

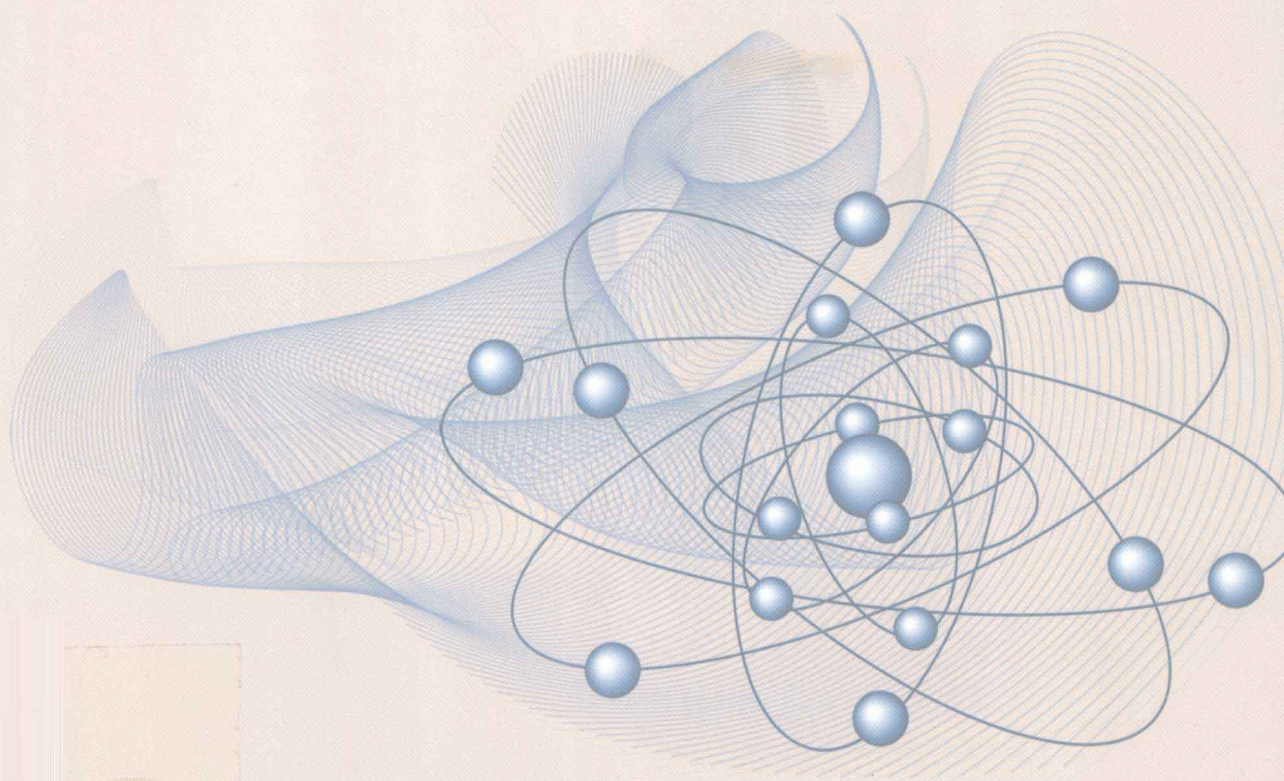
国家科技基础条件平台建设项目
“全国分析检测人员能力培训与考核体系”成果

全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)系列培训教材

ATC 006

原子吸收光谱分析技术

李华昌 高介平 符斌 编著



中国质检出版社
中国标准出版社

ATC 0806

原子吸收光谱分析技术

1. **Introduction**
 2. **Methodology**
 3. **Results**
 4. **Conclusion**

[illegible]



全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)系列培训教材

ATC 006

原子吸收光谱分析技术

李华昌 高介平 符 斌 编著

中国质检出版社
中国标准出版社

北 京

图书在版编目 (CIP) 数据

ATC 006 原子吸收光谱分析技术/李华昌, 高介平, 符斌编著. —北京: 中国标准出版社, 2011

全国分析检测人员能力培训委员会 (NTC) 系列培训教材

ISBN 978-7-5066-6329-8

I. ①A… II. ①全… III. ①原子吸收分光光度法-技术培训-教材 IV. ①0657.31

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 159637 号

中国质检出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号 (100013)

北京市西城区复外三里河北街 16 号 (100045)

网址 www.spc.net.cn

电话: (010) 64275360 68523946

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 787×1092 1/16 印张 11.5 字数 274 千字

