

原子吸收分析方法汇编

钢铁研究院编译

一九七六年

编译者的话

近年来,原子吸收分析方法在分析化学领域内有了很大发展。国内许多工厂、矿山、科研单位和大专院校的分析实验室都正在开展这一工作,并且逐渐显示出它的优点。我们在开展这一工作的过程中,根据工作需要陆续选译了一些有关原子吸收分析的资料和分析方法。在我们选译过程中,有些同志曾提出希望索取一份打印的译稿作参考。为了便于参考和应用,最近我们将部分资料和分析方法集中起来,凑成这本“汇编”。

这本“汇编”是根据美国 Perkin-Elmer 公司的“原子吸收分析方法汇编”(Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry)和英国 PYE UNICAM 公司的“原子吸收方法卡片”(Atomic Absorption Method Sheets)选译而成。经过我们重新编排,分成六章:原子吸收分析一般性问题、元素分析的标准条件、钢铁分析、有色金属及其合金的分析、矿石土壤和硅酸盐材料的分析及其它材料的分析。关于参考文献,P. E. “汇编”中列有2747篇,考虑到篇幅,仅将与本“汇编”有关的文献列在书后,文献序号是原书中的。

由于我们缺乏原子吸收分析的实践经验和水平有限,加之时间仓促,错误和不妥之处一定不少,请批评指正。

使 用 说 明

Perkin-Elmer “汇编”的开头有怎样使用这本手册的说明，在这里简单提一下。当分析对象确定之后，根据所用仪器的性能，查阅第二章该元素的“标准条件”。那里给出了各元素的灵敏度、某一给定浓度 ($\mu\text{g/ml}$) 的消光值、工作曲线的直线范围及可能的干扰。其中各种数据是以 $5\mu\text{g/ml Cu}$ 的水溶液能产生 0.250 消光 (约 44% 吸收) 的喷雾器而得到的。假如所使用仪器的喷雾器不是这样，则应对“标准条件”中的数据作适当的修正。将这些“标准条件”选定后，再从“分析方法”部分各类别中选定相应的分析条件，并结合第一章提示的原子吸收分析技术进行工作。

目 录

编译者的话

使用说明

第一章 原子吸收分析一般性问题	1
1. 分析方法	1
1.1 常规法	5
1.2 加入法	5
(一) 第一种办法	5
(二) 第二种办法	6
(三) 第三种办法	6
1.3 痕量测定法	6
1.4 高精度分析法	7
2. 火焰	7
2.1 空气——乙炔	7
2.2 空气——氢气	7
2.3 氧化亚氮——乙炔	8
2.4 氩气——氢气	8
2.5 空气——丙烷	9
3. 燃烧器操作注意事项	9
3.1 操作条件	9
3.2 火焰点火方法	13
3.3 燃烧器的调节	13
3.4 喷雾器的调节	13
3.5 气体流量的最佳选调	14
3.6 有机溶剂的使用	14
4. 光源	14
4.1 空心阴极灯	14
(一) 工作电流	14
(二) 预热时间	15
(三) 多元素灯	15
(四) 灯电流反向器	15

4.2 无极放电灯.....	16
(一) 启动和予热.....	16
(二) 操作功率(无极放电灯的工作瓦数).....	16
5. 原子吸收微量采样法.....	17
6. 高灵敏度砷、硒采样法.....	20
7. 汞的无焰分析法.....	20
8. HGA石墨炉.....	20
9. 火焰发射分析.....	20
9.1 试验参数的选择.....	21
9.2 一般手续.....	23
9.3 干扰.....	23
火焰发射分析文献目录.....	23
10. 原子吸收分析中的干扰.....	24
10.1 化学干扰.....	24
10.2 基体干扰.....	25
10.3 电离干扰.....	25
10.4 光谱干扰.....	25
10.5 背景吸收.....	26
11. 试剂和标准物质.....	26
A. 水; B. “试剂纯”的酸;	26
C. 其它试剂; D. 氧化镧;	26
E. 标准溶液; F. 有机金属化合物;	26
G. 络合剂.....	27
12. 检出极限.....	28
13. 灵敏度.....	30
第二章 元素分析的标准条件.....	31
1. 银 Ag	31
2. 铝 Al	32
3. 砷 As	33
4. 金 Au	34
5. 钡 Ba	35
6. 铋 Bi	36
7. 钙 Ca	37
8. 镉 Cd	38
9. 钴 Co	39
10. 铬 Cr	40
11. 铜 Cu	41

