

 **JJF**(有色金属) XXXX─XXXX

××××-××-××发布 ××××-××-××实施

发 布

中华人民共和国工业和信息化部

直流电弧-原子发射光谱仪校准规范

Calibration Specification of Direct Current Arc Atomic Emission Spectrometry

（讨论稿）

直流电弧原子发射光谱仪校准规范

Calibration Specification of Direct Current Arc Atomic Emission Spectrometry



**JJF（有色金属）XXXX—XXXX**

归 口 单 位：中国有色金属工业协会

主要起草单位：西安汉唐分析检测有限公司

参加起草单位：

本规范委托有色金属行业计量技术委员会负责解释

**本规范主要起草人：**

**参加起草人：**

目 录

引言 II

1 范围 3

2 引用文件 3

3 概述 3

3.1 仪器原理和用途 3

3.2 仪器结构 3

4计量特性 3

5 校准条件 4

5.1 环境条件 4

5.2 测量标准 4

6 校准项目和校准方法 4

6.1 校准项目 4

6.2 校准方法 4

7 校准结果表达 5

8 复校时间间隔 6

附录A 校准原始记录参考格式 7

附录B 校准证书内页参考格式 9

附录C 直流电弧-原子发射光谱仪示值误差不确定度评定示例 10

引 言

本规范是以JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行编写。

本规范主要参考了JJG 768《发射光谱仪》、JJF 2024《能量色散 X射线荧光光谱仪校准规范》、GB/T 4698.21《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第21部分：锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、钇、铜、锆量的测定 原子发射光谱法》、ASTM E2371《Standard Test Method for Analysis of Titanium and Titanium Alloys by Direct Current Plasma and Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (Performance-Based Test Methodology》、GB/T 15076.10《钽铌化学分析方法 第10部分:铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定 直流电弧原子发射光谱法》、GB/T 15076.11《钽铌化学分析方法 第11部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧原子发射光谱法》、YS/T 281.16-2011《钴化学分析方法 第16部分：砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定 直流电弧原子发射光谱法》。

本规范为首次发布。

直流电弧-原子发射光谱仪校准规范

1 范围

本规范适用于直流电弧-原子发射光谱仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1001 《通用计量术语及定义》

JJF 2024 《能量色散 X射线荧光光谱仪校准规范》

JJG 768 《发射光谱仪检定规程》

YS/T 281.16 《钴化学分析方法 第16部分：砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定 直流电弧原子发射光谱法》

凡是注日期的引用文件，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。

3 概述

3.1 仪器原理和用途

直流电弧原子发射光谱仪（以下简称光谱仪）是将样品中待测元素的原子被激发而产生特征辐射,使用具有一定分辨力的探测器检测所有元素的特征辐射谱线，根据特征辐射谱线不同与强度大小,对各元素进行定性和定量分析。

光谱仪主要用于有色冶金、地质、电子、半导体、化工等领域的样品微量与痕量元素分析。

3.2 仪器结构

光谱仪主要由进样装置、电弧激发装置、探测器、控制与信号分析系统四部分组成。

4计量特性

直流电弧-原子发射光谱仪计量性能要求见表1。

表1 光谱仪的主要检定项目及计量特性要求

|  |  |
| --- | --- |
| 计量参数 | 计量技术要求 |
| 示值误差 | ±40% |
| 重复性 | ≤10% |
| 稳定性 | ≤15% |

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1环境温度（10～30）℃，相对湿度≤80%。如果设备规定了使用的环境温室度，校准活动应符合其规定。

