



# 中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 939—2009

---

## 原子荧光光度计

Atomic Fluorescence Spectrophotometers

2009—10—09 发布

2010—04—09 实施

---

国家质量监督检验检疫总局 发布

# 原子荧光光度计检定规程

Verification Regulation for

Atomic Fluorescence Spectrophotometers

JJG 939—2009

代替 JJG 939—1998

---

本规程经国家质量监督检验检疫总局于 2009 年 10 月 9 日批准，并自 2010 年 4 月 9 日起施行。

归 口 单 位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：河北省计量科学研究所

河北省计量监督检测院

参加起草单位：中国计量科学研究院

北京科创海光仪器有限公司

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：**

杨 雪（河北省计量科学研究所）

冯金森（河北省计量科学研究所）

彭忠斌（河北省计量监督检测院）

**参加起草人：**

周志恒（北京科创海光仪器有限公司）

崔彦杰（中国计量科学研究院）

# 目 录

|                                     |       |
|-------------------------------------|-------|
| 1 范围·····                           | ( 1 ) |
| 2 概述·····                           | ( 1 ) |
| 3 计量性能要求·····                       | ( 2 ) |
| 4 通用技术要求·····                       | ( 2 ) |
| 5 计量器具控制·····                       | ( 2 ) |
| 5.1 检定条件·····                       | ( 2 ) |
| 5.2 检定项目·····                       | ( 3 ) |
| 5.3 检定方法·····                       | ( 3 ) |
| 5.4 检定结果的处理·····                    | ( 5 ) |
| 5.5 检定周期·····                       | ( 5 ) |
| 附录 A 检定用试剂和溶液配制方法 ·····             | ( 6 ) |
| 附录 B 检定记录格式 (参考) ·····              | ( 7 ) |
| 附录 C 检定证书内页格式 ·····                 | ( 9 ) |
| 附录 D 检定结果通知书内页格式 ·····              | (10)  |
| 附录 E 检定用双阴极空心阴极灯稳定性 (暂行) 检测方法 ····· | (11)  |
| 附录 F 荧光强度调节器 ·····                  | (12)  |

# 原子荧光光度计检定规程

## 1 范围

本规程适用于用空心阴极灯做光源的非色散原理原子荧光光度计（以下简称仪器）的首次检定、后续检定和使用中检验。

## 2 概述

该仪器可用于测量易形成氧化物的元素以及易形成气态组分或易还原成原子蒸气的元素。

该仪器是用由光源发出的特征辐射光照射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：

$$I_f = 2.303 \Phi I_0 K_\lambda N L (1 - 10^{-A}) \tag{1}$$

式中：  $I_f$ ——原子荧光强度；  
 $I_0$ ——光源辐射强度；  
 $\Phi$ ——原子荧光量子效率；  
 $L$ ——吸收光程；  
 $K_\lambda$ ——在波长  $\lambda$  时的峰值吸收系数；  
 $N$ ——单位长度内基态原子数。

对于给定的元素来说，当光源、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  $\rho$  有如下简单的关系（ $\alpha$  为常数）：

$$I_f = \alpha \rho$$

仪器的主要结构框图如图 1 所示。

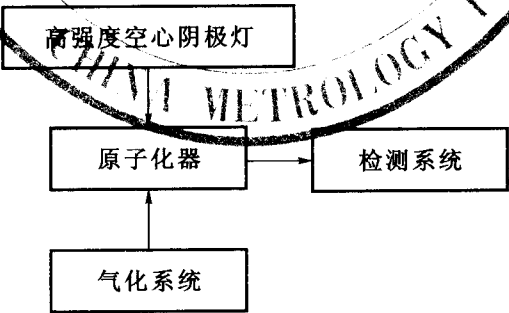


图 1 主要结构框图

仪器可分为单道、双道、多道等类型。

3 计量性能要求

原子荧光光度计的计量性能要求见表 1。

表 1 仪器计量性能要求

| 检定项目   |    | 计量性能                     |
|--------|----|--------------------------|
| 稳定性    | 漂移 | $\leq 5\%/30\text{ min}$ |
|        | 噪声 | $\leq 3\%$               |
| 检出限/ng |    | $\leq 0.4$               |
| 测量重复性  |    | $\leq 3\%$               |
| 测量线性   |    | $r \geq 0.997$           |
| 通道间干扰  |    | $\pm 5\%$                |

