便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱

校准规范

Calibration Specification for Miniature Gas Chromatographic Columns for Portable Gas Chromatography

编制说明

《便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校准规范》标准编制组

二〇二二年十月

**目录**

[一、工作简况（任务来源、项目的必要性和解决的主要问题、主要工作过程、主要参加单位和工作组成员及其所做的工作等） 1](#_Toc13254)

[1.1任务来源 1](#_Toc9152)

[1.2规范制定的目的和意义 1](#_Toc15249)

[1.3主要工作过程 2](#_Toc4880)

[1.4主要参加单位和工作组成员及其所做的工作 2](#_Toc27952)

[二、编写的目的、依据、原则、主要计量特性等内容 3](#_Toc17573)

[2.1编写的目的 3](#_Toc13750)

[2.2技术依据 3](#_Toc16742)

[2.3原则 3](#_Toc29216)

[2.4主要计量特性 3](#_Toc21311)

[三、对产业发展的支撑作用 3](#_Toc18924)

[四、对所规定的关键技术条款、检定/校准条件、检定/校准方法的有关说明 4](#_Toc31732)

[4.1关键技术条款的说明 4](#_Toc14113)

[4.2校准条件的说明 4](#_Toc6010)

[4.3校准方法的说明 4](#_Toc28609)

[五、重大分歧意见的处理经过和依据 5](#_Toc11811)

[六、行业计量技术规范中涉及专利的声明 5](#_Toc17355)

[七、与现行相关法规、规章及相关计量技术规范的协调性 5](#_Toc23839)

[八、其他应予说明的事项。 5](#_Toc23592)

## 一、工作简况（任务来源、项目的必要性和解决的主要问题、主要工作过程、主要参加单位和工作组成员及其所做的工作等）

## 1.1任务来源

**项目名称**：便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校准规范

**项目统一编号**：JJFZ（建材）003-2021

根据《工业和信息化部办公厅关于印发2021年行业计量技术规范制修订计划的通知》工信厅科函【2021】181号文要求，由中国科学院空天信息创新研究院牵头，北京市科学技术研究院、山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司、建筑材料工业技术监督研究中心、西安交通大学等单位组成的便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校准规范编写小组，对规范进行制定。

## 1.2规范制定的目的和意义

室内环境有害气体直接影响到人们的身体健康，因此，室内环境空气质量监测受到极大的重视，国家自十二五以来出台了一些列环境空气治理政策，而室内空气质量的监测是其关键环节。目前的检测技术中，大多采用传感器或传感器组合的方式来实现环境气体的监测，这种技术存在监测范围窄及精度低的技术瓶颈。因此，发展高精度快速的监测技术，意义重大。色谱技术自其发展以来，因其具有强大的分离能力，可以实现复杂混合气体的高分辨率分离。借助此技术，再结合高灵敏的广谱检测器，就可以实现复杂混合气体的高精度监测。

然而，传统色谱，其体积大、温控功耗高且分析时间长，很难适应室内环境空气现场快速监测的需求。因而，微型色谱技术，由于体积小、温控功耗低及单位长度的分辨率高，更重要的是分析速度快，且适合与各种微型化的传感器集成，实现不同领域污染气体的快速检测，因而，微型色谱已取代传统色谱，在环境空气质量现场监测领域得到广泛应用。

微型色谱，由于应用的时间较短，国际上还没有相关的标准来引导规范该技术的应用，使得各仪器公司生产和应用的微色谱差异很大，无法与其他产品互通互联，无法像传统色谱一样，成为通用的组件。此外，同类产品的评价也因其应用无法制定统一标准。因此，牵头单位提出了“便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校准规范”的编制计划。

## 1.3主要工作过程

2021年10月，依照“工业和信息化部办公厅关于印发2021年行业计量技术规范制修订计划的通知”工信厅科函【2021】181号文要求，由中国科学院空天信息创新研究院，北京市科学技术研究院、山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司、建筑材料工业技术监督研究中心、西安交通大学等单位的专业技术人员组成编制小组，展开“便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校准规范”的编制工作。

1. 成立标准编制小组

* 2021年10-12月，收集整理国内外相关标准和其它相关资料文件，全面了解各地区便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱的使用、检定和校准情况，同时开展参编单位征集工作；
* 2022年01-03月，遴选参编单位，在北京组织召开技术研讨会议，对编制工作进行分工，开始技术规范的编写。

1. 完成送审稿编写

* 2022年04-05月，进行必要的试验验证和比对，编写征求意见稿草案；
* 2022年06-09月，完善校准规范征求意见稿草案，形成校准规范征求意见稿；
* 2022年10-12月，将校准规范征求意见稿发往有关单位征求意见，收集、整理回函意见，提出征求意见汇总处理表，完成校准规范送审稿。

1. 完成报批稿

* 2023年01-03月，校准规范送审稿第一次会议审查；
* 2023年04月，对审查意见进行汇总处理，修改、完善校准规范送审稿（预计）；
* 2023年05月，校准规范送审稿第二次会议审查，修改、完善送审稿，形成校准规范报批稿；
* 2023年06月，对校准规范报批稿及报批材料召开了审查会，来自标委会以及行业生产、使用、科研、质检、高校等单位代表出席会议，完成了本标准的审查，提出修改意见。编制组按照审查会提出的修改意见对送审稿、送审稿编制说明进行了修改，形成了报批稿、报批稿编制说明，进行报批。