12. 鎔	Eu	42
13. 铁	Fe	43
14. 汞	Hg	44
15. 鉀	K	45
16. 鋰	Li	46
17. 鎂	Mg	47
18. 錳	Mn	48
19. 鉬	Mo	49
20. 鈉	Na	50
21. 鈮	Nb	51
22. 鎳	Ni	52
23. 鉛	Pb	53
24. 鉑	Pt	54
25. 銻	Sb	55
26. 硒	Se	56
27. 硅	Si	57
28. 錫	Sn	58
29. 鐳	Sr	59
30. 鉭	Ta	59
31. 鈦	Ti	60
32. 鈾	U	62
33. 釩	V	62
34. 鎢	W	63
35. 鋅	Zn	64
36. 鋯	Zr	65
第三章 钢铁分析		67
1. 铸铁和低合金钢中铜的测定		67
2. 铸铁中鎂的测定		68
3. 铸铁和低合金钢中鎳的测定		69
4. 铸铁和钢中鈷的测定		70
5. 铸铁和钢中鉻的测定		71
6. 软钢、合金及不锈钢中鉻的测定		72
7. 高合金和不锈钢中鉻的测定		74
8. 生铁中鉛的测定		75
9. 硅铁中鋁的测定		76
10. 硅铁中鈣的测定		77
11. 钢中硅的测定		78

12. 钢中钨的测定	79
13. 钢中铅的测定	81
14. 软钢及不锈钢中钼的测定 ($W < 0.5\%$)	82
15. 合金及不锈钢中钼的测定 ($W > 0.5\%$)	83
16. 钢铁中铬、钴、铜、镁、锰、钽、镍、硅、钨和钒的测定	85
第四章 有色金属及其合金的分析	87
1. 黄铜和青铜中铜的测定	87
2. 黄铜和青铜中镍的测定	88
3. 黄铜和青铜中铝的测定	89
4. 黄铜和青铜中铁的测定	90
5. 铜中镁的测定	92
6. 铜和铜合金中铈的测定	93
7. 铜和铜合金中砷的测定	94
8. 铜合金中镉、铜、铁、铝、镍、锰、锡、锌的测定	95
9. 铝合金中铜的测定	96
10. 铝合金中镁的测定	98
11. 铝合金中镍的测定	99
12. 铝合金中锌的测定	101
13. 铝合金中锰的测定	103
14. 铝合金中铁的测定	105
15. 铝合金中铬、铜、铁、镁、锰、镍、锌的测定	106
16. 镍和镍合金中铬、镁、锰的测定	107
17. 钨中铜、镍的测定	108
18. 锆、铪中铜的测定	108
19. 钛合金中铝、铁、钒的测定	109
第五章 矿石、土壤和硅酸盐材料的分析	111
1. 火成岩中镁的测定	111
2. 火成岩中铁的测定	112
3. 水泥中镁的测定	114
4. 水泥中铝的测定	115
5. 水泥中铁的测定	116
6. 水泥中铝、钙、铁、镁、锰、钾、钠的测定 (HCl 溶样法)	117
7. 水泥中硅、铝、铁、钙、镁、钠、钾、钛、锰的测定 ($LiBO_2$ 熔融法)	118
8. 玻璃与陶瓷的分析	119
9. 铝矾土的分析	119
10. 岩石、土壤中汞的测定 (非火焰法)	120

11. 硅酸盐和碳酸盐的分析 (LiBO_2 熔融法)	121
12. 土壤与矿物的分析	122
13. 铜矿中银、金的测定	123
14. 硫化物矿的分析	125
第六章 其它	127
1. 碳化钨的分析	127
2. 煤灰分析	128
3. 萤光物质的分析	128
4. 萤光粉的分析	129
5. 照像定影液的分析	130
6. 铀化物分析	130
7. 乙烯基添加料和油漆添加料的分析	131
8. 高纯氯化银的分析	132
9. 血清中铜的测定	133
10. 饲料、谷物及动物付产物中铜的测定	134
11. 啤酒和葡萄酒中铜的测定	135
12. 罐头、果汁中铁的测定	135
13. 电镀液中铜、铁、铅、锌的测定	136
参考文献	137