4 通用技术要求

- 4.1 仪器应有下列标志：仪器名称、型号、出厂编号、制造厂名、出厂日期等。国产仪器应有制造计量器具许可证标志及编号。
- 4.2 仪器及附件的所有紧固件应紧固良好，运动部件应平稳，活动自如。
- 4.3 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。

5 计量器具控制

计量器具的控制包括首次检定、后续检定和使用中检验。

5.1 检定条件

5.1.1 检定用标准器及配套设备

- 5.1.1.1 双阴极空心阴极灯（As、Sb），其起辉性能及稳定性应符合附录 E 的要求。
- 5.1.1.2 检定用标准物质：砷、锑溶液标准物质。该溶液必须是国家计量行政部门批准颁布并具有相应标准物质《制造计量器具许可证》的单位提供的标准物质。其配制后浓度和不确定度列于表 2。

表 2 标准溶液的浓度及其不确定度

| 溶液名称                 | 浓 度      | 不确定度            |
|----------------------|----------|-----------------|
| 空白                   | 0.5% HCl | —               |
| 砷锑混合标准溶液<br>/(ng/mL) | 1.0      | 3%<br>( $k=2$ ) |
|                      | 5.0      |                 |
|                      | 10.0     |                 |
|                      | 20.0     |                 |

注：单道只做砷元素；双道和多道做砷、锑两元素。

- 5.1.1.3 二次蒸馏水或去离子水。
- 5.1.1.4 电子秒表，分度值不大于 0.1 s。
- 5.1.1.5 玻璃量器：A 级。
- 5.1.1.6 天平：最大称量 200 g 或 500 g，分度值不大于 0.1 g。
- 5.1.2 检定环境条件
- 5.1.2.1 环境温度：(15~30)℃。
- 5.1.2.2 相对湿度：≤80%。
- 5.1.2.3 电源：电压 (220±22)V，频率 (50±0.5)Hz，并具有良好的接地。
- 5.1.2.4 仪器工作环境应明亮、整洁、无尘、无腐蚀性气体、通风良好。
- 5.1.2.5 仪器应安放在平稳无振动的工作台上，仪器上方应有排风系统，附近应无强电磁场干扰。
- 5.2 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                     | 稳定性   | +    | +    | +     |
| 3                     | 检出限   | +    | +    | +     |
| 4                     | 测量重复性 | +    | +    | +     |
| 5                     | 测量线性  | +    | +    | +     |
| 6                     | 通道间干扰 | +    | —    | —     |
| 注：“+”为应检项目，“—”为可不检项目。 |       |      |      |       |

### 5.3 检定方法

#### 5.3.1 外观检查

按第 4 条的要求，逐一进行检查。

#### 5.3.2 稳定性

开机，不点火，点亮砷、铈灯，灯电流调至 (30~90)mA，负高压置于 300 V 左右。预热 30 min，调整静态模拟信号的荧光强度初始值为 500 左右（如需要可在原子化器上部放置一个荧光强度调节器），进行模拟记录。连续测量 30 min，计算仪器的漂移（最大漂移量除以初始值）和噪声（最大的峰-峰值除以初始值）。

#### 5.3.3 通道间干扰

仪器在不点火、静态的测量条件下，在双道或多道的原子化器上部放置一个荧光强度调节器，调整代表空心阴极灯 A 道或 B 道的灯电流，使两道间模拟信号荧光强度的

比大于 100。测定 A 道对 B 道的干扰, 则 B 道的荧光强度应调到 50 左右为基数, 先同时测量 A、B 两道, 记录 B 道荧光强度值, 测量三次取算术平均值为  $\bar{I}_{f2}$ ; 然后将 A 道出光口挡住, 单道测量 B 道的荧光强度值, 测量三次取算术平均值为  $\bar{I}_{f1}$ , 按式 (2) 计算 A、B 之间的通道间干扰 RE。

