

ICS 71.040.01
G 04
备案号:23760—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2955—2008
代替 HG/T 2955—1989

分子吸收光谱分析方法标准编写格式

Layouts for standards of molecular 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 78-3 : 1983《化学 标准格式 第 3 部分:分子吸收光谱分析法标准》对 HG/T 2955—1989《分子吸收光谱分析法标准编写格式》的修订。

本标准代替 HG/T 2955—1989。

本标准与 HG/T 2955—1989 相比,主要差异有:

——标准内容、结构按 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)负责解释并归口。

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。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 10713—1989, HG/T 2955—1989。

分子吸收光谱分析方法标准编写格式

1 范围

本标准规定了编写在可见光区和近紫外光区被测溶液的分子吸收光谱分析方法标准的一般结构、内容和要求。

本标准适用于编写在可见光区和近紫外光区分子吸收光谱分析方法标准。

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，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：标准的编写和编写规则

GB 8322—1987 分子吸收光谱法术语 (eqv ISO 6286 : 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

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。

3.5

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。

3.6

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。

3.7

空白试验溶液 blank test solution

指和试验溶液的制备方法相同,但不含待测组分的溶液。空白试验可由下述某一样品来制备。

- a) 经处理后确证其中待测组分含量在方法规定检出的极限以下,而其他特征不变的等量样品。
- b) 除不含待测组分外,其他组分和试样完全相同或非常近似的等量物质。
- c) 在测定条件下呈惰性且不含待测组分的物质(如水)。
- d) 不加任何样品。

根据基体对待测组分的干扰及其消除的情况,以待测组分在空白试验溶液中和试验溶液中的测定灵敏度一致为原则选择上述四种样品之一。

3.8

样品溶液 sample solution

供直接进行吸光度测量而制备的溶液。它可根据仪器的灵敏度和选定的校准曲线范围从试验溶液中分取一定量进行稀释而制得。

3.9

参比溶液 reference solution

测量样品溶液或校准溶液的吸光度时,用作比较的溶剂或补偿溶液。

3.10

补偿溶液 compensation solution

为消除试剂本身特征吸收(有时要消除样品中待测组分引起的吸收等)而制备的溶液。它在不能用溶剂作参比溶液情况下使用。

补偿溶液包括:

- a) 校准补偿溶液。
- b) “零”校准补偿溶液。
- c) 样品补偿溶液。
- d) 空白试验补偿溶液。

注:制备这些溶液时所用的全部试剂在该溶液中的浓度应与其在相应溶液(校准溶液系列、零校准溶液、样品溶液、空白试验溶液)中的浓度相同。

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 7.1 条)

范围

(见 7.2 条)

规范性引用文件

(见 7.2 条)

方法原理

(见 7.3 条)

试剂和材料

(见 7.4 条)

仪器和设备

(见 7.5 条)

样品

(见 7.6 条)

分析步骤

(见 7.7 条)

安全措施

(见 7.7.1 条)

试料

(见 7.7.2 条)

试验溶液的制备

(见 7.7.3 条)

空白试验溶液的制备(或空白试验)

(见 7.7.4 条)

校准

(见 7.7.5 条)

校准溶液系列的制备

(见 7.7.5.1 条)

校准溶液吸光化合物的生成

(见 7.7.5.2 条)

校准补偿溶液

(见 7.7.5.3 条)

吸光度测量

(见 7.7.5.4 条)

校准曲线的绘制

(见 7.7.5.5 条)

测定

样品溶液吸光化合物的生成

(见 7.7.6.1 条)

样品补偿溶液

(见 7.7.6.2 条)

吸光度测量

(见 7.7.6.3 条)

空白试验

(见 7.7.6.4 条)

分析结果的表述

(见 7.8 条)

精密度

(见 7.9 条)