5.1.2无影响光谱仪正常工作的强烈电磁干扰与机械振动，无强烈气流、无粉尘，无易燃、易爆和强腐蚀性气体或试剂。

5.1.3 电源：电压AC (220±22)V，频率(50±1)Hz。

5.2 测量标准

5.2.1金属基体有证标准物质，相对扩展不确定度不大于10% (k=2)。

5.2.2兆欧表：1000V

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

6.1.1 外观及通用要求

6.1.1.1仪器应有仪器名称、型号、制造公司、出厂编号与出厂日期。

6.1.1.2仪器所有部件连接良好；可活动部位应灵活平稳；气路系统应密封可靠，不得泄漏。

6.1.1.3仪器所有功能键应能正常使用；测试软件应能正常控制设备相关模块，保证测试过程的正常实施。

6.1.2安全性能

仪器接地良好，绝缘电阻应不小于20MΩ。

6.1.3 校准项目

校准项目见表2。

表2 校准项目表

|  |  |
| --- | --- |
| 序号 | 校准项目 |
| 1 | 外观及通用要求 |
| 2 | 绝缘电阻 |
| 3 | 示值误差 |
| 4 | 重复性 |
| 5 | 稳定性 |

6.2 校准方法

6.2.1 外观及通用要求的检查

按6.1.1要求，采用目视观察法检查仪器外观和铭牌内容；接通电源检查设备（含附件）、测试软件、压力表、气路密闭性等运行是否正常，在确定无影响计量特性的因素后，再进行校准。

6.2.2安全性能的检查

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。

6.2.3示值误差

按照光谱仪常用使用范围，选用5.2.1中高、中、低含量的3种标准物质，对每种标准物质重复测定3次，求平均值，按式（1）分别计算各点示值误差，取 *Δ*绝对值最大者为光谱仪的示值误差。

 $Δ=\frac{\overbar{X\_{i}}−X\_{s}}{X\_{s}} $ （1）

式中：

*Δ* ———各点示值误差；

$\overbar{X\_{i}}$———各点实测平均值（质量分数），%；

*X*s ———各点标准值（质量分数），%。

6.2.4 重复性

在6.2.3相同条件下，连续激发7次测量5.2.1中间含量的标准物质，按公式（2）计算最大相对标准偏差，即为重复性(*RSD*)。

 $RSD=\frac{1}{\overbar{X}}\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{n}(X\_{i}−\overbar{X})^{2}}{n−1}} ×100\%$（2）

式中：

*RSD*———相对标准偏差，%；

*X*i———单次测量值，%；

$\overbar{X}$ ———测量平均值，%；

n———测量次数，n=10。

6.2.5 稳定性

在6.2.3相同条件下，选用6.2.4相同的标准物质。在不少于2h内，间隔20min测量1次，重复6次测量。按公式（2）计算的最大相对标准偏差，即为光谱仪的稳定性。

7 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

a) 标题：“校准证书”；

b) 实验室名称和地址；

c) 进行校准的地点（如与实验室的地址不同）；

d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；

e) 客户的名称和地址；

f) 被校对象的描述和明确标识；

g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期；

h) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；

i) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；

j) 校准环境的描述；

k) 校准结果及测量不确定度的说明；

l) 对校准规范的偏离的说明；

m) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期；

n) 校准结果仅对被校对象有效的声明；

o) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

8 复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过24个月。如果对光谱仪的检测数据有怀疑或光谱仪更换主要部件及修理后，应对光谱仪重新校准。

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录A

校准原始记录参考格式

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 原始记录编号 |  | 证书编号 |  |
| 送校单位 |  | 校准依据 |  |
| 被校设备信息 |
| 器具名称 |  | 出厂编号 |  |
| 型号/规格 |  | 设备编号 |  |
| 外观及通用要求检查 |  | 制造厂 |  |
| 校准地点 |  | 环境条件 |  ℃ %RH |
| 测量标准信息 |
| 测量标准名称 | 型号 | 编号 | 不确定度/ 准确度等级/最大允许误差 | 证书编号 | 有效期至 |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

校准结果

1外观及通用要求：

2绝缘电阻：

3示值误差：

|  |
| --- |
| 标准物质编号： |
| 元素 | 波长/nm | 标准值/% | 实测值/% | 平均值/% | 示值误差/% |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