测量三道或三道以上仪器的通道间干扰时, 应测量 A 与 B, B 与 C 和 C 与 A 之间的三种通道间干扰, 依次类推。

$$RE = \frac{\bar{I}_{f1} - \bar{I}_{f2}}{\bar{I}_{f1}} \times 100\% \quad (2)$$

### 5.3.4 检出限

5.3.4.1 将仪器各参数调至最佳工作状态, 用硼氢化钠 (或硼氢化钾) 作还原剂分别对 0.0, 1.0, 5.0, 10.0 ng/mL 砷锑混合标准溶液进行 3 次重复测量, 记录荧光强度测量值, 取算术平均值后, 按线性回归法求出斜率  $b$ 。

$$b = dI_f / d(\rho V) \quad (3)$$

式中:  $I_f$ ——荧光强度测量值;

$\rho$ ——溶液质量浓度, ng/mL;

$V$ ——进样体积, mL。

5.3.4.2 与 5.3.4.1 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  $s_0$ :

$$s_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{11} (I_{f0i} - \bar{I}_{f0})^2}{11-1}} \quad (4)$$

式中:  $I_{f0i}$ ——单次空白的荧光强度测量值;

$\bar{I}_{f0}$ ——11 次空白的荧光强度测量值的算术平均值。

5.3.4.3 按下式分别计算仪器测砷、锑的检出限:

$$Q_L = 3s_0 / b \quad (5)$$

### 5.3.5 测量重复性

在进行 5.3.4 条测量时, 对质量浓度为 As 10.0 ng/mL 和 Sb 10.0 ng/mL 的砷锑混合标准溶液连续进行 7 次重复测量, 求出其相对标准偏差 (RSD):

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

式中:  $I_f$ ——荧光强度测量值;

$\bar{I}_f$ ——7 次荧光强度测量值的算术平均值。

### 5.3.6 测量线性

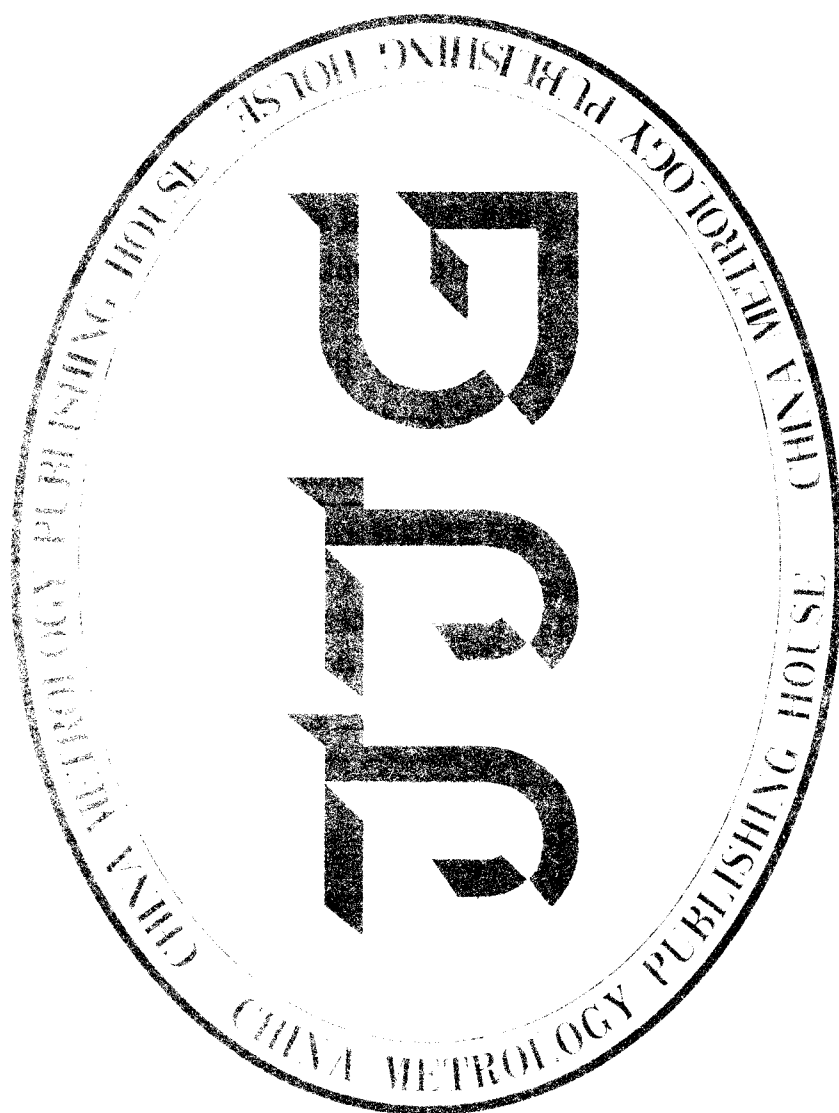
将仪器各参数调至最佳工作状态, 分别对 0.0, 1.0, 5.0, 10.0, 20.0 ng/mL 砷锑混合标准溶液进行 3 次重复测量, 取其荧光强度测量值的算术平均值后, 按线性回归法求出工作曲线的线性相关系数  $r$ 。

