

团体标准

T/CSTM XXXXX—202X

原子光谱分析仪器性能评价通则

General rules for performance evaluation of atomic spectrum analyzers

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

前 言

本文件参照 GB/T 1.1—2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》，GB/T 20001.4 《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》给出的规则起草。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会科学试验领域委员会（CSTM/FC98）提出。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会科学试验评价技术委员会（CSTM/FC98/TC04）归口。

本文件为原子光谱分析仪器性能评价系列标准的第一部分。

本文件为首次发布。

原子光谱分析仪器性能评价通则

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了原子光谱分析仪器使用性能评价的术语和定义及评价方法。

本文件适用于火花放电原子发射光谱仪、激光诱导原子发射光谱仪、辉光放电原子发射光谱仪、电感耦合等离子体原子发射光谱仪、原子吸收光谱仪、原子荧光光谱仪和 X 射线荧光光谱仪相关使用性能的评价。

被评价仪器应达到本文件推荐的计量校准规程相应技术等级，推荐的国家、团体分析标准适用于原子光谱仪器使用性能的测试与评价。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 32267 分析仪器性能测定术语

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分 总则与定义

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG-694 原子吸收分光光度计

JJG-768 发射光谱仪

JJG-810 波长色散X射线荧光光谱仪检定规程

JJG-939 原子荧光光度计检定规程

T/CSTM 00277.1 化学分析仪器长期稳定性评价 第一部分 基于标准分析方法的评价

T/CSTM 00277.2 化学分析仪器长期稳定性评价 第二部分 基于非标准分析方法的评价

3 术语和定义

GB/T 32267、GB/T 6379.1界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

分辨率 resolution

仪器区别相近信号的能力。

[来源：GB/T 32267-2015, 2.18]

3.2

检出限 limit of detection

在一定的置信度下由特定的分析方法能够检出的最小分析信号求得的最低浓度。

[来源：GB/T 32267-2015, 2.1]

3.3

定量限 limit of quantification
定量分析方法实际可测定的某组分的下限。
[来源：GB/T 32267-2015, 2.2]

3.4

接受参照值 accepted reference value
用作比较的经协商同意的标准值，它来自于：
a) 基于科学原理的理论值或确定值；
b) 基于一些国家或国际组织的实验工作中的同意值或认证值；
c) 基于科学或工程组织赞助下合作实验工作中的同意值或认证值；
d) 当a) b) c) 都不能获得时则用（可测）量的期望，即规定测量总体的均值。
[来源：GB/T 6379.1-3, 3.5]

3.5

正确度 trueness
由大量测试结果得到的平均值与接受参照值间的一致程度。
[来源：GB/T 6379.1-3, 3.7]

3.6

重复性 repeatability
在同一实验室，由同一操作人员使用相同的设备，按相同的测试方法，在相同的测试条件下，对同一被测量在短时间内对相继独立进行多次测量的精密度。
[来源：GB/T 32267-2015, 2.6]

3.7

仪器稳定性 stability of equipment
在规定的工作条件下，在规定的时间内，仪器保持测定值随时间在限定范围内变化的能力。
[来源：GB/T 32267-2015, 2.19]

3.8

波长示值误差 Indication error of wavelength
波长示值与标准值之差

3.9

波长重复性 repeatability of wavelength
多次测量波长示值误差的最大值

3.10

最小光谱带宽 minimum bandwidth of spectral line
规定考核元素浓度指定特征谱线的半峰宽。

3.11

基线漂移 baseline drift
在规定的工作条件下和时间内，基线的缓慢变化。
[来源：GB/T 32267-2015, 2.20]

3.12

通道间干扰 mutual interference between channels
仪器进行多通道测量时，测量通道之间的相互干扰。
[来源：GB/T 32267-2015, 6.31]

