

有色金属行业计量技术规范项目建议书

建议项目名称	工业在线激光诱导击穿光谱分析仪校准规范		
制定或修订	<input checked="" type="checkbox"/> 制定 <input type="checkbox"/> 修订	被修订计量技术规范号	
计量技术规范性质	<input type="checkbox"/> 检定规程 <input checked="" type="checkbox"/> 技术规范	计量技术规范类别	<input checked="" type="checkbox"/> 重点 <input type="checkbox"/> 基础
主要起草单位	北矿检测技术股份有限公司		
联系人	阮桂色	联系电话	010-59069661
任务年限	2 年	申请经费	5 万
参加单位	云南磷化集团有限公司、宜都兴发化工有限公司、白银有色集团股份有限公司第三冶炼厂、青海铜业有限责任公司		
目的、意义和必要性	<p>本项目中的工业在线激光诱导击穿光谱分析仪是以激光诱导击穿光谱技术为基础的工业在线检测设备。激光诱导击穿光谱技术（LIBS）是将高功率激光脉冲聚焦到被分析样品上后，通过收集和分析等离子体中的特征谱线实现对样品中的元素进行定性和定量分析的一种在线快速分析技术。该类型技术具有快速、全谱分析、非接触等优点，可适用于工业现场如浮选、冶炼、化工等不同工艺的在线检测。工业生产中，产品的质量直接依赖于生产过程中的精确测量和控制。工业在线分析仪能够实时检测生产过程中的关键参数，为实时工艺调整提供数据支撑，从而保证产品质量的稳定性和一致性。工业在线分析检测设备所处环境恶劣，高温、粉尘、强腐蚀等环境会对光源、传输光路等的性能产生影响，定期对分析仪进行计量、校准，确保分析仪的准确性和可靠性，对保障生产产品质量至关重要。</p> <p>目前，国内暂无针对激光诱导击穿光谱分析仪在恶劣工业环境下在线运行的校准规范，相关校准规范主要有：JJF（有色金属）0008-2021《激光诱导击穿光谱仪校准规范》，长三角计量技术规范 JJF（沪苏浙皖）4012-2024《手持式激光诱导击穿光谱仪校准规范》，前者为行业规范，其校准项目包括外观及通电检查、波长示值误差及重复性、检出限、重复性、稳定性，适用于实验室分析仪校准；后者为地方性规范，校准项目包括检出限、示值误差、重复性，适用于手持式分析仪校准。两者均不适用于工业在线激光诱</p>		

	导击穿光谱分析仪的校准。因此有必要建立针对工业在线激光诱导击穿光谱分析仪的主要计量性能的校准规范，确保仪器的准确性和可靠性，保障产品的质量稳定性和一致性。同时助力仪器的推广应用，推动有色金属检测技术发展。														
产业链应用	<p>工业在线激光诱导击穿光谱分析仪能够实现工业过程中元素品位的实时、准确地在线分析，突破实验室数据获取滞后，对前端工艺调整没有指导意义的技术瓶颈，为实时工艺调整提供数据支撑，从而保证产品质量的稳定性和一致性。可应用于新能源汽车产业链上游矿产资源开发、有色冶金等，中游动力电池材料检测，以及材料回收与利用等。</p> <p>在新能源汽车产业链中，汽车各系统部件制造涉及多种矿产资源，包括铬、铝、锆、钴、锡、铁、钨、锌、锰、铅、银、金、镍、铜、镓、稀土、石墨、硒、镁、硅、铂、钛和锂等多种，它们是汽车制造及电池正负极材料、电解液、隔膜等电池关键材料的基础原材料，其质量是新能源汽车的核心要素之一，直接影响车辆的性能、安全性、成本及可持续发展能力。</p> <p>通过工业在线激光诱导击穿光谱分析技术，可在新能源产业链研发、生产、回收等环节实现材料成分控制，提高产品性能与安全性，同时降低成本和资源浪费，促进新能源产业链智能化、绿色化、可持续化发展。</p>														
范围和主要计量特性	<p>1. 计量技术规范的适用范围：本规范主要适用于工业在线激光诱导击穿光谱分析仪的校准，包括但不限于用于成分分析、过程监控、质量控制等环节</p> <p>2. 计量技术规范主要计量特性</p> <p>1) 外观及通电检查；</p> <p>2) 仪器光源输出能量长期稳定性：≤5%；</p> <p>3) 仪器光源不同温度下的能量漂移：≤5%；</p> <p>4) 激光脉冲宽度变化率：≤0.05ns/℃；</p> <p>5) 测量长期稳定性：≤8%；</p> <p>6) 测量重复性：≤5%。</p> <p>3. 计量技术规范所需计量器具、标准物质</p> <p>1) 计量器具</p> <table><tr><td>序号</td><td>测量标准</td><td>测量范围</td><td>分辨率(分度值)</td><td>最大允许误差</td></tr><tr><td>1</td><td>激光能量计</td><td>200uJ～10J</td><td>0.01uJ</td><td>±2%</td></tr></table>					序号	测量标准	测量范围	分辨率(分度值)	最大允许误差	1	激光能量计	200uJ～10J	0.01uJ	±2%
序号	测量标准	测量范围	分辨率(分度值)	最大允许误差											
1	激光能量计	200uJ～10J	0.01uJ	±2%											