#### 5.4 检定结果的处理

检定项目全部合格的仪器，发给检定证书；检定项目不合格的仪器，发给检定结果通知书，并注明不合格项目。

#### 5.5 检定周期

检定周期一般不超过1年。



## 附录 A

## 检定用试剂和溶液配制方法

A.1 盐酸：优级纯。

A.2 硼氢化钠（硼氢化钾）：纯度不低于 95%。

A.3 氢氧化钠（氢氧化钾）：分析纯。

A.4 硫脲：分析纯。

A.5 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。例如配制 7.0 g/L 质量浓度的溶液：称取 7.0 g 硼氢化钠（硼氢化钾），溶于预先加入 2.0 g 氢氧化钠（氢氧化钾）的 200 mL 二次去离子水中，搅拌至全溶，再用二次去离子水稀释至 1 000 mL，必要时可用脱脂棉花过滤。

A.6 100 g/L 硫脲的配制

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

A.7 检定用砷、锑标准混合溶液：见表 A.1。

表 A.1 检定用砷锑混合标准溶液的质量浓度

| 检定用砷锑混合标准溶液的质量浓度/(ng/mL) | 检定用砷锑混合标准溶液的配制方法 |       |                 |         |              |
|--------------------------|------------------|-------|-----------------|---------|--------------|
|                          | 配制时取标准储存溶液       |       | 取 100 g/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 | 20              | 10      | 100          |
| 0.0+0.0                  | 0.0+0.0          | 0     | 20              | 10      | 100          |
| 1.0+1.0                  | 100.0+100.0      | 1     | 20              | 10      | 100          |
| 5.0+5.0                  | 100.0+100.0      | 5     | 20              | 10      | 100          |
| 10.0+10.0                | 100.0+100.0      | 10    | 20              | 10      | 100          |
| 20.0+20.0                | 100.0+100.0      | 20    | 20              | 10      | 100          |

## 附录 B

## 检定记录格式 (参考)

|      |  |                  |  |
|------|--|------------------|--|
| 仪器名称 |  | 型号               |  |
| 温度   |  | 相对湿度             |  |
| 制造厂  |  | 出厂编号             |  |
| 检定员  |  | 核验员              |  |
| 检定日期 |  | 证书编号             |  |
| 送检单位 |  | 检定结论             |  |
| 检定依据 |  | 标准物质名称、<br>编号及批号 |  |

一、外观:

二、稳定性: 负高压\_\_\_\_\_ V 测量时间\_\_\_\_\_ min

漂移 (As) \_\_\_\_\_%、(Sb) \_\_\_\_\_% 噪声 (As) \_\_\_\_\_%、(Sb) \_\_\_\_\_%

三、代表元素检出限、重复性和测量线性

通道 1 灯电流\_\_\_\_\_ mA 通道 2 灯电流\_\_\_\_\_ mA 负高压\_\_\_\_\_ V 进样体积\_\_\_\_\_ mL

| $\rho/(\text{ng/mL})$ | $I_{\text{f}}$ |                              | $\bar{I}_{\text{f}}$ |  | $s$ |  |
|-----------------------|----------------|------------------------------|----------------------|--|-----|--|
| 空白溶液 11 次             | As:            |                              |                      |  |     |  |
|                       | Sb:            |                              |                      |  |     |  |
| 1.0                   | As:            |                              |                      |  |     |  |
|                       | Sb:            |                              |                      |  |     |  |
| 5.0                   | As:            |                              |                      |  |     |  |
|                       | Sb:            |                              |                      |  |     |  |
| 10.0                  | As:            |                              |                      |  |     |  |
|                       | Sb:            |                              |                      |  |     |  |
| 20.0                  | As:            |                              |                      |  |     |  |
|                       | Sb:            |                              |                      |  |     |  |
| 斜率 $b/\text{ng}^{-1}$ | As             | 检出限 $Q_{\text{L}}/\text{ng}$ | As                   |  |     |  |
|                       | Sb             |                              | Sb                   |  |     |  |
| RSD/%                 | As             | 相关系数 $r$                     | As                   |  |     |  |
|                       | Sb             |                              | Sb                   |  |     |  |