第一章 原子吸收分析一般性问题

1. 分析方法

下面所要讨论的四种分析方法, 适用于大多数能用原子吸收分光光度法的测定。常规法是最普遍的, 因此是应用最广泛的。其它三种分析方法用以满足特殊的需要。除另有注明以外, 在常规分析法中所述的办法, 同样也能应用于其它三种测量方法。

1.1 常规法

根据所用仪器和样品消光值的不同, 常规法提供的测量变差系数约为0.5~2%。最佳分析范围其消光值在0.1~0.5。在这样的分析精度能够满足要求和测定元素的含量大大超过检测极限时, 都应采用常规法。

将样品制备成用喷雾器容易喷测的溶液。测定元素在溶液中的浓度应当能得到0.1~0.5消光值。可以根据该元素的灵敏度(见元素分析的标准条件)来估计所要求的浓度为多少。每一测定至少应准备有2ml溶液。

用制备分析样品用的同样溶剂, 来配制测定元素的标准溶液。整套标液的浓度应把样品溶液的浓度包括在其范围之内。如果需要用非常稀的标液, 且使用期超过一天以上时, 则应先配制浓度大于 $500\mu\text{g/ml}$ 的贮备标液。此种浓的贮备标液才可以长期储存, 而在需要稀标液时予以稀释。这样可以防止稀标液存放时浓度的改变(在三天内改变可达2~3%)。

在所有样品溶液和标准溶液配好后, 测量这些溶液的消光值。通常, 标液在开始、终了和中间过程中定期喷测。空白溶液(或溶剂)则在每一样品或标准之间喷测, 以检验记录曲线基线的稳定性。

测定浓度的方法随所用仪器的不同而定。若仪器读数直接指示消光值或浓度值, 则可以经校准后直接读取浓度(若样品液和标准液的浓度都落在工作曲线直线范围以内的话)。这时, 只需用试剂空白液和直线范围上端的一个高浓度标液来进行校准就行。

在用303型仪器时, 指示值为吸收率(%A), 这时所有读数均应按如下办法换算为消光值:

1. 把所有读数除以所用的量程放大倍数, 以转换为吸收率(%A);
2. 查表1, 把吸收率转换成消光值;
3. 把样品溶液和标准溶液的消光值都减去空白液的消光值, 得到真正的消光值(净值)。

表 1 吸收率与消光值换算表

% 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

续表

% A	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
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
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

续表

% A	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
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

这样，就可以用消光值和元素浓度制作工作曲线（图1）。如果样品溶液和标准溶液的浓度都在工作曲线的直线范围以内，则分析时只需用一个标液和试剂空白液就行；然而，工作曲线的直线性应当用一些中间的标液作定期的检查。若工作曲线延伸超出直

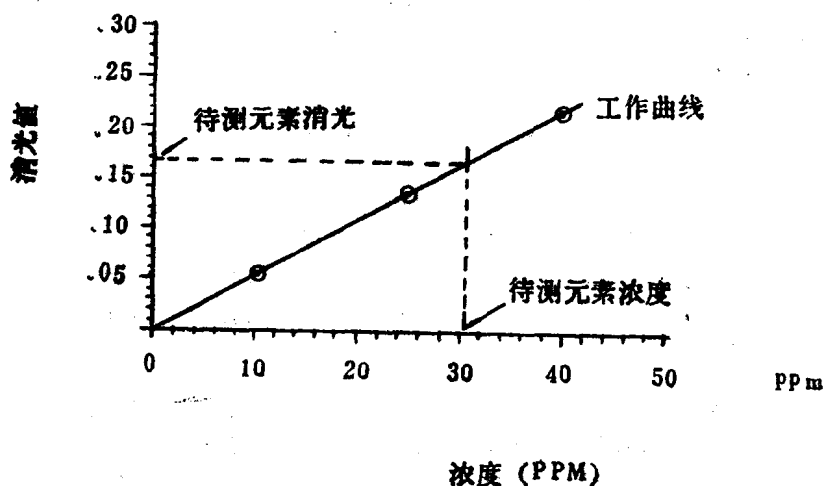


图 1 常规法的工作曲线

线范围，则必须补加几个标准溶液。工作曲线可能每天稍有变动，因此分析每一批样品时应作检查。

如果工作曲线是直线，则样品溶液中分析元素的浓度按下式计算：

$$\text{元素}(\mu\text{g}/\text{ml}) = \frac{(\text{样品的净消光值})(\text{标液浓度} \mu\text{g}/\text{ml})}{(\text{标液的净消光值})}$$

