

ICS 71.040.01
G 04
备案号:23759—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2954—2008
代替 HG/T 2954—1985

原子吸收光谱分析方法标准编写格式

Layouts for standard of atomic absorption spectrometric analysis

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准非等效采用 ISO 78-4 : 1983《标准格式 第 4 部分:原子吸收光谱分析标准》对 HG/T 2954—1985《化工产品用原子吸收光谱分析方法标准编写格式》的修订。

本标准代替 HG/T 2954—1985。

本标准与 HG/T 2954—1985 相比,主要差异有:

——本标准的内容、结构按照 GB/T 1.1 重新编排。

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(SAC/TC63)归口并解释。

本标准由中化化工标准化研究所负责起草。

本标准主要起草人:魏静、王琳、钟之万、潘莉莉。

本标准所代替的历次版本发布情况为:

——GB/T 6042—1985, HG/T 2954—1985。

原子吸收光谱分析方法标准编写格式

1 范围

本标准规定了编写原子吸收光谱分析方法标准的一般结构、内容和要求。

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 1.1 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则

GB/T 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析法术语(idt ISO 6955 : 1982)

GB/T 20001.4 标准编写规则 第4部分:化学分析方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

实验室样品 laboratory sample

为送往实验室供检验或测试而制备的样品。

[GB/T 20001.4]

3.2

试样 test sample

由实验室样品制备的从中抽取试料的样品。

[GB/T 20001.4]

3.3

试料 test portion

从试样中取得的(如试样与实验室样品两者相同,则从实验室样品中取得),并用以进行检验或观测的一定量的物料。

[GB/T 20001.4]

3.4

基准溶液 standard reference solution

用于标定其他溶液的作为基准的溶液。

注1:它由第一标准物质制备或用一些其他方法标定过。

注2:许多能用于制备标准溶液的基准溶液市场有售。

3.5

标准溶液 standard solution

由用于制备该溶液的物质而准确知道某种元素、离子、化合物或基团浓度的溶液。

3.6

校准溶液系列 set of calibration solution

为绘制校准曲线而配制的不同浓度待测组分的标准溶液系列,系列中每一校准溶液应符合下列要求:

- a) 不加待测试样。
- b) 含有已知准确量的待测组分。
- c) 用分子吸收光谱分析方法能测定其待测组分,并且测得的吸光度值和同浓度的样品溶液的吸光度值相同。

注:加入待测组分的量为零的校准溶液称为零校准溶液。

3.7

试验溶液 test solution

将试料按分子吸收光谱分析方法进行制备的溶液。

4 编写标准的基本要求

- 4.1 编写标准的基本要求应符合 GB/T 1.1 中的规定。
- 4.2 应按本标准所指定的顺序逐一编写。只有当给出的规定不适用时,方可省略。

5 标准的编写格式

一般构成和编写顺序如下:

5.1 概述部分

封面	(见 6.1 条)
目次	(见 6.1 条)
前言	(见 6.1 条)
引言	(见 6.1 条)

5.2 正文部分

名称	(见 6.1 条)
范围	(见 7.1 条)
规范性引用文件	(见 7.1 条)
方法原理	(见 7.2 条)
试剂和材料	(见 7.3 条)
仪器和设备	(见 7.4 条)
样品	(见 7.5 条)
分析步骤	(见 7.6 条)
安全措施	(见 7.6.1 条)
试料	(见 7.6.2 条)
试验溶液的制备	(见 7.6.3 条)
空白试验溶液的制备	(见 7.6.4 条)
校准和测定	(见 7.6.5 条)
校准溶液系列的制备	(见 7.6.5.1 条)
光谱测量	(见 7.6.5.2 条)
校准曲线的绘制	(见 7.6.5.3 条)
空白试验	(见 7.6.5.4 条)
分析结果的计算	(见 7.7 条)
精密度	(见 7.8 条)
特殊情况	(见 7.9 条)

5.3 附录

(见第 8 章)

上述构成部分不是任何一项标准都需要全部包括的。一项标准究竟应包括其中的哪些内容,可根

据具体对象的情况加以增减。

6 概述部分

应符合 GB/T 1.1 中的规定。

7 正文部分

7.1 范围

应符合 GB/T 1.1 中的规定。还应明确规定该分析方法所适用的产品以及待测元素(或组分)的含量范围。

7.2 方法原理

应扼要叙述方法的基本原理及主要步骤。一方面要说明原子吸收光谱测量前各个准备过程的物理原理和化学原理(如灰化、溶液的制备、萃取、分离、络合剂和光谱化学缓冲剂的加入),另一方面也要叙述原子吸收光谱测量阶段的特点。关于后一部分,应指出:

- a) 原子化器的类型(见 GB/T 4470)。
- b) 所用谱线的波长。
- c) 检测的类型和非特征衰减的校正。
- d) 方法的类型(见 GB/T 4470):直接测定法、插入法、(分析物)加入法、参比元素法、间接法。

