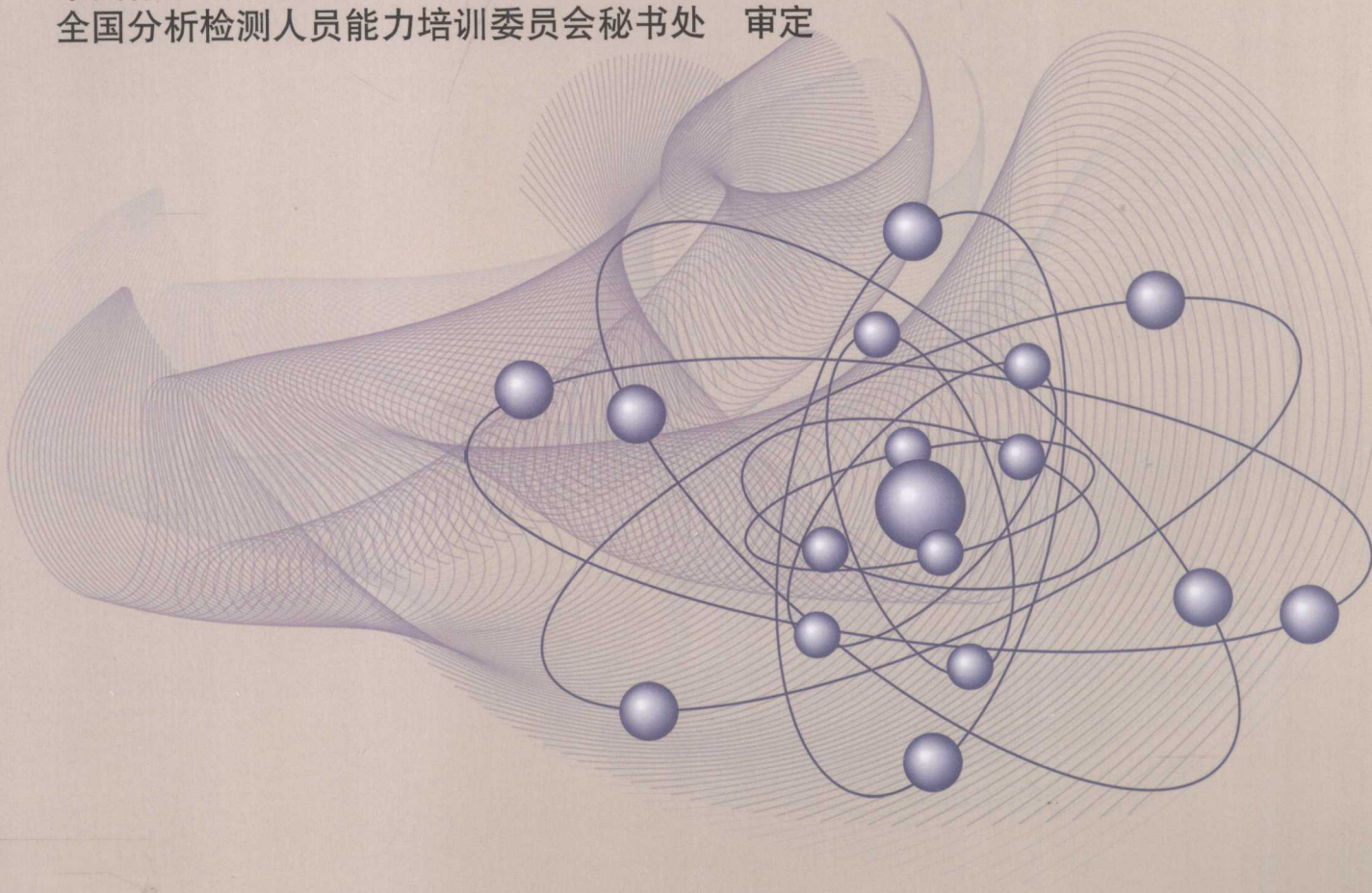


全国分析检测人员能力培训参考资料

分析测试技术系列标准汇编

紫外-可见吸收光谱分析技术 标准汇编

中国标准出版社 编
全国分析检测人员能力培训委员会秘书处 审定



 中国标准出版社

分析测试技术系列标准汇编

紫外-可见吸收光谱分析技术标准汇编

中国标准出版社 编

全国分析检测人员能力培训委员会秘书处 审定

中国标准出版社

北京

图书在版编目(CIP)数据

紫外-可见吸收光谱分析技术标准汇编/中国标准出版社编. —北京:中国标准出版社,2013. 11
(分析测试技术系列标准汇编)
ISBN 978-7-5066-7358-7