2	温控箱	-30~100℃	±0.1℃	±0.5%
3	示波器	>1GHz	0.01ns	±3%

2) 有证的光谱分析用标准物质

有证的光谱分析用标准物质，如合金结构钢 GBW01666a~GBW01673a、西南铝光谱控样 E921~E926。

4. 计量技术规范主要计量方法

1) 外观及通电检查：被校仪器应有完整的下列标识：仪器名称、型号、出厂编号、制造厂名、制造日期、额定工作电压及频率等。被校仪器外形结构完好，所有紧固件均应安装牢固，无松动现象；各调节旋钮转动灵活，按键和开关均能正常工作，不应有影响仪器正常工作的机械损伤和缺陷。被校仪器通电后各系统功能应正常，状态指示灯应指示正常。

2) 仪器光源输出能量长期稳定性的计量方法：开始计量工作前对计量设备做必要的检查，调整好光路，设置激光器和能量计参数，确保运行安全和测量结果准确可靠。激光器开机、预热 15 分钟后启动测量。在室温环境下，使用能量计测得激光光源经过光路的连续 5000 个脉冲，计算平均输出能量和能量的相对标准偏差（RSD）。在不少于 3 天内，至少间隔 4 小时测量一次，共计测量 11 次，计算 11 次平均输出能量的相对标准偏差（RSD），即为仪器光源输出能量长期稳定性。按公式（1）计算长期稳定性。

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

式中：RSD——相对标准偏差，单位为百分数（%）；

x_i ——单次测量值；

\bar{x} —— n 次测量结果的平均值；

n ——测量次数。

3) 仪器光源不同温度下的能量漂移的计量方法：开始计量工作前对计量设备做必要的检查和放置，需将光源放置于温控箱内，将激光输出耦合到温控箱外的能量计（能量计放置于室温环境下），考虑到高温型激光器工作温度为 10~50℃，设置温控箱的温度范围为 10~50℃，升温梯度为 5℃。调整光路、设置激光器和能量计参数，激光器需开机、预热 15 分钟后启动测量。待各部件达到测量条件，分别将温控箱调整到 10℃、15℃、20℃、25℃、30℃、

35℃、40℃、45℃、50℃温度点，每个温度点稳定 15 分钟，将激光器连续激发 5000 个脉冲，每个温度点用能量计计量平均值。计算 9 个温度点能量计测量值的相对标准偏差（RSD），即为仪器光源不同温度下的能量漂移。按公式（1）计算能量漂移。

