JJF（有色金属）XXXX—XXXX

直流电弧-原子发射光谱仪校准规范

(编制说明)

报批稿

2025-05

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

# 一、工作简况

## 1 立项目的

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 |

为保证直流电弧－原子发射光谱仪测试结果的准确可靠，需要对其进行校准，保证其量值准确、可靠、有源可溯。

本规范重点解决了直流电弧－原子发射光谱仪（以下简称“光谱仪”）无校准方法的问题，弥补光谱仪校准的空白，为进行量值传递提供了有效保证，进一步提高了光谱仪的准确性。

## 2 任务来源

根据工业和信息化部《关于印发2023年行业计量技术规范制修订计划的通知》（工信厅科函[2023]476号）文的要求，行业计量技术规范《直流电弧－原子发射光谱仪校准规范》由西安汉唐分析检测有限公司公司负责起草。该项目计划编号为JJFZ（有色金属）022-2023。

（在2025年6月6日，XX会议上，与会专家就规范名称提出修改意见，由于该类型设备试样激发装置存在交流与直流两种方式，因此修改为《交流/直流电弧－原子发射光谱仪校准规范》。）按计划要求，本计量规范应于2025年6月完成制定。

3 项目编制组单位简况

3.1编制组成员单位

本规范的编制组单位为：西安汉唐分析检测有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、中煤科工西安研究院（集团）有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、宝钛集团有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西安建筑科技大学、中国石油集团工程材料研究院有限公司。

### 3.2 主编单位简介

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、Nadcap等资质，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，目前已建成了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。

公司参与起草有色金属ISO/国家/行业标准200多项，参与起草行业/地方校准规范共40余项、发表论文120余篇、授权专利50余件。先后荣获中国有色金属工业一等奖、二等奖20余次。

该单位主要负责本规范的起草工作，成立编制组并根据委员会的工作安排组织编制组成员单位开展相关校准工作，组织各单位对规范的《征求意见稿》、《预审稿》及《送审稿》进行认真的讨论，并就提出的意见和建议进行反馈和修改，在编制组中发挥了主要带头作用。

3.3成员单位简介

3.3.1 有色金属技术经济研究院有限责任公司

有色金属技术经济研究院有限责任公司成立于1983年3月，是中央所属242家转制科研院所之一，于1999年7月由国家全额拨款科研事业单位转制为科技型企业，变更为现名称。隶属于中国有色金属工业协会（以下简称“协会”），获批设立了国家级博士后科研工作站，是国家级高新技术企业和北京市高新技术企业。有五个主要业务板块，分别为信息咨询、标准专利、媒体宣传、分会工作及贸易投资，是我国有色金属行业专职从事产业发展战略研究与规划、市场信息服务与咨询、标准质量研究与专利查新、行业期刊出版发行、行业会议策划与组织的综合性科技服务机构，对外又称“中国有色金属工业信息中心”和“中国有色金属工业标准计量质量研究所”。
有色金属行业计量技术委员会是有色金属技术经济研究院有限责任公司下属机构，负责有色金属金属行业计量技术规范制修订工作。该机构旨在充分发挥有色金属行业生产、科研、教学、质量检验和计量器具生产诸方面计量专家的作用，更好地开展有色金属行业的量值溯源、规范制修订、能力验证和提高计量标准建设与完善计量技术及其管理体系等工作。

有色计量委员会是国家市场监督管理总局统一规划，受工业和信息化部的业务管理，由中国有色金属工业协会组建，从事有色金属行业计量技术及其管理工作的技术性组织，负责本行业计量技术规范的计划制定、修订、宣贯及有关政策的咨询工作。目前已发布行业规范20余项，在研40余项。

