



ATC004 辉光放电原子发射光谱分析 技术考核与培训大纲

CSTM 合格评定 试验人员能力专业委员会
全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)

文件编号：ATC004/A:2024-1

发布日期：2024 年 5 月 1 日

1 总则

1.1 目标

熟悉辉光放电原子发射光谱（Glow Discharge-Optical Emission Spectrum, Glow Discharge-OES）分析技术基本概念及基础理论知识；了解 Glow Discharge-OES 仪的组成结构及工作原理；具备 Glow Discharge-OES 仪的实际操作能力；掌握 Glow Discharge-OES 分析技术在相关领域的应用。

1.2 适用范围

本大纲适用于对金属和无机非金属固体样品以及表面处理样品进行成分及深度轮廓分析的辉光放电原子发射光谱分析技术的考核与培训。适用仪器包括激发源为直流源或射频源，检测器为光电倍增管或 CCD 的各类辉光放电原子发射光谱仪。

1.3 应具备的基础知识和技能

1.3.1 通用基础

具备分析化学的基础知识，光谱相关的基础知识。

1.3.2 分析测试基本操作

具备分析化学实验的基本操作能力，具备实验室一般仪器和设备的操作能力。

1.3.3 数据处理基础知识

具备数据统计处理和误差理论的基础知识。

2 技术要求

2.1 ATC 004-1 Glow Discharge-OES 技术基础

2.1.1 术语及概念

掌握 Glow Discharge-OES 分析技术基本概念和相关的技术用语。

- (1) 光谱及原子发射光谱；
- (2) 辉光放电；
- (3) 直流辉光放电、射频辉光放电和脉冲辉光放电；
- (4) 基态和激发态；
- (5) 原子线和离子线；
- (6) 分析线和内标线（参比线）；
- (7) 分析线强度、内标线强度及相对强度；

- (8) 阳极和阴极;
- (9) 罗兰圆;
- (10) 入射狭缝、出射狭缝;
- (11) 光栅及焦距;
- (12) 光电倍增管和 CCD 检测器;
- (13) 谱线和谱线级次;
- (14) 色散率和分辨率;
- (15) 光谱干扰;
- (16) 光路校准;
- (17) 分析基体、分析程序和校准曲线;
- (18) 标准化;
- (19) 标准样品、标准化样品及类型标准化样品
- (20) 成分分析
- (21) 深度轮廓分析、表面分析和界面分析;
- (22) 溅射率;
- (23) 溅射率校正;
- (24) 溅射深度;
- (25) 溅射坑轮廓;
- (26) 表面处理层厚度;
- (27) 涂镀量。

2.1.2 基本原理

掌握 Glow Discharge-OES 分析技术基本原理及应用。

(1) 辉光放电原子发射光谱分析原理

- a) 辉光放电原子发射光谱的产生;
- b) 辉光放电原子发射光谱定性分析原理;
- c) 辉光放电原子发射光谱定量分析原理;
- d) 辉光放电原子发射光谱深度轮廓分析原理;
- e) 辉光放电原子发射光谱分析的特点;
- f) 辉光放电原子发射光谱分析过程 (等离子体的产生→等离子体的溅射→光的产生→光的色散→光电转换→数据采集和处理)。

(2) 辉光放电原子发射光谱成分分析方法和深度轮廓分析方法及方法的应用

a) 成分分析方法

校准曲线法:

- i 绝对强度-浓度校准曲线法;
- ii 相对强度-浓度校准曲线法 (内标法);
- iii 相对强度-相对浓度校准曲线法;

b) 成分分析方法的应用

- i 预制校准曲线法;
- ii 现场校准曲线法;
- iii 控制试样法。

c) 深度轮廓分析方法

- i SIMR 定量深度分析方法
(溅射深度-浓度校准曲线法);
- ii 绝对溅射率法;
- iii 相对溅射率法。

d) 深度轮廓分析方法的应用

- i 预制校准曲线法;
- ii 现场校准曲线法。

2.1.3 考核方式

书面考核。

2.2 ATC 004-2 Glow Discharge-OES 仪器设备与操作

2.2.1 仪器的基本构成

掌握 Glow Discharge-OES 仪的基本构成、主要部件的用途及特点。

(1) Glow Discharge-OES 仪基本构成

- A. 光源系统: 直流或射频供能电源、辉光放电光源、氦气系统、顶样及阳极筒清洗系统;
- B. 光学系统: 入射狭缝、准直系统、光栅、出射狭缝、信号接收和放大系统;
- C. 真空系统和充气系统;

