直流辉光放电质谱仪校准规范编制组

主编单位：国标（北京）检验认证有限公司

征求意见稿

2019-11-25

JJFZ（有色金属）003—20XX

直流辉光放电质谱仪校准规范

(编制说明)

1. 工作简况
   1. 立项目的

直流辉光放电质谱采用固体直接进样的方式对待测元素进行测定，是一种最为有效的固态痕量直接分析方法。与传统的湿化学法相比，缩短了样品前处理时间，同时也避免了由湿化学法带来的试剂和环境污染；中分辨4000，高分辨10000，可将绝大部分的干扰分开；灵敏度高，定量限可达ng/g级。直流辉光放电质谱法在现代高纯材料多元素快速分析方面优势明显。

辉光放电是在0.1~1 torr压力下的一种气体放电现场，形成低压等离子体的Ar+被加速到样品材料组成的阴极，样品在阴极表面被溅射，中性粒子在辉光放电等离子体中通过电子碰撞被电离。氩等离子体中形成的正电荷粒子被引入质量分析器，按照质荷比分离，最后由检测器进行检测。直流辉光放电质谱仪的灵敏度、质量轴、分辨率以及检测器的状态都会影响检测结果的准确性，因此有必要对直流辉光放电质谱仪的性能参数进行计量校准。科学的校准规范能够有效确保校准操作的规范性和校准结果的可靠性，能够有效确保该仪器测量的准确性。对于提升产品质量水平、推动有色金属产业升级具有十分重要的积极作用。

* 1. 任务来源

为保证和提升我国有色金属行业电解法分析试验数据的准确性，工业和信息化部办公厅于2018年6月20日下达了《工业和信息化部办公厅关于印发2018年行业计量技术规范制修订计划的通知》（工信厅科函[2018]210号），其中包括《直流辉光放电质谱仪校准规范》制订计划项目。该项目计划号为JJFZ（有色金属）003-2018，国标（北京）检验认证有限公司为主要起草单位，计划完成年限为2020年。

* 1. 项目编制组单位简况
     1. 编制组成员单位

本标准的编制组单位为：国标（北京）检验认证有限公司、国合通用测试评价认证股份公司、包头稀土研究院、甘肃精普监测科技有限公司。编制组成员单位均是我国有色金属行业内主要从事计量、分析检测及科研的权威单位。

* + 1. 主编单位简介
       1. 国标（北京）检验认证有限公司

国标（北京）检验认证有限公司（以下简称“国标检验”）是中央企业有研科技集团有限公司（原北京有色金属研究总院）下属国合通用测试评价认证股份公司的全资子公司，注册资本4680.00万元。国标检验是中国有色金属和电子材料方面权威的第三方检验认证服务机构，管理运营着国家有色金属及电子材料分析测试中心、国家有色金属质量监督检验中心和工业（有色金属及半导体材料）产品质量控制和技术评价实验室等6个国家级和省部级中心/实验室，拥有辉光放电质谱仪、电感耦合等离子体串联质谱仪、电感耦合等离子体原子发射光谱仪、激光剥蚀固体进样系统、原子吸收光谱仪、原子荧光光谱仪等大型化学分析仪器设备20多台套，价值2000多万元，装备水平处于国内行业领先地位。国标检验是我国有色金属行业测试评价技术开发的骨干单位之一，也是我国有色金属分析测试标准主要起草单位之一，先后承担国家科技重大专项、国际科技支撑计划、国家自然科学基金等国家级科研项目41项，获得省部级科技成果奖励110余项，拥有授权中国专利和国际专利100余项，在国内外期刊发表学术论文800多篇，撰写学术著作23部；先后制定国家和行业标准381项，研制了国家标准物质/标准样品162个，为航空航天、国防军工、集成电路、能源电气等国家重大工程领域提供了有力保障和支撑。

* + 1. 成员单位简介
       1. 国合通用测试评价认证股份公司
       2. 包头稀土研究院
       3. 甘肃精普监测科技有限公司
  1. 主要工作过程
     1. 任务落实会

2019年5月22日有色金属行业计量技术委员会在浙江宁波召开全体工作会议，来自中国有色金属工业协会、中国有色金属工业标准计量质量研究所、国标（北京）检验认证有限公司、广东省工业分析检测中心、包头稀土研究院、中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、东北轻合金有限责任公司、甘肃精普监测科技有限公司等30余家企事业单位的40余名代表参会。会议对《直流辉光放电质谱仪校准规范》制订项目进行了任务落实。该项目有国标（北京）检验认证有限公司牵头制订，国合通用测试评价认证股份公司、包头稀土研究院、甘肃精普监测科技有限公司等3家单位参与制订。会上还落实的该项目各制订阶段的工作内容和时间节点。

1. 规程编制原则和确定主要内容
   1. 编制原则
2. 保证有色行业的特殊性和适用性
3. 保证计量规程的规范性
   1. 确定主要内容
   2. 范围

