



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 939 — 1998

非色散原子荧光光度计

Non-disperse Atomic Fluorescence
Spectrometer

1998-07-14 发布

1999-01-15 实施

国家质量技术监督局 发布

非色散原子荧光 光度计检定规程

**Verification Regulation of
Non – disperse Atomic
Fluorescence Spectrometer**

JJG 939—1998

本检定规程经国家质量技术监督局于 1998 年 07 月 14 日批准，并自 1999 年 01 月 15 日起施行。

归口单位： 全国物理化学计量技术委员会

起草单位： 河北省计量测试研究所

本规程技术条文由起草单位负责解释

本规程主要起草人：

任彦丽 （河北省计量测试研究所）

高 岚 （河北省计量测试研究所）

齐二矿 （河北省产品质量监督检验所）

参加起草人：

冯金森 （河北省计量测试研究所）

杨 雪 （河北省计量测试研究所）

目 录

一 概述	(1)
二 技术要求	(1)
三 检定条件	(2)
四 检定项目和检定方法	(2)
五 检定结果处理和检定周期	(4)
附录 1 检定用试剂	(5)
附录 2 检定记录格式	(6)
附录 3 检定证书和检定结果通知书(背面)格式	(8)
附录 4 线性回归法求工作曲线	(9)
附录 5 检定用高强度空心阴极灯稳定性(暂行)检测方法	(10)

非色散原子荧光光度计检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的用空心阴极灯作光源的单、双道非色散氢化物原子荧光光度计（以下简称仪器）的检定。

一 概 述

该仪器可用于易形成氢化物的元素，易形成气态组份的元素和易还原成原子蒸气的元素的测量。

该仪器是用由光源发出的特征辐射光照射在被测元素的原子蒸气上，基态原子被激发到高能级，当以辐射去活化返回基态时，辐射出荧光的原理，来进行定量分析的。

其荧光强度与元素的浓度存在以下关系：

$$I_f = \Phi I_0 (1 - e^{-K_\lambda L N})$$

式中： I_f ——原子荧光强度；

Φ ——原子荧光量子效率；

I_0 ——光源辐射强度；

K_λ ——在波长 λ 时的峰值吸收系数；

L ——吸收光程；

N ——单位长度内基态原子数。

对于给定的元素来说，当光源的波长和强度固定，吸收光程固定，原子化条件一定，在元素浓度较低时，荧光强度与荧光物质的质量浓度 ρ 有如下简单的关系（ α 为常数）：

$$I_f = \alpha \rho$$

仪器的结构方框图如图1所示。

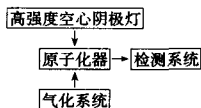


图 1

二 技 术 要 求

1 外观与初步检查

1.1 仪器应有下列标志：仪器名称、型号、制造厂名、出厂编号与出厂日期、制造许可证标志和编号等。

1.2 仪器及附件的所有紧固件应紧固良好，连接件应连接良好，运动部件应平稳，活动自如。

1.3 仪器的开关、旋钮及按键应能正常工作，由计算机控制或带微机的仪器，当由键盘输入指令时，各相应的功能应正常。

2 仪器必须达到如表 1 所示的技术指标

表 1 检定项目和技术指标

技 术 要 求		仪 器 类 别	新制造	使用中 和修理后
检 定 项 目				
稳 定 性	零 漂		≤3%	≤5%
	瞬时噪声		≤2%	≤3%
检 出 限 (ng)			≤0.4	≤3
相 对 标 准 偏 差			≤3%	≤5%
相 关 系 数			≥0.998	≥0.995
通 道 间 干 扰			≤10%	
绝 缘 电 阻			≥20MΩ	
注：在仪器所有检测项目中，双道仪器同时测定砷、锑；单道仪器测砷。				

3 检定环境条件

- 3.1 仪器室应明亮、整洁、无尘、无腐蚀性气体、通风良好。
- 3.2 仪器应安放在平稳无震动的工作台上，仪器上方应有排风系统，附近应无强电磁场干扰。
- 3.3 环境温度应为 $(15 \sim 30)^{\circ}\text{C}$ ，且相对稳定，相对湿度不大于 80%。
- 3.4 仪器供电电压为 $(220 \pm 22)\text{V}$ ，频率为 $(50 \pm 1)\text{Hz}$ 。

三 检 定 条 件

4 检定设备

- 4.1 高强度空心阴极灯： As ， Sb ，其起辉性能及稳定性应符合附录 5 的要求。
- 4.2 秒表：分度值 $\leq 0.1\text{s}$ 。
- 4.3 兆欧表：试验电压 500V 。
- 4.4 A 级玻璃量器：100ml，200ml，1 000ml 容量瓶数个，5ml，10ml，20ml 单标线吸管数支。
- 4.5 进样器：1ml，2ml 数支。
- 4.6 架盘天平：最大称量 200g 或 500g，分度值 $\leq 0.1\text{g}$ 。
- 4.7 检定用试剂：详见附录 1。