I. ①紫… II. ①中… III. ①紫外光谱-可见光光度法-吸收光谱法-技术标准-汇编-中国 IV. ①0657. 32-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 232800 号

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(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址:www. spc. net. cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)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 880×1230 1/16 印张 35.5 字数 1 069 千字
2013 年 11 月第一版 2013 年 11 月第一次印刷

*
定价 175.00 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

前 言

本汇编收录了截止 2013 年 6 月发布的与红外光谱分析技术相关的标准 73 项,其中国家标准 53 项,行业标准 20 项。其所收录的标准包括了通则及规程、黑色金属材料、有色金属材料、岩石矿物、能源化工、环境与水质、食品、饲料及其他等 7 个部分。

本汇编所收集的国家标准和行业标准的属性(推荐性或强制性)已在目录中标明,标准年号用四位数字表示。鉴于部分标准是在标准清理整顿前出版的,目前尚未修订,故正文部分仍保留原样(包括标准正文中“引用标准”或“规范性引用文件”一章中的标准的属性),但其属性以本汇编目录中标明的为准,读者在使用这些标准时请注意查对。

鉴于本汇编收录的标准发布年代不尽相同,汇编时对标准中所使用的计量单位、符号等未作改动。

希望本汇编能更好地服务于红外光谱分析检测人员,以期提高我国分析检测人员的红外光谱分析技术能力,以保证分析测试结果的有效性,为国民经济更快、更好的发展提供更好的服务。

编 者

2013 年 7 月

目 录

一、通则及规程

GB/T 9721—2006 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)	3
CSM 01 01 01 02—2006 分光光度法测量结果 不确定度评定规范	9
JJG 178—2007 紫外、可见、近红外分光光度计	23

二、黑色金属材料

GB/T 223.5—2008 钢铁 酸溶硅和全硅含量的测定 还原型硅钼酸盐分光光度法	45
GB/T 223.23—2008 钢铁及合金 镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法	55
GB/T 223.26—2008 钢铁及合金 钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法	65
GB/T 223.40—2007 钢铁及合金 钨含量的测定 氯磺酚 S 分光光度法	75
GB/T 4333.4—2007 硅铁 铝含量的测定 铬天青 S 分光光度法、EDTA 滴定法和火焰原子吸收光谱法	81
GB/T 4699.3—2007 铬铁、硅铬合金和氮化铬铁 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法	93
GB/T 5686.4—2008 锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 磷含量的测定 钼蓝光度法和碱量滴定法	101
GB/T 5687.11—2006 铬铁 钛含量的测定 二安替比林甲烷分光光度法	109
GB/T 8654.1—2007 金属锰、锰硅合金、锰铁和氮化锰铁 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和三氯化钛-重铬酸钾滴定法	115

三、有色金属材料

GB/T 3253.1—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法	125
GB/T 6609.7—2004 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 二安替吡啶甲烷光度法测定二氧化钛含量	131
GB/T 8647.4—2006 镍化学分析方法 磷量的测定 钼蓝分光光度法	137
GB/T 11066.10—2009 金化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法	143
GB/T 12689.8—2004 锌及锌合金化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法	149
GB/T 12689.11—2004 锌及锌合金化学分析方法 镧、铈含量的测定 三溴偶氮胂分光光度法	153
GB/T 12690.6—2003 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 铁量的测定 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法	159
GB/T 13748.2—2005 镁及镁合金化学分析方法 锡含量的测定 邻苯二酚紫分光光度法	165
GB/T 13748.7—2005 镁及镁合金化学分析方法 钴含量的测定 二甲苯酚橙分光光度法	173
GB/T 15072.12—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钨量的测定 过氧化氢分光光度法	180
GB/T 20975.2—2007 铝及铝合金化学分析方法 第 2 部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法	185

GB/T 20975.13—2008	铝及铝合金化学分析方法 第13部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胺分光光度法	190
--------------------	-------------------------------------	-----

