个值必须是确定的，并且必须选用适合的标尺扩展，以使这个值不小于所要测定的元素的浓度。

#### 方法C

采用加入法分析试样的另一个可能的方法，是不绘制分析曲线，而是计算分析结果。下面给出了计算公式。为了使计算能够成立，则必须满足下述的三个准则：

1. 所有的溶液均应制备成相同的最终体积；
2. 在整个浓度范围内，以浓度和消光值为座标所绘制的工作曲线呈直线；
3. 以消光值或以某种数值的读数，均与浓度成正比。

$$C_s = \frac{C_a \cdot R_s \cdot V_a}{V_s(R_a - R_s)}$$

式中： $C_s$ —原试样溶液中待测元素的浓度 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ； $C_a$ —用以向试液中添加的标准溶液的浓度 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ； $V_s$ —所用的原始试样溶液的体积 $\text{ml}$ ； $V_a$ —所用的标准溶液的体积 $\text{ml}$ ； $R_s$ —由稀释了的试样溶液所测得的读数； $R_a$ —由添加过的试样溶液所测得的读数。

### 痕量测定

在某些低消光值（低于 $0.05\text{A}\cdot\text{U}\cdot$ ）的测定中，仪器读数的波动（噪声）是较低的。于是，就有可能应用量程扩展法，来改善对微信号的读取，并改善析出极限。标准和试样溶液应按前面所述的常规法进行配制。调节仪器的量程扩展浓度至预定的范围，喷入空白并将仪器读数调至“0”。喷入较试样中预测元素浓度稍高的标准溶液，并且调节量程扩展至给出一明确可读的信号。绘制浓度—标准的消光值校准曲线，由此来确定试样（S）中待测元素的浓度，或者，在对非零空白读数进行了消光值读数的修正（即扣除空白溶液读数）后，用下面所给出的公式来计算试样中待测元素的浓度：

$$\text{元素} (\mu\text{g}/\text{ml}) = \frac{(\text{试样的消光值}) (\text{标准溶液的浓度} \mu\text{g}/\text{ml})}{(\text{标准溶液的消光值})}$$

### 高精度分析

对于所用的处于试样中待测元素浓度上下两侧的标准进行多次测量，可以改善分析的精确度。为了取得最好的精度，待测的元素的消光值应在 $0.2\sim 0.5\text{A}\cdot\text{U}\cdot$ （消光值单位）范围之内。

采用常规法测量试样中金属的近似浓度，然后，配制其浓度分别高于和低于试样中待测元素浓度5%的标准溶液。利用仪器上或辅助的读出仪器上的零点控制器，使低浓度标准溶液的读数为零，或某一较低读数。利用量程扩展（浓度）来控制高浓度，标准溶液达到满量程或其附近的某一较高的读数。按照如下的顺序，进行试样和标准溶液的消光读数的测量：低标准、试样、高标准、试样，低标准，试样、高标准。

分别求出每个溶液读数的平均值，由标准溶液浓度对应其消光值所制的校准曲线或由下面所给出的公式来计算试样中待测元素的浓度。

$$C_s = \left[ \frac{(A_s - A_l)(C_h - C_l)}{(A_h - A_l)} \right] + C_l$$

式中  $C_s$ 、 $C_h$ 及 $C_l$ ； $A_s$ 、 $A_h$ 及 $A_l$ 分别为试样溶液、高标准溶液及低标准溶液的浓度和消光值读数。

对460和603型仪器，其上下两标准的校正可由自动曲线校正器来实现（为了直线校正可利用2或3个标样）。

## 火 焰

通常用于原子吸收的气体混合物有：空气—乙炔、氧化亚氮—乙炔、空气—氢气、氩气—氢气以及空气—丙烷（或天然气）。在为Perkin—Elmer原子吸收分光光度计准备实验室时，需要了解这些气体的说明，可参阅Perkin—Elmer的No. L—301资料。

### 空气—乙炔

空气—乙炔是能够用原子吸收测定约35种元素的优先被选用的火焰。空气—乙炔焰的温度为2300°C左右。空气—乙炔焰能用于所有的Perkin—Elmer燃烧器灯头。在燃烧器操作说明中给出了空气—乙炔焰的操作条件。

在一般情况下，普通焊接用的乙炔是适用的。然而，供焊接用的乙炔是溶解在丙酮里的。当气瓶压力下降时，进入火焰的丙酮随着乙炔用量的增加而以一定比例增长。其中丙酮组分的增加会使在测定某些元素时，产生的结果波动，特别是那些要求富燃火焰和在远紫外区波长工作的情况下，更是如此。丙酮进入气体控制箱，可能损坏气阀和导气管。基于上述这些原因，乙炔瓶当其瓶压下降至大约75个表压（5Kg/Cm<sup>2</sup>）以下时应予以更换。并且乙炔瓶应该处于垂直放置状态存放和使用，避免水平放置，以防止液态丙酮从气瓶活塞处流出。

