

原子吸收分析方法 手册

YUANZI
XISHOU
FENXI FANGFA
SHOUCE



穆家鹏 编译

原子能出版社

O 657.32
M 99
C.1

原子吸收分析方法手册

穆家鹏 编译

原子能出版社

219358

内 容 提 要

本手册系统地阐述了火焰原子吸收与无火焰石墨炉原子吸收分光光度分析方法,较详尽地介绍了原子吸收分析的基础知识、操作条件和针对各类物料的具体测定技术。

本手册可供冶金、地质、化工、石油、环境保护、农业土壤、生物、医学、卫生防疫、机械制造、建筑材料、商品检验等部门的分析工作者作为工具书,亦可作为高等院校分析化学专业师生的教学参考书。

原子吸收分析方法手册

穆家鹏 编译

原子能出版社出版

(北京2108信箱)

香河县印刷厂印刷

新华书店总店科技发行所发行·新华书店经售

☆

·开本787×1092 1/16 ·印张19.25·字数43千字

1989年12月北京第一版·1989年12月北京第一次印刷

印数1—4000

ISBN 7-5022-0230-7

TL·85 定价, 13.00元

编译者序

近年来，国内原子吸收分光光度分析技术发展很快，已成为各个领域检验工作的重要手段。如何使用好原子吸收仪器，使其在检测工作中发挥更大的效能，这是从事原子吸收分光光度分析的广大分析工作者努力探求的目标。倘若在他们身边有一部较完善的分析方法工具书，必定会给他们有益的帮助。编译者正是出于这一考虑编译了本手册。

为便于使用者查阅，将火焰原子吸收分析法和无火焰石墨炉原子吸收分析法安排为独立的两大部分。第一部分为火焰原子吸收分析方法（第一、二、三章），第二部分为无火焰石墨炉原子吸收分析方法（第四、五、六章）。这两部分都包括基础知识、标准条件及分析方法三方面内容。在编译过程中，为使本手册成为不受仪器型号局限的通用工具书，对原文做了局部的删节和修改；同时又力求保持原著作的完整性，因此基本上保留了原有的结构和内容。这仅是编译者的思路，是否能取得预期的效果，则有待于本手册使用者评断。

在本手册编译过程中，曾得到孟庆文、秦荣大、徐玲、胡中波和马令等同志的支持与帮助，高英奇同志审阅了全文并提出了许多修改意见；尤其应特别指出，冶金部建筑研究总院对该手册的出版予以大力支持。谨此一并致以深切的谢意。

由于编译者水平有限，本手册中必会有欠妥乃至谬误之处，敬请读者批评指正。

编译者

1989年4月

目 录

第一部分 火焰原子吸收分析方法

第一章 火焰原子吸收分析基础知识.....	(2)
1-1 发射与吸收	(2)
原子发射.....	(2)
原子吸收.....	(2)
原子发射与原子吸收.....	(3)
原子吸收仪器.....	(3)
1-2 原子吸收光源	(4)
空心阴极灯.....	(4)
无极放电灯.....	(6)
1-3 燃烧器	(8)
双选燃烧器.....	(8)
燃烧头.....	(9)
1-4 火焰	(10)
空气-乙炔火焰.....	(11)
氧化亚氮-乙炔火焰.....	(11)
其它火焰.....	(11)
1-5 气体控制	(11)
燃烧器调节.....	(11)
气体流量调节.....	(12)
雾化器调节.....	(12)
使用有机溶剂.....	(12)
1-6 发 射	(13)
试验参数选择.....	(13)
火焰发射分析通用方法.....	(13)
火焰发射分析中的干扰.....	(13)
1-7 仪器校准	(14)
曲线校正.....	(14)
标样数量的选择.....	(15)
检查标样数量的选择.....	(16)
常规方法.....	(16)
1-8 灵敏度与检出极限	(20)
灵敏度.....	(20)
灵敏度检查.....	(20)
检出极限.....	(20)
1-9 干扰	(21)
化学干扰.....	(21)
电离干扰.....	(21)

