



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 630—2007

火焰光度计

Flame Photometer

2007—02—28 发布

2007—08—28 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

火焰光度计检定规程

Verification Regulation of

Flame Photometer

JJG 630—2007
代替 JJG 630—1989

本规程经国家质量监督检验检疫总局于 2007 年 2 月 28 日批准，并自 2007 年 8 月 28 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：中国计量科学研究院

本规程委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

卢晓华（中国计量科学研究院）

参加起草人：

崔彦杰（中国计量科学研究院）

目 录

1 范围	(1)
2 参考文献	(1)
3 概述	(1)
4 计量性能要求	(1)
5 通用技术要求	(2)
6 计量器具控制	(2)
6.1 检定条件	(2)
6.2 检定项目	(3)
6.3 检定方法	(4)
6.4 检定结果的处理	(6)
6.5 检定周期	(6)
附录 A 线性回归中斜率与截距的计算	(7)
附录 B 火焰光度计检定记录格式(参考)	(8)
附录 C 检定证书内页格式	(10)

火焰光度计检定规程

1 范围

本规程适用于火焰光度计（以下简称仪器）的首次检定、后续检定和使用中检验。仪器的型式评价中有关计量性能试验可参照本规程进行。

2 参考文献

本规程参考下列文献：

JJF 1001—1998《通用计量术语及定义》

JJF 1033—2001《计量标准考核规范》

JBT 10058—2000《火焰光度计技术条件》

JJF 1059—1999《测量不确定度评定与表示》

3 概述

火焰光度计是根据被测元素的原子或离子受火焰激发后能发出其特征波长谱线的特性和 Ломакин（罗马金）公式，对样品中 K、Na 元素进行定量分析的仪器。

Ломакин 公式的数学表达式为：

$$I = ac^b \quad (1)$$

式中：I——谱线强度；

a——与激发元素的特性及激发光源等有关的系数，在固定实验条件下 a 为常数；

b——自吸收系数；

c——样品溶液中元素的浓度。

当样品中元素浓度较低时，b 值接近 1，则有：

$$I = ac \quad (2)$$

公式（2）是火焰光度分析的定量基础。

仪器的主要结构方框图如下：



图 1 火焰光度计仪器结构

火焰光度计的单体系统一般采用干涉滤光片作分光器件。

该类仪器按照读数方式可分为指针式仪器和数显式仪器，按照测量方式可分为浓度直读类和标准曲线回归类两类。

4 计量性能要求

火焰光度计的计量性能要求见表 1。

表 1 仪器计量性能要求

项 目	计 量 性 能
稳定性*	用标准溶液连续进样, 15 s 内仪器示值的相对最大变化量 $\leq 3\%$
	每分钟测量 1 次, 共测定 6 次, 仪器示值的相对最大变化量 $\leq 15\%$
重复性*	$\leq 3\%$
线性误差*	K: ≤ 0.005 mmol/L
	Na: ≤ 0.03 mmol/L
检测限*	K: 检测限 ≤ 0.004 mmol/L
	Na: 检测限 ≤ 0.008 mmol/L
滤光片透光特性	钾滤光片: 峰值波长误差的绝对值 ≤ 7 nm 钠滤光片: 峰值波长误差的绝对值 ≤ 5 nm
	钾滤光片: 半宽度 ≤ 15 nm; 钠滤光片: 半宽度 ≤ 15 nm
	钾滤光片: 背景透射比 $\leq 0.5\%$ 钠滤光片: 背景透射比 $\leq 0.5\%$
响应时间	< 8 s
样品吸喷量	< 6 mL/min
注: 1 标“*”项目为主要检定项目。 2 滤光片透光特性为仪器型式评价应进行的项目。	

5 通用技术要求

5.1 外观

5.1.1 仪器应有下列标识: 仪器名称、型号、出厂编号、制造厂名、制造日期、额定工作电源电压及频率, 国产仪器应有制造计量器具许可证标志及编号。

5.1.2 所有紧固件均应安装牢固, 连接件应连接良好, 各调节旋钮、按键和开关均能正常工作, 无松动现象, 电缆线的接插件应接触良好。

5.1.3 气路连接正确, 不得有漏气现象, 气源压力应符合出厂说明规定的指标。

5.1.4 外观不应有影响仪器正常工作的损伤。仪表的所有刻线应清晰、粗细均匀。指针的宽度不应大于刻线的宽度, 并应与刻线平行。数显部位显示清晰、完整。

5.2 安全性能

仪器的绝缘电阻应不小于 20 M Ω 。

6 计量器具控制

仪器的控制包括首次检定、后续检定和使用中检验。

6.1 检定条件

6.1.1 检定用标准器及配套设备

6.1.1.1 检定用标准物质

直接采用由国家计量行政部门批准的、具有《制造计量器具许可证》的火焰光度计用标准物质（浓度见表2），或使用由国家计量行政部门批准的具有《制造计量器具许可证》的标准物质及经过检定或校准并符合A级要求的标准容量器具配制的检定用标准溶液。检定用标准溶液的不确定度应不大于2%（ $k=2$ ）。