D. 数据采集与处理系统。

(2) 主要部件的用途及特点

2.2.2 仪器辅助设备

熟悉 Glow Discharge-OES 仪的辅助设备及使用。

- (1) 稳压电源；
- (2) 制样设备：磨样机、车床、铣床、磨床；
- (3) 氦气净化器；
- (4) 氮气发生器；
- (5) 真空泵；
- (6) 试样冷却设备。

2.2.3 仪器校准与检定

了解仪器校准与检定规程各项要求，掌握日常分析时仪器的校准。

(1) 主要检定项目

- a) 外观；
- b) 绝缘电阻；
- c) 波长示值误差及重复性；
- d) 检出限；
- e) 重复性；
- f) 稳定性。

(2) 计量性能要求

- a) 波长示值误差及重复性；
- b) 检出限；
- c) 重复性；
- d) 稳定性。

2.2.4 仪器维护

掌握仪器相关系统和部件的日常维护，常见故障的解决。

- (1) 掌握仪器安装和工作环境条件要求；
- (2) 清理阳极筒；
- (3) 阳极筒的维护；
- (4) O 型密封圈的维护；

- (5) 清洗透镜;
- (6) 光路校准 (描迹);
- (7) 清理尾气过滤系统;
- (8) 真空系统或充惰性气体系统的维护;
- (9) 氦气净化系统的维护。

2.2.5 仪器操作技术

掌握下列仪器操作技术:

- (1) 样品的制备;
- (2) 辉光放电原子发射光谱分析对分析样品的要求;
- (3) 仪器各个工作参数的设定及检查;
- (4) 掌握所用仪器操作步骤;
- (5) 分析程序的选择;
- (6) 校准曲线的制备;
- (7) 校准曲线的标准化;
- (8) 控制样品的确认及分析结果的修正;
- (9) 分析过程控制、数据处理及结果输出。

2.2.6 操作安全规范及注意事项等

2.2.7 考核方式

2.2.7.1 书面考核

2.2.7.2 实际操作考核

2.3 ATC 004-3 Glow Discharge-OES 国际标准和国家标准方法与应用

掌握 Glow Discharge-OES 分析方法在相关测试领域中的分析方法标准、适用范围、使用要求、具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

2.3.1 ATC 004 低合金钢材料领域 Glow Discharge-OES 分析方法标准与应用

2.3.1.1 基本要求及术语

了解 Glow Discharge-OES 分析技术在低合金钢材料多元素含量测定上的基本要求,掌握低合金钢材料领域测试方面的相关知识和相关术语。

2.3.1.2 低合金钢样品的处理

掌握样品处理过程和方法、所需的设备、注意事项。

2.3.1.3 分析方法

掌握 Glow Discharge-OES 分析方法在低合金钢材料多元素含量测定领域适用范围、使用要求、具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

2.3.2 ATC 004 表面化学分析领域 Glow Discharge-OES 分析方法标准与应用

2.3.2.1 基本要求及术语

了解 Glow Discharge-OES 分析技术进行体材分析和深度剖析的方法通则，掌握刚性固体样品表面化学分析领域测试方面的相关知识和相关术语。

2.3.2.2 样品的处理

掌握样品处理过程和方法、所需的设备、注意事项。

2.3.2.3 分析方法

掌握 Glow Discharge-OES 分析方法在表面化学分析领域的适用范围、使用要求、具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

2.3.3 ATC 004 表面化学分析中分析锌和/或铝基金属涂层的 Glow Discharge-OES 分析方法标准与应用

2.3.3.1 基本要求及术语

了解 Glow Discharge-OES 分析技术在表面化学分析中分析锌和/或铝基金属涂层的基本要求，掌握锌和/或铝基金属涂层材料领域测试方面的相关知识和相关术语。