2011 年 9 月第一版 2011 年 9 月第一次印刷

*

定价 38.00 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) 68510107

全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)

主 任 吴波尔

副主任 刘卓慧 吴学梯 张 泽

委 员 (按姓氏笔画排序)

马晋并 方 向 王海舟 庄乾坤 乔 东 许增德
李文龙 宋桂兰 张渝英 葛红梅

全国分析检测人员能力培训委员会(NTC) 系列培训教材编写审定委员会

总 编 审 张渝英

副总编审 王海舟 乔 东

常务编审 符 斌

编 审 (按姓氏笔画排序)

马燕文	马振珠	于世林	邓 勃	邓星临	邓志威	王春华
王福生	王 滨	王 蓬	王光辉	尹 明	田 玲	刘虎威
刘国詮	刘丽东	刘咸德	刘 正	刘 英	刘卫平	刘 挺
傅若农	江超华	再帕尔	吕 杨	吴牟天	吴惠勤	吴淑琪
吴国平	冯先进	孙素琴	孙泽明	齐美玲	朱衍勇	朱跃进
朱林茂	朱生慧	朱锦艳	朱 斌	汪正范	汪聪慧	李 冰
李小佳	李丛笑	李红梅	李华昌	李重九	李继康	李寅彦
李国会	李万春	李美玲	沈学静	沈建忠	佟艳春	牟世芬
杨啸涛	杨春晟	邹汉法	罗立强	罗倩华	张 中	张 庄
张之果	张学敏	张锦茂	张伟光	张克顺	张东生	林崇熙
谢孟峡	者冬梅	周志恒	周巍松	周艳明	郑国经	郑永章
卓尚军	屈文俊	贾云海	柯以侃	柯瑞华	柯晓涛	陈江韩
陈吉文	胡国栋	胡净宇	胡洛翡	胡晓燕	赵 雷	徐经纬
徐友宣	徐本平	高怡斐	高宏斌	高介平	龚晓海	郭永权
侯红霞	崔秋红	蒋士强	蒋仁贵	蒋子江	梁新帮	陶 琨
黄业茹	程 群	詹秀春	蔡文河	臧慕文	魏若奇	

序

分析测试技术作为科技创新的技术基础、国民经济发展和国际贸易的技术支撑,环境保护和人类健康的技术保障,正受到越来越多的关注,而分析测试体系的建设在科技进步和经济发展中正发挥着举足轻重的作用。国家科技部从1999年以来先后组织建设并形成了分析测试方法体系、全国检测资源共享平台,大型仪器共享平台,标准物质体系以及应急分析测试体系等分析测试相关的基础条件平台。2005年在科技基础条件平台建设中,又启动了《机制与人才队伍建设——全国分析测试人员分析测试技术能力考核确认与培训系统的建立与实施》的项目。从而形成了由“人员、方法、仪器、标准物质、资源”等组成的完整系统的分析测试平台体系。

为加强分析检测人员队伍的建设,确保分析检测人员技术能力的培训与考核工作的科学性、规范性、系统性和持续性,完成国家科技基础条件平台建设的相关任务,中华人民共和国科学技术部、国家认证认可监督管理委员会等部门共同推动成立了“全国分析检测人员能力培训委员会”(简称“NTC”),负责对分析检测人员技术能力的培训与考核工作。

NTC的宗旨是为提高我国分析检测人员整体的检测能力和水平,促进分析检测结果的准确性和可靠性,为国家科技进步、公共安全、经济社会又好又快发展服务。

NTC依据国家相关法律法规,按照分析检测的相关国际和国家标准、规范等开展培训工作,遵循客观公正、科学规范的工作原则开展考核工作。

NTC的分析检测技术的分类系以通用分析测试技术为基点,兼顾专用技术,根据相关学科分类标准及分析检测技术设备原理划分,

形成每项技术分别覆盖材料、环境资源、食品以及能源等领域化学成分和性能表征的分析测试技术能力分类系统,首批共纳入了 58 项技术。

每项分析检测技术由四个技术部分组成,即分析检测技术基础、仪器与操作技术、标准方法与应用以及数据处理。

通过相关技术四个部分考核的技术人员将由全国分析检测人员能力培训委员会颁发分析检测人员技术能力证书。证书是对分析检测人员具备相关分析检测技术(方法)或相关部分的技术能力的承认,可以胜任相关分析检测岗位的检测工作;该证书可作为计量认证、实验室认可、相关认证认可以及大型仪器共用共享的能力证明。