四 检定项目和检定方法

5 外观与初步检查

仪器外观与初步检查应符合第 1 条规定。

6 稳定性

开机, 点亮砷、锑灯, 灯电流调至 (30 ~ 90) mA, 负高压置于 300V 左右, 预热 30min 后, 进行模拟记录。模拟信号的荧光强度初始值为 200 左右, 连续测量 30min, 仪器的稳定性 (最大漂移量除以初始值) 和瞬时噪声 (峰 - 峰值除以初始值) 应符合表 1 的要求。

7 检出限和工作曲线的线性

7.1 将仪器各参数调至最佳工作状态, 用硼氢化钠 (或硼氢化钾) 作还原剂 (以下各项均用此还原剂), 分别对空白溶液和表 2 中跨两个数量级的砷、锑标准混合溶液进行 3 次重复测量, 取算术平均值后, 按线性回归法求出工作曲线的相关系数和斜率 b 。

$$b = dI_f/dQ = dI_f/d(\rho \times V) \quad (1)$$

式中: ρ ——溶液质量浓度 (ng/ml);

V ——进样体积 (ml)。

7.2 在与 7.1 条完全相同的条件下, 对空白溶液连续进行 11 次荧光强度测量, 并求出其标准偏差 s_0 ;

$$s_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{foi} - \bar{I}_{fo})^2}{n-1}} \quad (2)$$

式中: I_{foi} ——某一次测量荧光强度值;

$\bar{I}_{fo}$ ——11 次测量荧光强度的算术平均值;

n ——测量次数。

7.3 按下式分别计算仪器测砷、锑的检出限:

$$Q_{L(K=3)} = 3s_0/b \text{ (ng)} \quad (3)$$

8 相对标准偏差

在进行第 7 条测定时, 对质量浓度为 As10.0ng/ml 和 Sb10.0ng/ml 的砷、锑标准混合溶液连续进行 7 次重复测量 (对使用中的仪器可用 As20.0ng/ml 和 Sb20.0ng/ml 溶液测量), 进样量不大于 2ml。测量时调灯电流、负高压使荧光强度值为 200 左右, 求出其相对标准偏差 (RSD)。

$$RSD = \frac{s}{\bar{I}_f} \times 100\% \quad (4)$$

式中: s ——7 次测量的标准偏差, 按式 (2) 进行计算;

$\bar{I}_f$ ——7 次测量的算术平均值。

9 通道间干扰

做砷 (A 道) 对锑 (B 道) 的干扰, 用表 2 中 As1 000ng/ml 和 Sb10.0ng/ml 的标准混合溶液进行双道测量, 测量 3 次取算术平均值, 即 $I_{f\text{双}}$, 然后挡住 A 道窗口 (或拔掉砷灯) 测 B 道的数值, 测量 3 次取算术平均值, 即 $I_{f\text{单}}$, 按下式计算通道间干扰 RE。

$$RE = \frac{I_{f\text{单}} - I_{f\text{双}}}{I_{f\text{单}}} \times 100\% \quad (5)$$

10 绝缘电阻

仪器在开机不通电的情况下, 用 500V 兆欧表测量电源插头的相线、中线与外壳 (仪

器接地线)之间的电阻,应符合表1的规定。

11 新制造仪器必须全面进行第5~10条的检定,使用中和修理后的仪器原则上进行第6~9条的检定。

五 检定结果处理和检定周期

12 经检定合格的仪器,发给检定证书;检定不合格的仪器发给检定结果通知书。

13 对于双道仪器,通道间干扰一项不合格,其他项目均合格,可以发给检定证书,但须注明按单道仪器使用。

14 检定周期为1年,在此期间,当条件改变或对测量结果有怀疑时,都应随时进行检定。

附录 1

检 定 用 试 剂

- 1 氩气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 2 盐酸：优级纯。
- 3 硼氢化钠（硼氢化钾）：纯度不低于 95%。
- 4 氢氧化钠（氢氧化钾）：分析纯。
- 5 硫脲：分析纯。
- 6 二次去离子水。
- 7 硼氢化钠（硼氢化钾）溶液的配制

按检定时的环境温度，仪器的进样方式配制所需硼氢化钠（硼氢化钾）溶液的质量浓度在（4.0~20.0）g/L 之间。设配制 7.0g/L 质量浓度的溶液：称取 7.0g 硼氢化钠（硼氢化钾），溶于预先加有 2.0g 氢氧化钠（氢氧化钾）的 200ml 左右的水中，搅拌至全溶再用去离子水稀释至 1 000ml，必要时可用脱脂棉花过滤。