### 空气—氢气

空气—氢气燃烧温度约2000°C。这种火焰基本上是无色的，但当用自来水或100~500μg/ml钠盐标准溶液喷入到火焰中时，会观察到此火焰。一部份钠原子被激发，其辐射使火焰呈现特有的黄色。空气—氢气火焰适用于碱金属（Cs、Rb、K、Na）的测定，由于这种火焰比空气—乙炔焰的温度低，则使这些元素的电离作用显著的降低。同时空气—氢气火焰在钠与钾的次灵敏线的波长处的火焰背景较低。另外，还能提高测定锡的灵敏度；尽管由于温度低，会增加干扰因素和干扰程度。

适用于空气—氢气火焰的燃烧器头为氧化亚氮燃烧器头（303—0419或040—0277）或2英寸单缝头（303—0420或040—0290）。4英寸单缝头和3英寸缝头，不可用于空气—氢气火焰。因为采用这些燃烧头会增加反闪的可能性。为了点燃空气—氢气火焰，可调节气体流量到符合于所用仪器的表中指定值。然后通入空气和氢气，维持1或2秒钟，以使流量达到给定值，随后点燃火焰。当用装配有全自动点燃系统的仪器时，在气体流量达到给定值之后，可自动点燃。

满足了这些条件，当点燃空气—氢气火焰时，则出现很小的或不出现“爆声”。若出现“爆声”，这可能是由于使用了不合适的燃烧头或由于氢流量太低所引起的。如果采用2英寸单缝的空气—乙炔燃烧头，则可消除“爆声”。

当用其它火焰工作时，为了达到特定的操作条件，需要选择气体流量的最佳值。这可通过适当增加氢的流量，使之略高于表中所给数值的方法来实现。当减少氢气流量或



增加空气流量时,则会增加反闪的可能性。但是空气—氢气火焰的回火比空气—乙炔火焰来的弱,后者可使燃烧室内部出现焦黑。每当回火要发生了,事先经常会发出“爆声”的噪音。如果出现这种情况,则立即增加氢气流量,直至噪音消失。在仪器启用之前,应按特定的操作条件检查燃烧器系统。

### 氧化亚氮—乙炔

氧化亚氮—乙炔火焰的最高温度约2900°C,这种火焰用以测定易形成难熔氧化物的元素。这种火焰只能使用氧化亚氮燃烧头。由氧化亚氮—乙炔火焰所产生的光辐射在某些波长区域是很强的(见图11,氧化亚氮—乙炔火焰的发射)。在这些波段进行测定时,特别是当着元素灯的发射强度相对来说比较弱的时候,则会引起分析结果的波动。为了避免或最大限度的减小这个问题,在标准条件一章中给出了已选择好的主要波长。但当选用次灵敏线波长时应该谨慎对待,在“燃烧器操作注意事项”中给出了氧化亚氮—乙炔火焰的点燃程序和操作条件。

### 氩—氢气—掺入空气

氩气—氢气火焰是以扩散的空气作为助燃剂的。这种火焰在远紫外区(190~200nm)的吸收远低于用于原子吸收的其它火焰,如图3所示。这种火焰特别适用于砷(194nm)和硒(198nm)的测定。由于氩—氢火焰的温度极低(约300~800°C,随所取火焰的部位而异),在空气—氢气火焰或空气—乙炔火焰中不会出现的化学和基质干扰,在这种火焰中可能会遇到。在采用氩气—氢气火焰时,特别强调要采用推荐的加入法或采用严格的相似标准法。

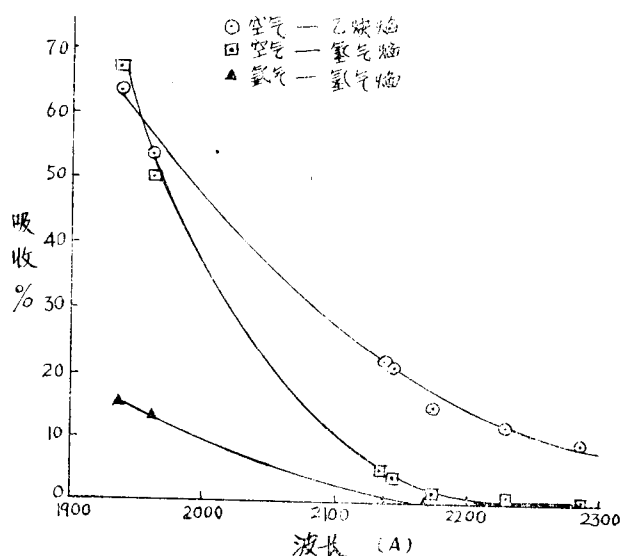


图3 远紫外区火焰的吸收

空气—丙烷火焰的温度约为1900°C。它需要用3缝的燃烧头。空气—丙烷火焰可能出现在空气—乙炔火焰中所没有的干扰。

如同空气—氢气火焰一样,氩气—氢气火焰基本上是无色的。为了确定火焰是否被点燃,可喷入自来水或100~500μg/ml的钠盐溶液。钠的发射使火焰呈现出特有的黄色。氩气—氢气火焰要求用3缝燃烧头,其操作条件列于“燃烧器操作注意事项”中。

### 空气—丙烷

有些工作者发现,空气—丙烷火焰适用于在低温火焰中能产生较高灵敏度的几种元素的测定,可是通常不能把灵敏度的某些改善理解为较好的检出极限。