为规范各项技术考核基本要求,委员会正式发布了各项技术的考核培训大纲。为便于培训教师、分析检测人员进一步理解大纲的要求,在 NTC 的统一领导下,由 NTC 秘书处负责组织成立了 NTC 培训教材编写审定委员会,系统规划教材的系统设置方案、设计了教材的总体架构、与考核相结合规定了每项技术各部分内容的设置,并分别组织了各项技术分编委会,具体负责各项技术的培训教材的编写。NTC 拥有《NTC 系列培训教材》的著作权,并指定该套教材为由 NTC 组织的分析检测人员技术能力培训的唯一指定教材,并将其专有出版权授予中国质检出版社(中国标准出版社),由其出版发行,以服务于全国分析检测人员的技术培训与考核工作。

全国分析检测人员能力培训委员会

NTC 通用理化性能分析检测能力技术分类

1 ATC-化学分析测试技术

- ATC 001 电感耦合等离子体原子发射光谱分析技术
- ATC 002 火花源/电弧原子发射光谱分析技术
- ATC 003 X 射线荧光光谱分析技术
- ATC 004 辉光放电发射光谱分析技术
- ATC 005 原子荧光光谱分析技术
- ATC 006 原子吸收光谱分析技术
- ATC 007 紫外-可见吸收光谱分析技术
- ATC 008 分子荧光光谱分析技术
- ATC 009 红外光谱分析技术
- ATC 010 气相色谱分析技术
- ATC 011 液相色谱分析技术
- ATC 012 毛细管电泳分析技术
- ATC 013 固体无机材料中碳硫分析技术
- ATC 014 固体无机材料中气体成分(O、N、H)分析技术
- ATC 015 核磁共振分析技术
- ATC 016 质谱分析技术
- ATC 017 电感耦合等离子体质谱分析技术
- ATC 018 电化学分析技术
- ATC 019 物相分离分析技术
- ATC 020 重量分析法
- ATC 021 滴定分析法
- ATC 022 有机物中元素(C、S、O、N、H)分析技术
- ATC 023 酶标分析技术

2 ATP-物理检测技术

- ATP 001 金相低倍检验技术
- ATP 002 金相高倍检验技术
- ATP 003 扫描电镜和电子探针分析技术
- ATP 004 透射电镜分析技术
- ATP 005 多晶 X 射线衍射技术
- ATP 006 俄歇电子能谱分析技术
- ATP 007 X 射线光电子能谱分析技术

ATP 008 扫描探针显微分析技术
ATP 009 密度测量技术
ATP 010 热分析技术
ATP 011 导热系数测量技术
ATP 012 热辐射特性参数测量技术
ATP 013 热膨胀系数测量技术
ATP 014 热电效应特征参数测量技术
ATP 015 电阻性能参数测量技术
ATP 016 磁性参数测量技术
ATP 017 弹性系数测量技术
ATP 018 声学性能特征参数测量技术
ATP 019 内耗阻尼性能参数测量技术
ATP 020 粒度分析技术
ATP 021 比表面分析技术
ATP 022 热模拟试验技术

3 ATM-力学性能测试技术

ATM 001 拉伸试验技术
ATM 002 弯曲试验技术
ATM 003 扭转试验技术
ATM 004 延性试验技术
ATM 005 硬度试验技术
ATM 006 断裂韧度试验技术
ATM 007 冲击试验技术
ATM 008 疲劳试验技术
ATM 009 磨损试验技术
ATM 010 剪切试验技术
ATM 011 压缩试验技术
ATM 012 撕裂试验技术
ATM 013 高温持久、蠕变、松弛试验技术

前 言

原子吸收光谱(AAS)分析法问世后,半个多世纪以来获得了迅速发展,它可以测定元素周期表中金属与非金属元素近70种,具有灵敏、准确、便捷、经济、干扰少等特点。原子吸收光谱法是现代科学技术中的一种重要测试手段,现已广泛地应用于冶金材料、矿产地质、水质环境、食品饲料、石油化工、生物医药等领域,目前有大批检测人员在从事原子吸收光谱分析技术工作。

为便于广大分析工作者扎实地掌握原子吸收光谱分析技术,我们从培训教材的角度编写了本书。本书依据全国分析检测人员能力培训委员会《ATC006 原子吸收光谱分析技术考核与培训大纲》编写,内容包括原子吸收光谱分析技术的基础理论知识、仪器设备与操作、标准与应用以及分析结果的数据处理四个部分。本书以厂矿企业、科研院所、高等院校、检验检疫、环境监测等领域实验室的检测人员为基本对象,希望通过以本书为教材的培训或学习,让他们了解原子吸收光谱分析技术的基本概念及基础理论知识,熟悉原子吸收光谱仪器的组成结构及工作原理,具备原子吸收光谱仪器的实际操作能力,掌握原子吸收光谱分析技术在相关领域的应用。