基体干扰.....	(22)
发射干扰.....	(23)
光谱干扰.....	(24)
背景吸收.....	(24)
1-10 关于标准条件的说明	(24)
标准条件表.....	(25)
波长.....	(25)
狭缝宽度.....	(25)
相对噪音.....	(25)
灵敏度.....	(25)
灵敏度检查.....	(25)
线性范围.....	(25)
分析注释.....	(25)
火焰发射标准条件.....	(26)
怎样使用标准条件表.....	(26)
储备标准溶液.....	(26)
光源.....	(26)
干扰.....	(26)
其它测量技术.....	(26)
1-11 高精度分析及影响准确度的因素	(26)
吸液管.....	(26)
试剂纯度.....	(27)
抑制干扰.....	(27)
标准溶液.....	(27)
校准.....	(27)
“空白”的有效性.....	(27)
燃烧器预混合室的清洗.....	(27)
雾化器.....	(27)
精密度.....	(27)
1-12 其它测量技术	(28)
样舟 和 Delves 杯.....	(28)
无火焰汞分析装置.....	(30)
汞/氢化物分析装置.....	(30)
石墨炉 (HGA)	(30)
等离子体 (ICP) 发射.....	(30)
检出极限.....	(30)
1-13 试剂	(31)
水.....	(31)
酸.....	(31)
试剂.....	(32)
氧化铜.....	(32)
标准溶液.....	(32)
络合剂.....	(32)

1-14 计算	(32)
标准溶液	(32)
试样	(33)
第二章 火焰原子吸收标准条件	(35)
银的原子吸收标准条件 (Ag)	(36)
铝的原子吸收标准条件 (Al)	(36)
砷的原子吸收标准条件 (As)	(37)
金的原子吸收标准条件 (Au)	(38)
硼的原子吸收标准条件 (B)	(39)
钡的原子吸收标准条件 (Ba)	(40)
铍的原子吸收标准条件 (Be)	(41)
铋的原子吸收标准条件 (Bi)	(41)
钙的原子吸收标准条件 (Ca)	(42)
镉的原子吸收标准条件 (Cd)	(43)
铈的原子吸收标准条件 (Ce)	(44)
氯的标准条件 (Cl)	(44)
钴的原子吸收标准条件 (Co)	(45)
铬的原子吸收标准条件 (Cr)	(46)
铯的原子吸收标准条件 (Cs)	(47)
铜的原子吸收标准条件 (Cu)	(48)
镥的原子吸收标准条件 (Dy)	(49)
铒的原子吸收标准条件 (Er)	(49)
铕的原子吸收标准条件 (Eu)	(50)
铁的原子吸收标准条件 (Fe)	(51)
镓的原子吸收标准条件 (Ga)	(52)
钪的原子吸收标准条件 (Gd)	(53)
锗的原子吸收标准条件 (Ge)	(54)
铪的原子吸收标准条件 (Hf)	(55)
汞的原子吸收标准条件 (Hg)	(55)
铥的原子吸收标准条件 (Ho)	(56)
碘的标准条件 (I)	(57)
铟的原子吸收标准条件 (In)	(57)
铱的原子吸收标准条件 (Ir)	(58)
钾的原子吸收标准条件 (K)	(59)
镧的原子吸收标准条件 (La)	(60)
锂的原子吸收标准条件 (Li)	(61)
镨的原子吸收标准条件 (Lu)	(62)
镁的原子吸收标准条件 (Mg)	(62)
锰的原子吸收标准条件 (Mn)	(63)
钼的原子吸收标准条件 (Mo)	(64)
钠的原子吸收标准条件 (Na)	(65)
铌的原子吸收标准条件 (Nb)	(66)
钕的原子吸收标准条件 (Nd)	(66)

镍的原子吸收标准条件	(Ni)	(67)
铑的原子吸收标准条件	(Os)	(68)
磷的原子吸收标准条件	(P)	(69)
铅的原子吸收标准条件	(Pb)	(70)
钯的原子吸收标准条件	(Pd)	(71)
镨的原子吸收标准条件	(Pr)	(72)
铂的原子吸收标准条件	(Pt)	(73)
铷的原子吸收标准条件	(Rb)	(74)
铽的原子吸收标准条件	(Re)	(74)
铈的原子吸收标准条件	(Rh)	(75)
钌的原子吸收标准条件	(Ru)	(76)
硫的标准条件	(S)	(77)
铈的原子吸收标准条件	(Sb)	(77)
钪的原子吸收标准条件	(Sc)	(78)
硒的原子吸收标准条件	(Se)	(79)
硅的原子吸收标准条件	(Si)	(80)
钐的原子吸收标准条件	(Sm)	(81)
锡的原子吸收标准条件	(Sn)	(81)
锶的原子吸收标准条件	(Sr)	(82)
钽的原子吸收标准条件	(Ta)	(83)
铊的原子吸收标准条件	(Tb)	(84)
铼的原子吸收标准条件	(Tc)	(85)
碲的原子吸收标准条件	(Te)	(85)
钍的原子吸收标准条件	(Th)	(86)
钛的原子吸收标准条件	(Ti)	(87)
铊的原子吸收标准条件	(Tl)	(88)
铥的原子吸收标准条件	(Tm)	(89)
铀的原子吸收标准条件	(U)	(90)
钒的原子吸收标准条件	(V)	(90)
钨的原子吸收标准条件	(W)	(91)
钇的原子吸收标准条件	(Y)	(92)
镱的原子吸收标准条件	(Yb)	(93)
锌的原子吸收标准条件	(Zn)	(94)
锆的原子吸收标准条件	(Zr)	(94)
第三章 火焰原子吸收分析方法		(96)
农业 (AY)		(96)
土壤的分析——可交换的阳离子 (AY-1)		(96)
土壤的分析——可浸出的阳离子 (AY-2)		(97)
土壤的分析——总的阳离子 (AY-3)		(98)
植物组织的分析——干式灰化处理 (AY-4)		(99)
植物组织的分析——酸消解处理 (AY-5)		(100)
植物组织的分析——硼的测定 (AY-6)		(101)
肥料的分析——次要养分 (AY-7)		(102)

