

天津市地方计量技术规范

JJF (津) 149-2025

标准气体发生装置校准规范

Calibration Specification of Standard Gas Generation Devices

2025-06-23 发布

2025-09-23 实施

天津市市场监督管理委员会 发布

标准气体发生装置
校准规范
Calibration Specification of Standard
Gas Generation Devices

JJF(津) 149-2025

归口单位：天津市市场监督管理委员会
主要起草单位：天津市计量监督检测科学研究院
天津国土资源和房屋职业学院
参加起草单位：天津市南开区计量检定所
天津市蓝宇科工贸有限公司

本规范委托天津市计量监督检测科学研究院负责解释

本规范主要起草人：

王志鹏（天津市计量监督检测科学研究院）

陈泽津（天津国土资源和房屋职业学院）

李毅堂（天津市计量监督检测科学研究院）

参加起草人：

郑维君（天津市南开区计量检定所）

付 迪（天津市计量监督检测科学研究院）

张 丽（天津市计量监督检测科学研究院）

冯 瑞（天津市蓝宇科工贸有限公司）

目 录

引言.....	(II)
1 范围.....	(1)
2 术语.....	(1)
2.1 渗透炉.....	(1)
2.2 渗透管.....	(1)
2.3 组分气.....	(1)
2.4 稀释气.....	(1)
2.5 动态体积法.....	(1)
3 概述.....	(1)
4 计量特性.....	(2)
5 校准条件.....	(3)
5.1 环境条件.....	(3)
5.2 测量标准及其他设备.....	(3)
6 校准项目和校准方法.....	(4)
6.1 流量示值误差.....	(4)
6.2 流量重复性.....	(4)
6.3 渗透炉温度示值误差与温度波动.....	(5)
6.4 输出气体浓度误差.....	(5)
7 校准结果表达.....	(6)
8 复校时间间隔.....	(6)
附录 A 标准气体发生装置校准原始记录(推荐)	(7)
附录 B 标准气体发生装置校准证书内页格式(推荐)	(9)
附录 C 流量示值误差的测量不确定度评定示例	(10)

引 言

JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》、JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》、JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范的校准项目和校准方法主要参考了 JJG 620—2008《临界流文丘里喷嘴检定规程》和 JJG 1132—2017《热式气体质量流量计检定规程》。

本规范为首次发布。

标准气体发生装置校准规范

1 范围

本规范适用于动态体积法和渗透法原理的标准气体发生装置的校准。

2 术语

2.1 渗透炉 permeation furnace

又称渗透池，通过内置温度传感器和控制器，实时感知并调整工作状态，确保腔体内温度稳定的装置。

2.2 渗透管 permeation tube

由具有化学惰性和机械强度的聚合物构成，在一定温度下具有特定渗透率的物质。

2.3 组分气 component gas

指浓度均匀、性能稳定和量值准确的气体，具有复现、保存和传递量值的基本作用，也可称作原料气。

2.4 稀释气 diluent gas

在配制特定浓度的组分气体时，用作稀释作用的一种高纯度气体，通常为高纯氮气或清洁空气等不活泼气体，也称平衡气或底气。

2.5 动态体积法 dynamic volume method

在规定条件下，用流量控制器准确控制组分气和稀释气体积流量，连续、快速改变混合气的组成的一种标准气体配制方法。

3 概述

标准气体发生装置（以下简称发生装置）是一类可产生标准气体的仪器的总称，具有气体稀释和（或）渗透法标准气体发生功能，主要用于各种不同浓度标准气体的制配，广泛应用于计量、环保等领域中。气体稀释功能采用动态体积法原理，在一定压力和温度条件下，用临界流喷嘴或热式气体流量计作为流量控制器控制组分气和稀释气的体积流量，进而得到不同浓度标准气体。渗透法标准气体发生功能是在一定压力和温度条件下，物质通过渗透管的微孔结构以一定的渗透率进行渗透，经由载气载带并与稀释气混合，得到特定浓度的标准气体。发生装置主要由调压系统、流量控制系统、混合气体系统、数据采集、