## 1.4主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

本校准规范的主要起草单位为中国科学院空天信息创新研究院，参加起草单位为北京市科学技术研究院、山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司、建筑材料工业技术监督研究中心、西安交通大学。工作组主要成员对校准规范的内容进行了分任务撰写，对校准规范中的计量特性参数和校准方法进行了讨论确定，对校准方法的合理性进行数据测量及评定。

## 二、编写的目的、依据、原则、主要计量特性等内容

国家标准编制原则和确定国家标准主要内容（技术指标、参数、公式、性能要求、试验方法、检验规则等）的论据（包括试验、统计数据）

## 2.1编写的目的

本标准的撰写目的主要为了建立便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校准过程的统一规范，使得便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱通过统一条件的校准过程，可以达到检测水平的一致。

## 2.2技术依据

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》、JJG 700-2016《气相色谱仪》为基础和依据编写的。

## 2.3原则

在本标准的编写过程中注意贯彻协调一致的原则，与已发布的相关国家标准、行业标准和规范相协调。既考虑相关规范标准，更注重检测仪器实际检测应用情况和检测水平。在充分考虑我国便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱实际检测水平的基础上，既要突出标准的“科学性”、“前瞻性”和“适用性”，也要考虑到各类检测仪器测试的“可行性”和“便捷性”。

## 2.4主要计量特性

本规范的主要计量特性为：载气流速稳定性≤1%；色谱柱温度稳定性≤±0.2℃；分离度≥1.5；拖尾因子≤1.3；理论板塔数≥5000plates/m；保留时间重复性≤1%。

## 三、对产业发展的支撑作用

本规范的编制，能够引导更广泛的便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱生产企业和使用企业应用此标准，从而规范检测仪器的校准过程，统一检测仪器的检测水平。本标准的实施能科学合理的给出便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校准结果，给检测仪器检测水平的判定提供量化依据，为气体浓度检测提供有力检测保障。

## 四、对所规定的关键技术条款、检定/校准条件、检定/校准方法的有关说明

## 4.1关键技术条款的说明

目前，便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱主要用于多组份气体分离的载气流速稳定性、温度、分离度、拖尾因子、柱效能、保留时间重复性等参数的测量。所以对仪器的校准主要直接采用均具有上述参数为特征值的标准样品来进行。仪器对上述参数测量具有较好的性能就能满足行业的需求。

另外，适宜采用具有气相色谱检测典型代表性的气体标准样品来进行校准，故选用了甲苯中苯标准样品作为校准用标准样品。

为了直观的反映仪器的运行状况，以便更好的校准仪器，将载气流速稳定性≤1%；色谱柱温度稳定性≤±0.2℃；分离度≥1.5；拖尾因子≤1.3；理论板塔数≥5000plates/m；保留时间重复性≤1%作为计量特性。

## 4.2校准条件的说明

4.2.1环境条件

环境温度：（5～45）℃，相对湿度：≤85%RH，并且室内不得有易燃、易爆和强腐蚀性气体，应有良好的接地及防静电措施以及无影响校准工作的气流、杂光、机械振动和电磁等干扰。

4.2.2校准用计量器具

校准使用的标准物质应为国家计量行政部门批准颁布的有证标准物质，具体参数见表1。

**表1 标准物质参数**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 使用标准物质名称 | 浓度（mg/ml） | 不确定度参数 |
| 甲苯中苯 | 0.50～5.0 | U=3%，k=2 |

## 4.3校准方法的说明

4.3.1 载气流速稳定性校准方法说明

根据校准条件，选择适当的载气流速，待稳定后，用流量计连续测量7次，以7次测量平均值的相对标准偏差为稳定性。

4.3.2柱箱温度稳定性校准方法说明

把温度计的探头固定在柱箱中部，设定柱箱温度为80℃，待仪器温度稳定后，连续测量10min，每分钟记录一个数据。据此，可得被检仪器的柱箱温度稳定性。

4.3.3程序升温重复性校准方法说明

选定初温40℃，终温120℃，升温速率8℃/min，待初温稳定后，开始程序升温，每分钟记录数据一次，直至达到终温。实验重复3次，即可计算出相应点的相对偏差，取其最大值为程序升温重复性。

4.3.4分离度校准方法说明

通入一定浓度的标准气体（5 mg/ml的甲苯中苯），记录色谱峰相邻两峰中前后峰的保留时间及相邻两峰的峰底宽，即可计算得到分离度。

4.3.5拖尾因子校准方法说明

通入一定浓度的标准气体（5 mg/ml的甲苯中苯），记录5%峰高处的峰宽和峰顶点到峰前沿之间的距离，即可计算得到拖尾因子。

4.3.6 柱效能校准方法说明

通入一定浓度的标准气体（5 mg/ml的甲苯中苯），记录被测组份保留时间和半高峰宽，即可计算得到柱效。

4.3.7 保留时间重复性校准方法说明

通入一定浓度的标准气体（5 mg/ml的甲苯中苯），记录溶质的保留时间和峰面积，重复上述测量7次，重复性以相对标准偏差来表示，计算便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱的保留时间重复性。

## 五、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

## 六、行业计量技术规范中涉及专利的声明

本规范未涉及专利等知识产权问题。

## 七、与现行相关法规、规章及相关计量技术规范的协调性

本规范与有关的现行法规、规章及相关计量技术规范没有冲突。

## 八、其他应予说明的事项。

无。