该单位负责组织编制组的各项工作会议，对规范的技术指标、校准项目等内容提出了，有效建议，在编制组中发挥了主要作用。

3.3.2 中煤科工西安研究院（集团）有限公司

中煤科工西安研究院（集团）有限公司成立于1956年5月，隶属于中国煤炭科工集团有限公司，系国务院国资委管理的大型国有骨干科技型企业。已成为我国煤炭系统专业从事煤炭地质与勘探，煤矿安全高效开采地质保障技术、装备与工程领域唯一具有突出优势的国家重点高新技术企业。西安研究院现有博士、硕士研究生学位授权点和博士后科研工作站，博士研究生导师19人，硕士研究生导师28人，自主培养的已获学位及在读研究生300余人。中级以上职称人数占职工总数的50%以上。
     西安研究院建有国家安全生产西安勘探设备检测检验中心（甲级）、国家安全生产技术支撑体系国家级中心煤矿水灾事故分析鉴定实验室和矿用探（排）水设备安全准入分析验证实验室、陕西省煤矿水害防治技术重点实验室，物化测试检测、煤层气测试、钻探技术装备、物探技术及仪器等院专业技术实验室（中心），是原煤炭工业部煤层气基础重点实验室、工程地质重点实验室、煤田地质矿井地质和地质勘探技术与装备重点实验室等三个重点实验室的建设单位；是国家能源煤炭勘探技术装备评定中心、国家安全生产监督管理总局煤矿水害防治技术与装备研发中心的依托单位；也是陕西省煤层气（瓦斯）抽采利用工程研究中心、煤矿井下钻探工程技术研究中心、“四主体一联合”黄河流域中段矿区（煤矿）生态环境保护与修复校企联合研究中心的建设单位。公司具备CMA检验检测机构资质认定证书。拥有煤层气试井测试、气含量测定、高压等温吸附测试等装备60余套，形成了煤层气参数测试的技术体系，主导编制了国内主要的国家标准、行业标准。

该单位积极参与编制组的各项工作会议，对规范的技术指标、校准项目等内容提出了有效建议，在编制组中发挥了主要作用。

3.3.3 宁夏东方钽业股份有限公司

宁夏东方钽业股份有限公司是集科研、生产与技术开发为一体的国有大型稀有金属企业，是国内最大的钽、铌产品生产基地，科技先导型钽、铌研究中心，具有从钽铌湿法冶炼到材料加工的全流程企业；是国家重点高新技术企业、国家首批创新型企业、国家863成果产业化基地、全国专利工作试点企业和国家级企业技术中心；是国际钽铌研究中心（TIC）执委单位；是世界钽工业三强之一。公司在钽、铌及其合金技术领域具有雄厚的研究开发实力，在国内同行业中处于技术领先地位，是我国国防、核能、宇航、电子、冶金和化工工业等高新技术领域里的一个极为重要的稀有金属材料研究、开发、成果转化为一体的综合基地。几十年来承担了我国钽铌特种金属材料领域绝大部分国家级科研和产业化项目，60多项成果获国家级、省部级科技进步奖。分析检测中心是宁夏东方钽业股份有限公司下属实验室，具有CNAS实验室认可资质，主持和参与制定国家标准和行业标准37项，拥有辉光放电质谱仪、电感耦合等离子体质谱仪、直流电弧原子发射光谱仪、电感耦合等离子体光谱仪、X荧光光谱仪、氧氮仪、扫描电镜、金相显微镜等几十台大型分析检测设备，检测范围涵盖钽铌钛等金属、合金、制品以及原辅材料的化学元素、气体元素、电性能检测、力学和物性等分析检测工作。

该单位积极参与编制组的各项工作会议，对规范的技术指标、校准项目等内容提出了有效建议，是该规范的验证单位（附验证报告），在编制组中发挥了主要作用。

3.3.4宝钛集团有限公司

宝钛集团有限公司是我国规模最大、体系最完整的钛及钛合金研发制造企业，拥有钛、装备设计制造、新产业等三大板块，控股宝钛股份（600456）、宝色股份（300402）两大上市公司，钛材产量世界第一，综合实力居全球钛行业前三位。自1965年建企以来，宝钛集团取得重大科技成果700多项。构建了从海绵钛制备，到熔炼、加工、深加工及装备制造的全产业链，使我国成为全球第四个拥有完整钛工业体系的国家，引领宝鸡建成全球规模最大的钛产业集群。主导制定钛标准110多项，占我国该领域标准的90%以上，全面支撑了我国航空、航天、海洋和民用等多领域用钛需要。拥有各种主要检测仪器设备300余台套，具备CNAS、NADCAP检测实验室认可资质。1973年建立计量室，1985年成为计量二级合格单位，1988年获得国家计量一级企业称号，具有计量专项授权资质，具备长度、温度、质量、电磁等领域19项计量标准开展能力。