3.13

计数率比 ratio of count rate

实测计数率与仪器技术标准规定的测量条件下初始计数率的比值。

3.14

仪器线性计数率偏差 deviation of linear count rate of equipment

计数率对电流的曲线上，90%或60%仪器规定最大线性计数率时的计数率偏差。

3.15

探测器能量分辨率 energy resolution of detector

探测器的脉冲高度分布曲线的半峰宽与平均脉冲高度的百分比。

4 评价标准

4.1 计量校准规程

按照计量校准规程对仪器的性能指标进行评价，评价技术指标所达到的计量校准规程技术等级或是否满足计量校准规程的要求。

4.2 分析方法标准

按照国家、行业、团体方法标准对仪器的性能指标进行评价，评价仪器技术指标是否符合标准要求。

5 性能测试及评价方法

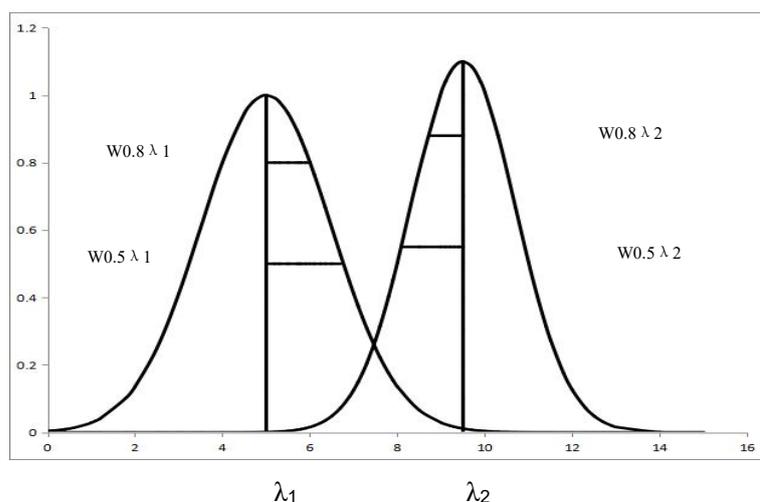
5.1 通用性能

5.1.1 分辨率

5.1.1.1 测试方法

方法一：

在仪器考核波长范围内选取两条足够邻近且谱线峰值大致相当的元素特征谱线 λ_1 、 λ_2 （如 Fe310.0304nm、Fe310.0665nm）测试分辨率，激发考核样品（如纯铁样品），记录紧邻两条元素特征谱线图。



当能够从图谱上分别读出两条谱线峰值 80% 处的峰宽时，测量 λ_1 长波侧 80% 峰宽 $W_{0.8, \lambda_1}$ ，和 λ_2 峰短波侧 80% 峰宽 $W_{0.8, \lambda_2}$ ，以及 λ_1 与 λ_2 两谱峰之间的宽度 $\Delta\lambda$ ，分辨率 $R_{0.8}$ 为：

$$R_{0.8} = \frac{\Delta\lambda}{W_{0.8,\lambda_1} + W_{0.8,\lambda_2}} \quad (3)$$

当能够从图谱上分别读出两条谱线峰值 50% 处的峰宽时，测量 λ_1 长波侧 50% 峰宽 $W_{0.5, \lambda_1}$ ，和 λ_2 峰短波侧 50% 峰宽 $W_{0.5, \lambda_2}$ ，以及 λ_1 与 λ_2 两谱峰之间的宽度 $\Delta\lambda$ ，分辨率 $R_{0.5}$ 为：

$$R_{0.5} = \frac{\Delta\lambda}{W_{0.5,\lambda_1} + W_{0.5,\lambda_2}} \quad (4)$$

方法二：

测量基体组分或规定组分特征谱线轮廓，以峰值 50% 处峰宽计算光谱带宽。

5.1.1.2 评价方法

方法一：

按 5.1.1 方法一所测分辨率，分辨率 $R_{0.8}$ 小于 1 时不能分辨，等于 1 时恰能分辨；分辨率 $R_{0.5}$ 大于等于 1 时能较好分辨。