其他

(见 7.10 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 名称

应符合 GB/T 1.1 中的规定,还应明确该分析方法能应用的对象,要测定的成分以及该分析方法的特点。

7.2 范围

应符合 GB/T 1.1 中的规定,一般应明确规定分析方法所适用的对象以及待测组分的含量范围。

7.3 方法原理

应简要叙述分析方法的基本原理及主要步骤,必要时,列出主要的化学方程式,尽可能用离子反应

式表示。一方面应叙述分析方法在测定前各准备阶段(如灰化、溶液制备、萃取、分离、络合等)物理原理和化学原理,另一方面亦应叙述方法的特点如:

- a) 吸光化合物生成时的细节及其特点。
- b) 吸光化合物生成反应过程中的注意事项。
- c) 测量时的波长,并说明该波长是否符合光谱的最大吸收波长,如不符合,应说明其理由。

7.4 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。

应规定试剂的纯度,必要时,须写明提纯和检验试剂纯度的方法。

7.5 仪器和设备

对实验室常用仪器可不作说明,但必须规定分子吸收光谱仪给出响应时的最低要求条件,且特别应指出有效波长的最大允许光谱带宽和波长的允许波动范围。

如须用特殊厚度的吸收池,应加以说明。

必要时,还应说明对分子吸收光谱仪的主要性能的检查情况。

7.6 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。

7.7 分析步骤

本条叙述的内容,并不适用于所有情况,有时为了制备本条所规定的一种或几种溶液时,需进行某些准备试验(例如调整 pH 以达到符合测定条件的要求)或控制试验(例如为适应溶液介质的某种特殊要求,要控制试剂的质量和用量等),因此,为了使正文易于理解,方法易于掌握,标准编写者亦可把相应的内容编写成细条插到本条所规定的细条之间。

在编写标准时,尽可能包括本条规定的全部内容,并按规定顺序编号。

7.7.1 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。

7.7.2 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)。

7.7.3 试验溶液的制备

由于试料量仅是指导性的大约数量,它可随仪器的灵敏度和选定的校准曲线范围适当的增减。因此试验溶液和样品溶液中样品的最大和最小的允许浓度需根据校准曲线的线性工作范围确定。

应准确叙述在吸光化合物发色之前,供分析用试料所必须进行的一切化学上或物理上的处理,并应说明可能影响分析结果的因素。

7.7.4 空白试验溶液的制备(或空白试验)

本条标题依内容而定,如果内容不包括吸光化合物生成的分析步骤,就按“空白试验溶液的制备”,否则称为“空白试验”。

在上述两种情况下也有如下实质性的差异:

- a) 有时内容应详述,不然会影响测定结果。如在空白试验溶液中由于不存在待测样品的某些成分,可能导致空白试验溶液和样品溶液的某些情况(如 pH)不完全相同,因此,在制备方法上应详述。
- b) 当用制备试验溶液的方法来制备空白试验溶液时,则本条内容可在“试验溶液的制备”条中简单提及。
- c) 在某种情况下,校准溶液系列中的未加待测物质能代替空白试验溶液。

7.7.5 校准

7.7.5.1 校准溶液系列的制备

本条应写明制备从零到最大允许量的待测组分的校准溶液系列时,所需标准溶液的体积数。

规定的校准溶液系列范围仅是指导性的大约范围,由于它是随仪器灵敏度而变,故可适当地增减,为了获得最佳试验条件,分析人员对试验溶液最后的稀释程度应作调整。

7.7.5.2 校准溶液吸光化合物的生成

本条应详述用于吸光度测量的校准溶液系列中每一校准溶液的配制操作步骤。

必要时,要说明:

a) 吸光化合物生成反应过程中的注意事项和各种试剂加入的顺序、时间间隔及获得生成吸光化合物所需的时间,如果没有任何规定,说明吸光化合物生成反应是完全的和瞬时的。

b) 完成吸光化合物生成反应的温度。

c) 吸光化合物的稳定时间。

如没有以上这些规定,则表明:

a) 一切操作可连续进行。

b) 可在 10 °C ~ 40 °C 之间操作。

c) 吸光化合物的吸光度不须随时间变化进行校准。

7.7.5.3 校准补偿溶液

如果要制备对校准溶液系列进行补偿的溶液,应写明其制备的全过程(或仅是校准溶液系列的修正过程)。

7.7.5.4 吸光度测量

本条应说明下列细则。

7.7.5.4.1 应写明测量波长。通常应绘制吸收光谱图,从而找出与使用仪器有关的光谱的最大吸收波长,但有时为了避免来自其他吸光物质的干扰,对某些特殊的分析也可选用非峰值处的波长。