该单位积极参与编制组的各项工作会议，对规范的技术指标、校准项目等内容提出了有效建议，是该规范的验证单位（附验证报告），在编制组中发挥了主要作用。

3.3.4 国标（北京）检验认证有限公司

标准（北京）检验认证有限公司（简称标准公司，英文简称GTC），是中国的第三方检验认证服务机构，致力于为客户提供一站式质量保障服务。公司前身为北京有色金属研究总院分析测试技术研究所，同时运行管理着“地区有色金属质量监督检验中心”和“地区有色金属及电子材料分析测试中心”，分别由原地区质量技术监督局于1985年批准建立和原地区科委于1983年批准建立。 标准公司通过ISO 17025实验室地区认可(CNAS)、中国计量认证(CMA)、实验室审查认可（CAL）、培训机构资质认证（NTC）等，是地区工业与信息化部挂牌“有色金属标准样品研制单位（YSRK 07-2014）”、 “多晶硅行业准入检测测评实验室”、“工业(有色金属及半导体材料)产品质量控制及评价实验室”；中国有色金属工业协会认定的“有色金属失效分析行业实验室”；中关村高新技术企业园区挂牌的开放实验室；“航天器材料质量机构”；中国船级社检测和试验机构；同时是中国有色金属学会理化检验学术、中国稀土学会理化检验的主任委员单位。 标准公司主营业务涉及第三方检测服务，分析测试仪器装备及配件的研制和销售、标准物质/样品、无损检测设备检定、分析检测人员培训、实验室规划设计、特种功能材料研发与生产等领域。公司是中国第三方金属检测的成员之一者，主要从事有色金属、黑色金属、矿物材料、建筑材料、环境样品等的分析检测服务；服务项目包括化学成分成分、组织结构分析、物理性能测试、力学性能测试、无损探伤检测等。

该单位积极参与编制组的各项工作会议，对规范的技术指标、校准项目等内容提出了有效建议，在编制组中发挥了主要作用。

3.3.5西安建筑科技大学

西安建筑科技大学（Xi’an University of Architecture and Technology），简称西安建大、西建大（XAUAT），由中华人民共和国住房和城乡建设部、教育部和陕西省人民政府共建，“建筑老八校”之一，原冶金工业部直属重点大学，国家“中西部高校基础能力建设工程”与“特色重点学科项目”高校，陕西省省属高水平大学，全国首批博士、硕士和学士学位授权单位；入选111计划、首批国家卓越工程师教育培养计划、国家国际科技合作基地、全国工程硕士研究生教育创新院校、国家建设高水平大学公派研究生项目。学校以土木建筑、环境市政、材料冶金及相关学科为特色，以工程技术学科为主体，多学科协调发展。

3.3.6中国石油集团工程材料研究院有限公司

中国石油集团工程材料研究院有限公司组建于1981年，坐落于古城西安高新技术开发区，是中国石油集团（CNPC）直属科研机构，也是国内石油行业在石油管工程技术领域唯一集“科学研究、质量监督、工程技术服务”为一体的综合性技术中心与核心科研机构，是为中国石油集团石油管工程技术提供决策支持的“参谋部”，开展石油管工程技术创新的“研发中心”，保障石油管质量安全的“检测评价中心”，为重大管道工程和油气田勘探开发项目提供石油管技术支持与服务的“技术中心”。

工程材料研究院有限公司秉承着“创新、致远、严谨、公正”的理念，致力于科技创新。建院四十年来完成国家和省部级科研项目400余项，其中获国家级科技奖励16项，省部级科技奖励150余项（次），专利授权656项（其中发明专利333项），发表论文2900余篇，注册软件95套，制修订国际、国家、行业、企业标准400余项（其中国际标准6项，国家标准40项），参与制修订ISO、API等标准多项。完成质量监督项目近10000余项，失效分析项目1500余项，为西气东输管线、陕京管线、中亚管线等国家重大管道项目建设及塔里木、长庆、新疆、西南等重点油气田勘探开发提供了重要的技术保障。

3.4各单位分工情况

编制组依据各单位情况，对整个规范的起草进行了分工。西安汉唐分析检测有限公司负责资料的调研、收集，完成分析方法研究工作，撰写标准文稿、编制说明和研究报告。有色金属技术经济研究院有限责任公司、中煤科工西安研究院（集团）有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、宝钛集团有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西安建筑科技大学、中国石油集团工程材料研究院有限公司对规范内容提出具体修改意见，提供对规范方法的验证工作及完成相应验证报告，并对标准文稿等提出相应修改意见，分工见表1。

