



中华人民共和国国家标准

GB/T 38677—2020

气体分析 测量过程及结果 校准技术要求

Gas analysis—Measurement procedure and result—
Technical requirements for calibration

2020-03-31 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国气体标准化技术委员会(SAC/TC 206)归口。

本标准起草单位：中国测试技术研究院化学研究所、中国计量科学研究院、西南化工研究设计院有限公司、上海计量测试技术研究院、中国环境监测总站、中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司天然气研究院、成都市环境监测中心站、江苏省计量科学研究院、厦门市计量检定测试院、四川大学分析测试中心、重庆市计量质量检测研究院、安徽省计量科学研究院、西安鼎研科技股份有限公司、华测检测认证集团股份有限公司。

本标准主要起草人：潘义、方正、王德发、王维康、陈雅丽、陈鹰、蔡冶强、吴晓凤、刘沂玲、周理、谭清、董璇、石兆奇、李成辉、徐阳、胡德龙、詹徽、邢金京、徐俊、任磊、刘文秋。

气体分析 测量过程及结果 校准技术要求

1 范围

本标准规定了气体组分含量测量过程及结果相关的校准技术要求,包括测量标准、测量标准的取气、输气系统、比较法校准、计量设备的溯源性要求以及测量结果的不确定度。

本标准适用于采用比较法对气体组分含量进行的测量。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 10628 气体分析 校准混合气组成的测定和校验 比较法

GB/T 14850 气体分析 词汇

GB/T 27418 测量不确定度评定和表示

GB/T 33360 气体分析 痕量分析用气体纯化技术导则

GB/T 37180—2018 气体分析 校准用纯气和混合气体的使用 指南

GB/T 38527—2020 校准混合气体技术通则

ISO 6145-6:2017 气体分析 动态法制备校准用混合气体 第6部分:临界流锐孔(Gas analysis—Preparation of calibration gas mixtures using dynamic methods—Part 6:Critical flow orifices)

ISO 12963:2017 气体分析 基于单点和两点校准的用于混合气体组成测定的比较法(Gas analysis—Comparison methods for the determination of the composition of gas mixtures based on one-and two-point calibration)

ISO 14167:2018 气体分析 校准混合气体的通用质量要求和计量溯源性(Gas analysis—General quality aspects and metrological traceability of calibration gas mixtures)

3 术语和定义

GB/T 14850 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

校准 calibration

在规定条件下的一组操作,其第一步是确定由测量标准提供的量值与相应示值之间的关系,第二步则是用此信息确定由示值获得测量结果的关系,这里测量标准提供的量值与相应示值都具有测量不确定度。

注:校准可以用文字说明、校准函数、校准图、校准曲线或校准表格的形式表示,某些情况下,可以包含示值的具有测量不确定度的修正值或修正因子。

3.2

比较法 comparison method

由测量仪器的响应确定指定混合气体组分(被分析物)含量的方法。

[GB/T 10628—2008, 定义 2.2]

3.3

校准混合气体 calibration gas mixture

具有足够稳定性和均匀性的混合气体,其组成用于测量仪器的校准或测量仪器或测量方法有效性的验证。

注:校准混合气体是 ISO/IEC Guide 99:2007 定义的测量标准。

[GB/T 14850—2020, 定义 5.1]

3.4

参考混合气体 reference gas mixture

组成极其准确且稳定的校准混合气体(3.3),用作组成的参考测量标准并据此得到其他测量所得的组成数据。

注 1:参考混合气体是 ISO/IEC Guide 99:2007 定义的参考测量标准。

注 2:在我国,参考混合气体一般指有证气体标准样品/物质。

[GB/T 14850—2020, 定义 5.2]

3.5

测量标准 measurement standard

具有确定的量值和相关联的测量不确定度,对给定量进行定义的参照对象。

3.6

参考测量标准 reference measurement standard

在给定组织或给定地区内指定用于校准或检定同类量其他测量标准的测量标准。

注:在我国,这类标准称为计量标准。

3.7

气体稀释装置 gas dilution instrument

气体稀释仪 gas dilution device

使用稀释气与气体试样混合的方法将气体试样中目标组分含量降低至所需水平的设备。气体稀释仪通过控制稀释气与气体试样的流量获得稳定的稀释比例(3.8)。

3.8

稀释比例 dilution ratio

经气体稀释装置稀释后的混合气体中的目标组分含量与稀释前校准混合气体或气体试样中目标组分含量之比。

3.9

验证 verification

提供客观证据,证明给定项目满足规定要求。

注 1:当适用时,考虑测量不确定度。

注 2:项目可以是,例如一个流程、测量程序、材料、组分或测量系统。

注 3:满足规定要求,例如,符合制造商说明书。

注 4:法制计量检定,如 VIM 和一般合格评定的定义,涉及检查、加标记和/或出具测量系统检定证书。

注 5:验证不应与确认混淆,不是每一个验证都是一个确认(3.10)。

注 6:在化学中,验证实体身份或活性时,需要描述该实体或活性的结构或特性。

[GB/T 14850—2020, 定义 9.2]

3.10

确认 validation

通过提供客观证据, 认定一个特定的预期用途或应用的要求已经满足。

注 1: 在气体组成分析中, 确认是指确认所用方法适合预期用途。

注 2: “确认”的概念比“验证”的概念更为苛刻。一个有效的测量结果可以与另一个有效的测量结果比较, 以建立同一被测量的计量兼容性。

[GB/T 14850—2020, 定义 9.4]

3.11

基体效应/基质效应 matrix effect

独立于被测物质存在的对测量和可测量数值产生影响的样品特性。

[ISO 15194:2009, 定义 3.7]