处理、传输系统和（或）渗透炉组成。以临界流喷嘴流量控制器为例，气体稀释模块组成示意图如图 1 所示，渗透法标准气体发生模块组成示意图如图 2 所示。

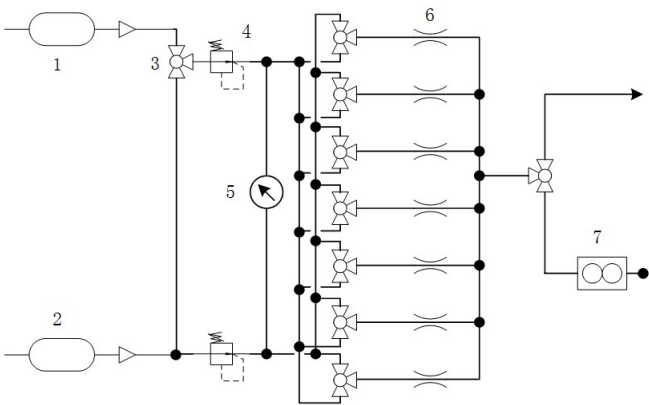


图1 气体稀释模块组成示意图

1 组分气；2 稀释气；3 开关阀；4 调压器；5 差压计；6 喷嘴组；7 标准气体

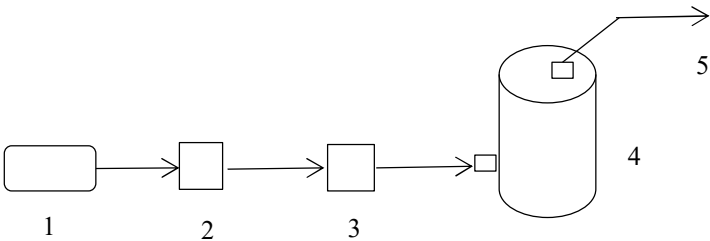


图2 渗透法标准气体发生模块组成示意图

1 稀释气；2 压力控制系统；3 流量控制系统；4 渗透炉；5 标准气体

4 计量特性

发生装置的计量特性指标见表 1。

表 1 发生装置的计量特性指标

序号	计量特性	计量特性指标
1	流量示值误差	临界流喷嘴流量控制器：不超过±1.0% 热式气体流量控制器：不超过±1.0%FS
2	流量重复性	不大于 0.5%
3	渗透炉温度示值误差	不超过±0.4℃

表 1 (续)

序号	计量特性	计量特性指标
4	渗透炉温度波动度	10min 内不超过 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$
5	输出气体浓度误差	不超过 $\pm 3\%$
注：根据发生装置功能选择校准项目，以上计量特性指标不用于合格性判别，仅供参考。		

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度： $(5\sim 35)^{\circ}\text{C}$ 。

5.1.2 相对湿度： $\leq 75\%$ 。

5.1.3 发生装置工作环境无明显机械振动，无电磁干扰，避免阳光直射被校准装置。

注：上述条件与制造商的产品条件不一致时，以产品规定为准。

5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 气体流量标准器

活塞或皂膜等气体流量标准器，流量范围应与被校发生装置的流量范围相适应，扩展不确定度（ $k=2$ ）应不大于被校发生装置最大允许误差绝对值的二分之一。

5.2.2 温度计

测量范围包括 $(25\sim 70)^{\circ}\text{C}$ ，最大允许误差不超过 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.3 零点气体

纯度不小于 99.999%的氮气。

5.2.4 气体标准物质

氮中一氧化氮有证气体标准物质， $(1\sim 5000)\mu\text{mol/mol}$ ，相对扩展不确定度不大于 1%（ $k=2$ ）。

5.2.5 一氧化氮气体分析仪

最大允许误差不超过 $\pm 1\%$ 。

5.2.6 减压阀和气体管路

使用不与标准气体反应且不易吸附的材质，如不锈钢阀和聚四氟乙烯管路。

6 校准项目和校准方法

6.1 流量示值误差

仪器通电预热稳定后，按照发生装置使用说明书的压力通入零点气体，例如设定流量控制器分别约满量程 10%，20%，50%，80% 的流量点 F_i ，在控制器出口处接入气体流量标准器，测量并记录气体流量标准器的稳定示值。每个流量点重复测量 3 次，按式（1）计算临界流喷嘴流量控制器流量示值误差，按式（2）计算热式气体流量控制器流量示值误差。按照相同的方法对各通道流量控制器的流量进行设定和测量。

$$\Delta F_i = \frac{F_i - \overline{F}_i}{F_i} \times 100\% \quad (1)$$

$$\Delta F_i = \frac{F_i - \overline{F}_i}{R} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