肥料的分析——酸溶性硼与总硼的测定 (AY-8)	(102)
肥料的分析——钼的测定 (AY-9)	(103)
肥料的分析——钾的测定 (AY-10)	(104)
饲料的分析 (AY-11)	(105)
土壤的分析——水溶性硫酸盐的测定 (AY-12)	(106)
生物化学 (BC)	(107)
血清的分析——钙、镁、钠及钾的测定 (BC-1)	(108)
血清的分析——铁和总铁结合容量 (TIBC) 的测定 (BC-2)	(109)
血清的分析——锂的测定 (BC-3)	(109)
血清的分析——氯化物的测定 (BC-4)	(110)
血清与血浆的分析——铜和锌的测定 (BC-5)	(111)
尿的分析——钙、镁、钠及钾的测定 (BC-6)	(111)
尿的分析——锂和锌的测定 (BC-7)	(112)
尿的分析——萃取后铅的测定 (BC-8)	(113)
尿的分析——共沉淀后铅的测定 (BC-9)	(114)
尿的分析——无火焰技术测定汞 (BC-10)	(115)
血液的分析——萃取后铅的测定 (BC-11)	(116)
尿的分析——样舟法测定铅 (BC-12)	(117)
组织物料的分析——锌的测定 (BC-13)	(117)
血液的分析——Delves样杯技术测定铅 (BC-14)	(118)
脑脊髓液的分析——钙、镁、铜及锌的测定 (BC-15)	(120)
血清的分析——金的测定 (BC-16)	(120)
血清的分析——锰的测定 (BC-17)	(121)
血浆的分析——磷酸盐的测定 (BC-18)	(122)
血液的分析——血红蛋白中铁的测定 (BC-19)	(123)
毛发和指甲的分析 (BC-20)	(124)
食物的分析 (BC-21)	(125)
生物物料的分析——铊的测定 (BC-22)	(126)
血液的分析——汞的测定 (BC-23)	(127)
生物物料的分析——铷的测定 (BC-24)	(128)
环境 (EN)	(129)
海水的分析——主要阳离子的测定 (EN-1)	(129)
海水的分析——可溶性金属的测定 (EN-2)	(130)
海水的分析——悬浮物中金属的测定 (EN-3)	(131)
天然水的分析 (EN-4)	(131)
漂尘中金属的分析 (EN-5)	(132)
各种物料中铍的分析 (EN-6)	(133)
淡水的分析——总铬的测定 (EN-7)	(134)
天然水的分析——萃取后金属的测定 (EN-8)	(135)
食品 (FP)	(136)
食品的分析 (FP-1)	(136)
肉和肉制品的分析 (FP-2)	(137)

