

附件 3:

石油和化工行业计量技术规范项目建议书

建议项目名称	顶空进样器校准规范		
制定或修订	<input checked="" type="checkbox"/> 制定 <input type="checkbox"/> 修订	被修订计量技术规范号	/
计量技术规范性质	<input type="checkbox"/> 检定规程 <input checked="" type="checkbox"/> 校准规范	计量技术规范类别	<input type="checkbox"/> 重点 <input checked="" type="checkbox"/> 基础
主要起草单位	上海市质量监督检验技术研究院		
联系人	黄彬磊	联系电话	18721201331
任务年限	2026 年	申请经费	5 万
参加单位	产越（上海）电子科技有限公司		
目的、意义和必要性	<p>1. 目的和意义</p> <p>顶空进样器一般作为气相色谱仪或气相色谱-质谱联用仪的进样器使用，与常规的液体进样器直接吸取液体样品不同，顶空进样器吸取的是样品密闭加热后其上方的气体，再结合气相色谱仪或气相色谱-质谱联用仪可分析样品中的挥发性物质。顶空进样器具备很多优势，其可以大大减少样品的前处理操作，减小溶剂峰的干扰，减少对进样口、色谱柱、检测器的污染。</p> <p>顶空进样器广泛应用于化工、环保、食品等领域，用到顶空进样器的国家标准比比皆是，比如 GB/T 32686-2016 《光敏材料用多官能团丙烯酸酯单体中有机溶剂的测定 顶空进样毛细管气相色谱法》、GB/T 35862-2018 《表面活性剂 挥发性有机化合物残留量的测定 顶空气相色谱质谱(GC-MS)联用法》、GB/T 36418-2018 《絮用纤维制品有机挥发性物质的测定》、GB/T 39107-2020 《消费品中可挥发性有机物含量的测定 静态顶空进样法》、GB 31604.12-2016 《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 1, 3-丁二烯的测定和迁移量的测定》、GB/T 5750.8-2023 《生活饮用水标准检验方法 第 8 部分：有机物指标》、GB 5009.262-2016 《食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定》等等，而使用了顶空进样器的行业标准更是不胜枚举。顶空</p>		

	<p>进样器的性能对于相关检测结果有着至关重要的影响，但是目前并没有顶空进样器相关的计量技术规范，JJG 700-2016 《气相色谱仪检定规程》和 JJF 1164-2018 《气相色谱-质谱联用仪校准规范》均没有涉及顶空进样器，因此为了保证顶空进样器的准确性与溯源性，需建立顶空进样器的校准规范。</p> <p>2. 先进性和亮点、社会效益和推广应用前景</p> <p>由于顶空进样器的应用广泛，对于顶空进样器的计量需求也很普遍，其应用领域中相关产品的生产企业和第三方检测机构对此需求最为强烈。目前已有中国石化上海高桥石油化工有限公司、巴斯夫新材料有限公司、科思创聚合物（中国）有限公司、欧陆检测技术服务（上海）有限公司、上海天祥质量技术服务有限公司、上海市质量监督检验技术研究院轻工与化工产品质量检验所、上海市化工环境保护监测站等企事业单位有顶空进样器的计量需求。</p> <p>顶空进样器性能的关键在于其对样品瓶加热温度的控制。顶空进样器的样品瓶加热过程是在一个封闭且狭窄的空间内进行的，并且样品瓶的容积有限，瓶口直径也较小（约 13 mm），而且顶空进样器加热样品的一般使用温度可达 120 ℃。这诸多条件的限制，也对顶空进样器温度参数的计量提出了不小的挑战，其测温传感器必须体积足够小能放进顶空样品瓶中，并且不能有线连接，这就需要具备一个能耐受 120 ℃ 的电源结构，而这类电源结构通常需要占用较多体积的隔热防护以保证其能正常运转。我们尝试通过科研项目研究以解决这些限制条件之间的矛盾，完成既能够放进顶空样品瓶，还能够耐受 140℃，并且准确性达±0.3 ℃ 的无线测温传感器，从而解决顶空进样器关键参数温度的测量问题。</p> <p>3.查新结果（国家、本行业或其他行业是否有相关技术规范）</p> <p>经查询国内尚无顶空进样器相关计量技术规范。</p>
产业链应用	<p>1. 重点产业链方向</p> <p>仪器仪表</p> <p>2. 对本行业重点产业链的支撑作用</p> <p>顶空进样器是用于分析挥发性物质的仪器，广泛应用于化工、环保、食品等领域，这些领域中的诸多产品对于挥发性物质含量有严格的要求，如若环境中的挥发性有机物（VOC）超过限制浓度，会导致头痛、恶心、呕吐、四肢乏力，严重时抽搐、昏迷、记忆力减退，VOC 超标会伤害人的肝脏、</p>