- 8 100g/L 硫脲的配制

称取 20.0g 硫脲，溶于 200ml 的容量瓶中，用二次去离子水稀释至刻度。

- 9 砷、锑标准储存溶液：As1 000ng/ml 和 Sb1 000ng/ml，As100ng/ml 和 Sb100ng/ml，As10.0ng/ml 和 Sb10.0ng/ml 及 As10 000ng/ml 和 Sb100ng/ml 的标准混合溶液。
- 10 检定用砷、锑标准混合溶液：根据工作需要，使用时配制，其配制的标准溶液浓度及不确定度见表 2。

表 2 检定用砷、锑标准混合溶液的质量浓度及不确定度

检定用砷、锑 标准混合溶液 的质量浓度 (ng/ml)	检定用砷、锑标准混合溶液的配制方法					不确定度
	配制时取标准储存溶液		取 100g/L 硫脲 (ml)	取浓盐酸 (ml)	用水稀释至 配制体积 (ml)	
	质量浓度 (ng/ml)	体积 (ml)				
As + Sb	As + Sb	As + Sb				3% (<i>k</i> = 3)
0.00 + 0.00	0.00 + 0.00	0	20	20	100	
0.50 + 0.50	10.0 + 10.0	5	20	20	100	
1.00 + 1.00	10.0 + 10.0	10	20	20	100	
5.00 + 5.00	100 + 100	5	20	20	100	
10.0 + 10.0	100 + 100	10	20	20	100	
20.0 + 20.0	100 + 100	20	20	20	100	
50.0 + 50.0	1 000 + 1 000	5	20	20	100	
100 + 100	1 000 + 1 000	10	20	20	100	
1 000 + 10.0	10 000 + 100	10	20	20	100	

附录 2

检定记录格式

非色散原子荧光光度计检定记录格式

送 检 单 位		检 定 日 期	
型 号		制造厂	
出厂编号		设备编号	
室 温		湿 度	
检 定 员		原始记录编号	
核 验 员		证书或通知书编号	

1 外观与初步检查:

2 稳定性: 灯电流_____mA 负高压_____V

测量时间 30 min 稳定性_____ % 噪声_____ %

3 代表元素检出限、工作曲线的线性性:

ρ (ng/ml)	I_f	$\bar{I}_f$	s
空白溶液 (11 次)	砷		
	锑		
0.50	砷		
	锑		
1.00	砷		
	锑		
5.00	砷		
	锑		
10.0	砷		
	锑		
50.0	砷		
	锑		
100	砷		
	锑		

灯电流:

负高压:

进样体积:

灵敏度: b

砷:

锑:

检出限: $Q_L(K=3)$ 砷: 锑:

相关系数: r 砷: 锑:

4 代表元素的相对标准偏差

元 素	I_f	$\bar{I}_f$	s	相对标准偏差
砷 (= ng/ml)				
锑 (= ng/ml)				

灯电流: 负高压: 进样体积:

5 通道间干扰

读数方式	I_f	$\bar{I}_f$	通道间干扰
双道读数			
单道读数			

混合溶液浓度: 灯电流: 负高压:

进样体积:

6 绝缘电阻——

附录 3

检定证书和检定结果通知书（背面）格式

检 定 结 果

项 目		结 果
外观与初步检查		
稳定性	零 漂	
	瞬时噪声	
检 出 限		
相对标准偏差		
相 关 系 数		
通道间干扰		
绝 缘 电 阻		
结 论		

附录 4

线性回归法求工作曲线

物质的质量浓度 ρ (以 x 表示) 和荧光强度 I_f (以 y 表示) 呈线性关系可表示为 $y = a + bx$ 。设由 n 点构成工作曲线, 通过实验可得 n 组观测数据 (x_i, y_i) , 用线性回归法求得:

$$b = \frac{\sum xy - \frac{(\sum x \cdot \sum y)}{n}}{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}}$$

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

$$r = \frac{\sum xy - \frac{(\sum x \cdot \sum y)}{n}}{\sqrt{\left[\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}\right] \left[\sum y^2 - \frac{(\sum y)^2}{n}\right]}}$$

式中: b ——斜率;
 a ——截距;
 r ——相关系数。

附录 5

检定用高强度空心阴极灯稳定性（暂行）检测方法

用经检测合格的原子荧光光度计对高强度空心阴极灯的性能进行下列检测，测试条件同第 6 条。

- 1 起辉性能检查：按高强度空心阴极灯生产厂规定的电流，通电后应能立即起辉，且发光点集中在空心阴极内，阳极区不得出现辉光。
 - 2 稳定性检查：预热 30min 后，连续记录 30min，其发射强度的最大漂移量应不超出 $\pm 1\%$ 。
-