表1 各单位分工表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 单位 | 人员 | 职称 | 工作分工 |
| 西安汉唐分析检测有限公司 | 杨平平 | 正高级工程师 | 规范起草编制，试验方案编订，实验数据分析，编制说明的撰写工作，会议纪要整理及规范的完善。 |
| 西安汉唐分析检测有限公司 | 柴琴琴贾梦琳 | 工程师 | 规范实验数据分析及讨论，内容审阅并提出修改意见，会议纪要整理。 |
| 有色金属技术经济研究院有限责任公司 | 闫雁楠 | 工程师 | 内容审阅并提出修改意见 |
| 中煤科工集团西安研究院有限公司 | 田新娟 | 高级工程师 | 内容审阅并提出修改意见 |
| 宁夏东方钽业股份有限公司 | 张俊峰 | 正高级工程师 | 内容审阅并提出修改意见，规范一验工作 |
| 宝钛集团有限公司 | 罗 策王文华 | 正高级工程师高级工程师 | 内容审阅并提出修改意见，规范二验工作 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 樊志罡 | 正高级工程师 | 内容审阅并提出修改意见 |
| 西安建筑科技大学 | 胡 平 | 教 授 | 内容审阅并提出修改意见 |
| 中国石油集团工程材料研究院有限公司 | 李小龙 | 工程师 | 内容审阅并提出修改意见 |

### 4主要工作过程

4.1 预研阶段

编制组内部经实地调研，就规范包含的内容、主要技术指标等问题进行了讨论，确定规范起草的主导思想和起草原则，对起草组人员的工作进行了分配，并对制定规范的技术指标及拟使用的方法进行现场验证。了解使用单位需求情况并进行测试试验,选取有代表性的仪器品牌并对其分类，收集相关技术材料。

4.1.1 规范内容的确认

通过调研市场设备，如美国LEEMAN利曼公司Prodigy直流电弧光谱仪、北京北分瑞利分析仪器（集团）有限责任公司的AES-8000等系列交直流电弧发射光谱仪、聚光科技（杭州）股份有限公司的E5000等系列电弧直读发射光谱仪等，对规范的校准项目及参数进行了调研。经调研发现，目前电弧原子发射光谱仪校准参数多为示值误差、重复性、稳定性、检出限等，所以确认以上几项参数为主要校准项目。

4.1.2 技术指标的确认

通过参考JJF 2024对主要技术指标进行查询，并与设备使用实验室、LEEMAN利曼公司应用工程师进行技术讨论，初步确认了校准项目的测量范围和误差范围。

4.2 立项阶段

预研工作完成后，由西安汉唐分析检测有限公司提交项目申请书等材料，于2023年6月，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2023年行业计量技术规范制修订计划的通知》，其申报号为：JJFZ(有色金属) 022-2023，计划完成年限为2025年。

4.3 起草阶段

4.3.1 任务讨论会

2023年8月~2024年4月，由西安汉唐分析检测有限公司编制组对规范进行起草。起草组经过多次现场试验、查阅资料、收集数据等，完成了规范的讨论稿。

2024年4月23日，由有色金属行业计量技术委员会组织，在长沙举行有色金属计量技术规范研讨会，来自东北轻合金有限责任公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、西南铝业（集团）有限责任公司、国标（北京）检验认证有限公司等单位参加了会议，会上有来自不同单位的计量委员会委员、专家、代表对《直流电弧原子发射光谱仪校准规范》讨论稿提出了修改建议和意见，对关键技术名称、技术指标、校准方法进一步讨论和明确，会议纪要见表1。会上确定了宁夏东方钽业股份有限公司为规范的一验单位；宝钛集团有限公司为二验单位，并明确了本规范的工作安排及时间节点，具体见表2。

