



中华人民共和国工业和信息化部  
建材计量技术规范

JJF(建材)XXXX-XXXX

便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校  
准规范

Calibration Specification for Miniature Gas Chromatographic Columns  
for Portable Gas Chromatography

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校  
准规范

JJF（建材）XXX-XXXX

Calibration Specification for Miniature Gas  
Chromatographic Columns for Portable Gas Chromatography

---

归口单位：中国建筑材料联合会

主要起草单位：中国科学院空天信息创新研究院  
北京市科学技术研究院

参加起草单位：中国科学院自动化研究所  
西安交通大学  
山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司

本规范委托全国建材计量技术委员会负责解释

**本规范主要起草人：**孙建海（中国科学院空天信息创新研究院）

李永振（北京市科学技术研究院）

王军波（中国科学院空天信息创新研究院）

**参加起草人：**郭瑞华（北京市科学技术研究院）

马喜波（中国科学院自动化研究所）

王海容（西安交通大学）

孔繁岩（山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司）

朱小锋（北京市科学技术研究院）

# 目 录

引言 .....	(IV)
1 范围 .....	(1)
2 引用文件 .....	(1)
3 概述 .....	(1)
4 计量特性 .....	(2)
5 校准条件 .....	(2)
6 校准项目和校准方法 .....	(3)
7 校准结果表达 .....	(5)
8 复校时间间隔 .....	(6)
附录 A 载气流速的校正 .....	(7)
附录 B 气体标准物质摩尔分数与浓度换算 .....	(8)
附录 C 便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校准记录 (供参考) .....	(9)
附录 D 校准证书 (内页) 参考格式 .....	(11)
附录 E 微型气相色谱柱保留时间示值误差评定实例 .....	(13)

# 引 言

本规范是以 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJG 700-2016《气相色谱仪》、GB/T 30430-2019 气相色谱仪测试用标准色谱柱为基础和依据编写的。

本规范为首次发布。

# 便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校准规范

## 1 范围

本规范适用于便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱的校准。

## 2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJG 700-2016 气相色谱仪

GB/T 30430-2019 气相色谱仪测试用标准色谱柱

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

## 3 概述

微型气相色谱柱（简称为微色谱）（如图 1）是便携式气相色谱仪的主要部件，利用待分析的样品中各组份在气相和固定相间的分配系数不同，当样品被载气带入色谱柱中，组份就在其中的两相间进行反复多次分配，由于固定相对各组份的吸附或脱附能力不同。因此，各组份在色谱柱中的运行速度就不同，经过一定的柱长后，便彼此分离，按顺序离开色谱柱进入检测器，产生的离子流讯号经放大后，在记录器上描绘出各组份的色谱峰。

