

《气体标准物质的研制》

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于2019年10月下达全国标准物质计量技术委员会（国家市场监督管理总局司（局）函-计量函【2019】42号）。根据全国标准物质计量技术委员会关于修订JJF1344-2012《气体标准物质研制(生产)通用技术要求》计量技术规范的工作安排，由中国计量科学研究院作为第一起草单位组织修订工作，中国测试技术研究院、生态环境部环境发展中心、北京化工大学以及重庆市计量质量检测研究院参加规范的修订工作。

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

1. JJF 1005 标准物质常用术语及定义
2. JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示
3. JJF 1186 标准物质认定证书和标签内容编写规则
4. JJF 1342 标准物质研制(生产)机构通用要求
5. JJF 1343 标准物质——定值及均匀性、稳定性评估指南
6. JJF 1507 标准物质的选择与应用
7. GB/T 5274.1 《气体分析 校准用混合气体的制备 称量法》
8. GB/T 10628 气体分析 校准混合气组成的测定和校验 比较法 (ISO 6143 IDT)
9. GB/T 27417 合格评定 化学分析方法确认和验证指南
10. ISO 19229 气体分析 纯度分析和纯度数据的处理
11. ISO 12963 气体分析 气体混合物组成的测定 基于单点和两点校准的比较
12. ISO 14167 气体分析 校准混合气体的通用质量要求和计量溯源性

三、编制背景

气体标准物质的研制及其应用，对于贯彻我国计量法、质量法和标准化法，统一气体分析量值、推动新的检测技术的发展，都具有重要意义。于此背景下，2012年由 中国计量科学研究院负责，起草了JJF1344-2012《气体标准物质研制(生产)通用技术要求》，为相关气体标准物质的研制、评审活动提供了规范性指南。

近年来,随着气体标准物质的迅猛发展,相关制备、定值等技术标准得到了更新,例如称量法 GB/T5274.1 国家标准进行了换版,JJF1343 对定值和稳定性研究提出了新的要求。另外,我国的研制机构希望在气体标准物质研制过程方面进一步细化要求,以保证研制(生产)的质量。因此,JJF1344-2012 相对于上述要求逐渐显现不足。

2019 年,全国标准物质计量技术委员会组织立项,修订 JJF1344-2012《气体标准物质通用技术要求》。目的是进一步完善和细化技术规范,提升规范在气体标准物质研制活动中的指导作用,促进我国气体标准物质质量的提升。

四、编制过程

2018 年 10 月,由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修订工作建议。

2019 年 2 月,中国计量科学研究院、中测试技术研究院联合召开规范修订工作讨论会,邀请了标准物质管理办公室、中石油天然气研究院(研制机构)专家与会讨论交流。会议结论:同意修改规范名称为“气体标准物质的研制”;细化原料纯度分析要求;细化定值方法的描述。

2019 年 5 月,全国标准物质计量技术委员会经过论证同意立项。

2019 年 12 月,起草小组完成修订后的《气体标准物质的研制》第一版初稿。

2020 年 1 月,中国计量科学研究院组织同行专家审阅第一版初稿,生态环境部环境发展中心、北京化工大学专家参会。会议结论:对放压试验和稳定性研究建议规定考察样本数量;建议比较法定值考虑单点、双点以及多点校准的模型。

2020 年 5 月,中国计量科学研究院针对审阅意见,修改完善并形成第二版初稿。

2020 年 6 月,中国计量科学研究院组织视频会议,邀请起草小组成员(单位包括中国测试技术研究院、北京化工大学、重庆市计量质量检测研究院),针对第二版初稿审阅。

2020 年 7 月,中国计量科学研究院组织视频会议,所有起草人参会,审阅第三版初稿,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,针对气体标准物质研制过程中质量和技术活动提出规范性要求。如项目设计、放压试验、稳定性研究均参考了 JJF1342 和 JJF1343 中相应内容;结合现有气体标准物质的制备技术现状,参

考了 GB/T5274.1、GB/T14070 等规范了称量法、压力法等制备过程；在制备过程中的可燃性、毒性等风险评估参考了 GB/T34710 的有关规定，参考 ISO19229、ISO12963、ISO14167 规定了原料纯度的测量过程和要求；对于定值过程和计量溯源性要求，参考 GB/T5274.1、GB/T10628、GB/T27417 等规定了计量溯源性、核验以及方法确认的要求，并引用了 JJF1507 给出了比较法定值结果的不确定度评定方法。

