JJF（有色金属）019-2023《烷基汞分析仪校准规范》

行业计量技术规范编制说明

一、工作简况

1.1立项目的

汞是一种剧毒易致癌物质，在自然界主要以无机汞、有机汞、元素汞三种化学形态存在，无机汞在迁移转化过程中通过生物作用生成相应的烷基汞。甲基汞化合物具有致癌性，且乙基汞化合物具有强毒性，广泛存在于大气环境、水环境及土壤环境中。

目前，国家生态环境部发布水质烷基汞分析新标准——《水质 烷基汞的测定 吹扫捕集/气相色谱-冷原子荧光光谱法》（HJ 977-2018）普遍被环保、污水处理厂、海关等机构采用，在此背景下，烷基汞分析仪也成为了检测实验室的首选。

烷基汞分析仪是将液体中的烷基汞进行吹扫并通过捕集阱富集，然后对捕集阱进行快速加热，烷基汞被解析随载气进入气相色谱进行分离和高温裂解还原，后通过冷原子荧光检测器，检测烷基汞的含量。近几年，采购烷基汞仪器台数大幅增长，随着其他相关标准的陆续实施，烷基汞的检测分析仪器市场迎来更多的需求。

国内针对烷基汞分析仪的计量标准却仍处于空白状态，缺少相应的国家或行业烷基汞分析仪计量检定规程、规范及标准，仅北京、贵州发布了相应的地方校准规范，其中计量特性不完全适应相应检测标准，并且地方校准规范受制于地方限制，不能普遍适用于有色金属检测行业。其余地方只能参照JJG 548-2018《测汞仪》检定规程、JJG 700-2016 《气相色谱仪》检定规程等对设备进行校准。但是，无论是仪器原理、适用范围，还是分析过程中涉及的标准物质等检测条件，烷基汞分析仪均与上述规程具有较大差异。

所提出的《烷基汞分析仪校准规范》的制定，能够满足有色金属产业环境检测使用的烷基汞分析仪溯源需求，为环境中烷基汞分析质量提供计量保证。

1.2任务来源

根据工业和信息化部《关于印发2022年行业计量技术规范制修订计划的通知》（工厅科［2023］476号）文的要求，行业计量技术规范《烷基汞分析仪校准规范》由西安汉唐分析检测有限公司负责起草。该项目计划编号为JJF（有色金属）019-2023，按计划要求，本计量规范应于2024年完成。

1.3承担单位情况

西安汉唐分析检测有限公司是西北有色金属研究院(集团)控股子公司，属国有企业，主要从事有色产品的检测、可靠性评价、失效分析、质量评估、腐蚀性能及表面测试与表征、规范起草、检测方法的开发、标物的研制、设备的计量校准等。

公司于1985年被陕西省质监局授权为陕西省有色金属产品质量监督检验站。1987年被中国有色金属工业总公司授权为西北质量监督检验中心，先后被国家质检总局确定为钛及钛合金、铜及铜合金管材生产许可证检验工作实施单位；公司通过CNAS、CMA、国防DiLAC等认证认可，是陕西省有色金属材料分析检测与评价中心、陕西省稀有金属材料安全评估和失效分析中心、工业（稀有金属）产品质量和技术评价实验室、陕西省核工业用金属材料检测与评价服务平台挂靠单位。公司是国内最早从事有色金属材料及其产品分析检验检测与评价研究的专业机构之一，技术装备水平国内一流、国际先进，在我省优势产业稀有金属材料领域的检测能力和水平处于领先地位；先后承担了国家、省市多项重大课题，目前已建成国内唯一的核电堆芯材料分析检测平台、多层金属复合材料测试和评价平台、钛及钛合金专业检测平台。

近10年起草有色金属国家/行业规范共80余项、发表论文120余篇、授权专利30余项。先后荣获中国有色金属工业一等奖、二等奖20余次。

本单位积极组织编制组各次工作会议，开展相关的校准，有效组织参编单位多次对规范的各版《征求意见稿》进行认真的讨论和审议，提出大量有益的意见和建议，在编制组中发挥了牵头作用。

1.4主要工作过程

西安汉唐分析检测有限公司接到有色金属行业计量技术委员会转发下达的制定任务后，成立了计量规范编制组，对计量技术规范编写工作进行了部署和分工，制定了制定原则及计划工作。本项目主要工作过程经过了以下几个阶段：

1）2023年8月成立了计量规范编制组，明确了编制组成员各自的工作内容和任务。

2）2024年4月23日在长沙举行有色金属计量技术规范研讨会，会上对《烷基汞分析仪校准规范》等项有色金属行业计量技术规范进行了讨论，会上有来自不同单位的计量委员会委员、专家、代表对《烷基汞分析仪校准规范》讨论稿提出了修改建议和意见，会议纪要见表1。