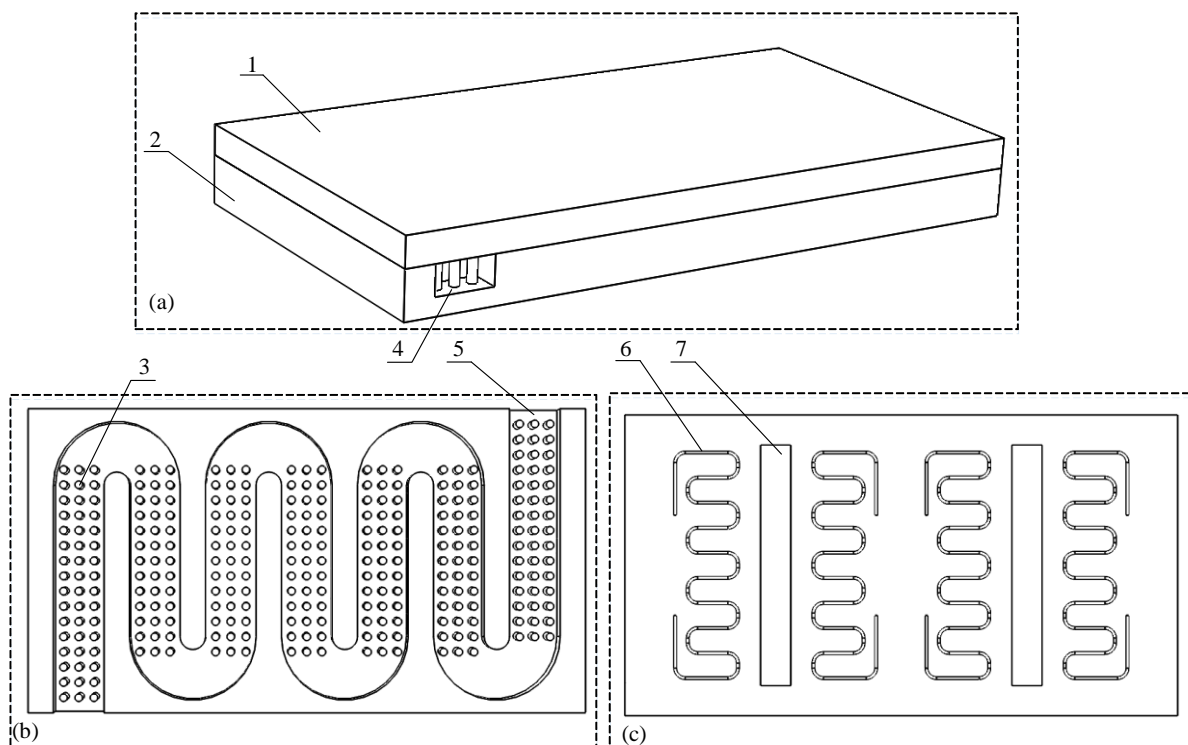


图 1. 便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱结构示意图(a)整体图, (b)基板俯视图, (c)基板仰视图  
封装盖板; 2- 基板; 3- 填料; 4-进气口; 5-出气口; 6-加热器; 7-温度传感器

## 4 计量特性

4.1 分离度 $\geq 1.5$ 。

4.2 拖尾因子 $\leq 1.3$ 。

4.3 柱效能 $\geq 5000$  plates/m。

4.4 保留时间相对偏差 $\pm 5\%$ 。

4.5 保留时间重复性 $\leq 1\%$ 。

注：以上指标不适用于合格性判定，仅供参考

## 5 校准条件

### 5.1 环境条件

a) 环境温度：(5~45) °C；

b) 相对湿度：(20~85) %；

c) 大气压力：实验室气压；

d) 应用良好的接地及防静电措施；

e) 室内不得有易燃、易爆和强腐蚀性气体，应有良好的接地及防静电措施以及无影



响校准工作的气流、杂光、机械振动和电磁等干扰。

## 5.2 载气

载气纯度应满足仪器使用要求，一般不低于 99.999%，载气可使用氦气、氮气和空气（优选）。

## 5.3 校准用计量器具

- a) 经过计量技术机构检定合格（或经校准）的校准专用气相色谱仪；
- b) 微量注射器（10 $\mu$ L，最大允许误差 $\pm 12\%$ ）；
- c) 皂膜流量计测量范围（0~100）mL/min，准确度不低于 1.5 级；
- d) 铂电阻温度计，温度测量范围 $\geq 300^{\circ}\text{C}$ ，最大允许误差 $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ ；
- e) 有证标准物质(甲苯中苯【GBW(E)130101（0.50~5.0mg/mL U=3%，k=2）】)。

# 6 校准项目和校准方法

## 6.1 校准前的准备工作

（1）保证便携式气相色谱仪处于 5.1 所述的环境条件下，准备好配套的气源，确认气路连接准确性并进行气密性检查；

（2）设定适当的载气流速，待稳定后，用流量计连续测量 7 次，取 7 次测量平均值的相对标准偏差为稳定性，保证载气流速的稳定性不大于 1%；

（3）把温度计的探头固定在柱箱中部，分别设定柱箱温度为 80 $^{\circ}\text{C}$ 、150 $^{\circ}\text{C}$ 和 200 $^{\circ}\text{C}$ ，等待仪器温度数值稳定，连续测量 10min，每分钟记录一个数据，保证柱箱温度的精度不大于 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ ；

（4）选定初温 40 $^{\circ}\text{C}$ ，终温 120 $^{\circ}\text{C}$ ，升温速率 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，待初温稳定后，开始程序升温，每分钟记录数据一次，直至达到终温，重复 6 次实验，保证程序升温重复性不大于 5%。上述校准前的准备工作可参考 JJG 700-2016。

## 6.2 操作步骤

（1）打开仪器电源，设定柱箱初温为 40 $^{\circ}\text{C}$ ，终温为 120 $^{\circ}\text{C}$ ，升温速率为 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，待仪器初温稳定；

（2）使用微量注射器将 1 $\mu\text{L}$  浓度为 0.5mg/mL、2.0mg/mL 和 5.0mg/mL 的甲苯中苯标准物质分别注入微色谱中，根据测试得到的色谱图，分别计算相应的分离度、拖尾因子和柱效能（具体计算方法可参考标准 GB/T 30430-2019），取三种浓度下实验计算结果的平均值作为被校准仪器的分离度、拖尾因子和柱效能；

