《氮气吹扫浓缩仪校准规范》编制说明

一、任务来源

根据全国新材料与纳米计量专业委员会下达的《2022年国家计量技术规范制定、修订及宣贯计划的通知》，由南京市计量监督检测院负责制定《氮气吹扫浓缩仪校准规范》。

二、编写目的和意义

在新材料研发领域，标准物质和标准品的制备及前处理中都用氮气吹扫浓缩来制备浓缩样品，材料研发的前处理实验中，主要是将氮气吹入加热样品的表面进行样品浓缩。被广泛应用于关键材料制备、标准物质研制、标准品定量等材料前处理，配合液相、气相及质谱分析试验，属于新材料领域前处理试验的重要计量器具。

氮气吹扫浓缩仪又称氮气吹干仪、自动快速浓缩仪（以下简称“氮吹仪”），能够将氮气快速、连续、可控地吹到加热样品表面，实现大量样品的快速浓缩。氮吹仪代替传统的旋转蒸发仪对样品进行浓缩已经被越来越多的人认可并接受。

氮吹仪一般分为干式和水浴，水浴加热通常是把需要加热的试管放置于盛水的烧杯中，热源对水加热，水再把热量传至试管，属于间接加热过程，不同于干式的直接接触热源加热；干浴式的加热载体有铝块孔式干浴、铝珠浴、细黄沙浴之分，这里面常用的就是铝块孔式加热。水浴加热升温慢降温也慢，而且加热温度不超过100℃，是一种"温和"的加热方式；干式加热法升温快降温快，加热温度可以高达180℃左右，两种加热方式适用于不同的物质样品。

为了保证氮气吹扫浓缩仪在材料制备浓缩分析中的量值准确和化学反应的危险性受控，需要对其的主要参数（时间—温度—流量）等进行有效计量以保证其溯源链完整，因此对氮气吹扫浓缩仪校准规范的制定十分必要。

三、编写依据

本校准规范以JJF1101-2019《环境试验设备温度、湿度参数校准规范》和JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为编写依据，按照JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》规定的结构、各部分内容、层次划分、编辑细则以及附录的要求和格式进行编写。

四、起草过程

 接受校准规范制定订任务后，起草人员认真学习了JJF1101-2019《环境试验设备温度、湿度参数校准规范》等规范标准，深入理解标准中的术语及定义，了解试验原理和试验参数，熟悉了氮气吹扫浓缩仪的结构组成、主要部件要求和技术指标，制定了校准规范的编写方案，在完成初步实验后，依据JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》开始了校准规范的编写工作。整个起草过程经历了酝酿、实验、编写、修改等阶段，起草人员多次对规范进行了修改和实验，完成了征求意见稿和实验验证工作。我院起草人员还深入江苏省计量科学研究院、国家生物技术药物产业计量中心、中国计量大学、南京师范大学分析测试中心等重点生产、使用企业，与一线操作人员共同进行了讨论，并听取了有关设计、产品检验人员的意见和建议，经过充分沟通，达成了共识，使得最终完成的征求意见稿易于理解、便于掌握。

1. 有关说明

1.关于规范的英文名称

“氮气吹扫浓缩仪校准规范”没有专门的英文命名，依旧厂方技术文件，认为将“氮气吹扫浓缩仪校准规范”的英文名称定为“Calibration Specification for Termovap Sample Concentrators

”较为确切。

2.关于范围

起草组针对国内外主要生产厂商开展了氮气吹扫浓缩仪的实验，其主要计量特性如下表1所示。

表1 氮吹仪的主要计量特性指标

|  |  |
| --- | --- |
| 计量特性 | 计量特性指标 |
| 温度偏差 | 干体式 | 室温～150 ℃：±1.0 ℃ |
| 水浴式 | 室温～95 ℃：±0.5 ℃ |
| 温度均匀度 | 干体式 | ≤0.5 ℃ |
| 水浴式 | ≤0.3 ℃ |
| 温度波动度 | 干体式 | ≤0.3 ℃ |
| 水浴式 | ≤0.2 ℃ |
| 流量示值误差 | ±5%  |

3.关于计量特性

在计量特性方面，主要针对氮气吹扫浓缩仪的吹扫浓缩的原理，结合氮气吹扫浓缩仪的测量不确定度及具体应用的要求。对影响测量结果较大的温度偏差、温度波动度、温度均匀度、流量示值误差四计量参数进行校准。通过大量实验，确定了标准器选用和校准方法，使得整个校准规程科学、严谨，能够更全面的反映氮气吹扫浓缩仪的实际状况。

4.关于校准条件

校准条件包含校准用标准器、配套设备和校准环境条件。为了使测量结果具有尽可能小的不确定度，需要建立一种优越的环境条件，降低环境因素对标准器带来的附加误差，需要具备一定准确度要求的标准器及配套设备。本规范是按照上述条件确定校准条件的。

5.关于校准项目和校准方法

温度偏差是为了验证仪器样品稳定状态下，工作空间各测量点在规定时间内实测最高温度和最低温度与设定温度的上下偏差的准确程度。温度波动度是为了验证仪器样品稳定状态下，在规定的时间间隔内，工作空间任意一点温度随时间的变化量的准确程度。温度均匀度是是为了验证仪器样品稳定状态下，工作空间在某一瞬时任意两点温度之间的最大差值的准确程度。流量示值误差是为了验证仪器出气口流量量值的准确程度。校准方法经过反复试验验证，方法可行。

6.关于校准结果表达和复校时间间隔

根据JJF1071-2010编写规则的规定，在校准结果中提出了校准证书应至少包括的信息的要求，并在附录中给出校准证书内页格式。复校时间间隔引用了JJF1071-2010编写规则规定的应注明的内容。