



北京市地方计量技术规范

JJF (京) XXXX—XXXX

合金分析仪校准规范

Calibration Specification for Alloy Analyzers

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

北京市市场监督管理局 发布

合金分析仪校准规范

Calibration Specification for
Alloy Analyzers

JJF (京) XXXX—XXXX

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

参加起草单位：北京市科学技术研究院分析测试研究所
(北京市理化分析测试中心)

本规范委托XXXXXX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）

赵海波 （北京市计量检测科学研究院）

张宜文 （北京市计量检测科学研究院）

参加起草人：

邹 涛 （北京市科学技术研究分析测试研究所
（北京市理化分析测试中心））

梁俊梅 （北京市计量检测科学研究院）

刘明博 （钢研纳克检测技术股份有限公司）

目 录

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
5.1 环境条件	2
5.2 测量标准	2
6 校准项目和校准方法	2
7.复校时间间隔	3
8. 复校时间间隔	4
附录 A 合金分析仪校准示值误差不确定度评定	5
附录 B 合金分析仪校准原始记录格式	7
附录 C 校准证书内页格式	8

引 言

本规范依据 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》、JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》进行编制。

在编制过程中，参考了 GB/T 32267-2015《分析仪器性能测定术语》、GB/T 36226-2018《不锈钢 锰、镍、铬、钼、铜和钛含量的测定 手持式能量色散 X 射线荧光光谱法》、EJ/T 684-2016《便携式能量色散 X 射线荧光分析仪》、JB/T 12962.1-2016《能量色散 X 射线荧光光谱仪 第 1 部分：通用技术》等文件中的部分内容。

本规范为首次发布。

合金分析仪校准规范

1 范围

本规范适用于手持式合金分析仪的校准。其他手持式 LIBS 光谱仪、稀土快速鉴别仪、土壤分析仪等可参照校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB/T 36226-2018 不锈钢 锰、镍、铬、钼、铜和钛含量的测定 手持式能量色散 X 射线荧光光谱法（半定量法）

GB/T 31364-2015 能量色散 X 射线荧光光谱仪主要性能测试方法

EJ/T 684-2016 便携式能量色散 X 射线荧光分析仪

JB/T 12962.1-2016 能量色散 X 射线荧光光谱仪 第 1 部分：通用技术

JB/T 12962.1-2016 能量色散 X 射线荧光光谱仪 第 2 部分：元素分析

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

合金分析仪（以下简称仪器）又称手持式合金分析仪，手持式 X 射线荧光光谱仪，基于能量色散 X 射线荧光光谱法的原理，由 X 射线管发射出原级 X 射线照射到样品，样品中各元素被激发产生特征 X 射线，由高性能半导体探测器接收，由于各元素的特征谱线能量不同，从而根据能量位置及大小分辨出不同元素及其含量。

仪器主要由 X 射线管、准直器、探测器、数据采集与处理系统等组成。

4 计量特性

4.1 能量分辨力

4.2 仪器示值误差

4.3 测量重复性

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 温度：（15~35）℃；

5.1.2 相对湿度：不大于 85%；

5.1.3 供电电源：交流电压（220±22）V，（50±1）Hz；

5.1.4 仪器周围应无影响仪器正常工作的电磁场干扰；无易燃易爆物品和腐蚀性气体存在；仪器应置于平稳的工作台上，且避免阳光直射。

5.2 测量标准

5.2.1 有证标准物质：不锈钢成分分析国家有证标准物质，或适用于仪器应用的其他基体有证标准物质。

5.2.2 其他：二氧化锰压片或高锰钢圆片，或仪器规定的其他分辨力测试样品。

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，用仪器自带校正样品进行校正或调整至正常工作状态。

6.2 能量分辨力

将 5.2.2 中的二氧化锰压片或高锰钢放置在试验台，适当调节管压和管流，测量 $MnK\alpha$ 在 5.89eV 附近的特征谱图。 $MnK\alpha$ 的后半峰能量与前半峰能量之差为能量峰半高宽，即为能量分辨力。或按照仪器规定的样品或方式测量能量分辨力。

对于某些不能读取图谱的仪器可以免做此项。

6.3 示值误差

仪器调整至正常工作状态，选择合金测试模式（或其他基体分析类模式），选取不少于 2 个代表元素（如 Cr 和 Ni），依次测量高、中、低三个含量的不锈钢成分分析标准物质，每种标准物质重复测量 3 次，按照公式（1）计算示值误差

$$\Delta x_r = \frac{\bar{x} - x_s}{x_s} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