表1有色金属计量技术规范研讨会会议纪要

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条  编号 | 意见内容 | 提出单位及提出人  （可简写） | 处理意见 |
|  | 5.2.4 | “分析天平”改为“电子天平” | 东北轻合金有限责任公司 | 采纳 |
|  | 6.3 | 公式（4）、（5）格式需要修改 | 东北轻合金有限责任公司 | 采纳 |
|  | 附录C | 缺少测量线性 | 国家有色金属质量监督检验中心 | 增加“4.测量线性” |

二、编制原则和依据

1 规范编制原则

1）本规范是以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》为基础性系列规范进行编写。

2）先进性：我国暂未发布针对烷基汞分析仪的检定规程或校准规范，填补了烷基汞分析仪校准的空白。

2 制定规范主要内容的论据

2.1范围

本规范适用于烷基汞分析仪的校准。

2.2引用文件

本规范主要引用了《JJG 548-2018测汞仪检定规程》、《JJG 700-2016气相色谱仪检定规程》

2.3 概述

烷基汞分析仪用于检测水质、水产品、食品及土壤中的烷基汞（甲基汞和乙基汞）。仪器主要由气路单元、进样单元、吹扫捕集单元、分离裂解单元、检测单元和数据处理单元组成。

烷基汞分析仪是将液体中的烷基汞进行吹扫并通过捕集阱富集，然后对捕集阱进行快速加热，烷基汞被解析随载气进入气相色谱进行分离和高温裂解还原，后通过冷原子荧光检测器，检测烷基汞的含量。

2.4计量特性

仪器各项计量性能指标见表1。

表1 计量特性

|  |  |
| --- | --- |
| 计量性能 | 计量性能指标 |
| 线性误差 | ±15% |
| 甲基汞检出限 | ≤0.9 pg |
| 乙基汞检出限 | ≤0.9 pg |
| 测量线性 | ≥0.995 |
| 重复性 | ≤5% |

根据HJ 977-2018《水质 烷基汞的测定 吹扫捕集/气相色谱-冷原子荧光光谱法》适用范围，规定取样体积为45mL时，甲基汞和乙基汞的方法检出限均为0.02ng/L。故规定烷基汞分析仪校准方法，仪器甲基汞、乙基汞的检出限均小于等于0.9pg。

2.5校准条件

室温（20±5）℃，相对湿度：不大于80%。

2.6校准项目和校准方法

校准项目主要为线性误差、测量线性、检出限以及重复性。

2.7校准结果表达

根据实验室环境要求、校准项目校准结果、测量不确定度评定结果等，按照推荐的校准报告格式，出具校准证书。

2.8复校时间间隔

可根据实际使用情况自主决定，建议复校时间间隔为1年。

2.9附录

附录主要包含试剂和标准溶液配制方法、校准原始记录参考格式、校准证书内页参考格式、线性误差测量结果不确定度。

三、规范水平分析

3.1采用国际标准及国外先进规范的程度

据查，目前北京、贵州存在发布的地方《烷基汞分析仪校准规范》，本次起草的校准规范计量特性根据检测标准制定，并增加了“测量线性”，能够更好的适应检测标准的要求。

3.2与国际及国外同类标准水平的对比分析

目前国外没有相关技术规范。

四、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本规范所引用的规程及规范均为我国现行有效的计量规程及规范，是本规范的一部分，引用这些规程及规范后，使本规范的要求与现行的相关法律、法规、规章及相关规程规范的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

五、规范中涉及的专利或知识产权说明

（无）

六、重大分歧意见的处理经过和依据

（无）

七、规范作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议本规范作为推荐性行业计量技术规范，供相关行业参考采用。

八、贯彻规范的要求和措施建议

本规范发布后，中国有色金属行业协会和有色金属行业计量技术委员会应加强本规范的宣传力度，促进各实验室以及计量技术机构对本规范的使用，以确保烷基汞分析仪量值的准确，保障人民生产生活的安全，促进金属行业化工环保领域的发展。

九、废止现行有关规范的建议

（无）。

十、预期效果

烷基汞分析仪校准规范的制定，具有极大的经济效益和社会效益，填补了有色金属行业领域校准空白，能够很好的满足有色金属领域分析检测实验室对于烷基汞分析仪的校准需求，进而保证试验结果的可信度，使得产品的安全性。

十一、其他应予说明的事项

（无）。

《烷基汞分析仪校准规范》规范编制组

2024年8月9日