表1有色金属计量技术规范研讨会会议纪要

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位及提出人（可简写） | 处理意见 |
|  | 引言 | 建议增加引用的JJG 768与JJF 2024标准 | 有色金属技术经济研究院有限责任公司 | 采纳 |
|  | 2 | 建议增加引用的JJG 768与JJF 2024标准 | 有色金属技术经济研究院有限责任公司 | 采纳 |
|  | 3.2 | 增加设备结构图 | 东北轻合金有限责任公司 | 采纳 |
|  | 6.1.3 | 删除校准项目表中“外观及通用要求”与“绝缘电阻”项目 | 东北轻合金有限责任公司 | 采纳 |
|  | 6.2.3 | 建议将“*Δ*”变更为“*ΔXi*” | 东北轻合金有限责任公司 | 采纳 |
|  | 附录A | 删除“校准员”、“校验员”、“校准日期”等项目 | 东北轻合金有限责任公司 | 采纳 |
|  | 附录C1.2 | 建议将不确定度*U*rel(Cu)=0.002%修改为*U*(Cu)=0.002% | 国标（北京）检验认证有限公司 | 采纳 |
|  | 附录C2 | 建议增加灵敏度系数 | 有色金属技术经济研究院有限责任公司 | 采纳 |
|  | 附录4.1 | 将试样实际测量次数由1次修改为3次 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 采纳 |
|  | 附录4.4 | 使用公式编辑器编辑扩展不确定度计算公式 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 采纳 |

表2 《直流电弧-原子发射光谱仪校准规范-讨论稿》工作安排

|  |  |
| --- | --- |
| 拟参与编制单位 | 有色金属技术经济研究院有限责任公司、中煤科工西安研究院（集团）有限公司、东方钽业股份有限公司、宝钛集团有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西安建筑科技大学、中国石油集团工程材料研究院有限公司 |
| 一验单位 | 宁夏东方钽业股份有限公司 |
| 二验单位 | 宝钛集团有限公司 |
| 时间节点安排 | 2024年9月完成试验验证 |

2024年5月，西安汉唐分析有限公司按照会议要求修改规范，形成了《直流电弧原子发射光谱仪校准规范》征求意见稿。有色计量委员会发文《关于对《铝及铝合金压滤法测渣仪校准规范》等13项有色金属行业计量技术规范征求意见的函》（有色计量委字〔2024〕7号），其中包含《直流电弧原子发射光谱仪校准规范》，并向社会广泛征求意见。

4.3.2任务预审会

2024年8月21日-23日，由有色金属行业计量技术委员会组织，在青岛召开规范预审会，来自中国计量科学研究院、国标（北京）检验认证有限公司、中铝洛阳铜加工有限公司、东北轻合金有限责任公司、西南铝业（集团）有限责任公司等单位参加了会议。会上规范制定的工作安排，并约定时间节点。

在会上对《直流电弧原子发射光谱仪校准规范》进行了预审，会上有来自不同单位的计量委员会委员、专家、代表对《直流电弧原子发射光谱仪校准规范》讨论稿进行了热烈的讨论，并对规范预审稿提出了修改意见，对规范名称、技术指标、校准方法进一步讨论和明确，会议纪要见表3。修改后形成《直流电弧原子发射光谱仪校准规范》送审稿。

同时在会议上进行了本规范的任务落实，会上确定西安汉唐检测有限公司为规范的一验单位；宁夏东方钽业股份有限公司、宝钛集团有限公司为二验单位，并明确了本规范的工作安排及时间节点。

表3 有色金属计量技术规范研讨会会议纪要（预审稿）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 |
|  | 引言 | 引言中涉及的检测方法标准在应在正文中有引用 | 有色金属技术经济研究院有限责任公司 | 采纳 |
|  | 3 | 建议修改直流电弧发射光谱仪工作原理示意图 | 中煤科工西安研究院（集团）有限公司 | 采纳 |
|  | 5.2.2 | 建议增加兆欧表的电压、等级信息 | 中铝洛阳铜加工有限公司 | 采纳 |
|  | 5.2.1 | 规定使用GBW或者GBW(E)标准物质开展校准 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 不采纳，行业标准也可溯源 |
|  | 6.2.4 | RSD计算公式缺少×100% | 宁夏东方钽业股份有限公司 | 采纳 |
|  | 附录A | 删除附录A中“校准员、检验员、校准日期” | 国标（北京）检验认证有限公司 | 采纳 |