编写格式上，按照 JJF1071《国家计量校准规范编写规则》中的要求，从术语、命名、制备、稳定性研究、定值、不确定度评定、量值比对、标签和证书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研制的工作，为气体标准物质的评审提供了过程技术要素内容。

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》，内容上主要包括个章节：1 范围，2 引用文件，3 术语和定义，4 概述，5 混合气体的制备，6 定值，7 放压试验和稳定性研究，8 赋值，9 量值比对，10 证书与标签。下面对于规范草稿中的部分条款进行说明：

七、情况说明

规范名称

JJF1344-2012《气体标准物质研制(生产)通用技术要求》，经过讨论认为本规范应用于气体标准物质研制，在技术要求方面应尽可能符合气体标准物质的过程要求，用于指导相关研制(包括复制)和定值活动。同时为了与其他标准物质技术规范名称保持相似，经讨论修改为《气体标准物质的研制》。

规范框架调整

相对于上一版规范文本，本次修订基本保持了规范的原有内容，同时对结构进行了调整如下：

(1) 删除了“包装、贮存”章节，将其中部分要求要求并入了“5.2 混合气体的制备”章节；

(2) 增加了“8 赋值”，明确了“定值”和“赋值”是两个不同类型的活动。

(3) 将“定值”部分章节调整到“放压试验和稳定性研究”之前，与研制过程相符合。

(4) 在“8.1 基于称量法定值的候选物赋值”部分，增加了“8.1.4 认定值的验证”，

目的是对称量法定值结果的计量溯源性进行确认；同时也是对标准物质复制过程的要求。

规范正文各部分内容说明如下：

3 术语和定义

规范明确了适用范围仅仅适用于气瓶包装的气体标准物质研(复)制技术要求。在术语定义中，为了便于规范的描述和易于理解，保持了“3.1 气体标准物质”和“3.2 基体材料”两个术语，并增加了“3.3 关键杂质”、“3.4 重要杂质”，便于正文 5.1 中规范原料纯度分析要求。

4.1 命名

该部分在上一版基础上，删除了“采用表明用途的形式”命名原则。保留了 2 种方式，即一种是列出所有定值组分的形式，另一种是纯度标准物质的形式。“表明用途的形式”虽然简洁，但是存在一定的风险，例如“肺功能检测用气体标准物质”存在同时认定了“肺功能检测”用途，是否存在潜在的连带风险？为避免这种混淆，删除了“表明用途”的命名形式。

4.2 特性值表示

在上一版基础上，仅保留“摩尔分数”单位，删除“体积分数”的单位。

4.3 项目设计

参考 JJF1342 和 JJF1343，对标准物质的项目设计提出规定。要求研制机构在实施研制活动前整体考虑标准物质的研制过程，并识别可能影响定值结果的过程，并设计技术路线以保证定值结果的可靠性和计量溯源性。

5.1 原料和气瓶

参考了 ISO1922 的基础上，对原料纯度分析要求具体化，即在获得原料纯度和杂质的基础上，进一步识别“关键杂质”和“重要杂质”，对关键杂质和重要杂质开展测量，并对测量过程以及测量溯源性提出规范要求。

参照 ISO12963 和 GB/T27417，规范制定了原料纯度分析过程中的校准、计量溯源性以及方法检出限等评估的要求。

增加了“5.1.6”关于气瓶的要求，尤其是校准组分与气瓶内壁的兼容性评估，规定了分装法的要求。

5.2 制备要求

在上一版规范的基础上，强调了制备过程所用测量设备的计量溯源性（5.2.3），充装顺序和压力的要求（5.2.4），强调了配气过程中应避免交叉污染（5.2.6），参考有关行业标准，给出了“可燃性气体”制备时技术要求的常规量化指标（5.2.7）；规定了制备“毒性气体”时毒性评估方法（5.2.8）。此外，将混匀要求从第6节转移到此处。