本书可作为有关部门培训分析检测人员的教材,可供企业、科研、商检、质检以及环境监测等部门分析检验人员参考和使用,也可供相关院校师生参考。

本书系在全国分析检测人员能力培训委员会的指导下,组织各方面的专家撰写,几易其稿而成。在本书确定编写大纲、编写和修改



的过程中,得到了北京矿冶研究总院、钢铁研究总院、首钢技术研究院、北京有色金属研究总院、国家地质实验测试中心、全国分析检测人员能力培训委员会秘书处等单位的领导和广大分析工作者的积极支持,特别是国家地质实验测试中心的杨啸涛研究员和钢铁研究总院的刘正研究员对书稿进行了审阅并提出许多宝贵的修改意见,在此一并致以谢忱。

本书在编写过程中吸取了各应用领域专家及 AAS 仪器知名厂商的意见,力求使本教材能满足该项技术在不同领域和不同仪器类型用户的培训要求,但由于该项技术所涉及的应用领域极其广泛,仪器类型及性能十分繁杂,以及编者知识面及水平所限,书中难免有疏漏和错误之处,恳请分析界专家及读者批评指正。

编 者

2011 年 8 月

目 录

1 原子吸收光谱法基础理论知识	1
1.1 概述	1
1.1.1 原子吸收光谱分析技术的发展	2
1.1.2 原子吸收光谱分析的特点	2
1.1.3 原子吸收光谱的分析应用范围	4
1.2 原子吸收光谱基础	4
1.2.1 光谱	4
1.2.2 原子光谱及原子光谱分析	5
1.2.3 原子吸收光谱	9
1.2.4 原子吸收光谱的基本术语和概念	12
1.3 原子吸收光谱分析的基本原理	13
1.3.1 原子吸收光谱分析中原子化原理及方法	13
1.3.2 原子吸收光谱分析仪器工作条件的选择及其优化	15
1.3.3 原子吸收光谱分析中主要干扰类型及其消除	18
1.3.4 背景校正方法	20
1.3.5 原子吸收光谱分析的主要测量方法及选择	24
1.3.6 原子吸收光谱标准溶液的配制要求	25
1.3.7 评价原子吸收光谱分析方法的主要指标	26
1.4 原子吸收光谱分析中的样品处理	26
1.4.1 原子吸收光谱分析中样品处理的主要方法	26
1.4.2 原子吸收光谱分析中分离富集的主要方法	27
1.5 思考题	28
2 原子吸收光谱分析仪器设备与操作	32
2.1 原子吸收光谱仪的组成和构造	32
2.1.1 原子吸收光谱仪的基本构成	32
2.1.2 原子吸收光谱仪的激发光源	32
2.1.3 原子吸收光谱仪原子化器	35
2.1.4 原子吸收光谱分光系统	42
2.1.5 原子吸收光谱仪的检测系统	43
2.1.6 原子吸收光谱仪进样系统	45



2.1.7 火焰原子吸收光谱仪性能的判断和要求	46
2.2 原子吸收光谱仪的一般操作规程	47
2.2.1 火焰原子吸收光谱仪	47
2.2.2 石墨炉原子吸收光谱仪	48
2.2.3 常见火焰法与石墨炉法切换操作	48
2.3 原子吸收光谱仪的维护	49
2.3.1 安装和工作环境条件的要求	49
2.3.2 仪器的日常维护	49
2.3.3 仪器的安全操作要求	51
2.3.4 原子吸收光谱仪常见故障及处理	52
2.4 原子吸收光谱仪的校准和期间核查	54
2.4.1 仪器校准	54
2.4.2 期间核查	55
2.5 思考题	55
3 原子吸收光谱分析方法标准与应用	57
3.1 钢铁分析中原子吸收光谱分析方法标准与应用	57
3.1.1 概述	57
3.1.2 样品处理	57
3.1.3 应用实例	58
3.2 有色金属分析中原子吸收光谱分析方法标准与应用	61
3.2.1 概述	61
3.2.2 样品处理	62
3.2.3 应用实例	64
3.3 土壤、岩石、矿物分析中原子吸收光谱分析方法标准与应用	66
3.3.1 概述	66
3.3.2 样品处理	67
3.3.3 应用实例	69
3.4 冶金原辅料分析中原子吸收光谱分析方法标准与应用	72
3.4.1 概述	72
3.4.2 样品处理	72
3.4.3 应用实例	73
3.5 水质及环境分析中原子吸收光谱分析方法标准与应用	75
3.5.1 概述	75
3.5.2 样品处理	76
3.5.3 应用实例	78
3.6 食品及饲料分析中原子吸收光谱分析方法标准与应用	82
3.6.1 概述	82