	<p>肾脏、大脑和神经系统，并具有致癌性。因此，控制挥发性物质含量是对环境安全与生命健康的有效保障。</p> <p>顶空进样器是测量挥发性物质必不可少的仪器，采用了顶空进样器的国家标准、行业标准不计其数，顶空进样器的性能优劣对于挥发性物质的分析结果有着至关重要的影响，但目前尚无顶空进样器相关计量技术规范，顶空进样器的溯源性和准确性无法得到保障。因此制定《顶空进样器校准规范》能够帮助仪器厂家把控仪器参数，帮助仪器使用方保障仪器性能，从而提高相关产业中顶空进样器的整体质量。</p>																								
范围和主要 计量特性	<p>1. 计量技术规范的适用范围</p> <p>适用于作为气相色谱仪或气相色谱-质谱联用仪进样器使用的顶空进样器的计量校准。</p> <p>2. 以典型仪器或试验设备等（注明仪器型号）为依据，提出.计量特性的技术指标，包括其名称、测量范围和最大允许误差</p> <p>顶空进样器，型号以 G1888 为依据，结合顶空进样器使用单位的建议以及仪器厂家提供的性能参数，提出以下计量特性技术指标：</p> <table><tr><th>序号</th><th>项目</th><th>技术要求</th></tr><tr><td>1</td><td>温度示值误差</td><td>±2 ℃</td></tr><tr><td>2</td><td>温度稳定性</td><td>±1 ℃/h</td></tr><tr><td>3</td><td>连续进样温度一致性</td><td>±1 ℃</td></tr><tr><td>4</td><td>进样重复性</td><td>≤3 %</td></tr></table> <p>3.主要测量标准的技术指标</p> <table><tr><th>序号</th><th>设备名称</th><th>要求</th></tr><tr><td>1</td><td>无线测温设备</td><td>(0~120) ℃，MPE:±0.3 ℃，且能够放置于顶空样品瓶之内。</td></tr><tr><td>2</td><td>有证溶液标准物质</td><td>相对扩展不确定度优于 5% (k=2)，且能够被顶空进样器所搭配的气相色谱仪或气相色谱-质谱联用仪检出。</td></tr></table> <p>4.简要描述主要计量项目的技术原理</p> <p>温度示值误差的温度测量点为 50 ℃、80 ℃、120 ℃。将无线测温传感器放置于顶空样品瓶之内，操作顶空进样器的控制软件，将顶空样品瓶转移至顶空进样器的样品瓶加热仓内，通过无线测温传感器的控制软件记录实时温度，待温度稳定后读取软件记录的数值作为温度测量值，再以仪器温度示值减去温度测量值即为温度示值误差。</p> <p>温度稳定性的温度测量点为 80 ℃，测量方法与温度示值误差相同，但需要在温度稳定后继续记录温度 1 h，每隔五分钟读取一次温度测量值，以 1 h 之内所读取的温度测量值的极差作为顶空进样器的温度稳定性。</p> <p>连续进样温度一致性的温度测量点为 80 ℃，将无线测温传感器置于连</p>	序号	项目	技术要求	1	温度示值误差	±2 ℃	2	温度稳定性	±1 ℃/h	3	连续进样温度一致性	±1 ℃	4	进样重复性	≤3 %	序号	设备名称	要求	1	无线测温设备	(0~120) ℃，MPE:±0.3 ℃，且能够放置于顶空样品瓶之内。	2	有证溶液标准物质	相对扩展不确定度优于 5% (k=2)，且能够被顶空进样器所搭配的气相色谱仪或气相色谱-质谱联用仪检出。
序号	项目	技术要求																							
1	温度示值误差	±2 ℃																							
2	温度稳定性	±1 ℃/h																							
3	连续进样温度一致性	±1 ℃																							
4	进样重复性	≤3 %																							
序号	设备名称	要求																							
1	无线测温设备	(0~120) ℃，MPE:±0.3 ℃，且能够放置于顶空样品瓶之内。																							
2	有证溶液标准物质	相对扩展不确定度优于 5% (k=2)，且能够被顶空进样器所搭配的气相色谱仪或气相色谱-质谱联用仪检出。																							

		<p>续进样的三个样品瓶中，其余测量方法与温度示值误差相同，读取每个样品瓶稳定后的温度测量值，以三者之间的极差作为顶空进样器的连续进样温度一致性。</p> <p>进样重复性的计量之前，需保证顶空进样器所连接的气相色谱仪或气相色谱-质谱联用仪已按照国家相关计量技术规范完成计量，之后设置好合适的仪器参数，保证所用的标准物质能够被该气相色谱仪或气相色谱-质谱联用仪检出，再将标准物质分别加入至 7 个顶空样品瓶中，每瓶的加样量一样。然后将这 7 个顶空样品瓶在相同的仪器参数条件下连续进样，在仪器控制软件上读取其峰面积，以 7 次峰面积的相对标准偏差作为顶空进样器的进样重复性。</p>			
水平		<input type="checkbox"/> 国际先进 <input checked="" type="checkbox"/> 国内先进			
国内外情况 简要说明		<p>1.与国内相关技术规范之间的关系</p> <p>国内目前没有顶空进样器相关计量技术规范或标准。顶空进样器一般作为气相色谱仪或气相色谱-质谱联用仪的进样器使用，气相色谱仪与气相色谱-质谱联用仪均有相关的国家计量技术规范，分别为 JJG 700-2016 《气相色谱仪检定规程》和 JJF 1164-2018 《气相色谱-质谱联用仪校准规范》，其中气相色谱仪还有相关的国标 GB/T 30431-2020 《实验室气相色谱仪》。这些规范与标准中都不涉及顶空进样器，但其中关于“定量重复性”的相关内容可为我们编写顶空进样器的“进样重复性”提供参考。</p> <p>2.指出是否发现有知识产权的问题，或涉及专利的情况</p> <p>本次申报的计量技术规范未发现有知识产权问题及涉及专利的情况。</p>			
推荐意见		<p>顶空进样器在化工、环保、食品等领域应用广泛，能准确有效的测量各类产品中的挥发性物质含量。此项校准规范的计量参数明确，溯源方法成熟，技术可行性较高，制定后可满足相关产业对于顶空进样器的计量需求，保证顶空进样器的溯源性和准确性，进而保障相关产品的质量。因此，推荐制定顶空进样器校准规范。</p>			
主要 起草 单位	(签字、盖公章)	技术 委员 会	(盖公章)	部委托 支撑 单位	(盖公章)
	月 日		月 日		月 日

填写说明：1.表中第 2，3，11 行，请在选定的内容上填写 “☒” 的符号。

2.填写制定或修订项目中，若选择修订则必须填写被修订计量技术规范号。