6 定值

在上一版基础上，删除了“采用两种或两种以上不同原理方法定值”的规定。经过调研和讨论，目前气体标准物质定值基本采用“称量法”和“比较法”中的一种。因此，本规范仅保留称量法和比较法两种规定。

6.2 称量法定值

补充了称量法定值的溯源性建立方式，

并增加了“6.2.1 校准组分含量确定”的公式，

参考 GB/T5274.1 内容，进行适当修改，增加了“7.2.2 校准组分含量的验证”，即要求对于称量法定值结果采用验证进一步确认计量溯源性，以及验证结果判定的准则。

6.3 比较法定值

在上一版规范的基础上，明确规定了单点精确匹配校准、两点校准和多点校准等方法可以适用于比较法定值。并对上述3种校准模型规定了技术要求。

进一步对测量方法的确认和验证提出要求，以保证测量结果的可靠性。

在“6.3.2 校准组分含量的确定”中给出了典型的测量模型，基于模型的不确定度评定过程可以通过引用文件 JJF1507 获得。

7 放压试验和稳定性研究

在上一版规范基础上，作出如下变化：

（1）放压试验研究：

参考 JJF1343 的规范，进一步规定了放压试验所用分析方法的精密度要求（7.1.3）。规定了放压试验研究所需样本的数量，即方差检验不存在显著性组间差异时，至少研究1个批次的样品，否则，应至少重复3个批次样品的研究；采用方差分析评估的压力变动性的不确定度贡献应作为认定值的不确定度来源之一考虑（7.1.4，7.1.5，7.1.6）。

（2）稳定性研究：

GB/T5274.1 与 JJF1343 关于稳定性研究的方案设计、数据处理存在差异。JJF1343 中规定：在一段时间内，采用趋势分析法考察特性值的变化，即将不同时间下的测量结果对时间进行线性回归；当斜率和 0 不存在显著差异时，采用斜率的标准偏差和时间的乘积来评估不稳定性的不确定度贡献。GB/T5274.1 中使用相同的设计，但是采用斜率和时间的乘积评估不稳定的不确定度贡献，当斜率和 0 不存在显著差异时，甚至可以考虑不稳定的贡献为 0。由此可见，JJF1343 关于稳定性研究的方法更加保守。本规范采用了 JJF1343 关于经典稳定性研究的方法。

在规范中，明确了经典研究的稳定性考察方案设计，以及数据处理方式(7.2.3、7.2.4、7.2.5)。进一步参考 JJF1343 给出了评估方法：“在有显著趋势情况下的不稳定”对认定值的不确定度贡献。

进一步规定了稳定性研究关于样品数量的要求。

8 赋值

将赋值和定值的概念进行区分，第 8 部分赋值是综合考虑定值、放压试验、稳定性研究等结果的基础上，为气体标准物质赋予认定值。

8.1 称量法定值情形下的赋值：由于称量法定值过程是一个单位复现过程，按照 GB/T5274.1 和 JJF1343 的要求，应对定值结果进行验证，以确认计量溯源性。在 8.1.4 部分规定了验证的要求和判断依据。同时规定，通过验证才可以对气体标准物质赋值。

8.2 比较法定值情形下的赋值：比较法是采用与更高等级的标准物质比较的方式定值，其计量溯源性相对清晰，因此没有验证的要求。但是对测量方法包括测量模型需要确认和验证(该部分在 6.3.1 已经描述)

相对于上一版规范，本部分明确规定了认定值的三个主要不确定度来源，其中包括放压试验研究的贡献（8.1.3 和 8.2.3）。

9 量值比对

该部分对应于上一版规范的“比对验证”。本部分作出如下变化：

- (1) 明确了“量值比对”作为一种外部质量控制活动，用于确保认定值的等效性；
- (2) 规定了“标准物质量值比对”的方式，以及当没有标准物质量值比对计划时，可以采用类似“测量审核”方式的一对一的比对；
- (3) 规定了量值比对的遴选原则，即根据计量溯源性选择合适的量值比对，要求尽量与高等级或已经证明了国际等效的标准物质比对，以提升国家标准物质的量值等

效度。

10 证书与标签

该部分基本保持原有内容，强调了气瓶警示标签的参考标准。

《气体标准物质的研制》起草小组

二零二零年七月二十九日

国家标准物质计量技术委员会征求意见稿编制说明