四、岩石矿物

GB/T 1515—2002	锰矿石 磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法	199
GB/T 1516—2006	锰矿石 砷含量的测定 二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法	205
GB/T 1819.9—2004	锡精矿化学分析方法 三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法	211
GB/T 1819.11—2004	锡精矿化学分析方法 三氧化二铝量的测定 铬天青S分光光度法	217
GB/T 6730.24—2006	铁矿石 稀土总量的测定 萃取分离-偶氮氯膦 mA 分光光度法	223
GB/T 6730.45—2006	铁矿石 砷含量的测定 砷化氢分离-砷钼蓝分光光度法	231
GB/T 8152.3—2006	铅精矿化学分析方法 三氧化二铝量的测定 铬天青S分光光度法	243
GB/T 24223—2009	铬矿石 磷含量的测定 还原磷钼酸盐分光光度法	249
YS/T 555.5—2009	钼精矿化学分析方法 磷量的测定 磷钼蓝分光光度法	257
YS/T 555.8—2009	钼精矿化学分析方法 钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法	263

五、能源化工

GB/T 3049—2006	工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法	271
GB/T 7043.2—2001	橡胶中铜含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸锌光度法	279
GB/T 7717.11—2008	工业用丙烯腈 第11部分:铁、铜含量的测定 分光光度法	287
GB/T 8296—2008	天然生胶和胶乳 锰含量的测定 高碘酸钠光度法	295
GB/T 11200.1—2006	工业用氢氧化钠 氯酸钠含量的测定 邻-联甲苯胺分光光度法	301
GB/T 11202—2003	橡胶中铁含量的测定 1,10-菲罗啉光度法	307
GB/T 13248—2008	橡胶和胶乳 锰含量的测定 高碘酸钠光度法	313
GB/T 17593.3—2006	纺织品 重金属的测定 第3部分:六价铬 分光光度法	323
GB/T 23772—2009	无机化工产品中总氮含量测定的通用方法 蒸馏-纳氏试剂比色法	329
GB/T 23842—2009	无机化工产品中硅含量测定通用方法 还原硅钼酸盐分光光度法	337
GB/T 23943—2009	无机化工产品中六价铬含量测定的通用方法 二苯碳酰二肼分光光度法	347
GB/T 23944—2009	无机化工产品中铝测定的通用方法 铬天青S分光光度法	355
GB/T 23947.1—2009	无机化工产品中砷测定的通用方法 第1部分:二乙基二硫代氨基甲酸银光度法	361
DL/T 502.16—2006	火力发电厂水汽分析方法 第十六部分:氨的测定(纳氏试剂分光光度法)	370
HG/T 3871—2008	橡胶 铅含量的测定 双硫脲光度法	377
SH/T 1746—2004	工业用异丙苯中过氧化物含量的测定 分光光度法	383

六、环境与水质

CJ/T 141—2001	城市供水 二氧化硅的测定 硅钼蓝分光光度法	393
HJ 479—2009	环境空气 氮氧化物(一氧化氮和二氧化氮)的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法	397
HJ 482—2009	环境空气 二氧化硫的测定 甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法	407
HJ 486—2009	水质 铜的测定 2,9-二甲基-1,10-菲罗啉分光光度法	415
HJ 487—2009	水质 氟化物的测定 茜素磺酸锆目视比色法	423
HJ 535—2009	水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法	431

HJ 550—2009	水质	总钴的测定	5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法(暂行)	437
HJ 586—2010	水质	游离氯和总氯的测定	N,N-二乙基-1,4-苯二胺分光光度法	443
HJ/T 64.3—2001	大气固定污染源	镉的测定	对-偶氮苯重氮氨基偶氮苯磺酸分光光度法	455
SL/T 272—2001	水质	总硒的测定	铁(Ⅱ)-邻菲罗啉间接分光光度法	463

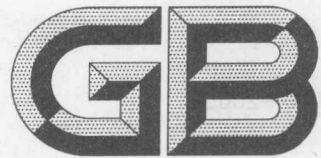
七、食品、饲料及其他

GB/T 6437—2002	饲料中总磷的测定	分光光度法	471	
GB/T 8313—2008	茶叶中茶多酚和儿茶素类含量的检测方法		477	
GB/T 17777—2009	饲料中钼的测定	分光光度法	485	
GB/T 18932.6—2002	蜂蜜中甘油含量的测定方法	紫外分光光度法	491	
GB/T 18932.16—2003	蜂蜜中淀粉酶值的测定方法	分光光度法	497	
GB/T 20574—2006	蜂胶中总黄酮含量的测定方法	分光光度比色法	503	
GB/T 21132—2007	烟草及烟草制品	二硫代氨基甲酸酯农药残留量的测定	分子吸收光度法	509
GB/T 23225—2008	烟草及烟草制品	总植物碱的测定	光度法	515
GB/T 23749—2009	食品中叶绿素铜钠的测定	分光光度法	525	
GB/T 23890—2009	油菜籽中芥酸及硫苷的测定	分光光度法	531	
NY/T 1738—2009	农作物及其产品中磷含量的测定	分光光度法	539	
SC/T 3025—2006	水产品中甲醛的测定		545	
SC/T 3031—2006	水产品中挥发酚残留量的测定	分光光度法	555	