3.12

零点气 zero gas

目标组分体积分数足够低的气体或混合气体, 用于在指定的仪器和指定的范围内产生零点响应。用于痕量分析仪器的零点气, 其目标组分的体积分数应低于 0.01×10^{-6} 。

[GB/T 33360—2016, 定义 3.2]

4 测量标准

4.1 概述

参考混合气体和校准混合气体可直接作为测量标准。参考混合气体使用前应检查有效期并确认量值和不确定度满足要求。校准混合气体应满足 GB/T 38527—2020 的要求, 必要时用户可进行稳定性检验, 检验方法参见 GB/T 37180—2018 的附录 A。参考混合气体通常为瓶装混合气体。校准混合气体包括瓶装混合气体和发生装置产生的混合气体。

当无法获得较低量值的参考混合气体或校准混合气体时, 可以通过气体稀释装置获得满足要求的测量标准。

4.2 气体稀释

4.2.1 基本要求

经过稀释的参考混合气体和校准混合气体, 应按 4.2.2 的要求进行验证, 满足要求后可作为测量用的工作标准, 否则应对其量值进行校准, 校准结果的计量溯源性应满足 ISO 14167:2018 的要求。

应保证稀释气中杂质含量、基体效应和不确定度对校准结果无影响。必要时, 稀释气应经纯化后使用, 气体纯化技术要求按 GB/T 33360 的规定执行。气体稀释装置流量应满足校准需求且量值准确, 响应时间应足够短, 其内部管线、接头、阀门、流量控制器等与气体接触的部件应满足 GB/T 37180—2018 中 6.2.3 的要求。

4.2.2 气体稀释准确性的验证

宜按 ISO 6145-6:2017 中 9.4 的规定执行。

注 1: 如有必要, 判定条件可根据实际需求适当放宽。

注 2: 验证过程使用的参考标准, 按 GB/T 38527—2020 中 6.4 的规定执行。

注 3: 分析仪的灵敏度和分辨力应足够高, 由其引入的不确定度贡献应足够小, 甚至可以忽略不计。

注 4: 参考标准的目标组分含量与理论计算的目标组分含量越接近, 基体效应越小, 验证结果越可靠。

4.3 基体效应

应尽量避免测量标准存在基体效应,若使用了可能存在基体效应的测量标准,应合理评估其对校准结果的影响。

注 1: 基体效应通常包括平衡气差异、存在干扰组分等情况;

注 2: 基体效应宜根据实际的需求进行评估,评估通常综合考虑成本、风险、技术可行性、不确定度水平等因素。

5 测量标准的取气

5.1 从气瓶中取气时,应考虑压力、温度、流量、泄漏等因素的影响,具体要求按 GB/T 37180—2018 中 5.2~5.5 的规定执行。

5.2 从气体发生装置取气时,应先检查发生装置运行状态,待发生装置稳定运行后取气。必要时,应核查气体含量,确保其满足预期要求后再取气。取气流量应不大于发生装置产生的气体流量。

6 输气系统

测量标准与分析仪器间的输气系统宜按 GB/T 37180—2018 第 6 章的规定执行。

7 比较法校准

7.1 总则

在综合考虑成本、风险、技术可行性和不确定度水平基础上制定校准方法,使用合适的测量标准进行校准。

注: 必要时可对制定的校准方法进行确认,方法确认技术参见 ISO 17025:2017 中 7.2.2.1。经过确认的方法宜制定作业指导书。

7.2 要求

7.2.1 单点精确匹配校准

选用的校准混合气体相应组分含量与样品气的被测组分含量应在统计学上无显著差异,校准按 ISO 12963:2017 中 7.3.2 的规定执行。

注: 两者组分含量接近,可忽略仪器非线性影响。

7.2.2 单点校准

选用的校准混合气体相应组分含量应在样品气被测组分含量的 90%~150% 范围内,校准按 ISO 12963:2017 中 7.3.3 的规定执行。

注: 单点校准需假定零点和校准点间的校准函数呈线性。

7.2.3 空白两点校准

选用零点气和校准混合气体,且校准混合气体相应组分含量应大于样品气被测组分含量(不超过 150%),校准按 ISO 12963:2017 中 7.3.4 的规定执行。

注: 空白两点校准需假定空白点和校准点间的校准函数呈线性。

7.2.4 两点校准

选用校准混合气体 A 和校准混合气体 B,一般应保证校准混合气体相应组分含量覆盖样品气被测

组分含量的 50%~150%，校准按 ISO 12963:2017 中 7.3.5 的规定执行。

注：校准点之间的范围越小，则校准点间的校准函数呈线性的可靠性越大。

7.2.5 多点校准

选用多个校准混合气体，校准按 GB/T 10628 的规定执行。校准点的数量应依据校准函数类型确定，推荐的校准点最少数量见表 1。

表 1 各类校准函数推荐的校准点最少数量

校准函数类型	推荐的校准点最少数量
线性函数	3
二次多项式	5
三次多项式	7
幂函数	5
指数函数	5

注：多点校准线性函数的制作与核查可参照 GB/T 33318—2016 中附录 C 的规定执行。

8 计量设备的溯源性要求

所使用的计量设备，包括气体分析仪、气体稀释装置都应经过检定或校准并确认其满足使用要求。

9 测量结果的不确定度

测量结果应包含不确定度，不确定度评定按照 GB/T 27418 的规定执行。



参 考 文 献

- [1] GB/T 33318—2016 气体分析 硫化物的测定 硫化学发光气相色谱法
 - [2] ISO 15194:2009 In vitro diagnostic medical devices—Measurement of quantities in samples of biological origin—Requirements for certified reference materials and the content of supporting documentation
 - [3] ISO 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
 - [4] ISO/IEC Guide 99:2007 International vocabulary of metrology-Basic and general concepts and associated terms
-