方法二：

按 5.1.1 方法二所测光谱带宽是否满足国家、行业、团体测试方法标准或计量校准规范。

5.1.2 检出限与定量限

5.1.2.1 测试方法

检出限为空白样品（或含量接近检出限的固体样品）测量信号 10 次测量值的标准偏差的 3 倍与线性校准曲线斜率之比。

定量限为空白样品（或含量接近检出限的固体样品）测量信号 10 次测量值的标准偏差的 10 倍与线性校准曲线斜率之比。

5.1.2.2 评价方法

检出限按国家、行业、团体测试方法标准或计量校准规范评价，是否满足标准要求或达到标准相应等级。

将定量限与国家、行业、团体测试方法标准测量范围下限进行比较，是否满足标准要求。

5.1.3 正确度

5.1.3.1 测试方法

重复测定考核样品 n 次，计算测量值的平均值与接受参考值之差。

5.1.3.2 评价方法

测量值的平均值与接受参照值之差是否满足临界差。

5.1.4 重复性

5.1.4.1 测试方法

方法一

按照计量校准规程的方法进行测试。

方法二

在重复性条件下对仪器响应信号进行 n 次测量，通常测量 10 次，计算测量数据的标准偏差：

5.1.4.2 评价方法

方法一

按照计量校准规程的方法进行评价。

方法二

当 10 次测量数据的标准偏差是否不大于标准分析方法规定重复性限的 0.5 倍。

5.1.5 稳定性

5.1.5.1 测试方法

方法一：

按照计量校准规程的方法进行测试。

方法二：

按 T/CSTM 00277.1 或 T/CSTM 00277.2 对稳定性进行测试。

5.1.5.2 评价方法

方法一

按照计量校准规程的方法进行评价。

方法二

按 T/CSTM 00277.1 或 T/CSTM 00277.2 评价稳定性。

5.1.6 正确度

5.1.6.1 测试方法

选择覆盖校准曲线范围的多个（通常为 5 个以上）标准样品，独立测量 n 次，计算测试数据平均值。

5.1.6.2 评价方法

计算测量值的平均值与接受参照值之差，将其与临界差比较，满足式（5）时符合标准要求，否则不符合。

$$|\bar{y} - \mu_0| \leq \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R^2 - \frac{n-1}{n} r^2 + 8 \times u_{CRM}^2} \quad (5)$$

5.2 专业性能

5.2.1 测试方法

对附录 A 中的技术指标按照仪器计量校准规程或标准分析方法的要求进行测试。

5.2.2 评价方法

根据仪器计量校准规程或标准分析方法的要求进行评价。

6 仪器和设备

6.1 分析仪器

6.1.1 对参评仪器类别的规定

对多型号仪器进行评价时，被评价仪器应当是分析原理相同的同类分析仪器。

6.1.2 对参评仪器测量参数的规定

仪器测量参数按评价对象相关的国家、行业、团体标准作出规定。

6.2 样品处理设备

5.2.1 溶液样品的处理设备

必要时，确定样品处理设备类型、工作参数（如微波消解装置的工作压力、消解时间等）。

5.2.2 固体样品的处理设备

确定样品处理设备类型、工作参数（如铣床铣刀转速、刀头切削深度和刀头移动速度等）。

6.3 其他辅助设备

当测试结果与主机以外的其他设备有直接联系时，需对评价仪器的配套设备（如净化装置等）等作出规定。

7 试剂和材料

7.1 对试剂纯度的规定

根据国家、行业、团体标准对仪器性能测试所用稀释剂、溶剂、熔剂的纯度及等级作出规定。

7.2 对试验材料的规定

试验方案应根据国家、行业、团体标准对仪器性能测试所用样品制备材料作出具体规定（如使用气体的纯度，研磨材料的材质、粒度等）。

8 样品

8.1 考核样品的基体规定

固体考核样品应含量均匀、准确赋值。液体考核样品应介质均匀、无残渣、沉淀、析出物，质保期和储存条件符合要求。

8.2 考核样品等级的规定

考核样品可选用国内、国外有证标准物质CRM、标准物质RM或质量控制样品QC。液体样品可用基准物质配制，也可使用市售标准溶液。

8.3 考核样品中考核元素

设定考核样品中考核元素应考虑但不限于：1) 分析方法标准测量范围中的主要元素，2) 仪器的波长范围、谱线扫描范围。

8.4 考核样品含量水平的设计

设定考核元素含量应考虑但不限于：1) 分析方法标准测量范围中的元素范围，2) 元素的分析下限与分析上限，3) 含量水平尽可能均匀分布。

9 试验数据处理

测试数据按GB/T 8170进行修约，试验方案应明确规定单个测量值、平均值、标准偏差、相对标准偏差、判定极限数值（临界值）的有效位数，通常，测量数据较判定极限数值多保留一位有效数字，平均值与判定极限数值有效位数相同。检出限、定量限、标准偏差、相对标准偏差最多保留两位有效数字。