4.3.3任务审定会

2025年5月7日-9日，由有色金属行业计量技术委员会组织，在洛阳举行有色金属计量技术规范审定会，来自宁夏东方钽业股份有限公司、赤峰市产品质量检检验中心、宝钛集团有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、国合通用(重庆)测试评价认证有限公司、中铝洛阳铜加工有限公司、包头稀土研究院等单位参加了会议。会上规范制定的工作安排，并约定时间节点。

与会专家对标准讨论稿进行了热烈的讨论，并对规范讨论稿提出了修改意见，对超声试块示意图、计量特性、测量标准进一步讨论和明确，

会上有来自不同单位的计量委员会委员、专家、代表对《直流电弧原子发射光谱仪校准规范》审定稿进行了热烈的讨论，对计量特性、测量标准物质进一步讨论和明确，会议纪要见表4。

表4 有色金属计量技术规范研讨会会议纪要（送审稿）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位及提出人（可简写） | 处理意见 |
|  | 5.2.1 | 建议增加纯铁、纯镁、纯铝、纯稀有金属及其氧化物等有证标准物质 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 部分采纳 |
|  | 6.1 | 建议增加检出限技术指标 | 中铝洛阳铜加工有限公司 | 采纳 |
|  | 6.2.3 | 相对示值误差公式缺少“×100%” | 有色金属技术经济研究院有限责任公司 | 采纳 |
|  | 6.2.6 | 建议增加检出限计算公式 | 包头稀土研究院 | 采纳 |
|  | 附录A | 建议对光谱仪校准原始记录进行简化，并增加检出限内容 | 有色金属技术经济研究院有限责任公司 | 采纳 |
|  | 附录B | 建议增加检出限内容 | 赤峰市产品质量检检验中心 | 采纳 |
|  | 附录C.2.1 | 建议增加示值误差相对量计算公式 | 国合通用(重庆)测试评价认证有限公司 | 采纳 |

在洛阳会后，针对专家提出的增加纯铁、纯铝、纯镁、纯稀有金属等有证标准物质问题，青岛会议后，汉唐公司收集了山东冶金、北京钢研纳克、西南铝业、中铝洛铜、株洲硬质合金、金堆城钼业、宝钛集团等7家标准物质物质生产厂家标准物质台账，发现系列性标准物质、待测元素具有一定浓度梯度、元素测试含量范围符合直流光谱仪测试范围的标准物质相对较少，具体见表5。

表5 光谱仪校准的标准物质明细

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准物质名称 | 标准物质编号 | 备注 |
| 1 | 纯铜光谱分析标准物质 | GBW02113、GBW02114、GBW02115 | 校准用标准物质 |
| 2 | TU00 | GSB 04-3762 -2020 | 空白标准物质 |
|  | 阴极铜KHPC | QBG/LT0501  | 空白标准物质 |
| 3 | 高纯铝 | E912、E913、E914、E915 | 校准用标准物质 |
| 4 | 高纯铝 | E912 | 空白标准物质 |
| 5 | 三氧化钨 | YSS003-96 | 校准用标准物质 |
| 6 | 三氧化钼 | YSS001-96 | 校准用标准物质 |

# 由于直流电弧-原子发射光谱仪适宜于难熔于酸的固体纯稀有金属中痕量元素的检测，用于稀有难熔金属试样的检测工作是具有较高的检测效率与实用价值。用于轻金属检测时，需要调整光谱仪激发电流并处理试样表面，或将轻金属转化为氧化物粉末，再使用直流电弧-原子发射光谱仪开展检测工作，试验过程较为繁琐，并鉴于直流电弧的稳定性弱于电感耦合等离子体，实际工作中多使用火花直读-原子发射光谱仪、电感耦合等离子体-原子发射光谱仪、X射线荧光仪等快速检测设备测试轻金属，即可满足高效准确的特性，又可节省企业测试时间成本。同时鉴于使用直流电弧原子发射光谱仪测试轻金属中杂质元素的机构极少，因此不建议使用直流电弧原子发射光谱仪测试轻金属。

在实施校准活动时，校准机构应根据设备测试试样的情况，选择与试样基体一致的标准物质进行设备校准工作。对于方法检出限，也应选择与试样基体一致的标准物质，先开展10次空白测试，求得标准偏差，通过3s获得方法检出限。

# 2025年5月下旬，西安汉唐分析检测有限公司会议上专家提出的修改意见，形成《直流电弧原子发射光谱仪校准规范》报批稿，并与申报单、编制说明、验证报告、审查表、会议纪要等文件等，共同形成《直流电弧原子发射光谱仪校准规范》的报批材料，报送有色金属行业计量技术委员会。

