直流电弧-原子发射光谱仪校准规范

编制组

主编单位：西安汉唐分析检测有限公司

讨论稿

2024-04-15

JJF（有色金属）XXXX—20XX

直流电弧-原子发射光谱仪校准规范

(编制说明)

1. 工作简况
   1. 立项目的

本项目所涉及的直流电弧-原子发射光谱仪校准规范，直流电弧－原子发射光谱仪无需消解过程，可有效的解决了复杂体系痕量元素检测问题，这些样品诸如陶瓷和玻璃、金属氧化物、碳化物、硼化物以及氮化物，难熔粉末，金属及其他高纯金属、石墨粉末、地质原料、土壤、煤灰、油漆、核燃料氧化铀与氧化钚等，在有色金属领域，广泛的应用于高纯金属与氧化物中痕量杂质元素检测。

但随着仪器设备的技术发展，直流电弧－原子发射光谱仪生产厂商推出了新型号的设备，即采用光电倍增管、CID、CCD、百万像素的大面积程序化检测器（L-PAD）等先进检测器替代了摄谱仪中老式的光学色散装置；以美国利曼公司推出了的Prodigy直流电弧－原子发射光谱仪最为典型，新设备可以实现一次直流电弧激发过程中实现了同时进行信号采集和背景校正，实现了光电转换和分析数据直读，取代了传统繁琐的相板、洗相、看谱、测光等程序。新旧设备的结构差异见表1，由于设备结构与进样系统的差异，现有的JJG768-2005《发射光谱仪》校准规范不在适用于DC-AES的校准。

**表1 新旧设备结构明细**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 激发装置 | 检测装置 | 检测结果 | 校准规范 |
| 摄谱仪 | 直流电弧 | 光栅色散系统 | 洗板，看谱 | JJG 768-2005 |
| 直流电弧-原子发射光谱仪 | 直流电弧 | L-PAD检测器 | 计算机给出 | 无 |

本标准制定后，能够规范行业内直流电弧－原子发射光谱仪校准方法，可以广泛应用到行业生产、科研、教学等部门理化实验室等的校准，保证各个台设备量值的准确，进而保证试验结果的可信度，使得产品的安全性、可靠性得到保证，保障行业生产的安全，促进国内化工制造、冶金、制药、环保等领域的发展提供保障，为我有色金属行业高质量发展保驾护航。

* 1. 任务来源

为保证和提升我直流电弧-原子发射光谱仪试验数据的准确性，适应我国有色金属行业的快速发展和满足国内外市场的需要，工业和信息化部以工信厅科函[2023]476号文下达了工业和信息化部办公厅《关于印发2022年行业计量技术规范制修订计划的通知》，其计划项目代号为：JJFZ(有色金属)022-2023，按计划要求，本计量规范应于2024年完成。

* 1. 承担单位情况

西安汉唐分析检测有限公司是西北有色金属研究院(集团)控股子公司，属国有企业，主要从事有色产品的检测、可靠性评价、失效分析、质量评估、腐蚀性能及表面测试与表征、规范起草、检测方法的开发、标物的研制、设备的计量校准等。

公司于1985年被陕西省质监局授权为陕西省有色金属产品质量监督检验站。1987年被中国有色金属工业总公司授权为西北质量监督检验中心，先后被国家质检总局确定为钛及钛合金、铜及铜合金管材生产许可证检验工作实施单位；公司通过CNAS、CMA、国防DiLAC等认证认可，是陕西省有色金属材料分析检测与评价中心、陕西省稀有金属材料安全评估和失效分析中心、工业（稀有金属）产品质量和技术评价实验室、陕西省核工业用金属材料检测与评价服务平台挂靠单位。公司是国内最早从事有色金属材料及其产品分析检验检测与评价研究的专业机构之一，技术装备水平国内一流、国际先进，在我省优势产业稀有金属材料领域的检测能力和水平处于领先地位；先后承担了国家、省市多项重大课题，目前已建成国内唯一的核电堆芯材料分析检测平台、多层金属复合材料测试和评价平台、钛及钛合金专业检测平台。

近10年起草有色金属国家/行业规范共80余项、发表论文120余篇、授权专利30余项。先后荣获中国有色金属工业一等奖、二等奖20余次。

本单位积极组织编制组各次工作会议，开展相关的校准，有效组织参编单位多次对规范的各版《征求意见稿》进行认真的讨论和审议，提出大量有益的意见和建议，在编制组中发挥了牵头作用。

* 1. 主要工作过程
     1. 任务落实会

西安汉唐分析检测有限公司接到有色金属行业计量技术委员会转发下达的制定任务后，成立了计量规范编制组，对计量技术规范编写工作进行了部署和分工，制定了制定原则及计划工作。本项目主要工作过程经过了以下几个阶段：

1）2023年8月成立了计量规范编制组，明确了编制组成员各自的工作内容和任务。

1. 规范编制原则和确定主要内容
   1. 编制原则

1）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。

2）先进性：建立了直流电弧-原子发射光谱仪的校准方法，填补了设备计量空白。

* 1. 确定主要内容

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。

（1）

式中 *Δ* ———各点示值误差；

———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*)。

(2)

式中：*RSD*———相对标准偏差，%；

*X*i———单次测量值，%；

———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。

1. 实践检测情况

西安汉唐分析检测有限公司根据本规范对直流电弧-原子发射光谱仪进行了全计量特性的校准，内容详见校准报告。

1. 规范水平分析

本规范的制定填补了有色金属行业直流电弧-原子发射光谱仪的校准空白，属于国内首创，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，是本规范的一部分，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. 规范中涉及的专利或知识产权说明

（无）

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，促进直流电弧-原子发射光谱仪生产厂家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. 废止现行有关规范的建议

（无）。

1. 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

直流电弧-原子发射光谱仪校准规范的缺乏，已经无法满足日益增长的应用需求，本规范的制定，具有极大的经济效益和社会效益，市场发展和政府急需程度非常高。

《直流电弧-原子发射光谱仪校准规范》规范编制组

2024年4月15日