4重复性

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 波长/nm | 测试结果/% | 标准值/% | 测量值/% | 重复性/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

5稳定性

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 波长/nm | 测试结果/% | 测量均值/% | 稳定性/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

校准员： 校验员： 校准日期： 年 月 日

附录B

校准证书内页参考格式

校准证书编号：××××

|  |
| --- |
| 校准数据/结果 |
| 校准依据 |  |
| 校准条件 |  |
| 序号 | 校准项目 | 校准结果 |
| 1 | 外观及通用要求 |  |
| 2 | 绝缘电阻 |  |
| 3 | 示值误差 |  |
| 4 | 重复性 |  | % |
| 5 | 稳定性 |  | % |
| 测量不确定度 |  | *U*= %，*k*=2 |

附录C

直流电弧-原子发射光谱仪示值误差不确定度评定示例

C.1 概述

本附录以直流电弧-原子发射光谱仪示值误差为示例，对其进行测量不确定度评定。其他校准项目可参照本附录作类似评定。

C.1.1 测量依据

JJF(有色金属) XXXX—2024《直流电弧-原子发射光谱仪校准规范》。

C.1.2 环境条件：（10～30）℃，相对湿度≤80%

C.1.3 测量标准：三氧化钨标准样品，不确定度*U*rel(Cu)=0.041%。

C.1.4 被测对象：直流电弧-原子发射光谱仪。

C.1.5 测量过程

仪器调整至工作状态并校准后，根据规范中规定，分别选用合适的光谱分析标准物质，连续测量3次。

C.2 测量模型及不确定度来源分析

C.2.1 测量模型

被校准设备的示值误差的测量模型为：

 $Δ=\frac{\overbar{X\_{i}}−X\_{s}}{X\_{s}} $ （C.1）

式中：

*Δ* ———各点示值误差；

$\overbar{X\_{i}}$———各点实测平均值（质量分数），%；

*X*s ———各点标准值（质量分数），%。

C.2.2 测量结果不确定度的主要来源分析

根据测量模型，示值误差的标准不确定度将取决于所有随机因素引起被校示值*X*的标准不确定度*u*($\overbar{X\_{i}}$)和标准物质定值不准引入的标准不确定度*u*(*X*s)。

C.3 标准不确定度的计算

C.3.1被测标准物质重复性的标准不确定度*u*($\overbar{X\_{i}}$)的评定

采用A类评定方法，选择有色金属标准物质YSS104-2020（Cu：0.041%），直流电弧光谱仪对连续重复测量10次，具体测量数据见表C.1。

表C.1 测量值及计算结果表 %

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 组数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 测量值 | 0.045 | 0.037 | 0.043 | 0.041 | 0.044 | 0.040 | 0.042 | 0.043 | 0.038 | 0.041 |
| 平均值 | $\overbar{X\_{i}}=$0.041 |
| 平均标准偏差 | *s*($\overbar{X\_{i}}$)$ =\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{n}\left(t\_{maxi}−t\_{m}\right)^{2}}{n−1}}$= =0.003 |

实际测量取1次读数平均值作为测量结果，则：

$u(\overbar{X\_{i}}) $=0.003%

C.3.2 标准物质定值引入的不确定度$u(Xs)$

标准物质定值的不确定度,可以通过相应标准物质证书获得。本规范规定标准物质的扩展不确定度*U*rel=0.002(*k*=2)，则：

*u*($Xs$)= ($Xs$ × *U*rel)/ *k*=(0.041%×0.002%)/2=0.00004%

C.3.3 $∆\_{-}$合成标准不确定度

$u\_{x}(∆\_{-})=\sqrt{u^{2}\left(\overbar{X\_{i}}\right)+u^{2}\left(Xs\right)}=\sqrt{0.003^{2}+0.00004^{2}}=$0.003%

C.3.4 示值误差测量结果的扩展不确定度

取*k*=2，则：

$U=ku\_{x}(∆\_{-})=2×0.003\%=$0.006%