（3）按 6.2 操作步骤（1），使用微量注射器将 1 $\mu\text{L}$  浓度为 5.0mg/mL 的甲苯中苯标准物质注入微色谱中，根据测试得到的色谱图，记录样品在微型色谱柱中的保留时间。

重复上述实验 7 次, 计算保留时间相对偏差和保留时间重复性。

### 6.2.1 分离度校准

根据获得色谱图, 计算相邻试样的分离度, 取 3 种浓度样品分离度的平均值为仪器的分离度。相邻标准试样的分离度表示为:

$$R = \frac{2(T_{R2} - T_{R1})}{W_1 + W_2} \quad (1)$$

式中:

$T_{R1}$ ——相邻两峰中前一峰的保留时间, 单位为秒(s);

$T_{R2}$ ——相邻两峰中后一峰的保留时间, 单位为秒(s);

$W_1$  和  $W_2$ ——相邻两峰的峰底宽, 单位为秒(s)。

### 6.2.2 拖尾因子校准

根据获得色谱图, 计算拖尾因子, 取 3 种浓度样品拖尾因子的平均值为仪器的拖尾因子。拖尾因子表示为

$$T = \frac{W_{0.05h}}{2d_1} \quad (2)$$

式中:

$W_{0.05h}$ ——5%峰高处的峰宽, 单位为秒(s);

$d_1$ ——从峰顶点作垂线, 与  $W_{0.05h}$  峰宽线相交点至峰前伸沿的距离, 单位为秒(s)。

### 6.2.3 柱效能校准

根据获得色谱图, 计算柱效能, 取 3 种浓度样品柱效能的平均值为仪器的柱效能。柱效(理论塔板数)表示为

$$N = 5.54 \left( \frac{T_{2r}}{W_1} \right)^2 \quad (3)$$

式中:

$T_{2r}$ ——被测组分保留时间, 单位为秒(s);

$W_1$ ——半高峰宽, 单位为秒(s)。

### 6.2.4 保留时间相对偏差校准

连续测量 7 次甲苯中苯标准物质的保留时间, 计算每次测量的相对偏差, 取其最大值为仪器保留时间的相对偏差。相对偏差表示为

$$\Delta t_r = \frac{\bar{t}_r - t_r}{t_r} \times 100\% \quad (4)$$

式中:

$\Delta t_r$  ——微型气相色谱柱保留时间相对偏差；

$t_r$  ——微型气相色谱柱某组分的保留时间，s；

$\bar{t}_r$  ——微型气相色谱柱某组分保留时间的算术平均值，s。

### 6.2.5 保留时间重复性校准

保留时间重复性以连续测量 7 次甲苯中苯标准物质的保留时间的相对标准偏差 RSD 表示，相对标准偏差 RSD 按公式 (4) 计算：

$$RSD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \times \frac{1}{\bar{x}} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

$RSD$ ——保留时间重复性相对标准偏差；

$n$ ——测量次数；

$x_i$ ——第  $i$  次测量的保留时间，单位为秒(s)；

$\bar{x}$ ——保留时间的算术平均值，单位为秒(s)；

$i$ ——进样序号。

## 7 校准结果表达

经校准的便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱，出具校准证书。校准证书应包括 JJF 1071-2010 中所要求的内容，证书内页推荐格式见附录 D。校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”或“校准报告”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果不在实验室内进行校准）；
- d) 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 送校单位的名称和地址；
- 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) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称和代号；
- i) 校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；

- j) 校准环境的描述；
- k) 校准结果及测量不确定度的说明；
- l) 对校准规范的偏离的说明；
- m) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- n) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- o) 未经实验室书面批准，不得部分复制校准证书或校准报告的声明。

## 8 复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过一年。

复校时间间隔的长短受仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所影响，送校单位也可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

## 附录 A

## 载气流速的校正

检测器出口测得的载气流速需按公式 (A.1) 校正。

$$F_C = jF_0 \frac{T_C}{T_r} \left( 1 - \frac{p_w}{p_0} \right) \quad (\text{A.1})$$

式中:

$F_C$ ——校正后的载气流速, mL/min;

$F_0$ ——室温下用皂膜流量计测得的检测器出口的载气流速, mL/min;

$T_C$ ——检测器温度, K;