表2 火焰光度计用标准物质的浓度

mmol/L

序号 元素	1	2	3	4	5	6	7	8
K	0.004	0.010 0	0.020 0	0.040 0	0.060 0	0.080 0	0.100	0.200
Na	0.004	0.050 0	0.100	0.200	0.300	0.400	0.500	1.00

注：1号溶液仅用于检测限项目的检定。

6.1.1.2 二次蒸馏水或去离子水（电导率应小于 $0.2 \mu\text{S}/\text{cm}$ ）。

6.1.1.3 兆欧表，500 V，10级。

6.1.1.4 电子秒表，分度值不大于 0.1 s 。

6.1.1.5 紫外可见分光光度计，可见光区波长准确度优于 $\pm 2 \text{ nm}$ 。

6.1.1.6 10 mL或20 mL量筒，最小分度值 0.1 mL 。

6.1.2 检定环境条件

6.1.2.1 环境温度： $(10\sim 35)^\circ\text{C}$ 。

6.1.2.2 相对湿度： $\leq 85\%$ 。

6.1.2.3 电源：电压 $(220\pm 22)\text{V}$ ，频率 $(50\pm 1)\text{Hz}$ ，并具有良好的接地。

6.1.2.4 仪器应置于水平无震动的工作台上，操作时不得有摇动现象。

6.1.2.5 检定场所应通风良好，不得有强光直射，仪器周围无强磁场、电场或震动源干扰，无强气流影响。

6.2 检定项目

检定项目见表3。

表3 检定项目

序号	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检验
1	外观	+	+	+
2	绝缘电阻	+	—	—
3	稳定性	+	+	+
4	重复性	+	+	+
5	线性误差	+	+	+
6	检测限	+	+	+
7	滤光片透光特性	—	—	—

表 3 (续)

序 号	检 定 项 目	首 次 检 定	后 续 检 定	使 用 中 检 验
8	响应时间	+	+	-
9	样品吸喷量	+	+	+
注：“+”为应检项目，“-”为可检项目。				

6.3 检定方法

6.3.1 外观检查

按 5.1 要求，逐一进行检查。

6.3.2 绝缘电阻检定

在未接通电源时，打开仪器开关，用兆欧表测量电源进线端（相线或中线）与机壳间的绝缘电阻。

6.3.3 稳定性检定

6.3.3.1 仪器通电并点火，经预热稳定（不超过 30 min）后，用空白溶液（二次蒸馏水或去离子水）校正零点。

6.3.3.2 按下述方法校准仪器

采用标准曲线回归方式的仪器：用 0.06 mmol/L K 与 0.3 mmol/L Na 的混合标准溶液进行激发，指针式仪器将仪器示值调至 50%，数显式仪器将仪器示值调至 100.0。如上述方法不适用，则根据仪器数显范围，进行最佳化调节。

采用浓度直读方式的仪器：参照仪器说明书用适当浓度的校准溶液进行校准。

6.3.3.3 用 0.06 mmol/L K 与 0.3 mmol/L Na 的混合标准溶液连续进样 15 s，待稳定后连续观测并读出仪器示值与初值间的最大偏移量，计算仪器示值的相对最大变化量；然后在 5 min 内，对仪器不做任何调整并重复 6 次测量，每次测量间隔 1 min，计算仪器各次示值与初值间的最大偏移量，求出 6 次仪器示值的相对最大变化量。测量过程中进样管插入溶液的深度应没有相对明显的改变。仪器示值的相对最大变化量 R 由下式计算：

$$R = \frac{|\Delta I|}{I} \times 100\% \quad (3)$$

式中： ΔI ——仪器示值与初值间的最大偏移量；

I ——仪器初值。

注：对于某些测量量程较高的浓度直读式仪器，可选择量程中间浓度点进行稳定性检定；对于内标法仪器，应按照仪器说明书的规定在空白和标准溶液中加入适当浓度的内标元素进行各相关检定项目的检定。

6.3.4 重复性检定

6.3.4.1 用空白溶液（二次蒸馏水或去离子水）校正仪器零点后，按照 6.3.3.2 对仪器进行校准，对同一标准溶液重复进行 7 次连续独立测量（每次测量前允许调零），测量过程中进样管插入溶液的深度应没有相对明显的改变。