3.6.2 样品处理	83
3.6.3 应用实例	85
3.7 石油、化工分析中原子吸收光谱分析方法标准与应用	89
3.7.1 概述	89
3.7.2 样品处理	90
3.7.3 应用实例	92
3.8 生物、医药分析中原子吸收光谱分析方法标准与应用	95
3.8.1 概述	95
3.8.2 样品处理	96
3.8.3 应用实例	97
3.9 思考题	100
4 原子吸收光谱分析结果的数据处理	101
4.1 数理统计中的一些基本概念	101
4.1.1 误差和偏差	101
4.1.2 误差的分类和性质	101
4.1.3 准确度和精密度	103
4.1.4 分析方法的灵敏度、检出限、测定限(测定下限)	106
4.1.5 回归分析	107
4.2 分析数据处理	107
4.2.1 检验分析准确度的方法	107
4.2.2 提高分析精密度和准确度的方法	109
4.2.3 分析结果的处理	110
4.3 不确定度评定基础	113
4.3.1 一些基本概念	113
4.3.2 测量不确定度的来源	113
4.3.3 测量不确定度的评定步骤	113
4.3.4 标准不确定度的评定	114
4.4 原子吸收光谱法测量不确定度的评定	118
4.4.1 建立数学模型	118
4.4.2 不确定度分量的评定	118
4.4.3 合成标准不确定度的评定	121
4.4.4 扩展不确定度的评定	121
4.4.5 测量结果及不确定度表达	121
4.4.6 火焰原子吸收光谱法测定铜精矿中银的测量不确定度评定	122
4.5 思考题	126
参考文献	127



附录 1	常用火焰原子吸收光谱法元素的测定参考条件	128
附录 2	原子吸收光谱分析常用标准溶液配制方法	137
附录 3	国内外 AAS 仪主要厂商(公司)及其产品一览表	141
附录 4	标准代码表	145
附录 5	原子吸收光谱分析技术相关标准及规程目录	146

原子吸收光谱法基础理论知识

1.1 概述

原子吸收光谱法是 20 世纪 50 年代中期出现并在以后逐渐发展起来的一种新型的仪器分析方法。原子吸收光谱法又称原子吸收分光光度法,它是以测量气态原子的外层电子对共振线的吸收为基础,根据吸收的程度来测定试样中该元素含量的分析方法。原子吸收光谱法按所用的原子化方法不同分为:

- (1) 火焰原子吸收光谱法(FAAS),以化学火焰为原子化器;
- (2) 石墨炉原子吸收光谱法(GFAAS),以电热石墨炉为原子化器;
- (3) 石英炉原子吸收光谱法,以石英炉为原子化器,在较低温度下原子化,因此又称低温原子吸收光谱法,包括汞蒸气原子化法、氢化物原子化法和挥发物原子化法。

原子吸收光谱法自 20 世纪 50 年代提出后,经数十年的发展,现在已广泛地应用于化工、石油、医药、冶金、地质、食品、生化及环境监测等领域。

原子光谱分析是利用原子对光吸收(或辐射)特性进行分析测定的技术。它是最广泛应用于元素分析的技术之一,在工业生产控制、产品质量检测、食品安全和环境保护监测以及材料科学、生命科学研究等领域应用广泛。原子光谱分析主要方法如下:

原子光谱	电感耦合等离子体-原子发射光谱法(如 ICP-AES 或 OES)
	原子吸收光谱法(AAS)
	火花/直流电弧发射光谱法(Spark/DC-AES)
	原子荧光光谱法(AFS)
	辉光放电光谱法(GD-AES)
	X 射线荧光光谱法(XRF)

在原子光谱分析测试中,不同的方法有不同的特点见表 1-1。

表 1-1 原子光谱分析方法各种性能的比较

类 型	检出限(波长范围)/nm	线性 (数量级)	价格与保养
AFS	优良(<300)	4~5	价格低,易保养
	良好(300~400)		
AAS	良好(200~400)	<2	价格低,易保养
	一般(不如 AES)(>400)		
AES	优良(>400)	4~5	价格较高