鱼及其它水产品的分析 (FP-3).....	(138)
鱼组织的分析——无火焰原子吸收技术测定汞 (FP-4).....	(139)
油脂的分析 (FP-5).....	(140)
奶品的分析 (FP-6).....	(141)
果汁的分析 (FP-7).....	(141)
酒的分析 (FP-8).....	(142)
葡萄酒的分析——钠和钾的测定 (FP-9).....	(143)
葡萄酒的分析——重金属的测定 (FP-10).....	(143)
啤酒的分析 (FP-11).....	(144)
海味食品的分析——重金属的测定 (FP-12).....	(144)
食品的分析——无火焰原子吸收技术测定汞 (FP-13).....	(145)
奶粉的分析——铅的测定 (FP-14).....	(147)
食品上色染料的分析——铅的测定 (FP-15).....	(148)
法庭化学 (FS).....	(149)
手枪子弹的分析 (FS-1).....	(149)
油漆刮料的分析 (FS-2).....	(150)
海洛因的分析 (FS-3).....	(151)
陶瓷的分析——从釉表面浸提下来的铅和镉的测定 (FS-4).....	(151)
地球化学 (GC).....	(152)
矾土的分析 (GC-1R).....	(152)
岩石与土壤的分析——无火焰原子吸收技术测定汞 (GC-2).....	(153)
硫化矿的分析 (GC-3).....	(154)
硅酸盐与碳酸盐的分析——偏硼酸锂熔融法 (GC-4R).....	(156)
土壤与矿石的分析——HF分解法 (GC-5).....	(157)
矿石、原矿料、尾矿及精矿的分析——银和金的测定 (GC-6).....	(157)
工业分析 (ID).....	(158)
水泥的分析——HCl溶浸 (ID-1).....	(158)
水泥的分析——偏硼酸锂熔融 (ID-2).....	(160)
碳化钨的分析 (ID-3).....	(160)
煤灰的分析 (ID-4).....	(161)
钎磷光物料的分析 (ID-5).....	(162)
荧光物料的分析 (ID-6).....	(162)
玻璃料和陶瓷料的分析 (ID-7).....	(163)
定影液的分析 (ID-8).....	(164)
钍化合物的分析 (ID-9).....	(164)
聚硅氧烷的分析 (ID-10).....	(165)
乙烯树脂添加剂和涂料添加剂的分析 (ID-11).....	(166)
皮革的分析——铬的测定 (ID-12).....	(167)
高纯氯化银的分析 (ID-13).....	(167)
油漆的分析 (ID-14).....	(168)
冶金 (MT).....	(169)
铝合金的分析 (MT-1).....	(169)
镁合金的分析 (MT-2).....	(170)

铈的分析 (MT-3).....	(170)
铈和铈的分析 (MT-4).....	(171)
铅、锡及铅-锡合金的分析 (MT-5).....	(172)
铜合金的分析 (MT-6R).....	(173)
钴和钴的分析 (MT-7).....	(174)
钛合金的分析 (MT-8).....	(174)
镍及其合金的分析 (MT-9).....	(175)
钢铁的分析 (MT-10).....	(175)
金的分析 (MT-11).....	(177)
电镀液的分析 (MT-12).....	(178)
钢和黄铜的分析 (MT-13).....	(178)
饰用合金的分析 (MT-14).....	(179)
石油化学 (PC).....	(180)
润滑油的分析——磨损金属的测定 (PC-1).....	(180)
润滑油及其添加剂的分析 (PC-2).....	(181)
汽油的分析——铅的测定 (PC-3).....	(182)
燃料油的分析 (PC-4).....	(183)
瓦斯油的分析 (PC-5).....	(184)
石油添加剂的分析——铅和锑的测定 (PC-6).....	(184)
药品和化妆品 (PH).....	(186)
药物制剂的分析 (PH-1).....	(186)
商品手洗净剂的分析 (PH-2).....	(186)
化妆品的分析——铅的测定 (PH-3).....	(187)
氰基钴维生素(维他命B ₁₂)的测定 (PH-4).....	(188)
胰岛素的分析——铈的测定 (PH-5).....	(189)
药剂的分析——铝的测定 (PH-6).....	(189)
塑料和纤维 (PL).....	(190)
聚丙烯的分析 (PL-1).....	(190)
纺织品的分析 (PL-2).....	(191)
合成纤维的分析 (PL-3).....	(192)
毛织品的分析 (PL-4).....	(193)
纤维素的分析 (PL-5).....	(194)
人造纤维的分析——金的测定 (PL-6).....	(194)
通用方法 (GN).....	(195)
间接测定硫酸盐的通用方法 (GN-1).....	(195)
间接测定磷酸盐的通用方法 (GN-2).....	(196)
间接测定氯化物的通用方法 (GN-3).....	(197)
硼氢化钠还原测定气态氯化物的通用方法 (GN-4).....	(198)
分析方法索引(火焰).....	(199)