4）激光脉冲宽度变化率的计量方法：开始计量工作前对计量设备做必要的检查和放置，将激光器放置于温控箱内，光电转换探头和示波器放置于室温环境下，考虑到高温型激光器工作温度为 10~50℃，分别在温控箱 10℃、50℃温度点，用示波器测试光脉冲宽度，计算 10℃和 50℃时的脉冲宽度变化率，即为激光脉冲宽度变化率。按公式（2）计算激光脉冲宽度变化率。

$$\Delta = \frac{\beta - \alpha}{T_2 - T_1} \quad (2)$$

式中：Δ—激光脉冲宽度变化率，单位为ns/℃

α—10℃温度点对应激光脉冲宽度，单位为ns

β—50℃温度点对应激光脉冲宽度，单位为ns

T₁—测量温度点1，为10℃。

T₂—测量温度点2，为50℃。

5）测量长期稳定性的计量方法：根据 GB/T 38257-2019《激光诱导击穿光谱法》中 8.2 和 8.3 的内容要求，在 LIBS 分析仪开机后，设置参数和校准谱线强度，待仪器稳定后，连续激发有证的光谱分析用标准物质（合金钢、铝合金、铜合金等）500 个脉冲，光谱仪采集到 500 张光谱图，去掉前 50~100 张光谱，剩余光谱取平均为 1 张平均光谱。每 12 小时连续或每间隔 10 分钟测量 5 次，获得 5 张平均光谱，进一步取平均，记录为 1 次典型元素特征谱线强度，共计获得 11 次典型元素特征谱线强度。分别计算 5 种典型波长的光谱强度的 11 次测量值的相对标准偏差（RSD），即为仪器长期稳定性。按公式（1）计算稳定性。

6）测量重复性的计量方法：根据 GB/T 38257-2019《激光诱导击穿光谱法》中 8.2 和 8.3 的内容要求，在 LIBS 分析仪开机后，设置参数和校准谱线强度，待仪器稳定后，连续激发有证的光谱分析用标准物质（合金钢、铝合金、铜合金等，其中一个系列的 5 块标准样品）建立典型元素特征谱线强度-含量标准曲线，激发有证标准物质（同标准曲线系列标样）计算代表元素的含量，连续或每间隔 10 分钟完成有效测量 11 次。计算 11 次测量值的相对标准偏

		<p>差（RSD），即为仪器重复性。按公式（1）计算重复性。</p> <p>5. 主要计量项目的技术原理</p> <p>工业在线激光诱导击穿光谱分析仪主要包括激光器、传输光路、探测模块等部分（仪器光源包括激光器和传输光路），光源负责为整个系统提供激发用的高能窄脉冲激光光束，传输光路将激光光束传输并聚焦到被分析样品表面，探测模块负责收集并分析产生的等离子体光谱。</p>					
水平		<div><input checked="" type="checkbox"/> 国际先进</div> <div><input type="checkbox"/> 国内先进</div>					
国内外情况 简要说明		<p>目前，国内暂无针对激光诱导击穿光谱分析仪在恶劣工业环境下在线运行的校准规范，相关校准规范主要有：JJF（有色金属）0008-2021《激光诱导击穿光谱仪校准规范》，长三角计量技术规范 JJF（沪苏浙皖）4012-2024《手持式激光诱导击穿光谱仪校准规范》，但上述校准规范均不适用于工业在线激光诱导击穿光谱分析仪的校准。</p>					
推荐意见		<p>该规范规定了工业在线激光诱导击穿光谱分析仪的计量特性，技术先进，同意推荐。</p>					
主要 起草 单位	(签字、盖公章) 月 日		计量 委员 会	(盖公章) 月 日		部委托 支撑 单位	(签字、盖公章) 月 日

填写说明：1. 表中第 2，3，8 行，请在选定的内容上填写 “☒” 的符号。

2. 填写制定或修订项目中，若选择修订则必须填写被修订计量技术规范号。