# 二、规范编制原则和确定主要内容

## （一）编制原则

1. 保证有色行业的特殊性和适用性。
2. 保证校准规范的规范性。
3. 保证校准规范的可操作性。

## （二）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。该设备是检测难熔稀有金属、陶瓷、石墨等固体粉末材料中痕量化学元素检测的主要设备之一。

### 2 引用文件

本规范中检出限、示值误差、测量重复性、稳定性等计量特性参数引自JJF 2024《能量色散X射线荧光光谱仪校准规范》与JJG 768《发射光谱仪》，计量参数具体指标来自实验室间验证数据。

### 3 概述

本部分介绍了直流电弧-原子发射光谱仪的结构等内容：是以直流电弧为试样激发源，通过分光系统分辨出元素特征谱线、CID检测器接收光信号，利用计算机将光信号转化为电信号实现元素测试的仪器。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，实现对各元素进行定性和定量分析。光谱仪在固体样品痕量元素分析中具有独特优势，适用于地质、冶金、环境监测、化工、核工业等领域的实验室分析。其结构主要由试样激发装置、光学色散系统、CID检测系统、计算机信号处理系统等组成，结构图见正文图1。

### 4计量特性

根据实际使用情况，并于有色金属技术经济研究院有限责任公司、中煤科工西安研究院（集团）有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、宝钛集团有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西安建筑科技大学、中国石油集团工程材料研究院有限公司等单位沟通，确定了直流电弧-原子发射光谱仪的计量特性有4个：

4.1 示值误差

示值最大允许误差±20.0 %。该项内容参考了JJF 2024《能量色散X射线荧光光谱仪校准规范》中5的要求，并经宁夏东方钽业股份有限公司和宝钛集团有限公司的实验室验证，示值误差验证数据见表6，该校准要求可以满足实验室使用规范。

表6 试验验证单位测试数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 验证单位 | 汉唐检测 | 东方钽业 | 宝钛集团 |
| 使用的标准物质 | GBW02113～GBW02115 |
| 校准参数 | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb |
| 最大示值误差 | -14.0% | -12.8% | -12.8% |
| 确定的示值误差指标 | ±15% |

4.2 测量重复性

测量重复性≤10.0%。该项内容参考了JJF 2024《能量色散X射线荧光光谱仪校准规范》中5的与JJG 768《发射光谱仪》中4.3.5要求，并经宁夏东方钽业股份有限公司和宝钛集团有限公司单位的实验室验证，测量重复性验证数据见表7，该校准要求可以满足实验室使用规范。

表7 试验验证单位测试数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 验证单位 | 汉唐检测 | 东方钽业 | 宝钛集团 |
| 使用的标准物质 | GBW02113～GBW02115 |
| 校准参数 | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb |
| 最大重复性指标 | 9.6% | 5.2% | 7.0% |
| 确定的重复性指标 | ±10% |

4.3 测量稳定性

测量稳定性≤15.0%，该项内容参考了JJF 2024《能量色散X射线荧光光谱仪校准规范》中5的要求，并经宁夏东方钽业股份有限公司和宝钛集团有限公司单位的实验室验证，测量稳定性验证数据见表8，该校准要求可以满足实验室使用规范。

表8 试验验证单位测试数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 验证单位 | 汉唐检测 | 东方钽业 | 宝钛集团 |
| 使用的标准物质 | GBW02113～GBW02115 |
| 校准参数 | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb |
| 最大稳定性 | 14.9% | 14.8% | 14.8% |
| 确定的稳定性指标 | ±15% |

4.4 检出限

检出限≤0.0005%，该项内容参考了JJF 2024《能量色散X射线荧光光谱仪校准规范》中5的要求，并经宁夏东方钽业股份有限公司和宝钛集团有限公司单位的实验室验证，测量稳定性验证数据见表9，该校准要求可以满足实验室使用规范。

表9 试验验证单位测试数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 验证单位 | 汉唐检测 | 东方钽业 | 宝钛集团 |
| 使用的标准物质 | GBW02113～GBW02115 |
| 校准参数 | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb | Pb、Fe、Ni、As、Bi、Sb |
| 最大检出限 | 0.0003% | 0.0003% | 0.0002% |
| 确定的检出限指标 | ±0.0005% |