6.3.4.2 仪器测量的重复性以 7 次测量值的相对标准偏差表示：

$$RSD = \frac{1}{\bar{I}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^7 (I_i - \bar{I})^2}{6}} \times 100\% \quad (4)$$

式中：RSD——相对标准偏差，%；

I_i ——单次测量值；

$\bar{I}$ ——测量平均值。

6.3.5 线性误差检定

6.3.5.1 用空白溶液校正零点，并按照 6.3.3.2 对仪器进行灵敏度调节。

6.3.5.2 根据仪器灵敏度选择表 2 中系列 K、Na 元素混合标准溶液中相连的 5 个浓度点进行测量，每一溶液重复测量两次，取其平均值。

注：对于某些仪器，如表 2 中的系列 K、Na 元素混合标准溶液不适用，可根据具体情况另行配制标准溶液进行测量，但标准溶液最高点与最低点浓度的比值应不小于 5。

6.3.5.3 按照线性回归法求得标准工作曲线的截距、斜率（计算方法见附录 A）及标准工作曲线的线性方程，然后按照公式（7）计算标准曲线各点测量的线性误差 Δx_i ：

线性方程：

$$\bar{I}_i = a + bc_i \quad (5)$$

$$c_i = \frac{\bar{I}_i - a}{b} \quad (6)$$

线性误差：

$$\Delta x_i = c_i - c_{si} \quad (7)$$

式中： $\bar{I}_i$ ——两次谱线强度测量值的平均值；

c_i ——第 i 点按照线性方程计算出的测得浓度值，mmol/L；

c_{si} ——第 i 点标准溶液的标准浓度，mmol/L；

a ——工作曲线的截距；

b ——工作曲线的斜率， $(\text{mmol/L})^{-1}$ 。

6.3.6 检测限检定

6.3.6.1 在与 6.3.5 完全相同的工作状态下，对 0.004 mmol/L K 与 0.004 mmol/L Na 的混合溶液分别进行 11 次平行测量，并求出其标准偏差 s ：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{11} (I_{0i} - \bar{I}_0)^2}{10}} \quad (8)$$

式中： I_{0i} ——单次测量值；

$\bar{I}_0$ ——测量平均值。

6.3.6.2 按照式（9）分别计算仪器测定 K、Na 的检测限 $c_{L(k=3)}$ ：

$$c_{L(k=3)} = \frac{3s}{b} \quad (\text{mmol/L}) \quad (9)$$

式中： b ——工作曲线的斜率， $(\text{mmol/L})^{-1}$ 。

6.3.7 干涉滤光片透光特性

6.3.7.1 用经检定后符合规定要求的分光光度计检定仪器所配钾、钠干涉滤光片在可见光区的透光特性（检定时，干涉滤光片的平面应与入射光束垂直并预先进行透射比满度调节），绘制透射比-波长特性曲线（如图 2 所示）。

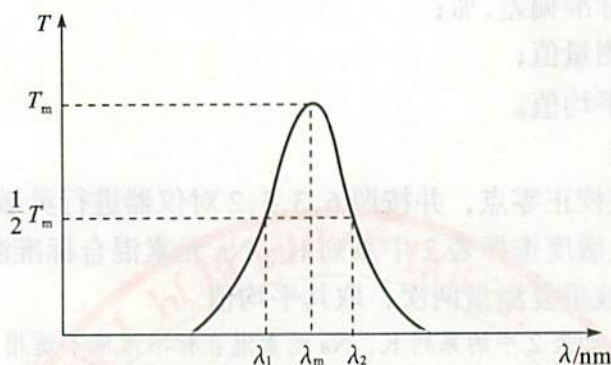


图 2 透射比-波长特性曲线

6.3.7.2 滤光片峰值波长误差为：

$$\Delta\lambda = \lambda_m - \lambda \quad (10)$$

式中： λ_m ——最大透射比 T_m 对应的波长，nm；

λ ——滤光片峰值波长标称值，对于钾滤光片， λ 为 766.5 nm，对于钠滤光片， λ 为 589.0 nm。

6.3.7.3 滤光片半宽度为：

$$\lambda_w = \lambda_2 - \lambda_1 \quad (11)$$

式中： λ_2 ， λ_1 ——透射比为 $T_m/2$ 时所对应的波长，nm。

6.3.7.4 背景透射比分别为在 589.0 nm 处钾滤光片的透射比和在 766.5 nm 处钠滤光片的透射比。

6.3.8 响应时间

用空白溶液（二次蒸馏水或去离子水）校正仪器零点后，按照 6.3.3.2 对仪器进行校准，然后回复到零点状态，重复测量，用秒表记下仪器自吸入标准溶液起至达到稳定示值 90% 的时间（单指示仪表仪器只测钾或钠一种元素即可）。

