双联电解分析仪校准规范编制组

主编单位：国标（北京）检验认证有限公司

送审稿

2020-05-22

JJF（有色金属）006—20XX

双联电解分析仪校准规范

(编制说明)

1. 工作简况
   1. 立项目的

双联电解分析仪是运用电解法来分析有色金属的成套装置。电解分析法是建立在电解基础上通过称量沉积于电极表面的沉积物重量以测定溶液中被测离子含量的电化学分析法。电解是在电解池中进行的，外加电源的正极和负极分别与电解池的阳、阴极相连。在电解过程中，在阳极上发生氧化反应，在阴极上发生还原反应。当实际施加于两极的电压大于理论分解电压、超电压和电解回路的电压降之和，就能使电解过程持续稳定地进行，被测金属离子以一定组成的金属状态在阴极析出，或以一定组成的氧化物形态在阳极析出。该仪器选用适当的电解溶液及电流强度或分解电压可以分析铜，铅，镍，锡等元素，达到精密的定量分析目的，精确度 2.5级。该检测仪器的优点是既简化了分析程序，又同时排除了元素间的相互干扰。

然而我国的双联电解分析仪设备还处于初步发展阶段，设备的制造研发并不成熟，产品质量参差不齐，这与缺乏双联电解分析仪的校准规程有关，由于缺乏对设备的评价依据，导致产品的验收和维护校准处于灰色地带，对行业的发展造成了不利的影响。科学的校准规范能规范校准操作并确保校准结果的准确性，便于该仪器的广泛推广应用，从而提升产品质量水平，并对有色金属产业发展起到积极推动的作用。

* 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《双联电解分析仪校准规范》制订计划项目。该项目计划号为JJFZ（有色金属）006-2018，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、广东省工业分析检测中心、中铝洛阳铜业检测技术有限公司、中铝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。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

国合通用测试评价认证股份公司隶属于有研科技集团有限公司，是国家新材料测试评价平台-主中心承建单位 ，为中国新材料测试评价联盟秘书处挂靠单位。公司自成立以来，积极整合完善现有测试评价、设计应用、大数据等平台资源，逐步形成立足北京、布点全国、服务全行业的国家新材料测试评价平台。国标（北京）检验认证有限公司作为国合通用测试评价认证股份公司的全资子公司，前身是北京有色金属研究总院分析测试技术研究所，是国家有色金属行业最知名的第三方检验机构。

* + - 1. 广东省工业分析检测中心

广东省工业分析检测中心是我国南方从事金属材料、冶金产品、化工产品、再生资源质量检测、欧盟环保（RoHS）指令的有害物质检测、金属材料综合利用检测与咨询、评价以及分析测试技术研究的专业机构。先后隶属于广州有色金属研究院、广东省工业技术研究院（广州有色金属研究院），2015年12月经广东省机构编制委员会批准成为广东省科学院属下的独立事业法人单位。中心是一个检测设备配套齐全、检测技术完备、人员结构合理、管理科学的检测机构。近十年来获得省部级科技进步奖20项。累计申请专利15件，其中授权发明专利5件、授权实用新型专利2件。承担国家、省级各类项目50余项，主持和参与国家、行业标准300余项，发表专著5部，发表论文300余篇。

* + - 1. 中铝洛阳铜业检测技术有限公司
      2. 中铝郑州有色金属研究院有限公司

中铝郑州有色金属研究院有限公司是中国轻金属专业领域唯一的大型科研机构，是我国铝镁工业新技术、新工艺、新材料和新装备的重大、关键和前瞻技术的研发基地，基础研究及原创性技术成果的孵化与转化基地。拥有国内唯一的国家铝冶炼工程技术研究中心，中国铝业博士后科研工作站。建立了基础研究、技术开发、扩大试验、工业试验、工程化和产业化完整的铝工业科技创新体系。拥有铝土矿处理、氧化铝工艺、铝用炭素和电解铝工艺、镁冶炼工艺、化学品氧化铝和轻金属材料工艺、轻金属检测等技术领域的研究实验室，具有完善的铝、镁冶炼基础理论研究技术平台，包括TEM、SEM、EDS、XRD、XRF、IC等在内的大型仪器设备80余套。 依托研究院有限公司设立的国家轻金属质量监督检验中心主要负责我国铝镁及其合金12类77种产品的质量监督检验、产品质量评价仲裁等工作，多年来一直为行业提供技术支持服务，承担了铝行业绝大部分分析检测等基础技术标准的具体起草工作，是国际标准化组织ISO/TC226（铝用原材料技术委员会）、ISO/TC79（轻金属及其合金）在国内的技术支持单位，是国家工业和信息化部确定的有色金属标准样品定点研制单位，是全国有色金属标准化技术委员会铝用炭素材料工作组长单位。

* 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、中铝洛阳铜加工有限公司、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、包头稀土院等30余家企事业单位的40余名代表参会。会议对《双联电解分析仪校准规范》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、广东省工业分析检测中心、中铝洛阳铜加工有限公司、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等5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

本规范适用于台式双联电解分析仪的校准。

* 1. 规范性引用文件

凡注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范：

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

JJG 124—2015 电流表、电压表、功率表及电阻表

JJG 598—1989 直流数字电流表检定规程

JJF 1587—2016 数字多用表校准规范

* 1. 概述

双联电解分析仪（以下简称“双联电解仪”）是应用电解法分析有色金属的成套装置，主要包括电解系统、搅拌系统、加热系统、调节控制系统、电源等部分。双联电解仪的基本工作原理是将阴、阳电极浸没入含有铜、铅、镍、锡等金属离子的电解液中，形成闭合电路。在直流电作用下，通过选择适当的电解电流或电压强度使溶液中铜、铅、镍、锡等金属离子在电极附近发生氧化还原反应，并形成单质附着于电极上，最终采用重量分析法进行精密的定量分析。

* 1. 计量特性

4.1 示值误差

被校仪器电压表或电流表上的显示值与电极输出值之差。

4.2 最大允许误差

被校仪器电压表或电流表示值的最大允许误差。

* 1. 校准条件

本规范规定了仪器校准时的环境条件、电源电压以及计量器具的控制。

* 2. 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

本规范规定了双联电解分析仪的校准项目，详见表1。

表1 双联电解分析仪校准项目

|  |  |
| --- | --- |
| 序号 | 校准项目 |
| 1 | 外观及通电检查 |
| 2 | 电流示值误差 |
| 3 | 电压示值误差 |
| 4 | 偏移零位 |
| 5 | 仪器稳定性 |

6.2 校准方法

本规范规定了外观及通电检查方法，电流示值、电压示值、偏移零位和仪器稳定性的校准方法，以及电流示值误差、电压示值误差、偏移零位值和稳定性的计算方法。

* 1. 校准结果表达

校准、测试记录应包含的内容见附录A。校准结果应记录在校准证书和校准报告上，校准证书的格式见附录B。

* 1. 复校周期

复校时间间隔由用户自定，建议不超过1年。在此期间，如仪器经过较大的维修、更换重要部件、搬运或移动后，应重新进行校准。

1. 实践检测情况

（无）

1. 标准水平分析

本规程的制订填补了有色金属行业电解法分析用双联电解分析仪的校准空白，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，促进双联电解分析仪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

电解法具有分析准确度高、操作简便、成本低等优点，目前已经被有色金属相关生产和加工企业、科研院所、第三方检测机构等广泛采用，用于有色金属中常量铜，铅，镍，锡等元素的定量分析。双联电解分析仪是电解法操作中必不可少的重要设备，其性能稳定性直接决定了电解法分析结果的准确性。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。