## 四、通道间干扰

通道 1 灯电流 \_\_\_\_\_ mA 通道 2 灯电流 \_\_\_\_\_ mA 负高压 \_\_\_\_\_ V

| 读数方式     | 1 | 2 | 3 | 平均值 | 通道间干扰 |
|----------|---|---|---|-----|-------|
| $I_{f1}$ |   |   |   |     |       |
| $I_{f2}$ |   |   |   |     |       |

通道 2 灯电流 \_\_\_\_\_ mA 通道 3 灯电流 \_\_\_\_\_ mA 负高压 \_\_\_\_\_ V

| 读数方式     | 1 | 2 | 3 | 平均值 | 通道间干扰 |
|----------|---|---|---|-----|-------|
| $I_{f1}$ |   |   |   |     |       |
| $I_{f2}$ |   |   |   |     |       |

通道 3 灯电流 \_\_\_\_\_ mA 通道 1 灯电流 \_\_\_\_\_ mA 负高压 \_\_\_\_\_ V

| 读数方式     | 1 | 2 | 3 | 平均值 | 通道间干扰 |
|----------|---|---|---|-----|-------|
| $I_{f1}$ |   |   |   |     |       |
| $I_{f2}$ |   |   |   |     |       |

附录 C

检定证书内页格式

- 一、计量标准证书编号：  
二、使用的计量标准器：  
三、检定环境条件：温度\_\_\_\_\_℃；湿度\_\_\_\_\_RH

检 定 结 果

| 检定项目    |               | 检定结果 |
|---------|---------------|------|
| 外 观     |               |      |
| 稳定性     | 漂移/(%/30 min) |      |
|         | 噪声/％          |      |
| 检测限/ng  |               |      |
| 测量重复性/％ |               |      |
| 测量线性    |               |      |
| 通道间干扰/％ |               |      |

## 附录 D

## 检定结果通知书内页格式

一、计量标准证书编号：

二、使用的计量标准器：

三、检定环境条件：温度\_\_\_\_\_℃； 湿度\_\_\_\_\_RH

## 检 定 结 果

| 检定项目    |               | 检定结果 |
|---------|---------------|------|
| 外 观     |               |      |
| 稳定性     | 漂移/(%/30 min) |      |
|         | 噪声/%          |      |
| 检测限/ng  |               |      |
| 测量重复性/% |               |      |
| 测量线性    |               |      |
| 通道间干扰/% |               |      |
| 不合格项目：  |               |      |

## 附录 E

### 检定用双阴极空心阴极灯稳定性（暂行）检测方法

用经检测合格的原子荧光光度计对双阴极空心阴极灯的性能进行下列检测，测试条件同 5.3.2。

#### E.1 起辉性能检查

按双阴极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灯内，阳极区不得出现辉光。

#### E.2 稳定性检查

预热 30 min 后，连续记录 30 min，其发射强度的最大漂移量应不超过 $\pm 2\%$ 。

## 附录 F

## 荧光强度调节器

荧光强度调节器由金属物质制成，可辅助调节荧光强度值的大小，没有计量性能要求。

荧光强度调节器示意图如图 F.1 所示。

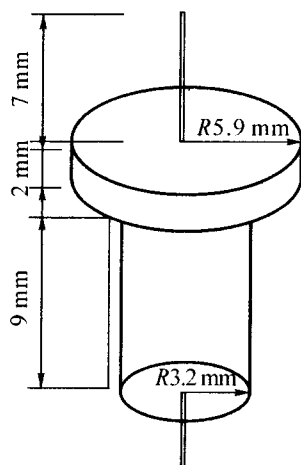


图 F.1 荧光强度调节器

中华人民共和国  
国家计量检定规程  
原子荧光光度计  
JJG 939—2009  
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17千字  
2010年1月第1版 2010年1月第1次印刷  
印数1—2 000  
统一书号 155026—2458 定价: 24.00元