ΔF_i ——流量示值误差；

F_i ——流量控制器的设定值，mL/min；

$\overline{F}_i$ ——流量控制器的测量平均值，mL/min；

R ——流量控制器的测量上限值，mL/min；

$i=1, 2, 3, 4$ ，分别指满量程约 10%，20%，50%，80% 的流量控制点。

6.2 流量重复性

设定流量控制器约满量程 50% 的流量控制点，用流量标准器测量其稳定流量值，重复测量 6 次，重复性以单次测量的相对标准偏差表示，按式（3）计算流量重复性。按照相同的方法对各通道流量控制器的流量进行设定和测量。

$$s_r = \frac{1}{F} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (F_i - \overline{F})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

s_r ——流量重复性；

F_i ——流量测量值, mL/min;

$\bar{F}$ ——流量测量平均值, mL/min;

n ——测量次数, $n=6$ 。

6.3 渗透炉温度示值误差与温度波动度

根据渗透管使用温度设定渗透炉温度, 将温度计的测温探头置于渗透炉中, 待示值稳定后记录示值, 10 min 内每间隔 2 min 记录一次示值, 按式 (4) 计算温度示值误差, 按式 (5) 计算温度波动度。

$$\Delta T = T_s - \bar{T} \quad (4)$$

$$\Delta T_f = \pm \frac{1}{2}(T_{\max} - T_{\min}) \quad (5)$$

式中:

ΔT ——温度示值误差, °C;

T_s ——仪器温度设定值, °C;

$\bar{T}$ ——6 次测量结果的算术平均值, °C;

ΔT_f ——温度波动度, °C;

$T_{\max}$ ——6 次测量值的最大值, °C;

$T_{\min}$ ——6 次测量值的最小值, °C。

6.4 输出气体浓度误差

准备符合要求的气体标准物质, 浓度范围包括被稀释和稀释后的各个浓度。一氧化氮分析仪预热稳定后, 用被稀释气体标准物质浓度点校准仪器。发生装置预热稳定后, 接入被稀释气体和稀释用零点气体, 按照仪器的使用说明书调节好入口压力, 按照设定的浓度进行稀释, 并将输出气体进行分析, 采用单点法定值。重复测量 3 次, 记录分析值, 按式 (6) 计算输出气体浓度误差。

$$\Delta c_r = \frac{c_0 - \bar{c}}{\bar{c}} \times 100\% \quad (6)$$

式中:

Δc_r ——输出气体浓度误差, %;

$\bar{c}$ ——输出气体浓度分析值的平均值, $\mu\text{mol/mol}$;

c_0 ——输出气体浓度的设定值, $\mu\text{mol/mol}$ 。

7 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息:

- a) 标题: “校准证书”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点(如果与实验室的地址不同);
- d) 证书的唯一性标识(如编号), 页码及总页数的标识;
- e) 客户名称和地址;
- f) 被校对象的描述和明确标识;
- g) 进行校准的日期, 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应说明被校对象的接收日期;
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应对被校样品的抽样程序进行说明;
- i) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- k) 校准环境的描述;
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明;
- m) 对校准规范的偏离的说明;
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识;
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- p) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

8 复校时间间隔

复校时间间隔的长短由发生装置的使用情况、使用者、发生装置本身质量等诸因素所决定, 送校单位可根据使用情况自主决定复校时间间隔, 建议不超过 1 年。如果对发生装置的测量数据有怀疑, 或更换主要部件及维修后, 应重新校准。

附录 A

标准气体发生装置校准原始记录（推荐）

委托单位	单位名称		仪器信息	仪器名称	
	单位地址			仪器型号	
	联系人			出厂编号	
	联系电话			生产厂家	
校准地点			环境温度		
校准日期			相对湿度		
证书编号			原始记录编号		
校准依据			校准人员		核验人员

本次使用的主要 计量标准器具	规格型号	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	器具编号	有效性确认