第二部分 无火焰石墨炉原子吸收分析方法

第四章 无火焰石墨炉原子吸收基础知识.....	(206)
-------------------------	-------

4-1 石墨炉原子吸收分析的特点及其应用范围	(203)
无火焰原子化	(206)
石墨炉原子吸收分析的应用	(206)
4-2 分光光度计参数	(207)
光源	(207)
波长	(208)
狭缝的调定	(208)
量程扩展和衰减	(209)
记录器响应	(209)
峰值读出	(209)
取平均值	(209)
背景校正器	(209)
4-3 石墨炉参数	(210)
石墨管	(210)
石墨炉的定位	(211)
冷却水	(211)
净化气体的选择	(211)
净化气流中断	(211)
自动进样	(211)
4-4 石墨炉温度和时间参数最佳化过程	(212)
干燥温度和时间	(213)
原子化温度和时间	(214)
灰化温度和时间	(215)
斜坡升温	(218)
斜坡升温干燥	(218)
最大功率方式	(220)
程序选择	(221)
4-5 基本知识	(222)
灵敏度	(222)
线性	(222)
试样体积	(223)
校准技术	(223)
标准样品	(224)
加入法	(224)
固体试样的分析	(226)
原子化信号的特征	(226)
石墨炉分析中影响测量精密度的因素	(227)
4-6 干扰	(229)
背景吸收	(229)
检查宽带吸收干扰是否存在与校正方法	(230)
化学干扰和基体干扰	(231)
电离干扰	(232)

黑体辐射 (发射干扰)	(232)
4-7 实验室条件及沾污来源	(233)
水	(233)
试剂	(233)
实验室器皿	(233)
进样吸液器	(233)
通风橱	(234)
空气沾污	(234)
4-8 石墨炉的日常维护	(234)
4-9 计算	(234)
标准溶液	(235)
计算	(235)
第五章 无火焰石墨炉原子吸收 标准条件	(236)
第六章 无火焰石墨炉原子吸收分析方法	(247)
农业 (AY)	(247)
植物组织中铅的测定 (AY-1)	(248)
生物化学 (BC)	(248)
血清中铜的测定 (BC-1)	(248)
血清中铁和总铁结合容量的测定 (BC-2)	(250)
血清中铅的测定 (BC-3)	(251)
尿和血清中铬的测定 (BC-4)	(252)
血清和尿中锰的测定 (BC-5)	(254)
血液、血浆及尿中镉的测定 (BC-6)	(255)
血液中铅的测定 (BC-7)	(256)
指甲中铜的测定 (BC-8)	(257)
环境 (EN)	(258)
空气中金属的测定 (EN-1)	(258)
海水中痕量元素的测定 (EN-2)	(260)
海底沉积物中锌的测定 (EN-3)	(261)
水中重金属的测定 (EN-4)	(262)
水中硒的测定 (EN-5)	(265)
植物叶中铅的直接测定 (EN-6)	(266)
动物血液和尿中镉的测定 (EN-7)	(267)
食品 (FP)	(268)
奶和奶粉中金属的测定 (FP-1)	(268)
干酪中铜的测定 (FP-2)	(269)
糖中铬的测定 (FP-3)	(271)
肉类中重金属的测定 (FP-4)	(272)
法庭化学 (FS)	(273)
射击残留物中铋和钡的测定 (FS-1)	(273)
地球化学 (GC)	(275)
硅石中重金属的测定 (GC-1)	(275)

工业分析 (ID)	(276)
纸浆和纸中重金属的测定 (ID-1)	(276)
某些耐火材料中重金属的测定 (ID-2)	(277)
煤中硒的测定 (ID-3)	(278)
煤中痕量杂质的测定 (ID-4)	(280)
冶金 (MT)	(282)
铸铁和钢中残留元素的测定 (MT-1)	(282)
高温合金中痕量重金属的测定 (MT-2)	(283)
铜和铜合金中铅的测定 (MT-3)	(285)
金和银中痕量铁的测定 (MT-4)	(286)
石油化学 (PC)	(287)
汽油中铅的测定 (PC-1)	(287)
油中镍和钒的测定 (PC-2)	(289)
塑料和纤维 (PL)	(290)
聚合物中痕量元素的测定 (PL-1)	(290)
分析方法索引 (无火焰石墨炉)	(292)

第 一 部 分

火焰原子吸收分析方法

第一章

火焰原子吸收分析基础知识

1-1 发射与吸收

现代的各种类型原子吸收仪器均具有原子吸收和原子发射两种测量功能。对于操作者来说，了解在这两种测量技术中所发生的过程是很重要的。

每种元素都有特定数目的电子围绕其原子核运动。原子最稳定的状态被称为“基态”。如果向原子施加能量，原子吸收了能量，其外层电子被激发至较不稳定的状态。这个状态被称为“激发态”。由于激发态不稳定，受激原子会立即返回到“基态”，伴随着释放出光能。