$T_r$ ——室温, K;

$p_w$ ——室温下水的饱和蒸气压, MPa;

$p_0$ ——大气压强, MPa;

$j$ ——压力梯度校正因子。

$$j = \frac{3}{2} \times \frac{(p_i \div p_0)^2 - 1}{(p_i \div p_0)^3 - 1} \quad (\text{A.2})$$

式中:

$p_i$ ——注入口压强, MPa。

## 附录 B

### 气体标准物质摩尔分数与浓度换算

根据理想气体状态方程，可将气体标准物质摩尔分数按公式 (B,1) 进行转换。

$$C_{\text{mg/mL}} = \frac{1000pM}{RT} x_{\text{mol/mol}} \quad (\text{B,1})$$

式中：

$C_{\text{mg/mL}}$ ——气体标准物质换算后的浓度，mg/mL；

$p$ ——室温下的大气压，Pa；

$M$ ——标准物质中目标物质的相对分子质量，g/mol；

$R$ ——气体常数， $8.314\text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ；

$T$ ——室温，K；

$x_{\text{mol/mol}}$ ——气体标准物质的摩尔分数，mol/mol。

## 附录 C

## 便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱校准记录 (供参考)

共\_\_页 第\_\_页

送校单位\_\_\_\_\_

联系人\_\_\_\_\_ 联系电话\_\_\_\_\_ 制造厂商\_\_\_\_\_

仪器型号\_\_\_\_\_ 仪器编号\_\_\_\_\_ 证书编号\_\_\_\_\_

校准环境温度\_\_\_\_\_ 大气压\_\_\_\_\_ 检测环境湿度\_\_\_\_\_

校准员\_\_\_\_\_ 核验员\_\_\_\_\_ 校准日期\_\_\_\_年\_\_\_\_月\_\_\_\_日

## 1. 校准用计量器具

标气: \_\_\_\_\_

## 2. 分离度

项目	前一峰的保留时间 $T_{R1}$	后一峰的保留时间 $T_{R2}$	相邻两峰的峰底宽 $W_1$	相邻两峰的峰底宽 $W_2$
1				
2				
3				

便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱的分离度: \_\_\_\_\_

## 3. 拖尾因子

项目	5%峰高处的峰宽	峰顶点作垂线, 与 $W_{0.05h}$ 峰宽线相交点至峰前伸沿的距离
1		
2		
3		

便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱的拖尾因子: \_\_\_\_\_

## 4. 柱效

项目	被测组分保留时间	半高峰宽
1		
2		
3		

便携式气相色谱仪用微型气相色谱柱的柱效：\_\_\_\_\_

## 5. 保留时间相对偏差

保留时间	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_4$	$x_5$	$x_6$	$x_7$	平均值	$\Delta x$

便携式气相色谱仪用微型色谱柱的保留时间相对偏差为：\_\_\_\_\_

## 6. 保留时间重复性

保留时间	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_4$	$x_5$	$x_6$	$x_7$	平均值	RSD

便携式气相色谱仪用微型色谱柱的保留时间重复性为：\_\_\_\_\_



## 附录 D

## 校准证书 (内页) 参考格式

## 校准证书

证书编号 ××××××—×××××

校准机构授权说明				
校准环境条件及地点:				
温度		地点		
相对湿度		日期	_____年____月____日	
校准所依据的技术文件 (代号、名称):				
校准所使用的主要计量器具:				
名称	浓度	不确定度/ 准确度等级	校准证书编号	证书有效期至

注:

1. ×××××仅对加盖“×××××校准专用章”的完整证书负责。
2. 本证书的校准结果仅对所校准的对象有效。
3. 未经实验室书面批准, 不得部分复印证书。

校 准 结 果	
证书编号××××××—×××××	
仪器外观	
分离度	
拖尾因子	
柱效能	
保留时间相对偏差	
保留时间重复性示 值误差不确定度	
敬告： 1. 被校准仪器在修理后，应立即进行校准。 2. 在使用过程中，如对被校准仪器的技术指标产生怀疑，请重新校准。	
校准结果不确定度的评估和表述均符合 JJF 1059.1-2012 的要求。	