### 5 校准条件

5.1 环境条件

根据直流电弧-原子发射光谱仪的说明书，可确定其温度、湿度应满足要求，环境温度（10～30）℃，相对湿度≤80%。仪器室不得有强烈机械振动与电磁干扰，无强烈气流、无粉尘，不得存放易燃、易爆和强腐蚀性气体或试剂。

5.2 测量标准

测量标准的技术要求应符合正文中5.2.1的规定。

兆欧表按照JJG 768《发射光谱仪》中5.2.1给出相应的技术指标。

### 6 校准项目和校准方法

校准项目包含示值误差、测量重复性、测量稳定性、检出限以及具体的校准方法。

示值误差校准方法是依据JJF 2024《能量色散X射线荧光光谱仪校准规范》中7.3内容，对直流电弧原子发射光谱仪的校准方法进行编写。在预审会议中，经专家讨论，并结合西安汉唐分析检测有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司和宝钛集团有限公司的验证报告，对示值误差技术指标进行了修改。在其中，针对遇到的校准使用的标准物质问题，多名专家对此进行了激烈的讨论，为了满足不同基体材料的测试，建议使用纯铜、纯铁等多种有证标准物质进行设备校准，确保光谱仪满足不同检测领域的要求。

测量重复性校准方法是依据JJF 2024《能量色散X射线荧光光谱仪校准规范》中7.3与JJG 768《发射光谱仪》中6.3.3.4条内容，对直流电弧原子发射光谱仪的校准方法进行编写。在讨论会上，根据专家意见，建议使用GBW或GBW(E)有证标准物质开展相应的量值溯源工作，确保校准结果的可靠性。

测量重复性校准方法是依据JJF 2024《能量色散X射线荧光光谱仪校准规范》中7.6与JJG 768《发射光谱仪》中6.3.3.5条内容，对直流电弧原子发射光谱仪的校准方法进行编写。

检出限校准方法是JJG 768《发射光谱仪》中6.3.3.4条内容，对直流电弧原子发射光谱仪的校准方法进行编写。

### 7 校准结果表达

根据实验室环境要求、校准项目校准结果、测量不确定度评定结果等，按照JJF 1071-2010推荐的校准报告格式，出具校准证书。

### 8 复校时间间隔

复校时间间隔的长短取决于其使用情况，使用单位可根据实际使用情况自主决定复校的时间，建议复校时间间隔为2年。

### 9附录

附录主要包含校准原始记录参考格式、校准证书内页参考格式、光谱仪示值误差测量不确定度评定示例。

本规范设置了3个附录，便于校准时参考和规范。

附录A 光谱仪校准记录参考格式

附录B 光谱仪校准证书内页参考格式

附录C 光谱仪示值误差测量不确定度评定示例

# 三、实践检测情况

西安汉唐分析检测有限公司根据本规范对高纯稀有难熔金属进行了全计量特性的校准，一验单位宁夏东方钽业股份有限公司；二验单位宝钛集团有限公司进行了全计量特性的校准验证，内容详见校准报告和验证报告。校准结果与一验、二验验证方法及数据结果相符。

# 四、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。

# 五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本规范所引用的规程、规范及标准均为我国现行有效的计量规程及规范，是本规范的一部分，引用这些文件后，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，相互关系协调。

# 六、规范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。

# 七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

# 八、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使用前合理使用校准规范，以促进我国无损检测设备的准确性，提高我国在无损检测在国际、国内市场的竞争能力，走出国门践行“一带一路”，有效地化解我国的有色金属产能过剩，促进有色金属加工产业的质量提升。

# 九、废止现行有关规范的建议

无。

# 十、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

本规范发布后，能解决直流电弧-原子发射光谱仪校准方法缺失的问题，弥补直流电弧-原子发射光谱仪校准的空白，为保证直流电弧-原子发射光谱仪测试结果的准确可靠提供保证，有利于有色金属加工企业产品质量提升和设备运行使用稳定性的提高，为我国高端装备制造、在原材料及航空工业制造能力和水平起着重要的助推作用。

# 十一、其他应予说明的事项

无。

《直流电弧-原子发射光谱仪校准规范》编制组

2025年05月21日