

《原子光谱分析仪器性能评价通则》

标准编制说明书

1 工作简况

1.1 任务来源

根据 CSTM 标准委员会 2022 年 6 月 6 日材试标字[2022]097 号文件关于 CSTM 标准签发的立项通告，批准 CSTM 标准《原子光谱分析仪器性能评价通则》立项，该标准（中文版）立项编号为 CSTM LX 9804 00964—2022，标准（英文版）立项编号为 CSTM LX 9804 00964—2022 E，标准项目由 CSTM/FC98 科学试验领域委员会 TC04 科学试验评价技术委员会归口管理，由中关村材料试验技术联盟负责牵头起草。

1.2 主编单位协作单位

主编单位：中关村材料试验技术联盟。协作单位：中实国金、钢研纳克检测技术股份有限公司、杭州谱育公司。

1.3 主要工作过程

2021 年 6 月 CSTM 中国材料与试验团体标准委员会组织召开了第一次工作组会议，成立了仪器性能评价标准编写工作组，着手进行标准草案的编写工作，为搭建仪器性能评价标准体系，在制订火花放电原子发射光谱仪性能评价标准的同时，还需制订原子光谱分析仪器性能评价通则，会议确定了制定了标准制定方案和时间安排，并进行了工作划分，中关村材料试验技术联盟主要负责国内外原子光谱分析仪器性能评价方法及相关标准制修订情况的调研工作，完成团体标准原子光谱分析仪器性能评价通则草案起草工作。

2021 年 8 月 10 日标准编写工作组召开了第二次工作组会议，初步确立了标准草案。

2021 年 9 月 7 日至 10 月 17 日，火花放电原子发射光谱仪性能评价组完成了现场试验，采集到灵敏度、检出限与定量限、分辨率、重复性和稳定性的试验数据，为通则的制订提供了素材与相关信息。

2021 年 12 月 2 日，标准编写工作组召开了第三次工作组会议，对标准草案进行了讨论，确定将标准评价项目分为两大部分，第一部分是通用性能，包括分辨率、检出限、定量限、正确度、重复性和稳定性。第二部分是专业性能，明确了除通用性能外，ICP 光谱仪、X 荧光光谱仪、原子荧光、原子吸收光谱仪特有的、需进行评价的使用性能。

2022 年 3 月，确定标准文本内容，编写标准编制说明。

2022 年 4 月，通过标准立项审查，收集、整理了专家提出的修改建议。

2022年6月，召开第三次工作组会议，形成标准征求意见稿，面向社会公开征求意见。

2. 标准化对象简要情况及标准制修订原则

2.1 标准化对象简要情况

经过多年的快速发展，我国分析测试仪器已遍及科研、生产、环境、安全等各个领域，仪器的质量、性能正在不断提升。分析仪器产生试验结果在我国科技创新和经济社会高质量发展中发挥了重要的作用。

迄今，我国分析测试标准体系正不断完善，与标准紧密相关的分析仪器是否能够有效支撑测试标准，是否能够满足客户的使用要求则是标准实施的重要基础，仪器性能应当受到应有的关注，因此，开展分析仪器性能评价十分必要。开展分析测试仪器性能评价需要依据相应的标准，为了科学、规范开展评价工作需建立相应的系列标准“仪器性能评价通则”和具体专业的“仪器评价方法”

2.2 标准制定的必要性分析

1) 科学试验仪器是工业生产质量控制和材料性能检验的重要保障，所产生的试验结果的有效性直接影响科学成果的可靠性和科学性，也关乎到产品质量的代表性和稳定性。开展火花源原子发射光谱仪性能评价既是贯彻落实 CSTM 一体两翼（标准+评价）发展理念的需要，同时对于确保试验结果的有效性，更好的服务于“国内大循环为主、国内国际双循环”相互促进的新发展格局，支撑我国科技创新和经济社会高质量发展也有着非常重要的意义。

2) 目前，原子光谱分析法相关标准已覆盖冶金、材料、环境、食品、医药等领域，与标准紧密相关的分析仪器能否充分满足标准技术要求则是标准实施的重要基础，因此，需要对原子光谱分析仪器的使用性能开展评价。

3) 为了科学、规范开展仪器性能评价，并指导众多原子光谱分析仪器开展性能评价需制订原子光谱分析仪器性能评价团体标准。

2.3 标准制定的原则

1) 标准的编写格式按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》、GB/T 20001.4 标准编写规则 第4部分：试验方法标准的统一规定和要求进行编写。

2) 标准制定过程遵循先进性原则, 标准的适用范围不仅包括火花放电原子发射光谱仪等技术成熟的光谱仪, 还将近年来迅速发展的辉光放电光谱仪、激光诱导原子发射光谱仪的技术特性评价纳入本标准。

3) 标准制定过程遵循经济性和适用性原则, 本标准的制订以用户关注的仪器使用性能为重点。仪器的性能涉及多种特性, 包括仪器的使用特性、安全性、耐用性和电磁辐射兼容性等, 为服务广大光谱仪用户, 突出标准的适用性, 本标准选择体现仪器使用性能的技术指标作为评价对象。

3. 采用国际标准和国外先进标准的情况, 我国标准同被采用标准、和/或与国际、国外同类标准的主要差异及其原因, 或与测试的国外样品的有关数据对比情况

目前, 未识别出关于原子光谱分析仪器性能评价方法的国际标准、国外标准、国家标准、行业标准和团体标准。

4. 标准主要内容及其确定依据

4.1 概述

标准起草人对原子光谱分析仪器的技术性能的评价方法现状进行全面调研, 同时广泛搜集相关标准和国内外技术资料, 进行了大量的研究分析、资料查证工作, 结合实际需求和应用经验, 编制了《原子光谱分析仪器性能评价通则》(征求意见稿)。技术内容包括范围、规范性引用文件、术语和定义、评价标准、性能测试及评价方法、仪器和设备、试剂和材料、样品、试验数据处理、分析仪器评价方法、评价报告、评价资料存档等 12 个章节。

