



江苏省地方计量技术规范

JJF (苏) 237—2020

基于 PGNA A 技术的工业物料成分 实时在线检测仪器校准规范

Calibration Specification for Industrial Material Analyzer Based on PGNA A Technology

2020-09-07 发布

2020-12-01 实施

江苏省市场监督管理局 发布

基于 PGNA A 技术的工业物料 成分实时在线检测仪器 校准规范

JJF(苏)237 — 2020

Calibration Specification for Industrial Material
Analyzer Based on PGNA A Technology

本规范经江苏省市场监督管理局于 2020 年 09 月 07 日批准, 并自 2020 年 12 月 01 日起施行。

归口单位: 江苏省医学计量专业技术委员会

主要起草单位: 江苏省计量科学研究院

南京航空航天大学

南通市计量检定测试所

参加起草单位: 南京即衡科技发展有限公司

本规范委托江苏省医学计量专业技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

王 鹏（江苏省计量科学研究院）

贾文宝（南京航空航天大学）

黑大千（南京航空航天大学）

强学栋（南通市计量检定测试所）

本规范参与起草人：

邢立腾（江苏省计量科学研究院）

蔡平坤（南京航空航天大学）

孙爱赟（南京即衡科技发展有限公司）

目 录

引言	II
1 范围	1
2 引用文件	1
3 术语和计量单位	1
3.1 术语	1
3.2 计量单位	1
4 概述	2
5 计量特性	2
5.1 参比样品	2
5.2 静态测量示值误差	2
5.3 静态测量重复性	3
5.4 泄漏辐射	3
6 校准条件	3
6.1 环境条件	3
6.2 测量标准及其它设备	3
7 校准项目和校准方法	4
7.1 静态测量示值误差	4
7.2 静态测量的重复性	5
7.3 泄漏辐射	5
8 校准结果表达	6
9 复校时间间隔	6
附录 A 参比样品制备方法	7
附录 B 校准原始记录推荐格式	9
附录 C 校准证书内页	12
附录 D 示值误差测量结果不确定度评定示例	13
附录 E 泄漏辐射测量结果不确定度评定示例	16

引 言

本规范旨在为基于 PGNAA 技术的工业物料成分实时在线检测仪器的计量校准提供完整的技术依据。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》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》共同构成本规范编写工作的基础性系列规范。

本校准规范为首次发布。

基于 PGNAA 技术的工业物料成分实时在线检测仪器校准规范

1 范围

本规范适用于基于 PGNAA 技术的工业物料成分实时在线检测仪器的校准。

2 引用文件

本校准规范引用下列文件：

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则

GB 18871-2002 电离辐射防护与辐射源安全基本标准 GB/T 3358.1-1993 统计学术语第一部分一般统计术语

GB/T 19494.1-2004 煤炭机械化采样 第一部分：采样方法

GB/T 19494.2-2004 煤炭机械化采样 第二部分：煤样的制备

GB/T 19952-2005 煤炭在线分析仪测量性能评价方法

GB/T 29161-2012 中子活化型煤炭在线分析仪

上述引用文件的最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语和计量单位

3.1 术语

3.1.1 基于 PGNAA 技术的工业物料实时在线检测仪器 apparatus for industrial material using PGNAA technique

利用瞬发伽马射线中子活化 (Prompt Gamma Ray Neutron Activation Analysis, PGNAA) 技术, 对工业物料包括煤炭、水泥和铁矿石进行实时在线分析的分析仪器 (后面简称为分析仪)。

3.1.2 参比样品 reference sample

用于对基于 PGNAA 技术的工业物料实时在线检测仪器进行刻度实验的样品, 通过分析纯级别的化学药品配置获得, 其中煤炭校准参比样以已知成分含量和热值的煤炭实物样品制作。

3.1.3 静态测量 static test

在物料传输皮带和参比样品处于静止状态时, 使用分析仪对参比样品进行测量。

3.2 计量单位

热值的单位：千卡每千克；符号： $\text{kcal} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

剂量当量率的单位：微希[沃特]每小时；符号： $\mu\text{Sv} \cdot \text{h}^{-1}$ 。

4 概述

基于 PGNAA 技术的工业物料实时在线检测仪器，其通过中子激发工业物料中的核素使其在极短的时间内辐射出瞬发特征伽马射线，通过分析这些特征伽马射线的能量和强度来定性定量地分析被测物料的元素成分和含量，给出被测量物料的一个或多个指标。该种类型的分析仪是一种实时在线、无损检测仪器。