1.2 加入法

对于有些样品来说，很难配制和它相类似的标准溶液。当样品中基体成分很高且变化不定时，或者样品溶液中含有大量固体物质而其对吸收的影响很难保持重复一致时，就会产生这种情况。在这些情况下，就应当采用加入法。下面是采用加入法的三种办法：

(一) 第一种办法

取三等份样品溶液。第一份稀释至已知的一定体积。在第二份和第三份中各加入适量的分析元素的标准溶液，并稀释至同样体积，以便得到已知的不同加入量。

测量这三份溶液的消光值，如有必要，并扩大量程以提高读数精度。以消光值和加入量为坐标作图；并外推此直线到消光值为“0”处。此直线与浓度轴的交点，代表样品溶液中该元素的浓度（见图2）。

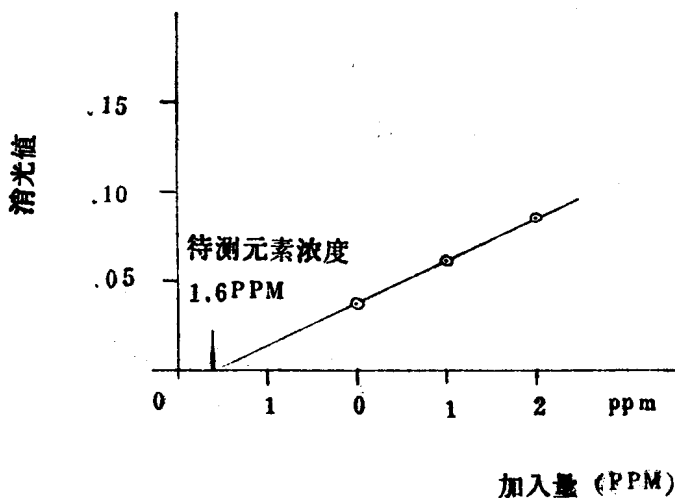


图 2 加入法的典型工作曲线

用加入法时，为要得到可靠的分析结果，在整个元素浓度范围以内，即包括样品溶液本身和含有加入量的溶液的浓度范围以内，工作曲线必须本属直线。另外，元素的加入量亦应与样品溶液中的预计浓度差不多相同。

(二) 第二种办法

Fuller[2575] 描述了加入法的另一种确定分析结果的办法。这需要使用这样一种原子吸收分光光度计：它能读出浓度；具有提供负值的读出能力；浓度读出可以连续调

节。

先将样品溶液（其分析元素的浓度即所求的未知数）喷雾，并使光度计的读出器调为零。然后将含有加入量的溶液喷雾，并调节读出器使读数与加入量的大小相当。于是当喷测空白溶液时，就会得到一负的读数，这负的读数（不考虑负号）就相当于溶液中所求的元素浓度。

当采用这种方法时，必须考虑两种因素。（1）样品中分析元素的浓度和含有标准加入量的溶液中的元素浓度应当落在工作曲线的直线部分。但在某些情况下也可以采用曲线校直法以达到这一条件；（2）在仪器上能够得到一个负的最大读数。这一数值必须是确定的；必须选用合适的标尺扩大倍数，使分析元素的浓度值不大于此数值。

（三）第三种办法

采用加入法还有一种可能情况但计算分析结果，而不是绘制工作曲线。为了使计算能够成立，必须满足下列三条准则：

- 1) 所有的溶液皆应调到相同的最终体积；
- 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本该是直线。
- 3) 所有读数应是消光值或与消光值成正比关系的某种数值，如浓度、含量等。计算公式如下：