2.3.3.2 锌和/或铝基金属涂层样品的处理

掌握样品处理过程和方法、所需的设备、注意事项。

2.3.3.3 分析方法

掌握 Glow Discharge-OES 分析方法在表面化学分析中分析锌和/或铝基金属涂层领域的适用范围、使用要求、具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

2.3.4 ATC 004 钢表面纳米、亚微米尺度薄膜元素深度分布的定量测定领域 Glow Discharge-OES 分析方法标准与应用

2.3.4.1 基本要求及术语

了解 Glow Discharge-OES 分析技术在钢表面纳米、亚微米尺度薄膜元素深度分布的定量测定上的基本要求，掌握钢表面纳米、亚微米尺度薄膜材料领域测

试方面的相关知识和相关术语。

2.3.4.2 样品的处理

掌握样品处理过程和方法、所需的设备、注意事项。

2.3.4.3 分析方法

掌握 Glow Discharge-OES 分析方法在钢表面纳米、亚微米尺度薄膜元素深度分布的定量测定领域适用范围、使用要求、具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

2.3.5 考核方式

2.3.5.1 书面考核

2.3.5.2 实际样品考核

2.4 ATC 004-4 Glow Discharge-OES 数据处理

2.4.1 分析数据处理基础

掌握重复性（短期精密度）、稳定性（长期精密度）、极差、检出限、有效数字修约、背景等效浓度、测定下限、重复性限、再现性限、临界差、样品溅射率、溅射深度、表面处理层厚度、涂镀量等相关参数的定义和计算。

2.4.2 Glow Discharge-OES 分析方法的评价和分析结果准确度的判定

- (1) 成分分析方法的评价指标：方法适用性，检出限，测定下限
- (2) 成分分析结果准确度的判定：重复性限，再现性限，临界差
- (3) 深度轮廓分析方法的评价指标：方法适用性
- (4) 深度轮廓分析方法结果准确度的判定：重复性限，再现性限，临界差。

2.4.3 Glow Discharge-OES 测定结果的不确定度评定

掌握不确定度定义、分类及表示方法，了解 Glow Discharge-OES 各类不确定度的评定。

2.4.4 考核方式

书面考核。

3 考核实施说明

3.1 考核试题范围为本大纲规定的所有内容

3.2 考核包括书面考核和实际操作考核两部分

3.3 书面考核

3.3.1 书面考核内容

- (1) 技术基础
- (2) 仪器设备与操作
- (3) 标准方法与应用
- (4) 分析结果的数据处理

3.3.2 书面考核试题类型

书面考核试题的类型包括选择题、判断题、填空题、问答题和计算题。

3.3.3 书面考核为开卷考试。

3.3.4 书面考核总分 100 分制，85 分为及格分数。

3.4 实际操作考核

3.4.1 实际操作考核包括仪器设备实际操作考核和实际样品考核两部分。

3.4.2 仪器设备实际操作考核

- (1) 仪器设备实际操作考核由考核教师根据相关细则考核评定；
- (2) 仪器设备实际操作考核评分等级：通过，不通过。

3.4.3 实际样品考核

实际样品考核采取盲样测试考核或利用能力验证结果的办法。

- (1) 盲样测试考核的样品由考核中心发放；
- (2) 考生在实验室独立测试，填写完整的原始记录和报告单，报出结果；
- (3) 实际样品考核成绩的等级：通过，不通过。
 - 1) 考核的样品如为有指定值的样品，将报出结果与指定值比较，按相关标准要求判定；
 - 2) 其他样品由考核教师根据相关标准/规定要求判定。

3.4.4 实际操作考核的综合成绩由考核教师根据仪器设备实际操作考核和实际样考

核综合判定：两项均通过的为通过，其中任何一项未通过则为不通过。

3.5 所有考生应遵守《检测人员考核管理程序》中规定的《考场规则》，违反者将取消考核资格和成绩。