一、 通则及规程





中华人民共和国国家标准

GB/T 9721—2006
代替 GB/T 9721—1988



化学试剂 分子吸收分光光度法通则 (紫外和可见光部分)

Chemical reagent—
General rules for the molecular absorption spectrophotometry
(ultraviolet and visible)

2006-09-01 发布

2007-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准代替 GB/T 9721—1988《化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)》，与 GB/T 9721—1988 相比主要变化如下：

- 增加了引用文件(本版的 2)；
- 增加了术语及符号(本版的 3.4、3.16、3.18)；
- 修改了“仪器”部分的相关内容(1988 年版的 6.1、6.2、6.3；本版的 6)；
- 补充了对“吸收池”技术要求的规定内容(1988 年版的 7.1.4；本版的 7.1.4)；
- 补充了对“吸光度的读数范围”要求的适用条件(1988 年版的 7.1.6；本版的 7.1.6)；
- 增加了“摩尔吸收系数测定”(本版的 7.2.4)和“质量吸收系数测定”(本版的 7.2.6)；
- 取消了“精密度”(1988 年版的 8)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人：关瑞宝、强京林。

本标准于 1988 年首次发布。

化学试剂

分子吸收分光光度法通则

(紫外和可见光部分)

1 范围

本标准规定了化学试剂分子吸收分光光度法(紫外和可见光部分)对仪器的要求和测定方法。

本标准适用于吸收波长在 200 nm~850 nm 之间,化学试剂中杂质含量的测定及有机化学试剂、指示剂和特效试剂的定性及定量分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 14666 分析化学术语

JJG 178—1996 可见分光光度计

JJG 682—1990 双光束紫外可见分光光度计

JJG 689—1990 紫外、可见、近红外分光光度计

3 术语和定义

GB/T 14666 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

吸收峰($\lambda_{\text{最大}}$) absorption peak

吸收光谱中吸收值最大处的波长,单位为 nm。

3.2

吸收光谱 absorption spectrum

待测物质浓度和吸收池厚度不变时,吸光度(或吸光度的任意函数)对应波长(或波长的任意函数)的曲线。

3.3

厚度(L) thickness

吸收池的两个平行且透光的内表平面之间的距离,单位为 mm 或 cm。

3.4

物质的量浓度(c) amount-of-substance concentration

溶质的物质的量和溶液体积之比,单位为 mol/L。

3.5

摩尔吸收系数(ϵ) molar absorptivity

厚度以厘米表示,浓度以摩尔每升表示的吸收系数 ϵ ,单位为 L/(cm · mol)。

3.6

质量吸收系数(α) mass absorptivity

厚度以厘米表示,浓度以克每升表示的吸收系数 α ,单位为 L/(cm · g)。

3.7

特征部分内吸收系数(通称吸收系数或线形吸收系数)(K) characteristic partial internal absorbance coefficient

被溶解的待测物质在单位浓度、单位厚度时的特征吸收度,在给定试验条件下是常数。

4 方法原理

溶液中待测物分子中的价电子能够选择性地吸收紫外或可见光,从基态跃迁到激发态,形成紫外可见吸收光谱,根据紫外可见吸收光谱中的吸收峰和摩尔吸收系数,进行定性分析。

从光源辐射出的光,经过波长选择器成为单色光,当单色光通过待测溶液时,被溶液中具有一定特征吸收的化合物吸收,吸光度与待测物浓度的关系符合朗伯-比尔定律,见式(1):

$$A = \log \frac{\phi_0}{\phi_r} = K \cdot b \cdot c \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A——吸光度;

ϕ_0 ——入射辐射[光]通量;

ϕ_r ——透射辐射[光]通量;

K——线性吸收系数;

b——光路长度;

c——溶液中待测物浓度。

当光路长度 b 与吸收系数 K 一定时,吸光度 A 与溶液中待测物浓度 c 成正比,因此利用此定律可进行定量分析。

5 试剂

5.1 水

校正仪器时配制溶液的水应符合 GB/T 6682—1992 中二级水的规格。检验样品时所用的水,根据产品标准的要求选用 GB/T 6682—1992 中二级水或三级水。