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

式中： C_s ——分析元素在原样品溶液中的浓度 $\mu\text{g/ml}$ ；

C_a ——标准溶液中分析元素的浓度 $\mu\text{g/ml}$ ；

V_s ——所用的原样品溶液的体积 ml ；

V_a ——所用的标准溶液的体积 ml ；

R_s ——稀释过的样品溶液的读数；

R_a ——增量样品溶液的读数。

1.3 痕量测定法

在有些消光读数低于0.05的测定中，若仪器读数的波动（噪声）相对来说是比较小的，这样，就有可能应用量程扩大法来改善对微弱信号的读取，并改善检测极限。标液和样品溶液应按前面“常规法”所述制备。先调节仪器的量程扩大钮（“浓度”）到大概所希望的程度，喷入空白溶液并调节读数为“0”。再喷入一个比样品浓度稍高的标液，并调节量程扩大，使得得到一明确可读的信号。然后喷测样品。制作工作曲线，确定出样品中元素浓度；或者，用扣除空白溶液读数后的校正值计算结果：

$$\text{元素}(\mu\text{g/ml}) = \frac{(\text{样品的消光值})(\text{标液的浓度}\mu\text{g/ml})}{(\text{标液的消光值})}$$

1.4 高精度分析法

在样品溶液中待测元素浓度上下两侧配制标液，可以提高分析精度。要得到最好的分析精度，所测元素的消光值应当在0.2—0.5范围之内。

先用常规法测得金属元素的大概浓度。然后配制两个标液，其浓度分别高于和低于样品中元素浓度的5%。利用仪器上或读数设备上的零点抑制器，使低标准液的读数为零或其它方便的低刻度读数。利用量程扩大法（“浓度”）使高标液的读数达到满刻度或其它方便的数值。喷测按如下顺序：低标液——样品——高标液——样品——低标液——样品——高标液。分别求出各溶液的消光值平均值，用制作工作曲线的办法或用计算法求得所测元素的浓度。计算公式如下：

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

式中 C_s 、 C_h 、 C_l 分别为样品溶液、高标液和低标液中的元素浓度；而 A_s 、 A_h 、 A_l 分别为它们的消光值。

2. 火焰

通常用于原子吸收分析的气体混合物有：空气—乙炔，氧化亚氮—乙炔，空气—氢气，氩—氢以及空气—丙烷（或天然气）。关于这几种气体的要求的详细说明，请参阅Perkin-Elmer公司的印刷品，编号：L-301“原子吸收分析实验室的准备”（“Preparing Your Laboratory for perkin-Elmer Atomic Absorption Spectrophotometers”）

2.1 空气—乙炔

空气—乙炔是原子吸收分析中优先选用的一种火焰，可测定约35种元素。此火焰温度约为2300℃。所有Perkin-Elmer的燃烧器灯头都可使用空气—乙炔火焰。其操作条件见后面“燃烧器操作注意事项”一节。

2.2 空气—氢气

空气—氢气火焰燃烧温度约2000℃。此火焰基本上是无色的，但当用自来水或100—500μg/ml的钠标液喷入时就会看到此火焰，这时一部份钠原子被激发，发出的辐射使火焰呈特征的黄色。空气—氢气火焰对于碱金属元素（Cs、Rb、K、Na）的测定很有用，因为与空气—乙炔火焰相比，其温度较低，使这些元素的电离作用大为降低。空气—氢气火焰在钠和钾的次灵敏线处的火焰背景较小。另外，空气—氢气对于锡的测定提高了灵敏度，虽然这种比较低的温度增加了干扰的种类和程度。

空气—氢气火焰的点燃和熄灭会发生爆破响声。用“燃烧器操作注意事项”一节所推荐的气体流量调节数值，用10厘米的单缝灯头可以减小这种爆破声。在用三缝灯头的空气—氢气火焰中，熄灭火焰时会引起回火，使燃烧室和顶帽内部变成焦黑。

2.3 氧化亚氮—乙炔

$N_2O-C_2H_2$ 火焰具有约2900℃的最高温度，用以测定易形成难熔氧化物的元素。这种火焰只能使用专用的 N_2O 燃烧器灯头。 $N_2O-C_2H_2$ 火焰的光辐射在某些波长甚为强烈

(见图10氧化亚氮—乙炔火焰的发射光谱)。用这些波长进行测定时，特别是如果元素灯的发射强度相对来说比较弱的时候，这就会引起分析结果的波动。为了避免或减小这一问题，在元素分析的“标准条件”一章中所提出的主要分析线波长是已经选择好了的。但当另选其它次灵敏线时应加小心考虑。 $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$ 火焰的点火方法和操作条件见“燃烧器操作注意事项”一节。