7.3 试剂和材料

应符合 GB/T 20001.4 中有关试剂和材料的规定,且应特别写明供校准溶液系列用的标准溶液的配制方法。

7.4 仪器和设备

除一般实验室仪器外,对实验所用的特殊仪器和装置,应在本条款中予以规定;对光谱仪,则应指明:

- a) 发射特征线的光源。
- b) 原子化器的类型和特征(如燃烧器的类型,燃气和助燃器的种类等)。
- c) 最大允许光谱带宽;是否需要校正随机波动的装置。
- d) 其他特殊装置。

必要时,还要说明仪器的性能和检查仪器的条件。

7.5 样品

应符合 GB/T 20001.4 中有关“样品”的规定,说明试样制备的一切步骤。

注:在制备样品时,如有特殊要求,必须另加说明。

7.6 分析步骤

本条并不包括所有情况。如需要设计预备试验(例如检测或校正非特征衰减),标准制订者可将相应的款项插入到本条所规定的款项之间,使正文易于理解、方法易于执行。

7.6.1 安全措施

如分析步骤中有爆炸、着火或中毒等危险,则应用黑体字标明,并指出预防措施,如需详述安全措施或急救方法,可写入附录中。

7.6.2 试料

本条应按照 GB/T 20001.4 中有关“试料”的规定,并写明供试验用的试料量(以质量或体积计)。

7.6.3 试验溶液的制备

在本条款中所给出的试料的质量(或体积)仅是指南性的大约数量,由于它随所用仪器的灵敏度和所选择的校准范围而变化,因此可适当的增加或减少。根据这一前提,编制标准时,应写明供仪器使用

的试液中样品的最大和最小允许浓度。

应准确指出光谱测量之前,供分析用试料所有物理的和化学的处理步骤,并清楚描述能影响分析结果的细节。

7.6.4 空白试验溶液的制备

应写明如何制备空白试验溶液(见 GB/T 4470 中的定义)。

在某些情况下,可通过参照 7.6.3 条来说明如何制备空白试验溶液。

7.6.5 校准和测定

7.6.5.1 校准溶液系列的制备

应写明用于配置校准溶液系列的各标准溶液的浓度,包括从零补偿溶液到含有最大允许量待测元素的溶液。

给出的校准溶液系列范围仅是指南性的大约范围,由于最佳范围随仪器灵敏度而定,故可略加改变。在此情况下,分析操作者经检查确信可能的干扰仍能被校正并且无其他干扰出现之后,应调整供仪器测量的试液中分析元素的浓度,以获得最佳浓度条件。

7.6.5.2 光谱测量

本项应包括:

- a) 测量所用的波长和光谱带宽。
- b) 必要时,写明观察高度(见 GB/T 4470)。
- c) 使用火焰时,应写明火焰的特性(如氧化性火焰或还原性火焰)。
- d) 使用无火焰原子化器时,应明确指出每次测量时的分析元素的允许量、加热温度-时间程序、原子化器的几何形状、材质和气体种类、质量、通气方式。
- e) 指出用于调节仪器至吸光度为零的溶剂空白(见 GB/T 4470 中的定义)。

7.6.5.3 标准曲线的绘制

将测得的吸光度值对校准溶液系列的浓度作图或确定一元线性回归方程,并说明曲线或方程的线性工作范围。

然而在有些场合下,详细说明如何绘制分析曲线,是更为合适的,在本项中至少须指出一个校准溶液应测得吸光度的近似值。

7.6.5.4 空白试验

若空白试验溶液与校准溶液系列中零补偿溶液不同而且要用空白试验溶液来对样品的测量校正时,需编写此条款,否则可不必编写。

7.7 分析结果的计算

应写明如何根据下列各项计算分析结果:

- a) 根据 7.6.5.3 条得到的分析函数,或校准曲线。
- b) 根据 7.6.5.2 条得到的吸光度测量结果。
- c) 如有必要,根据 7.6.5.4 条得到的空白试验的吸光度测量结果。
- d) 所用的试料量(见 7.6.2 条)。

另外,应写明所用的计量单位。

7.8 精密度

除给出方法的精密度(重复性和再现性)外,还应列出所有能确定方法适宜性的因素,如灵敏度、准确度和可靠性(见 GB/T 4470 中的定义)。

7.9 特殊情况

应写明由于分析的样品中某些特殊元素的存在与否而需要改变的分析步骤。为明了起见,即使改

动较小,也应起草本条款,而不宜用“注”的方式来描述这种改变。

8 附录

应符合 GB/T 1.1 中 6.4 条的规定。此外,还必须指出干扰组分及其产生干扰(见 GB/T 4470)时的含量以及使所规定的分析步骤不能应用的其他来源的干扰。还应指出任何特殊情况及其所涉及的条款。