5.2 有机溶剂

根据产品标准的要求选择适宜溶剂,并检查所用溶剂在测定波长附近是否符合要求,不得有干扰吸收。

检定方法:用厚度为 1 cm 石英吸收池,以空气为参比,在规定波长下测定有机溶剂的吸光度,对不同波长下的对吸光度的要求应符合表 1 中的规定。

表 1

波长范围/nm	吸光度 A
220~240	<0.4
241~250	<0.2
251~300	<0.1
300 以上	<0.05

5.3 缓冲溶液

按产品标准规定配制,当在紫外光区测定时,所用试剂应无干扰吸收。

5.4 标准样品溶液

按产品标准中规定,与待测样品溶液同时配制。

6 仪器

依据样品的测定要求,应选用符合 JJG 178—1996、JJG 682—1990 或 JJG 689—1990 规定的单波长单光束或单波长双光束的紫外、可见分光光度计。

7 测定

7.1 测定条件的选择

7.1.1 光源

根据测定的波长选择光源,测定波长为 200 nm~350 nm 时,用氢灯(或氘灯),测定波长为 350 nm~850 nm 时,用钨灯(或碘钨灯)。

7.1.2 狭缝宽度

根据待测物的类别及检测要求选择适宜的狭缝宽度。在保持入射光和透射光狭缝宽度一致的情况下,调节狭缝宽度。狭缝宽度的选择,应以减少狭缝宽度时待测物的吸光度不再增加为准。通常测定时选用狭缝宽度为 1 nm。

7.1.3 测定的波长

在制定产品标准时,根据待测物吸收峰的位置确定测定波长,通常是在吸收度最大的波长范围内选择。若最大吸收峰很尖锐或有其他吸收峰干扰时,可选择吸收曲线中的其他波长。

7.1.4 吸收池

按照使用要求,可依据 JJG 178—1996 中 2.2 的“吸收池的配套性”的规定,或依据 JJG 682—1990 中 12“标准物质石英吸收池规格”的规定选用吸收池,也可应用具有 GBW 13304 标准物质证书的石英吸收池。

吸收池材质可根据测定的波长进行选择。测定波长为 200 nm~350 nm 时用石英吸收池,测定波长为 350 nm~850 nm 时用玻璃或石英吸收池。

使用吸收池时应注意,若样品溶液含有易挥发的有机溶剂、酸、碱时,应加盖,防止挥发,测定强腐蚀性溶液时,应尽快测定,测定后迅速洗涤吸收池。

7.1.5 样品溶液

按产品标准规定配制。该溶液应均匀和非散射性,即:不能有气泡和悬浮等影响光线吸收的物质存在。

7.1.6 吸光度的读数范围

为了减少测定的误差,在测定样品主体含量、摩尔吸收系数或质量吸收系数时,吸光度读数一般应在 0.2~0.8 之间,在制定产品标准时,可适当调节溶液的浓度或改变吸收池厚度,使溶液的吸光度值在此范围内。

7.1.7 其他仪器条件

按照测定方法要求及仪器说明书的规定条件进行操作。

7.2 测定方法

7.2.1 吸收曲线法

使用自动记录型仪器时,可自动扫描绘出吸收曲线。

使用非自动记录型仪器时,在规定的波长范围时,每隔 5 nm~10 nm 测定一次吸光度,在吸收峰附近时,应每隔 1 nm~2 nm 测定一次,以波长为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制吸收曲线。

此方法可适用于定性分析、最大吸收波长的测定。

7.2.2 工作曲线法

按产品标准的规定配制四个以上浓度成适当比例的标准溶液,以空白溶液(或溶剂)为参比溶液,同时用空白溶液(或溶剂)的吸光度进行校正。在规定波长下,分别测定吸光度。以标准溶液浓度 c 为横

坐标,相应的吸光度 A 为纵坐标,绘制工作曲线,同时配制适当浓度的样品溶液,在上述条件下测定吸光度,并在工作曲线上查出待测物浓度(图 1),待测物的浓度应在工作曲线范围内。该溶液浓度也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。此方法适用于杂质含量的测定。