2.4 氩气—氢气

$\text{Ar}-\text{H}_2$ 火焰是以扩散的空气作为助燃剂的。在远紫外区(190~220nm)这种火焰本身对紫外线的吸收远小于其它火焰，如图3所示。它对测定砷(193.7nm)和硒(196.0nm)特别有用。由于 $\text{Ar}-\text{H}_2$ 火焰温度极低(约300—800℃，随所取火焰部位而异)，会遇到在空气—氢气或空气—乙炔火焰中所不会出现的化学干扰和基体影响，因此在用 $\text{Ar}-\text{H}_2$ 火焰时，要强调推荐采用加入法或与样品溶液精确协调一致的标准溶液。

如象空气—氢气火焰一样， $\text{Ar}-\text{H}_2$ 火焰也是基本无色的。为确定火焰是否点着并燃烧，可试喷自来水或100—500 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的钠溶液。钠的发射使火焰呈黄色。 $\text{Ar}-\text{H}_2$ 火焰需用三缝灯头，其操作条件见“燃烧器操作注意事项”一节。

2.5 空气—丙烷

有些工作者发现空气—丙烷火焰对于在低温火焰中产生较大灵敏度的几种元素是有用的。可是通常不能把灵敏度的任何改善说成是检出极限较好。空气—丙烷的温度约为1900℃。需要用三缝灯头。用空气—丙烷火焰时会出现在空气—乙炔火焰中没有的干扰

3. 燃烧器操作注意事项

以下叙述原子吸收所用各种火焰的点火手续和操作手续，以及燃气和助燃气流量调节，燃烧器和喷雾器的调节。还讨论有机溶剂的使用。

3.1 操作条件

用于Perkin-Elmer 原子吸收仪器中各种气体调节设备的起始工作参数列于表 I、II、IV、V，其中包括燃气和助燃气的压力和流量调节数据。这些数据的单位是任意刻度，适用于点火时的起始调节用。由这些任意的刻度单位换算为升/分钟，其曲线见图 4、5、6、7。气体流量应在点火后按“气体流量的最佳选调”一节所述进行调节。

表 I 气体控制箱 (型号: 040-0291, 040-0301, 040-0139, 040-0141) 初始工作参数

气 体 控 制 箱 040-0291, 040-0301 040-0139, 040-0141	气 体 名 称		管道或钢 瓶 压 力 (磅)		燃烧器控 制箱压力 (磅)		流 量 计 续 数 (水溶液)		流 量 计 读 数 (有机溶液)	
燃 烧 器 灯 头	燃 气	助 燃 气	燃 气	助 燃 气	燃 气	助 燃 气	燃 气	助 燃 气	燃 气	助 燃 气
4 吋单缝灯头 (303-0418) (a)	C ₂ H ₂	空气	12	40-100	8	30	32.5	55	13	37
三 缝 灯 头 (303-0401) (b)	C ₂ H ₂	空气	12	40-100	8	30	45	70	30	60
	H ₂ *	Ar	12	40	8	30	20	60	—	—
	C ₃ H ₈	空气	10	40-100	8	30	9	29	—	—
N ₂ O 灯 头 (303-0419) (c)	C ₂ H ₂	N ₂ O	12	40	8	30	55	40	52	38
	C ₂ H ₂	空气	12	40-100	8	30	25	40	15	28
	H ₂ *	空气	20	40-100	15	30	50	40	—	—
2 吋单缝灯头 (303-0420) (d)	C ₂ H ₂	空气	12	40-100	8	30	25	40	15	28
	H ₂ *	空气	20	40-100	15	30	50	40	—	—

注：040-0291型或040-0301型气体控制箱是装在503型仪器上的。

040-0139型或040-0141型气体控制箱是装在403型仪器上的；他们是306、305 (A、B) 303型仪器的分开的附件。

* 用H₂的火焰时，要用040-0301或040-0141气体控制箱上的传感失效装置 (Sensor Override)。

a 换用040-0215和303-0023，调节同样读数，对于503仪器使用040-0266。

b 换用303-0202调节读数相同。也可换用C₃H₈灯头 (303-0154) 和另一种灯头 (303-0159)，气压调节和流量调节参见有关说明卡。对于503型仪器使用040-0289。

c 换用303-0195，303-0298、303-0347、调节读数相同。对于503使用040-0277。

d 换用290-1169，调节读数相同。对于503使用040-0290。