注：检出限与定量限数字修约时只进不舍。

10 分析仪器性能评价的方法

10.1 符合性判定法

将各仪器性能测试值与标准、规范的极限值\区间值进行比较，作出“符合”、“满足”标准要求或达到某一等级的判定。

10.2 四分位数比较法

将各评价仪器性能的测试数据由小到大顺序排列，计算下四分位数 Q1、中位数 Q2 和上四分位数 Q3，得到四个等分区间，将仪器性能所在区间对仪器进行评价。

10.3 排序比较法

将各评价仪器性能指标按高低顺序排列。

11 评价报告

报告应当包括下列内容：

- a) 评价目的与意义；
- b) 评价原则；
- c) 评价标准；
- d) 试验方案；
- e) 试验结果及评价
- f) 总结
- g) 参考文献
- h) 附录

12 评价资料存档

档案应当包括下列内容：

- i) 试验计划
 - j) 试验标准
 - k) 参评实验室、仪器型号名称
 - l) 试验样品现场验收记录
 - m) 样品制备材料及设备确认记录
 - n) 现场环境条件记录
 - o) 试验原始记录。
-

附录 A
(规范性)
专业评价项目

A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

表 A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪专业评价指标

序号	专业评价项目	性能评价标准	专业性能要求
1	波长示值误差 及重复性	JJG-768	示值误差 $\leq 0.03\text{nm}$ 为 A 级, $\leq 0.05\text{nm}$ 为 B 级。 重复性 $\leq 0.03\text{nm}$ 为 A 级, $\leq 0.05\text{nm}$ 为 B 级。
2	最小光谱带宽	JJG-768	Mn257.610nm 半峰宽 $\leq 0.015\text{nm}$ 。

A.2 X 射线荧光光谱仪

表 A.2 X 射线荧光光谱仪专业评价指标

序号	专业评价项目	性能评价标准	专业性能要求
1	计数率比	JJG 810	不低于仪器技术标准规定的测量条件下初始计数率的 60%为 A 级, 不低于 50%为 B 级。
2	检测器能 量分辨率	JJG 810	F-PC: $\leq 40\%$ (Al-K α) 为 A 级, $\leq 45\%$ (Al-K α) B 级 SC: $\leq 60\%$ Cu-K α) 为 A 级, $\leq 70\%$ Cu-K α) 为 B 级
3	仪器线性 计数率偏差	JJG 810	90%仪器规定最大线性计数率时的计数率偏差 $\leq 1\%$ 时为 A 级。 60%仪器规定最大线性计数率时的计数率偏差 $\leq 1\%$ 时为 B 级。

A.3 原子吸收光谱仪

表 A.3 原子吸收光谱仪专业评价指标

序号	专业评价项目	性能评价标准	专业性能要求
1	波长示值误差 及重复性	JJG 694	示值误差不大于 0.5nm。 重复性不大于 0.3nm。
2	基线稳定性	JJG 694	零点漂移吸光度不大于 0.008/15 min 瞬时噪声吸光度不大于 0.006
3	线性误差	JJG 694	火焰原子化器: $\leq 10\%$, 石墨炉原子化器 $\leq 15\%$

A.4 原子荧光光谱仪

表 A.4 原子荧光光谱仪专业评价指标

序号	专业评价项目	性能评价标准	专业性能要求
1	通道间干扰	JJG 939	不大于 5%

附录 B
(资料性)
起草单位和主要起草人

本文件起草单位：中关村材料试验技术联盟、北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、宝山钢铁股份有限公司。

本文件主要起草人：沈克、高文工、佟艳春、汪正范、罗立强、唐凌天、唐本玲、王晗、李君平。