原子发射

在原子发射中，包括激发和释放两个过程，如图1-1·1所示。

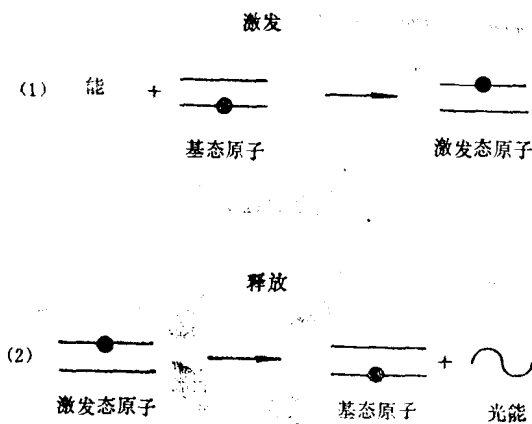


图1-1·1 激发与释放

为产生激发态原子，应使试样处于高能量热环境中，这种环境可由火焰或等离子体提供。激发态极不稳定，受激原子会自发地返回至“基态”并发射出光。由于发射光谱的不连续的属性，因此，一种元素的发射光谱由数条发射线组成。随着元素的受激原子数目的增加，其发射线强度也增强。

原子吸收

原子吸收过程示于图1-1·2中。

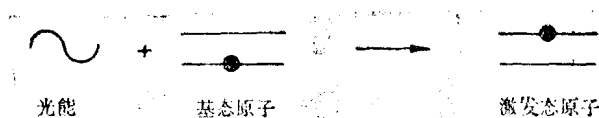


图1-1·2 原子吸收过程

“基态”原子吸收特定波长的光能而进入“激发态”。随着光束中“基态”原子数目的

增加,被吸收的光量也增加。通过测量被吸收的光量,就能定量地确定待测组分。采用特殊光源并仔细地选择波长,即可实现待测元素的有效测定。

原子发射与原子吸收

显然,原子发射与原子吸收之间存在基本差别。在采用原子发射状态工作时,火焰起两方面的作用:将试液雾滴转变成原子蒸气,随后将原子热激发至“激发态”。当这些受激原子返回到“基态”时,就发射出可由仪器检测的光。发射光的强度与试液中待测元素的浓度相关。在原子吸收中,火焰的功能仅在于使试液雾滴转变为可吸收原光源(空心阴极灯或无极放电灯)发射出来的光谱的原子蒸气。

原子吸收仪器

一部原子吸收仪器由五个主要部分组成:

1. 发射与待测元素有相同光谱的光源;
2. 原子化试样的吸收池(火焰、石墨炉及MHS*吸收池等);
3. 起分光作用的单色器;
4. 测量光强度和扩展信号的检测器;
5. 读出显示器。

原子吸收仪器有两种主要类型:单光束和双光束。

单光束原子吸收仪器

单光束原子吸收仪器框图示于图1-1·3中。

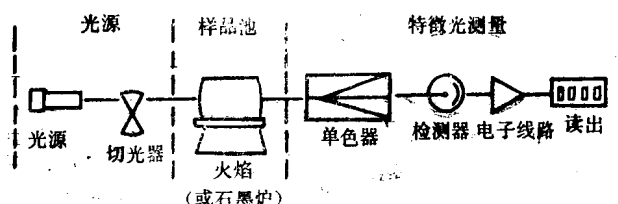


图1-1·3 单光束原子吸收仪器

光源(空心阴极灯或无极放电灯)发射出待测元素光谱,该光束经样品池准直于单色器。

光源必须经过电学调制或机械切光,以便区分来自光源的光和样品池发射出来的光。单色器色散光源的光线呈线状光谱,经色散后的特定波长的光谱通向检测器——光电倍增管。所产生的光电流大小决定于光强度和仪器电子线路处理功能。仪器的电子线路可测量光经样品池后减弱的程度,还可将读出值转换为待测组分的浓度。

双光束原子吸收仪器

双光束原子吸收仪器框图示于图1-1·4中。

来自灯光源的光线被分解为样品光束和参比光束,样品光束准直于样品池,而参比光束却绕过样品池。在双光束系统中,读出值为样品光束和参比光束的比值。因此,光源强度的波动不会造成仪器读出值的变动,从而基线更为稳定。

• 汞/金属氢化物发生装置。