

ICS 13.310
A 92



中华人民共和国国家标准

GB/T 19267.5—2008
代替 GB/T 19267.5—2003

GB/T 19267.5—2008

刑事技术微量物证的理化检验 第5部分：原子吸收光谱法

Physical and chemical examination of trace evidence in forensic sciences—
Part 5: Atomic absorption spectrometry

中华人民共和国
国家标准
刑事技术微量物证的理化检验
第5部分：原子吸收光谱法
GB/T 19267.5—2008

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

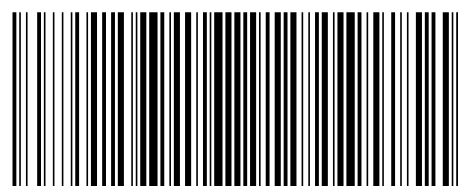
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

书号：155066·1-34852 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 19267.5—2008

2008-08-14 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 19267《刑事技术微量物证的理化检验》分为 12 个部分：

- 第 1 部分：红外吸收光谱法；
- 第 2 部分：紫外-可见吸收光谱法；
- 第 3 部分：分子荧光光谱法；
- 第 4 部分：原子发射光谱法；
- 第 5 部分：原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：扫描电子显微镜/X 射线能谱法；
- 第 7 部分：气相色谱-质谱法；
- 第 8 部分：显微分光光度法；
- 第 9 部分：薄层色谱法；
- 第 10 部分：气相色谱法；
- 第 11 部分：高效液相色谱法；
- 第 12 部分：热分析法。

本部分为 GB/T 19267 的第 5 部分。

本部分代替 GB/T 19267.5—2003《刑事技术微量物证的理化检验 第 5 部分：原子吸收光谱法》。

本部分与 GB/T 19267.5—2003 相比主要变化如下：

- 在“原理”部分，主要说明了该方法的定性和定量分析的依据，删除了该分析方法的特点的介绍（见本部分和 GB/T 19267.5—2003 的第 4 章）；
- 增加了仪器组成的各个部分（本部分的 5.1~5.4）；
- 增加了两种原子吸收光谱的联用技术（本部分的 5.6）；
- 增加了背景校正的内容（本部分的 7.1.4）；
- 删除了过时的仪器操作方法（GB/T 19267.5—2003 的 5.2）；
- 说明了所用试剂的级别（本部分的 6.3）。

本部分由中华人民共和国公安部提出。

本部分由全国刑事技术标准化技术委员会理化检验标准化分技术委员会（SAC/TC 179/SC 4）归口。

本部分起草单位：河南省公安刑事科学技术研究所。

本部分主要起草人：黄勇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 19267.5—2003。

6.3 试剂

检材处理和样品制备所用的试剂,加入的酸用光谱纯硝酸、硫酸、盐酸、高氯酸、氢氟酸等消化试剂;碱用优级纯试剂;水为电导率小于 18 MΩ 的去离子。

7 试验方法

7.1 试验条件选择

7.1.1 选择分析线波长

各种元素在 190 nm~900 nm 的分析范围内有数条吸收线,但能作为分析线且有较高灵敏度的只有一两条,选择分析线时应首选灵敏度高、稳定性好的作为分析线。如果样品浓度超过了工作曲线的线性范围或有其他元素的谱线重叠干扰,则可选择次灵敏线作为分析线。

7.1.2 调节灯电流

根据分析元素、仪器型号及空心阴极灯的情况,在允许最大的工作电流内将灯电流调节至较好的灵敏度和线性范围且读数又稳定地最佳状态,一般为 3 mA~40 mA 之间,常用值 10 mA~15 mA。用单光束分析时,空心阴极灯应提前预热,待光强度稳定后再进行分析。

7.1.3 选择工作参数

狭缝的宽度、光电倍增管电压、燃烧器位置、火焰类型、气体流量、进样量及进样速度、石墨炉温度、时间等工作参数及条件对分析灵敏度、检出限及线性范围等指标均有不同程度的影响。须经过实验,选择最佳工作条件。

7.1.4 背景校正

在原子吸收光谱分析中,背景吸收主要来自分子吸收、光散射和谱线重叠。背景吸收导致测定结果偏高,校正曲线弯曲,线性现行动态范围变窄,造成光子噪声急剧增加,使信噪比下降和检出限变坏。基于背景吸收明显的波长、温度、时间和空间特性,要正确地校正背景,必须满足如下三个基本条件:

- 必须在原子吸收线的同一波长测定背景吸收;
- 原子吸收和背景吸收必须在同一时间测定;
- 原子吸收和背景吸收的测量光束在石墨炉内完全重合。

7.2 绘制工作曲线

7.2.1 标准储备液的配制

用感量为万分之一(或以上)的分析天平准确称量待分析元素的金属、氧化物或盐类(高纯),用 HCl、HNO₃ 或王水溶解。溶解后转移到 100 mL 容量瓶中。以 1 mol/L 浓度的 HCl 或 HNO₃ 稀释至刻度,制成浓度为 1 g/L 的标准储备液。

7.2.2 标准溶液的配制

用移液管按梯度递增的量转移上述标准储备液于标准容量瓶中,并用 1% 的溶液定量稀释成具有梯度浓度的标准溶液。

7.2.3 绘制工作曲线

将所配制的具有梯度浓度的标准溶液在选定的工作条件下测试其吸光度,并绘制出吸光度对浓度的相关曲线。

7.3 样品测试

在选定工作条件下,保持各分析参数不变,分别测试标准溶液和待测样品的吸光度,记录吸光度的值。进行无火焰分析时由于信号变化较快,用记录器记录峰高数据或峰面积数据。

7.4 数据处理

7.4.1 标准对照法

将待测样品的吸光度与标准样品的吸光度相对照,求出样品浓度。计算公式为:

$$C = (A/A') \cdot C'$$

刑事技术微量物证的理化检验

第 5 部分:原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 19267 的本部分规定了原子吸收光谱的检验方法。
本部分适用于刑事技术领域微量物证的理化检验,其他领域亦可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 19267 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析术语(GB/T 4470—1998, idt ISO 6955: 1982)

GB/T 13966 分析仪器术语

GB/T 14666 分析化学术语

3 术语和定义

GB/T 4470、GB/T 13966、GB/T 14666 中确立的以及下列术语和定义适用于本部分。

3.1

原子吸收光谱法 atomic absorption spectrometry

基于测量样品蒸发气中被测元素的基态原子对特征辐射光的吸收,测定化学元素的方法为原子吸收光谱法。

3.2

空心阴极灯 hollow cathode lamp

属于辉光放电灯的一种,其阴极含有一种或多种元素的金属或合金的圆柱形空心体,操作时可使阴极溅射所产生的元素原子蒸气发射出特别窄的特征谱线。

3.3

火焰原子化器 flame atomizer

利用空气-乙炔火焰、氧化亚氮-乙炔火焰或其他火焰燃烧时所产生的高温和火焰的还原气氛将雾化后的分析样品转变成原子蒸气,供原子吸收分析用的装置。

3.4

石墨炉原子化器 graphite furnace atomizer

通过低电压、大电流控制石墨管的升温速度、温度、加热时间,达到石墨管中试样分子转变成原子蒸气,供原子吸收分析用的装置。

3.5

分析线波长 analytical line wavelength

每种元素的特征吸收谱线都不止一条,选择灵敏度较高无其他元素干扰的谱线作为分析谱线,这种元素的波长为分析线波长。