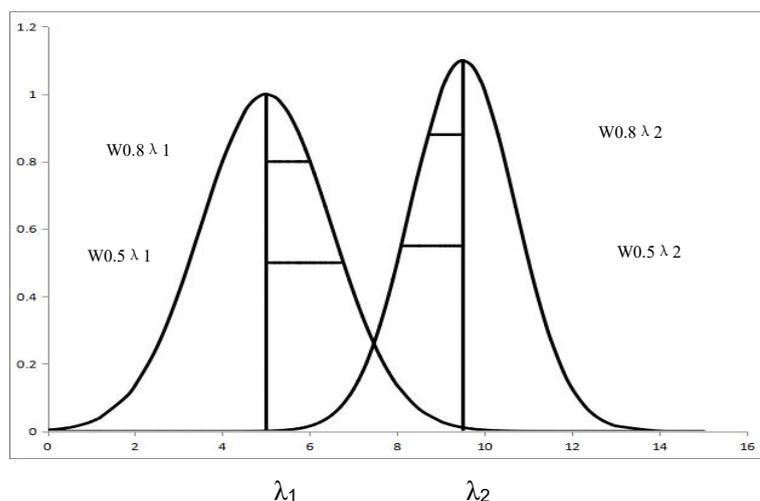
4.2 通用性能——分辨率

4.2.1 试验方法

分辨率是光谱仪的重要技术性能, 通用的测试方法主要有 2 种, 方法一适用于 CCD 火花光谱仪, 方法二适合于 ICP 光谱仪。

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谱。



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：

$$R_{0.8} = \frac{\Delta\lambda}{W_{0.8, \lambda_1} + W_{0.8, \lambda_2}} \quad (1)$$

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：

$$R_{0.5} = \frac{\Delta\lambda}{W_{0.5, \lambda_1} + W_{0.5, \lambda_2}} \quad (2)$$

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。

4.2.2 评价方法

对于方法一，当分辨率 $R_{0.8}$ 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。

对于方法二，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。

4.3 通用性能——检出限

4.3.1 试验方法

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。

4.3.2 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。

4.4 通用性能——定量限

4.4.1 试验方法

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。

4.4.2 评价方法

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。

4.5 通用性能——正确度

4.5.1 试验方法

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。

4.5.2 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。

4.6 通用性能——重复性

根据 GB/T 6379.1-2004，重复性是在同一实验室，由同一操作人员使用相同的设备，按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象进行独立测量，所得结果的一致程度。通常情况下，可用计量校准规程（如 JJG 768-2005《发射光谱仪》）评价光谱仪的重复性，本标准将国家计量校准规程作为第一种评价方法。然而，达到此标准技术等级的火花光谱仪并不能一定满足某一领域的测试方法标准要求，因此，本标准将仪器性能的评价分为两个部分，首先，用第一种方法评价仪器是否达到基本要求，其次，以多次含量分析值的标准偏差是否小于测试方法标准（如 GB/T 4336）重复性限的二分之一来衡量仪器是否满足分析方法标准的重复性要求，即第二种评价方法。

4.6.1 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。

4.6.2 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小于或等于标准分析方法规定重复性限的 0.5

倍时，重复性符合要求，否则，不符合要求。

4.7 通用性能——稳定性

4.7.1 测试方法

仪器的稳定性首先应达到国家计量检定规程的技术等级，对于参评光谱仪来说这是一项基本要求，在仪器应用于某一分析领域时，能否满足相关标准要求还需做进一步测试，因此，文件分别按仪器计量校准规范（如 JJG 768-2005）和团体标准 T/CSTM 00277.1 202x 或 T/CSTM 00277.2 进行测试。

4.7.2 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。

4.8 专业性能

文件对不同原子光谱分析仪器的专业性能项目、评价标准和性能要求做出了规定。

4.8.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

表 A.1.1 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 $\leq 0.015\text{nm}$ 。

4.8.2 X 射线荧光光谱仪

表 A.1.2 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。

4.8.3 原子吸收光谱仪

表 A.1.3 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：≤10%，石墨炉原子化器≤15%

4.8.4 原子荧光光谱仪

表 A.1.4 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%

5 主要试验（或验证）结果的分析、综述报告等。

2021 年 CSTM 组织开展了 CCD 火花光谱仪性能评价，有 8 家 8 种型号的 CCD 光谱仪参评，评价专家小组赴现场进行了指导、监督测试，测试项目有分辨率、检出限、定量限、重复性和稳定性，对现场测试结果的统计数据表明，评价方法切实可行，仪器性能结果符合现有 CCD 光谱仪的实际情况，反映了参评仪器的真实水平，不同型号仪器的性能呈现较明显的差异，同时也发现了参评 CCD 光谱仪共同存在的问题，如分辨率、定量限等。该项评价活动的顺利实施，为原子光谱分析仪器性能评价通则的制订提供了有价值的技术支撑。

6.与有关的现行的方针、政策、法律、法规和强制性标准的关系

本部分编制原则符合国家的有关法律、法规的规定，与强制性标准协调一致。

7.贯彻标准的要求和措施建议

无

8.废止有关标准的建议

无

9.标准涉及专利情况的说明

在本标准不涉及专利。

10.重要内容的解释和其它应予说明的事项

无

标准编制工作小组

2022.6.10