5 计量特性

5.1 参比样品

5.2 静态测量示值误差

以 2min 为一个周期，测量不少于 15 个周期，分析仪的静态测量示值误差应符合表 1 中推荐值的要求。

表 1 测量分析静态测量示值误差基本要求

应用场景	检测对象	技术要求
煤炭（空干基）	C	$\leq 1.5\%$ (wt%)
	O	$\leq 1.0\%$ (wt%)
	S	$\leq 0.1\%$ (wt%)
	灰分	$\leq 1.0\%$ (wt%)
	热值	≤ 150 (kcal/kg)
水泥	SiO_2	$\leq 0.2\%$ (wt%)
	Al_2O_3	$\leq 0.2\%$ (wt%)
	Fe_2O_3	$\leq 0.8\%$ (wt%)
	CaO	$\leq 0.3\%$ (wt%)
	MgO	$\leq 0.3\%$ (wt%)
铁矿石	SiO_2	$\leq 0.3\%$ (wt%)
	TFe（总铁）	$\leq 0.8\%$ (wt%)
	MgO	$\leq 0.3\%$ (wt%)
	Al_2O_3	$\leq 0.3\%$ (wt%)

	S	$\leq 0.1\%$ (wt%)
	P	$\leq 0.1\%$ (wt%)

5.3 静态测量重复性

对置于分析仪探测区的参比样品进行重复测定所得到的分析仪示值相互间的一致程度,按照 GB/T 19952-2005 中 7.3 和 7.4 给出的方法进行静态重复性测量,按照 GB/T 19952-2005 中 B.2.1-B.2.3 中给出的方法对静态重复性结果进行统计分析。其结果应符合厂家技术文件的相关要求。

5.4 泄漏辐射

距分析仪表表面 100cm 处,剂量当量率最大值应小于 $2.5 \mu\text{Sv} \cdot \text{h}^{-1}$ 。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 温度: $(-30 \sim 45) \text{ } ^\circ\text{C}$;

6.1.2 大气压力: $(86 \sim 106) \text{ kPa}$;

6.1.3 相对湿度: 40%~80%。

6.2 测量标准及其它设备

6.2.1 参比样品

6.2.1.1 煤炭样品

6.2.1.2 水泥样品

6.2.1.3 铁矿石样品

应用于煤炭、水泥、铁矿石的三种参比样品元素含量要求参照表 2。

表 2 煤炭、水泥和铁矿石参比样品参量范围

参比样品	参量要求	扩展不确定
煤炭 (空干基)	C: 35%~90%	$U \leq 0.5\%$, $k=2$
	O: 4%~30%	$U \leq 0.3\%$, $k=2$
	S: 0.1%~5%	$U \leq 0.03\%$, $k=2$
	灰分: 10%~40%	$U \leq 0.3\%$, $k=2$
	热值: 2800kcal/kg~7500 kcal/kg	$U \leq 50\text{kcal/kg}$, $k=2$
水泥	Ca: 25%~40%	$U \leq 0.10\%$, $k=2$

	Si: 4%-10%	$U \leq 0.06\%$, $k=2$
	Al: 0.1%-5%	$U \leq 0.06\%$, $k=2$
	Fe: 0.8%-3.5%	$U \leq 0.26\%$, $k=2$
	Mg: 0.1-3%	$U \leq 0.10\%$, $k=2$
铁矿石	Fe: 40%-70%	$U \leq 0.26\%$, $k=2$
	Ca: 5%-16%	$U \leq 0.10\%$, $k=2$
	Si: 2%-5%	$U \leq 0.10\%$, $k=2$
	Mg: 1%-2%	$U \leq 0.10\%$, $k=2$
	S: 0.1%-5%	$U \leq 0.03\%$, $k=2$
	P: 0.1%-5%	$U \leq 0.03\%$, $k=2$

按照表 1 元素含量范围制备参比样品制备方法详见附录 A 参比样品制备方法。

6.2.3 中子、伽马剂量仪

测量范围 (0.1~200) $\mu\text{Sv} \cdot \text{h}^{-1}$, 分辨力不大于 0.1 $\mu\text{Sv} \cdot \text{h}^{-1}$, 最大允许误差应不超过 $\pm 20\%$ 。

7 校准项目和校准方法

7.1 静态测量示值误差

将仪器调节至正常工作状态, 使用仪器配套的参比样品做定量校正。选取 5 个参比样品, 其参数量值应包括表 1 中的大部分测量范围, 至少有两个样品接近表 1 中的上下限。

将参比样品放在测试区域, 测定参比样品相关指标, 重复测量不少于 15 次, 计算平均值与相应标准值的相对误差为仪器的静态测量示值误差 A_j , 按公式 (1) 计算。

$$A_j = \left| \bar{x}_j - R_j \right| \quad (1)$$

式中:

A_j ——分析仪对参比样品某一参数的静态测量示值误差

\bar{x}_j ——分析仪对某一数重复测定平均值

R_j ——参比样品赋值

7.2 静态测量的重复性

参比 7.1 示值误差测量方法，以 15 次测量示值的相对标准偏差 RSD_j 表示为仪器对参比样品某一参数 j 的测量重复性，按公式 (2) 计算。

$$RSD_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{ji} - \bar{x}_j)^2}{n-1}} \times \frac{1}{\bar{x}_j} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

j ——为参比样品某一参数；

n ——分析仪对某一参数重复测定数（周期数）；

x_{ji} ——分析仪对某一参数 j 的第 i 个周期的测量值；

\bar{x}_j ——分析仪对某一参数 j 重复测量平均值。

7.3 泄漏辐射

调整分析仪在正常工作状态下，在检测通道内放入样品，距分析仪表面（两侧）100cm 处共任意选择 4 个测量点，将防护水平漏射线测量仪设置到剂量率挡，进行泄漏辐射测量。

$$\overset{\text{g}}{K} = M \times K_{TP} \times N \quad (3)$$

式中：

$\overset{\text{g}}{K}$ ——泄漏辐射， $\mu\text{Sv} \cdot \text{h}^{-1}$ ；

M ——中子、伽马剂量仪六次测量的平均值， $\mu\text{Sv} \cdot \text{h}^{-1}$ ；

N ——电离室或半导体探测器剂量当量率的校准因子；

K_{TP} ——空气密度修正系数（仅电离室型探测器），按公式 (4) 计算。

$$K_{TP} = \left(\frac{273.15 + t}{293.15} \right) \cdot \left(\frac{101.3}{p} \right) \quad (4)$$

式中：

t ——温度， $^{\circ}\text{C}$

p ——大气压，kPa

在上述规定条件下，然后按照 (3) 式计算得出结果，取其中最大值为被校仪器的泄漏辐射。

8 校准结果表达

经校准后的被校仪器应填发校准证书，校准证书应符合 JJF1071-2010 中 5.12 的要求，并给出各校准项目名称和测量结果以及扩展不确定度。校准原始记录格式见附录 B。

9 复校时间间隔

基于 PGNA 技术的工业物料成分实时在线检测仪器的复校时间间隔，根据实际使用情况由送校单位自主决定，建议不超过 1 年。

附录 A

参比样品制备方法

A.1 概述

根据分析仪三种主要应用场景,需要制备面向水泥工业的分析仪校准用参比样品、面向铁矿石冶炼工业的分析仪校准用参比样品、面向煤炭工业的分析仪校准用参比样品(后面分别简称水泥参比样品、铁矿石参比样品、煤炭参比样品)。其中水泥参比样和铁矿石参比样以分析纯的化学药品按元素比例进行配制;煤炭参比样品因涉及分析仪热值参数的校准,需用真实煤样进行配制。参比样品至少 100kg,考虑到配制过程中的损耗及使用过程中的损耗,需以 125kg 重量计算配制参比样品所需的各原料重量配制 120kg 参比样品。

A.1.1 水泥参比样品制作

水泥生产过程中,所用到的原料包含的元素成分主要包括 Ca、Si、Al、Fe、C、O、Mg、S、K 等元素。选用的化学原料选取分析纯原料包括石墨、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 CaCO_3 、CaO、MgO 及 K_2CO_3 等在干燥条件下化学性质稳定且无毒的药品。上述药品均要求粉末状。

根据表 1 中,水泥参比样品中 Ca、Si、Al、Fe、Mg 元素的含量范围计算所需 CaO、 CaCO_3 、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、MgO 的重量,其他重量以 K_2CO_3 、石墨补充。通过计算确定至少 5 种配比方案,方案中 Ca、Si、Al、Fe、Mg 元素的含量范围应包括表 1 中大部分测量范围,至少有两个样品接近范围的上下限。

配料流程如下:

第 1 步,配置参比样品所需设备、仪器、辅助品准备,包括 50kg 量程电子称、5kg 量程电子天平、双螺旋混料机、封口机、塑封袋、模具、木箱、大小不等药铲若干、工作人员防护用品若干;

第 2 步,根据配料方案称量所需药品,配置现场重量超过 5kg 的药品用 50kg 量程电子称称量,所需量较小的用 5kg 量程电子天平称量,根据实际称量结果将数据记入表配料记录表中。

第 3 步,搅拌混料。将称量好的药品加入混料机,搅拌后混料,为保证样品上下混料均匀,混料 40min 后将下部药品倒出,再加到混料机的上部后继续混料 40min,每套样品保证混料 80min,中间倒料一次。搅拌结束后卸料,装入准备好的防潮袋中。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/128033067063006044>