本规范适用于直流辉光放电质谱仪的校准。

* 1. 规范性引用文件

JJF 1001—2011 通用计量术语及定义

JJF 1059.1—2012 测量不确定度评定与表示

GB/T 6041-2002 质谱分析方法通则

JJF 1159-2006 四极杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范

JJF 1120-2004 热电离同位素质谱计校准规范

* 1. 概述

直流辉光放电质谱仪（GD-MS）是利用辉光放电源作为离子源与质谱仪器联接进行质谱测定的一种分析方法。辉光放电离子源利用惰性气体（一般是氩气，压力10 Pa~1000 Pa）在上千伏特电压下电离产生的离子撞击样品表面使之发生溅射，溅射产生的样品原子扩散至等离子中进一步离子化，进而被质谱分析器收集检测。GD-MS主要由辉光放电离子源、质量分析器、离子检测器、真空系统、供电系统、信号控制系统和数据处理系统等组成。

* 1. 计量特性

本规范规定了直流辉光放电质谱仪的各项主要技术指标，供校准时参考，详见表1。

表1 直流辉光放电质谱仪的各项主要技术指标

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 计量特性 | 技术指标 |
| 1 | 灵敏度/cps | ≥1×109 |
| 2 | 分辨率 | 低分辨率≥300；中分辨率≥3800；高分辨率≥8000 |
| 3 | 质量轴/u | Ar40++++++：6.647~6.672；  Ar40+++++：7.982-8.002；  Ar40++++：9.978~10.003；  C12:11.997~12.002；  Ar40+++：13.304~13.337；  Ar40++：19.9803~19.9809；  Al27+:26.947~27.015；  Ar36+:35.922~36.012；  Ar40+:39.912~40.012；  Fe56+:55.864~56.004；  Cu63+:62.850~63.008；  As75+:74.827~75.015；Ar40Ar40+：79.9240~79.9244；  Cu63Ar40+:102.763~103.020；  Sn118+：117.9009~117.9013；  Sn118Ar40+：157.8632~157.8634；  Au197+:196.720~197.212；  Pb208+：207.9759~207.9763；  Pb208Ar40+：247.9383~247.9387 |
| 4 | 仪器稳定性 | 基体元素信号强度RSD≤5% |

* 1. 通用技术要求

1. 5.1 外观

被较仪器应有完整的下列标识：仪器名称、型号、出厂编号、制造厂名、制造日期、额定工作电压及频率等。

5.2 要求

被较仪器外形结构完好，所有紧固件均应安装牢固，无松动现象；各调节旋钮转动灵活，按键和开关均能正常工作，不应有影响仪器正常工作的机械损伤和缺陷。被较仪器通电后各系统功能应正常，状态指示灯应指示正常。

* 1. 计量器具控制

6.1 环境条件

根据不同生产厂家、不同型号设备的安装要求执行。

6.2 计量器具

本规范规定校准时采用国内外有证标准物质，或随仪器自带的黄铜块和钽块。

* 1. 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

本规范规定了直流辉光放电质谱仪的校准项目，详见表2。

表2 直流辉光放电质谱仪校准项目

|  |  |
| --- | --- |
| 序号 | 校准项目 |
| 1 | 外观检查 |
| 2 | 灵敏度校准 |
| 3 | 分辨率校准 |
| 4 | 质量轴校准 |
| 5 | 仪器稳定性校准 |

7.2 校准方法

本规范规定了外观检查方法，以及仪器灵敏度、分辨率、质量轴和稳定性的校准方法。

* 1. 校准结果表达

按本校准规范要求校准的仪器，发给校准证书。证书包括封页和内页，每页及总页数的标识。封页包括标题（即校准规范证书），证书的标识（即编号），送校单位的名称和地址，被校对象的描述和标识，校准依据技术文件，校准使用的标准，校准证书签发人的签名等信息。内页包括校准项目，校准结果及其不确定度的说明等信息（校准规范证书格式见附录B）。

* 1. 复校周期

建议复校时间间隔为2年。更换重要部件、维修、搬运或移动后，建议重新校准。

1. 实践检测情况

（无）

1. 标准水平分析

本规程的制订填补了我国直流辉光放电质谱仪的校准空白，水平达到国内领先。

1. 与现行相关法律、法规、规章及相关规范，特别是规程的协调性

本规范所引用的规程及规范均为我国现行有效的计量规程及规范，是本标准的一部分，引用这些规程及规范后，使本规范的要求与现行的相关法律、法规、规章及相关规程规范的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

1. 标准中涉及的专利或知识产权说明

本标准不涉及任何专利或知识产权。

1. 重大分歧意见的处理经过和依据

（无）

1. 贯彻规范的要求和措施建议

本规范发布后，中国有色金属行业协会和有色金属行业计量技术委员会应加强本规范的宣传力度，促进直流辉光放电质谱仪的生产和使用企业按照设备使用情况合理选用校准规程，以促进我国企业的技术进步和产品质量上档次，提高我国产品在国际国内市场的竞争能力。

1. 废止现行有关规程的建议

（无）

1. 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

辉光放电质谱法是目前测量高纯金属、半导体材料中痕量杂质元素的一种有效手段，在我国有色金属及半导体行业的应用越来越广泛。然而由于辉光放电质谱仪在结构和工作原理上的特殊性，现有的关于质谱仪的检定或校准规范均不适用。因此，本规范的制订及推广在有色金属行业内十分必要，具有巨大的应用前景。