6.3.9 样品吸喷量

将空白溶液注入量筒内，插入吸样管，并用秒表计时 1 min，观察量筒中溶液减少量，即为样品吸喷量。

6.4 检定结果的处理

所有检定项目全部合格的仪器，发给检定证书；首次检定中任一检定项目不合格或在后续检定中任一主要检定项目（表 1 中标“*”项目）不合格，发给检定结果通知书，并注明不合格项目；后续检定中主要检定项目以外的其他项目不合格，在不影响使用的情况下，可发给检定证书，但须注明不合格项目。

6.5 检定周期

检定周期为 1 年。在此期间内，仪器经修理或对测量结果有怀疑时，应及时进行检定。

附录 A

线性回归中斜率与截距的计算

(1) 直线方程:

$$I_i = a + bc_i$$

(2) 斜率 b :

$$b = \frac{s_{cl}}{s_{cc}}$$

(3) 截距:

$$a = \bar{I} - \bar{c}$$

(4) 相关系数:

$$r = \frac{s_{cl}}{\sqrt{s_{cc}s_{II}}}$$

其中:

$$s_{cc} = \sum c^2 - \frac{(\sum c)^2}{n}$$

$$s_{II} = \sum I^2 - \frac{(\sum I)^2}{n}$$

$$s_{cl} = \sum cI - \frac{\sum c \sum I}{n}$$

上述式中: I ——响应值; b ——斜率; a ——截距; c ——标准溶液浓度; r ——线性相关系数; n ——标准曲线点数。

附录 B

火焰光度计检定记录格式 (参考)

仪器名称		实验室温度	
型 号		相对湿度	
制 造 厂		检 定 员	
出厂编号		复 核 员	
设备编号		检定日期	
送检单位		证书编号	
检定结果		记录编号	
检定依据			
标准物质名称、编号及批号			

一、外观检查:

二、稳定性

元素	浓度 c (mmol/L)	单次测量值 I_i (5 min)						初值	最大变化量	相对最大 变化量/%
		1	2	3	4	5	6			
K										
15 s 内仪器示值变动: 初值____; 最大变化值____; 相对最大变化量____%										

元素	浓度 c (mmol/L)	单次测量值 I_i (5 min)						初值	最大变化量	相对最大 变化量/%
		1	2	3	4	5	6			
Na										
15 s 内仪器示值变动: 初值____; 最大变化量____; 相对最大变化量____%										

三、重复性

元 素	浓度 c /(mmol/L)	7 次平行测量值 I_i	平均值 $\bar{I}$	标准偏差 s_i	相对标准偏差 RSD
K					
Na					

四、线性误差

(1) 钾

浓度 c_{si}							相关系数 r	截距 a	斜率 b
测量值									
I_1									
I_2									
$\bar{I}$									
回归出的浓度值 c_i									
线性误差									

(2) 钠

浓度 c_{si}							相关系数 r	截距 a	斜率 b
测量值									
I_1									
I_2									
$\bar{I}$									
回归出的浓度值 c_i									
线性误差									

五、检测限

元 素	11 次测量值 I_i	平均值 $\bar{I}$	标准偏差 s_I	检测限 $c_{L(k=3)}$
K				
Na				

六、滤光片透光特性 (供型式评价使用)

滤光片	峰值波长/nm	半宽度/nm	背景透射比/%
钾滤光片			
钠滤光片			

七、响应时间_____ s

八、样品吸喷量_____ mL/min

九、绝缘电阻_____ M Ω

十、结论:

附录 C

检定证书内页格式

检定技术依据:

检定环境条件: 温度_____ ; 湿度_____

检 定 结 果

检 定 项 目	检 定 结 果
外观	
绝缘电阻	
稳定性	
重复性	
线性误差	
检测限	
响应时间	
样品吸喷量	

中华人民共和国
国家计量检定规程

火焰光度计

JJG 630—2007

国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国计量出版社出版

北京和平里西街甲2号

邮政编码 100013

电话(010)64275360

<http://www.zgjl.com.cn>

北京市迪鑫印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

版权所有 不得翻印

*

880 mm×1230 mm 16开本 印张1 字数14千字

2007年6月第1版 2007年6月第1次印刷

印数1—2 000

统一书号 155026-2255 定价: 18.00元