A.1 流量示值误差

流量设定值 (mL/min)	流量标准装置示值 (mL/min)			平均值 (mL/min)	流量示值误差

A.2 流量重复性

流量设定值 (mL/min)	流量标准装置示值 (mL/min)						平均值 (mL/min)	重复性
	1	2	3	4	5	6		

A.3 渗透炉温度示值误差与温度波动度

温度设定 值 (°C)	测量值 (°C)						平均值 (°C)	温度示 值误差 (°C)	温度波 动度 (°C)
	1	2	3	4	5	6			

A.4 输出气体浓度误差

气体浓度设定值 ($\mu\text{mol/mol}$)	气体浓度分析值 ($\mu\text{mol/mol}$)			平均值 ($\mu\text{mol/mol}$)	输出气体浓度误 差

附录 B

标准气体发生装置校准原始记录（推荐）

证书编号××××—××××

校准结果

1. 流量示值误差

流量设定值 (mL/min)	流量测量值 (mL/min)	流量示值误差	校准结果的不确定度

2. 流量重复性：_____

3. 渗透炉温度示值误差：_____

4. 渗透炉温度波动度：_____

5. 输出气体浓度误差：_____

以下空白

第×页 共×页

附录 C

流量示值误差的测量不确定度评定示例

C.1 概述

测量标准：气体流量标准器，相对扩展不确定度 0.28% ($k=2$)。

被测对象：标准气体发生装置，A 路流量范围 (20~200) mL/min。

测量方法：见本规范条款 6.1。

C.2 测量模型

$$\Delta F_i = \frac{F_i - \bar{F}_i}{R} \times 100\% \quad (\text{C.1})$$

式中：

ΔF_i ——流量示值误差；

F_i ——流量控制器的设定值，mL/min；

$\bar{F}_i$ ——流量控制器的测量平均值，mL/min；

R ——流量控制器的测量上限值，mL/min；

$i=1, 2, 3, 4$ ，分别指满量程约 10%，20%，50%，80% 的流量控制点。

根据测量模型，合成标准不确定度： $u_c(\Delta F_i) = \sqrt{c_1^2 u^2(F_i) + c_2^2 u^2(\bar{F}_i)}$ (C.2)

式中，灵敏系数： $c_1 = \frac{\partial \Delta F_i}{\partial F_i} = \frac{1}{R}$ $c_2 = \frac{\partial \Delta F_i}{\partial \bar{F}_i} = -\frac{1}{R}$

C.3 标准不确定度

C.3.1 输入量 F_i 的标准不确定度 $u(F_i)$ 的评定

设定 A 路流量控制器流量点 100 mL/min，在控制器出口处接入气体流量标准器，记录 A 路流量控制器的稳定示值，连续测量 10 次，测量结果见表 C.1，由式 (C.3) 计算标准偏差。实际测量时，在重复条件下连续测量 3 次，以 3 次测量的算术平均值作为测量结果，由式 (C.4) 计算重复性引入的标准不确定度 $u(\bar{c})$ ，计算结果见表 C.2。

表 C.1 测量结果

流量设定值 (mL/min)	流量控制器示值 (mL/min)									
100	99.32	99.15	98.91	98.86	99.52	99.37	98.45	98.73	98.26	99.05

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (F_i - \bar{F})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (\text{C.3})$$

$$u(F_i) = \frac{s}{\sqrt{3}} \quad (\text{C.4})$$

式中:

s ——标准偏差, mg/L;

$\bar{F}$ ——测量结果的算术平均值, mg/L;

F_i ——第 i 次测量值, mg/L;

n ——测量次数, $n=10$ 。

表 C.2 标准不确定度计算结果

流量设定值 (mL/min)	测量平均值 (mL/min)	标准偏差 (mL/min)	不确定度 (mL/min)
100	98.96	0.404	0.233

C.3.2 输入量 $\bar{F}_i$ 的标准不确定度 $u(\bar{F}_i)$ 的评定

$$u(\bar{F}_i) = \frac{100 \text{ mL/min} \times 0.28\%}{2} = 0.14 \text{ mL/min}$$

C.4 合成标准不确定度及扩展不确定度

$$\text{灵敏系数: } c_1 = \frac{1}{R} = 0.005 \text{ min/mL} \quad c_1 = -\frac{1}{R} = -0.005 \text{ min/mL}$$

$$\text{合成标准不确定度: } u_c(\Delta F_i) = \sqrt{c_1^2 u^2(F_i) + c_2^2 u^2(\bar{F}_i)} = 0.14\%$$

$$\text{扩展不确定度: } U=0.3\%(k=2)$$