Δx_r —仪器的相对示值误差，%；

$\bar{x}$ —3 次测量的平均值，%；

x_s —代表元素的标准值，%。

6.4 重复性

在 6.3 的测量条件下，选取含量（10~20）%的 Cr 或（1~10）%的 Ni 元素不锈钢成分分析标准物质，重复测量 10 次，按照公式（2）计算仪器测量重复性。

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

式中：

RSL —测量相对标准偏差，%；

x_i —单次测量值，%g。

$\bar{x}$ —10 次测量的平均值，%；

7. 复校时间间隔

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（如果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) 客户名称和地址；

f) 被校仪器的制造单位、名称、型号及编号；

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) 如果与校准结果的有效性应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；
- i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范的偏离的说明（如有）；
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 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

仪器复校时间间隔建议为 1 年。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

合金分析仪校准示值误差不确定度评定

A1 概述

A1.1 测量过程

依据本规范 6.2 进行仪器示值误差的校准。

A1.2 标准物质及计量器具：

不锈钢成分分析标准物质 GBW01664a，其中 Ni 含量（7.34 ± 0.04）%，（k=2）。

A1.3 被校准设备：合金分析仪。

A1.4 环境条件：室温 24℃，相对湿度 46%RH。

A2 示值误差的不确定度评定

A2.1 测量模型

$$\Delta x_r = \frac{\bar{x} - x_s}{x_s}$$

式中：

Δx_r — 示值误差，%；

$\bar{x}$ — 3 次测量的平均值，%；

x_s — 标准值，%。

A2.2 不确定度传播率

各分量均彼此不相关，则：

$$u_r^2(\Delta x_r) = c_1^2 u(\bar{x})^2 + c_2^2 u(x_s)^2$$

灵敏系数为：

$$c_1 = \frac{f \Delta x_r}{f \bar{x}} = \frac{1}{x_s} \quad c_2 = \frac{f \Delta x_r}{f x_s} = -\frac{\bar{x}}{x_s^2}$$

由于 $\bar{x}$ 和 x_s 相近，可近似为 $\frac{\bar{x}}{x_s} \cup 1$ ，则不确定度可简化为：

$$u_r(\Delta c) = \sqrt{u_r(\bar{x})^2 + u_r(x_s)^2}$$

A2.3 不确定度影响因素分析

由测量模型可知，示值误差不确定度的影响因素主要由测量重复性和标准物质不确定度组成。

A2.4 不确定度评定

A2.4.1 测量重复性引起的不确定度

标准物质测量 10 次，Ni 元素含量分别为：7.23、7.45、7.33、7.41、7.23、7.29、7.25、7.44、7.49、7.51，则平均值 7.37%，单次测量的实验标准偏差 0.12%。

校准时测量 3 次，因此测量重复性引起的相对不确定度为：

$$u_r(\bar{x}) = \frac{0.12}{7.37 \sqrt{3}} \times 100\% = 0.94\%$$

A2.4.2 标准物质的不确定度

经查所用标准物质 Ni 元素不确定度为 0.04%（ $k=2$ ），则标准物质引起的相对不确定度为：

$$u_r(x_s) = \frac{0.04}{7.37} \times 100\% = 0.27\%$$

A2.5 合成不确定度

$$u_r(\Delta x) = \sqrt{0.94^2 + 0.27^2} = 0.98\%$$

A2.6 扩展不确定度

取 $k=2$ ，则扩展不确定度为：

$$U_r = k \wedge u_r(\Delta x) = 2\%$$

附录 B

合金分析仪校准原始记录格式

证书编号：原始记录编号：

送校单位：		校准地点：		
制造厂：	仪器型号：		仪器编号：	
环境温度：	环境湿度：		校准依据：	
校准日期：	校准员：		核验员：	
计量器具/标准物质	型号/编号	不确定度/准确度/最大允许误差	有效期	溯源单位/生产厂家

一 外观

二、能量分辨力

测量条件	Mnk α 后半峰/eV	Mnk α 前半峰/eV	能量分辨力/eV

三、仪器示值误差及重复性

标准物质	元素	标准值/%	3 次测量值/ %	平均值/ %	示值误差/%

五 重复性

标准物质	元素	10 次测量值/%					平均值/%	重复性/%

附录 C

校准证书内页格式

证书编号：××××—××××

校准结果

一、分辨力：

二、仪器示值误差：

三、测量重复性：

以下空白