7.7.5.4.2 应写明调整仪器至吸光度为零的参比溶液,此参比溶液可以是:

a) 最好是方法中使用的水或溶剂。

b) 校准补偿溶液。

c) 空白试验溶液。

d) 校准溶液系列中零校准溶液。

不管采用上述何种溶液,均对测量性质(如样品特性、吸光化合物性质及分析步骤的特点等)影响不大。

必须采用特殊参比溶液时,要加以说明,并用“必须”一词加以强调。

7.7.5.4.3 应写明测量温度:如果本条对温度没有作具体规定,即表明:可在 10 °C ~ 40 °C 之间操作,不需任何特殊措施。但只要求待测溶液(包括各种参比溶液)的温度波动所引起的体积变化必须小到忽略不计。

注:对单光束分子吸收光谱仪而言,使用 10 °C ~ 40 °C 之间的不同温度时,对操作温度必须根据使用仪器的要求进行校准。

7.7.5.4.4 应写明适用于校准溶液系列范围的吸收池厚度。

7.7.5.5 校准曲线的绘制

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。

绘制校准曲线应注意以下几点:

a) 一般至少应当有五个点(不包括零点)。

b) 规定重新绘制的条件或规定每次样品测量的同时应进行校准曲线吸光度的测量。

7.7.6 测定

7.7.6.1 样品溶液吸光化合物的生成

本条应写明制备样品溶液的操作步骤,其他内容与 7.7.5.2 条相同。

7.7.6.2 样品补偿溶液

本条可参照 7.7.5.3 条编写。

7.7.6.3 吸光度测量

本条叙述内容与 7.7.5.4 条关于完成校准溶液系列的“吸光度测量”的内容等同。

用于调节仪器至吸光度为零的参比溶液可以是:

- a) 方法中使用的水或溶剂。
- b) 样品补偿溶液。
- c) 空白试验溶液。
- d) 校准溶液系列中的零校准溶液。

当这几种溶液具有等效时,最好选用方法中使用的水或溶剂作参比溶液,并加注说明“如果所得值只作修正结果之用,则另一些参比溶液可等效使用”。

另外,必须采用特殊参比溶液时,要加以说明,并用“必须”一词加以强调。

7.7.6.4 空白试验

如果 7.7.4 条内容只限于空白试验溶液的制备,则应对本条内容进行编写。

7.8 分析结果的表述

本条应给出计算公式并应写明怎样从下面的数值中计算出待求的特性值:

- a) 按照 7.7.5.5 条得到的校准曲线。
- b) 按照 7.7.6.3 条得到的测量结果。
- c) 必要时,按照 7.7.6.4 条得到的测量结果。
- d) 用于制备试验溶液的试料量(见 7.7.2 条)。
- e) 试验溶液和样品溶液之间稀释倍数。

此外,应清楚表明所使用的计量单位。

7.9 精密度

一般应写明分析方法的精密度(即重复性和再现性),精密度的要求和编写应符合有关精密度标准的规定。

7.10 其他

除上述九方面的技术内容外,还可根据分子吸收光谱分析方法的特点和需要,合理编写其他技术内容,如对特殊情况的说明,试验报告、有关图表等。

8 附录

应符合 GB/T 1.1 中第 6.4 条的规定。当待测组分的含量范围,存在干扰时,还应指明干扰组分及其限量。

中华人民共和国
化工行业标准
原子吸收光谱分析方法标准编写格式
分子吸收光谱分析方法标准编写格式
HG/T 2954~2955—2008
出版发行：化学工业出版社
(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
北京云浩印刷有限责任公司印装
880mm×1230mm 1/16 印张 1 $\frac{1}{4}$ 字数 27 千字
2008 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷
书号：155025 · 0666

购书咨询：010-64518888
售后服务：010-64518899
网址：<http://www.cip.com.cn>
凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。