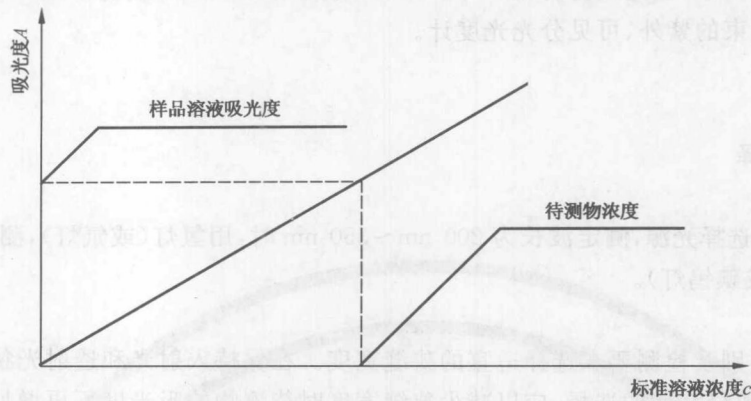


图 1

7.2.3 分光光度法含量测定

按产品标准给出的方法测定。特效试剂可在规定条件下与被测物生成有色配位化合物,测定其溶液的吸光度,按标准中给出的换算系数计算含量,也可用标准样品对照法进行计算;某些酸碱指示剂可采用柱层析法将杂质分离后测主体溶液的吸光度,用标准对照法计算含量。

7.2.4 摩尔吸收系数测定

按产品标准的规定条件测定。

摩尔吸收系数 ϵ ,数值以 $L/(cm \cdot mol)$ 表示,按式(2)计算:

$$\epsilon = \frac{A}{c \cdot b} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- A——吸光度的数值;
- c——被测物的物质的量浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- b——光路长度(即吸收池厚度)的数值,单位为厘米(cm)。

7.2.5 灵敏度测定

按产品标准规定条件测定。灵敏度可用摩尔吸收系数表示。

7.2.6 质量吸收系数测定

按产品标准的规定条件测定。

质量吸收系数 α ,数值以 $L/(cm \cdot g)$ 表示,按式(3)计算:

$$\alpha = \frac{A}{b \cdot \rho} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- A——吸光度的数值;
- ρ ——被测物的质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);
- b——光路长度(即吸收池厚度)的数值,单位为厘米(cm)。



中国金属学会推荐技术和方法

CSM 01 01 01 02—2006

分光光度法测量结果 不确定度评定规范

发布日期:2006-04

中国金属学会分析测试分会 发布

前 言

1995年ISO等7个国际组织共同颁布了《测量不确定度表示指南》(简称GUM)。我国在1999年等同采用GUM,颁布了JJF 1059《测量不确定度评定与表示》,对测量不确定度评定和表示的通用规则作了规定。

在实验室工作中,GB/T 15481—2000,ISO 17025:2005《通用要求》以及CNAL/AC 01:2005《检测和校准实验室能力认可准则》等技术管理标准中对测量不确定度的评定和表示均有明确的要求,该标准指出:“当不确定度与检测结果的有效性或应用有关,或客户的指定中有要求,或当不确定度影响到对规范限度的符合性时,检测报告中还需要包括有关不确定的信息。”中国实验室国家认可委员会公布的CNAL/AR 11:2006《测量不确定度政策》中明确规定,认可委员会在认可实验室的技术能力时,必须要求校准实验室和开展自校准的检测实验室制定测量不确定度评定程序并将其用于所有类型的校准工作,必须要求检测实验室制定与检测工作特点相适应的测量不确定度评定程序,并将其用于不同类型的检测工作。要求具体实施校准或检测人员正确应用和报告测量不确定度,要求实验室建立维护评定测量不确定度有效性的机制。

鉴于国内外现状与需求,中国金属学会分析测试分会于2005年组织冶金分析行业不确定度资深专家,组成专家组,开始着手化学成分分析测量结果不确定度评定导则和规范的起草工作。历时一年多,经过多次与国内权威专家的研究和讨论,征询了多方面的意见,形成本导则和规范。

本规范根据CSM 01 01 01 00—2006《化学成分分析测量结果不确定度评定导则》的要求,针对分光光度法的分析程序,制定了《分光光度法测量结果不确定度评定规范》,并于2006年4月通过了中国金属学会分析测试分会的审定。国内不确定度权威专家一致认为,认为本规范包括了JJF 1059的总体要求,又结合了化学分析的实际情况,具有很强的系统性、实用性和可靠性。同时,针对存在的问题进行了修改和完善,供广大从事检测工作的分析测试人员参考。

本规范的附录A为资料性附录。

本规范由中国金属学会分析测试分会提出。

本规范技术归口单位为中国金属学会分析测试分会。

本规范起草单位:钢铁研究总院、武汉钢铁(集团)公司技术中心。

本规范主要起草人:柯瑞华、曹宏燕、罗倩华、崔秋红。

本规范于2006年首次公布。