



北京市地方计量技术规范

JJF (京) 157-2024

辉光放电光谱仪校准规范

Calibration Specification of Glow Discharge Optical Emission
Spectroscopy

2024-05-16 发布

2024-07-01 实施

北京市市场监督管理局 发布

辉光放电光谱仪校准规范

Calibration Specification of Glow

Discharge Optical Emission Spectroscopy

JJF（京）157—2024

归口单位：北京市市场监督管理局

主要起草单位：钢研纳克检测技术股份有限公司

北京市计量检测科学研究院

首钢集团有限公司技术研究院

参加起草单位：国标（北京）检验认证有限公司

本规范委托北京市计量检测科学研究院负责解释

本规范主要起草人：

毕经亮 （钢研纳克检测技术股份有限公司）

赵少雷 （北京市计量检测科学研究院）

徐永林 （首钢集团有限公司技术研究院）

参加起草人：

赵海波 （北京市计量检测科学研究院）

朱林茂 （钢研纳克检测技术股份有限公司）

胡修伟 （钢研纳克检测技术股份有限公司）

于 磊 （国标（北京）检验认证有限公司）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 概述	(1)
4 计量特性	(1)
5 校准条件	(2)
6 校准项目和校准方法	(2)
7 校准结果表达	(3)
8 复校时间间隔	(4)
附录 A 推荐测量条件	(5)
附录 B 校准原始记录格式	(6)
附录 C 校准证书内页格式	(8)
附录 D 检出限校准结果不确定度评定示例	(9)

引 言

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》共同构成本规范制定的基础性系列规范。

本规范参考了 GB/T 19502—2004《表面化学分析 辉光放电发射光谱方法通则》、GB/T 22368—2008《低合金钢 多元素含量的测定 辉光放电原子发射光谱法（常规法）》、GB/T 32997—2016《表面分析化学 辉光放电发射光谱定量成分深度剖析的通用规程》、GB/T 34209—2017《不锈钢 多元素含量的测定 辉光放电原子发射光谱法》、ISO 14707—2021《表面化学分析 辉光放电发射光谱 使用介绍》、YB/T 4475—2015《钢板及钢带 锌和铝金属镀层分析 辉光放电原子发射光谱法》的相关内容。

本规范为首次发布。

辉光放电光谱仪校准规范

1 范围

本规范适用于辉光放电光谱仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB/T 19502—2004 表面化学分析 辉光放电发射光谱方法通则

GB/T 22368—2008 低合金钢 多元素含量的测定 辉光放电原子发射光谱法（常规法）

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范。

3 概述

辉光放电光谱仪即辉光放电原子发射光谱仪（GD-OES）（以下简称光谱仪），其原理是将表面平整的样品作为阴极，当直流或射频辉光放电光源产生的辉光照射到样品时产生阴极溅射，被溅射的原子扩散到等离子体中，通过碰撞激发发射出元素特征谱线，测量其强度的大小或通过计算强度与时间的函数，从而实现元素定量分析或表面化学深度分析（或深度剖析）。其中，实现元素定量分析时，通过已知元素含量的标准物质建立的元素特征谱线强度与浓度的工作曲线，确定样品中的元素含量；进行表面化学分析（或深度剖析）时，通过已知含量和溅射速率的标准物质建立的工作曲线得到溅射深度对时间的函数，实现元素深度分析和深度测量。

光谱仪主要由辉光放电光源、分光系统、检测器、操作及显示装置等组成。

4 计量特性

光谱仪的计量性能见表 1。

表 1 计量特性

校准项目	元素	测量范围	计量特性
检出限	C、Si、Mn、Cr、Ni、Mo	$\leq 0.01\%$	$\leq 0.003\%$
	P、S	$\leq 0.01\%$	$\leq 0.002\%$

JJF（京）157—2024

重复性	C、Si、Mn、Cr、Ni、Mo	(0.05~2) %	≤3%
	P、S、	(0.01~0.1) %	≤5%

表 1 计量特性 (续)

校准项目	元素	测量范围	计量特性
稳定性	C、Si、Mn、Cr、Ni、Mo	(0.05~2) %	≤5%
	P、S	(0.01~0.1) %	≤8%
深度测量重复性	Zn	≤20μm	≤3%
注：以上计量性能要求仅供参考，不作为判定依据。			

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：(20~25) °C；相对湿度：20%~80%；

5.1.2 电源电压：(220±22) V；频率：(50±0.5) Hz；

5.1.3 仪器周围无影响正常工作的机械振动和电磁干扰，无易燃易爆和强腐蚀性气体或试剂等干扰因素。

5.2 测量标准

5.2.1 系列中低合金钢成分有证标准物质，其中元素相对扩展不确定度不大于 20% ($k=2$)；纯铁成分有证标准物质，其中元素扩展不确定度不大于 0.001% ($k=2$)。

5.2.2 镀锌层厚度片。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准前检查

按仪器说明书要求开机预热，调整至正常工作状态，仪器参数设置见附录 A。

6.2 检出限

调取中低合金钢或纯铁工作程序，溅射系列中低合金钢标准物质，记录辉光信号强度。按表 1 范围选择纯铁标准物质，连续溅射 11 次，按式 (1) 和式 (2) 分别计算标准偏差及检出限。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (1)$$

式中：

s — 测量值的标准偏差；

x_i — 元素单次测量值；

—

 $\bar{x}$ —元素 11 次测量的平均值; n —元素测量次数, $n=11$ 。

$$D_L = \frac{3s}{b} \quad (2)$$

式中:

 D_L —元素检出限, %; b —工作曲线斜率。

6.3 重复性

调取中低合金钢工作程序, 按表 1 范围选用中低合金钢标准物质, 连续溅射 11 次, 记录元素测量值或辉光信号值, 按式 (3) 计算相对标准偏差, 即为重复性。

$$RSD = \frac{1}{\bar{x}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

 RSD —测量重复性; x_i —元素单次测量值, %或辉光信号强度;

—

 $\bar{x}$ —元素 11 次测量的平均值, %或辉光信号强度; n —元素测量次数, $n=11$ 。

6.4 稳定性

调取中低合金钢工作程序, 每次间隔 15min 以上, 连续溅射表 1 范围内的中低合金钢标准物质 6 次, 每次溅射需在不同表面位置, 按式 (3) 计算 6 次测量值的相对标准偏差即为稳定性。

6.5 深度测量重复性

光谱仪调整至深度测量模式, 选择镀锌层厚度片, 连续溅射 7 次, 每次溅射需在不同表面, 按式 (4) 计算相对标准偏差即为厚度测量重复性。

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/468136014042006114>