1.1.1 原子吸收光谱分析技术的发展

从 1955 年澳大利亚科学家 A. Walsh(威尔茨)发表 AAS 分析论文后,并且设计出第一台 AAS 仪,开创了火焰原子吸收光谱分析法(FAAS)。1959 年,前苏联 Б. В. ЛТБОВ(李沃夫)创建石墨炉原子吸收光谱分析法(GFAAS),在此基础上,1968 年经过德国学者麦斯曼(H. MassMann)发展和改进,设计出第一台石墨炉原子吸收光谱仪,随后经过 W. Slavin(斯拉文)博士等确认,形成现在的石墨炉原子吸收光谱仪(HGA)。1965 年 J. B. Willis(威利斯)成功地将氧化亚氮-乙炔用于 FAAS 法,扩大所能测定元素范围,又提高了部分元素 FAAS 分析灵敏度。1977 年 R. J. Watling 提出了缝管原子捕集新技术,从而提高了 FAAS 分析灵敏度。1983 年 S. B. Smith 和 G. M. Hieftje 提出用自吸效应校正背景。1990 年(美)Perkin-Elmer 公司推出纵向磁场调制校正背景,横向加热 GFAAS 仪。1994 年该公司在 SIMAAAA 型 AAS 仪器中使用阶梯光栅和半导体图像检测器。1997 年 Leeman Labs 公司在(美)Analyte 公司之后,使用阴极溅射原子化器,生产出 A30 型 AAS 仪,可快速顺序分析 30 个元素。2004 年(德)Analytik Jena 公司首次推出 ContrAA300 型顺序扫描连续光源 AAS 仪,标志着新型 AAS 仪器时代已经正在走来。

国内原子吸收光谱分析起步比国外晚了大约 10 年。20 世纪 60 年代末,我国学者已开始做相关的研究。1969 年北京科学仪器厂与北京矿冶研究院、北京有色金属研究院合作研制出中国第一台商业化的 AAS 仪(WFD-Y1 型)。1970 年,经北京第二光学仪器厂对该产品作改进,试验、制造出 WFD-Y2 型 AAS 仪,并且在 1974 年进入大批量生产;1975 年又开发出 WFD-Y3 型(即 WFX-1B 型)火焰/石墨炉两用单光束 AAS 仪。从 1975~1979 年间,国内先后出现 7 个能生产 AAS 仪器厂家,年产 AAS 仪器 500 多台。国产仪器与同期国外仪器在技术指标及功能相比较,虽有些差距,但不太悬殊。在此期间,国内专家学者逐渐翻译出版国外 AAS 分析专著,如武内次夫等著《原子吸收分光光度法》(科学出版社,1975),M. 斯拉文著《原子吸收光谱分析》(冶金工业出版社,1977)等。在 20 世纪 80 年代初,我国 AAS 分析发展进入普及推广时期,国内已有 AAS 分析专著,如邓勃编著的《原子吸收分光光度法》(清华大学出版社,1981),范健编著的《原子吸收分光光度法——理论与应用》(湖南科学技术出版社,1981),光谱学与光谱分析编辑部编著的《原子吸收分析基础》(1982,北京)。同期国内还出版了专业期刊《原子光谱分析》(现为《光谱学与光谱分析》)。20 世纪 90 年代孙汉文编著了《原子吸收分析技术》(中国科技出版社,1992)。

目前,据不完全统计我国现有在用 AAS 仪器约数万台。国内每年产量已有 1 000 多台,国产仪器多是中档以下,个别还在生产低档仪器。国外公司在我国销售的一般是中档以上仪器,但为了占据中国市场,也推销中档以下产品。国产仪器在国内市场占有率为 2/3 以上,国外仪器市场占有率近 1/3,但销售额远远超过中国厂商。中档以上仪器多用在大专院校、科研机构、大型企业。中档以下仪器多用在中小型企业(如矿山、选矿厂等)。到 2009 年止全国有 AAS 仪器公司(有知名度)约 12 家,国外在我国销售 AAS 仪器公司约 8 家(不包含 2000 年以前进入我国公司)。

1.1.2 原子吸收光谱分析的特点

原子吸收光谱法是现代痕量和超痕量元素分析有效方法之一,与 ICP-MS、ICP-AES 等技术比较,各有其特点(表 1-2)。