《气体标准物质的研制——称量法定值》 国家计量技术规范编制说明

一、任务来源

本规范制定任务由国家市场监督管理总局计量司于2023年下达至全国标准物质计量技术委员会(市监计量发【2023】56号),由中国计量科学研究院作为第一起草单位组织制订工作,中国测试技术研究院和江苏省计量科学研究院参加规范的制订工作。

二、编制依据

起草小组主要引用和参考了以下规范、标准等文件的最新版本。

- 1. JJF 1005 标准物质常用术语和定义
- 2. JJF 1344 气体标准物质的研制
- 3. JJF 1326 质量比较仪校准规范
- 4. JJG 99 砝码
- 5. GB/T 5274.1-2018 气体分析 校准用混合气体的制备 第 1 部分: 称量法制备一级混合气体(ISO 6142-1:2015, IDT)

三、编制背景

用于统一量值的标准物质是一种计量器具,标准物质的准确性、一致性、稳定性和标准物质证书的规范性对于标准物质的量传应用非常重要。气体标准物质在气体含量检测方面有着广泛的应用,对于检测数据的"真、准、全"发挥着重要的作用。

随着气体检测领域对气体标准物质的需求逐渐增多,国内气体标准物质产品也逐渐增多,供应呈现出多元化、多地化的发展趋势。国家市场监督管理总局非常重视气体标准物质的质量,近年来组织了多次针对气体标准物质的计量比对研究,数据显示当前标准物质市场供应还存在部分产品质量问题。

为了进一步提升我国标准物质的质量,2021年12月,国家市场监督管理总局发布了《市场监管总局关于加强标准物质建设和管理的指导意见》,其中提出"鼓励标准物质研制生产机构加快先进技术应用"和"加强标准物质前沿、关键、共性技术研究,组织开展基准方法、高准确度测量方法以及复杂基质量值等定值技术研究"。

称量法(GB/T5274.1-2018)是常用的气体标准物质研制方法。现有 JJF1344《气体标准物质的研制》技术规范对气体标准物质研制的过程和技术要求进行了规定,但对研制过程中气体质量的称量方法并未详细规定。本规范对称量法定值的不确定度来源

进行了详细分析,对称量法的操作以及不同操作情形下的气体质量的不确定度评定进行规范性描述,对原理气体纯度和摩尔质量的不确定度评定方法进行了描述,为气体标准物质研制单位提供统一的方法,可进一步提升我国气体标准物质的定值能力和水平。

四、编制过程

2023年2月,中国计量科学研究院向全国标准物质计量技术委员会提出规范制订工作建议。

2023年7月,全国标准物质计量技术委员会经过论证同意立项。

2023 年 8 月~2024 年 6 月,订起草小组根据立项会议上的建议和意见,起草《气体标准物质的研制——称量法定值》,并进行多轮修改完善。

2024年7月,形成征求意见稿,并同意提交委员会征求意见

五、编制原则

本技术规范主要依据现行有效的技术规范、国家或国际标准,针对气体标准物质称量法定值过程中质量和技术活动提出规范性要求。如比对相关术语定义,参考了JJF 1005《标准物质常用术语和定义》中相应的内容,对气体标准物质研制的整体思路,参考了JJF 1344《气体标准物质的研制》,对应称量法定值的不确定度来源和数据处理方法,参考了GB/T 5274.1-2018《气体分析 校准用混合气体的制备 第1部分:称量法制备一级混合气体》;对应气体质量的称量过程和量值溯源,参考了JJF 1326《质量比较仪校准规范》、JJG 99《砝码》和国内外相关的技术文献。

编写格式上,按照《JF1071-2010 国家计量校准规范编写规则》中的要求,从术语及定义、称量法制备气体标准物质的基本流程、称量法制备气体标准物质定值的数学模型、气瓶中加入气体质量的测量、称量方法、称量过程的质量控制、气体质量测量的不确定度、注射法中注射液体质量的测量、微量转移法中转移气体质量的测量、原料气体纯度和组分浓度、组分的摩尔质量等方面进行了描述和说明。本规范适用于指导气体标准物质称量法制备定值工作,为气体标准物质的高质量研制提供了技术参考。

六、主要内容

本规范在制定时,格式上参照了《JJF1071-2010 国家计量校准规范编写规则》,内容上主要包括十个章节: 1 范围、2 规范性引用文件、3 术语及定义、4 称量法制备气体标准物质的基本流程、5 称量法制备气体标准物质定值的数学模型、6 气瓶中加入气体质量的测量、7 注射法中注射液体质量的测量、8 微量转移法中转移气体质量的

测量、9 原料气体纯度和组分浓度、10 组分的摩尔质量。下面对于规范草稿中的部分 条款进行说明:

七、情况说明

气体标准物质的研制有不同的技术路线,从制备技术看,有动态法和静态法之分,静态法又包括静态体积法和称量法;从定值方法看,可以分为制备法定值和比较法定值。而称量法既是一种制备方法,也是一种定值方法,而且该方法产生的标准物质便于使用和携带,在国内外应用的非常广泛。因此,本规范的编制围绕称量法定值技术,以该方法的基本流程(第4部分)和定值测量模型(第5部分)为总纲领,对称量法定值技术的主要构成要素,即定值结果不确定度的主要来源的三个方面进行详细阐述,包括原料气体加入质量的测量(第6、7和8部分)、原料气体的纯度和杂质测量(第9部分),以及原料气体中所有组分的分子量(第10部分)。原料气体加入方式主要包括气体正压充气、液体注射气化充气和微量转移充气三种方式,技术规范的第6部分、第7部分和第7部分分别就这三种加气方式下气体质量测量的方法、数学模型和不确定度评定进行的介绍。

本规范在编制过程中力求理论与实践相结合。理论方面参考了 JJF 1344《气体标准物质的研制》、JJF 1326《质量比较仪校准规范》、GB/T 5274.1-2018《气体分析 校准用混合气体的制备 第1部分: 称量法制备一级混合气体(ISO 6142-1:2015,

IDT)》等国家计量规范和方法标准,以及国内外重要的技术文献,例如 Metrologia,和 计量学报等期刊上发表的学术论文。在实践方面,就气瓶称量、注射器称量、监控砝码核验、气瓶和注射器的装卸称量等进行了操作试验,并将相关结果写入规范中,并且在附录 A 中列举了气体加入质量测量的典型实例。

《气体标准物质的研制——称量法定值》起草小组 二零二四年七月二十六日