校准员：

核检员：

## 附录 E

## 微型气相色谱柱保留时间示值误差不确定度评定实例

## E.1 测量方法

(1) 微型气相色谱柱保留时间重复性示值误差是用基于微型气相色谱柱的便携式气相色谱仪直接测量而得，对微型气相色谱柱保留时间示值误差的测量结果不确定度进行评定。

(2) 使用的校准用标准物质是甲苯中苯【GBW(E)130101 (0.50~5.0mg/mL  $U=3\%$ ,  $k=2$ )】。

## E.2 相对示值偏差

保留时间的相对示值偏差按正文中公式 (4) 进行计算。

## E.3 标准不确定度评定

E.3.1 由被校仪器测量重复性引入的不确定度  $u_{(t_r)}$ 

以一台基于微型气相色谱柱的便携式气相色谱仪进行实验，用浓度为 5.0 mg/mL 的标准气体（甲苯中苯），在相同条件下进行连续测量（色谱柱温 80℃，PID 检测器，载气（N<sub>2</sub>）流速 5 mL/min），得到甲苯和苯的保留时间测量结果，如表 E.1 所示。

表 E.1 基于微型气相色谱柱的便携式气相色谱仪 7 次测量结果(单位 s)

	1	2	3	4	5	6	7	平均值
甲苯	70.2	70.5	70.1	70.6	69.8	69.7	70.5	70.20
苯	65.3	65.5	64.9	64.8	65.4	64.8	65.5	65.17

通过公式 (E, 1) 可确定被校仪器测量重复性引入的不确定度  $u_{(t_r)}$ 。

$$u_{(t_r)} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_{ri} - \bar{t}_r)^2}{(n-1)}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \quad (\text{E, 1})$$

式中：

$n$  ——测量次数；

$u_{(t_r)}$  ——待测样品浓度的标准不确定度，s；

$t_r$  ——检测仪第  $i$  次检测的浓度显示值，s；

$\bar{t}_r$  ——样品浓度显示值的算术平均值, s。

则苯的  $u_{(t_r)}$  为:

$$u_{(t_r)} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_{ri} - \bar{t}_r)^2}{(n-1)}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} = 0.13 \text{ s}$$

则甲苯的  $u_{(t_r)}$  为:

$$u_{(t_r)} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_{ri} - \bar{t}_r)^2}{(n-1)}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} = 0.12 \text{ s}$$

### E.3.2 由标准样品引入的不确定度 $u_{(c_2)}$

将浓度为 5.0 mg/mL 标准样品的浓度稀释 3%, 记录样品的保留时间, 计算浓度变化与保留时间变化的关系  $c_2$ , 根据实验结果, 获得参数  $c_2$  的数值为 5.3。

选用的标准样品为有证国家标准样品, 证书给出的测量不确定度为  $U=3\%$ ,  $k=2$ , 标准不确定度  $u_{(c_2)}$  按照公式 (E, 2) 计算:

$$u_{(c_2)} = \frac{c_2 U}{k} \quad (\text{E, 2})$$

可获得甲苯和苯的标准不确定度均为 0.0795。

### E.3.3 由柱箱温度引入的不确定度 $u_{(c_3)}$

将柱箱温度由 80℃ 升高为 81℃, 记录样品保留时间, 计算因温度变化引起的保留时间变化间的系数  $c_3$ 。根据实验结果, 获得参数  $c_3$  的数值为 1.2。假设温度  $\Delta T$  满足均匀分布:

$$u_{(c_3)} = \frac{c_3 \Delta T}{\sqrt{3}} \quad (\text{E, 3})$$

式中:

$\Delta T$  为柱箱温度稳定后的最大偏差。

甲苯和苯因柱箱温度引入的不确定度均为 0.13。

### E.3.4 合成不确定度

合成标准不确定度  $u_{(c)}$  按照公式 (E, 4) 计算:

$$u_{(c)} = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} \quad (\text{E, 4})$$

甲苯和苯的合成不确定度分别为 0.2003 和 0.1940。

### E.3.5 相对扩展不确定度

取  $k=2$ ，示值误差校准结果的相对扩展不确定度  $U$  按照公式 (E,5) 计算：

$$U = \frac{k \times u_{(t_r)}}{t_r} \times 100\% \quad (\text{E, 5})$$

苯的不确定度：

$$U = \frac{k \times u_{(t_r)}}{t_r} \times 100\% = 0.37\% , \quad k=2$$

甲苯的不确定度：

$$U = \frac{k \times u_{(t_r)}}{t_r} \times 100\% = 0.40\% , \quad k=2$$

结论：基于微型气相色谱柱的便携式气相色谱仪的保留时间示值误差校准结果的相对扩展不确定度为 0.37%， $k=2$ （对苯）和 0.40%， $k=2$ （对甲苯）。