



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX-XXXX

^{13}C 呼气试验分析仪校准规范

Calibration Specification for ^{13}C Urea breath Test analyzers

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

¹³C 呼气试验分析仪校准规范

JJFXXXX-XXXX

Calibration Specification for ¹³C Urea

breath Test analyzers

归口单位：全国医学计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

参加起草单位：重庆市计量质量检测研究院

潍坊市计量技术研究院

山东省计量科学研究院

河北省计量监督检测研究院

本规范委托全国医学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

刘沂玲（中国计量科学研究院）

郝静坤（中国计量科学研究院）

定 翔（中国计量科学研究院）

参加起草人：

胡德龙（重庆市计量质量检测研究院）

张建伟（潍坊市计量技术研究院）

郭 波（山东省计量科学研究院）

李文博（河北省计量监督检测院）

目 录

引 言.....	II
1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 概述.....	1
5 计量特性.....	2
5.1 示值误差.....	2
5.2 重复性.....	2
5.3 漂移.....	2
6 校准条件.....	2
6.1 环境条件.....	2
6.2 测量标准及其他设备.....	2
7 校准项目和校准方法.....	3
7.1 分析仪的调整.....	3
7.2 示值误差.....	3
7.3 重复性.....	3
7.4 漂移.....	4
8 校准结果的表达.....	5
8.1 校准记录.....	5
8.2 校准结果的处理.....	5
9 复校时间间隔.....	5
附录 A 校准原始记录参考格式.....	6
附录 B 校准证书（内页）参考格式.....	7
附录 C 测量不确定度评定示例.....	10

引 言

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》和JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本校准规范制定工作的基础性系列文件。

本规范的制定参考了 T/CAME 40-2021《幽门螺杆菌尿素¹³C呼气试验红外光谱法》、《幽门螺杆菌-尿素呼气试验临床应用专家共识（2020年）》。

本规范为首次发布。

¹³C 呼气试验分析仪校准规范

1 范围

本规范适用于 ¹³C 呼气试验分析仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

T/CAME 40-2021 幽门螺杆菌尿素 [¹³C] 呼气试验红外光谱法

《幽门螺杆菌-尿素呼气试验临床应用专家共识（2020 年）》

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 术语和定义

T/CAME 40-2021界定的及以下术语和定义适用于本规范。

3.1 尿素呼气试验（Urea Breath Test, UBT）

尿素呼气试验是采用核素标记的尿素，检测人体内幽门螺杆菌（*H.pylori*）感染的非侵入性方法。

采用 ¹³C 标记尿素，检测人体内幽门螺杆菌的非侵入性方法即为 ¹³C 尿素呼气试验（¹³C-Urea Breath Test）。

3.2 DOB（Delta Over Baseline）

样气 ¹³CO₂/¹²CO₂ 浓度比超出本底气 ¹³CO₂/¹²CO₂ 浓度比的变化量相对于 PDB（PDB 为美国南卡罗莱纳州白垩纪皮狄组层内的美洲拟箭石标准物质中的常用 ¹³C 丰度，代表 ¹³C 天然丰度）标准物质 ¹³CO₂/¹²CO₂ 浓度比的千分数。

$$\text{DOB}(\text{‰}) = \frac{(^{13}\text{CO}_2/^{12}\text{CO}_2)_{\text{样气}} - (^{13}\text{CO}_2/^{12}\text{CO}_2)_{\text{底气}}}{(^{13}\text{CO}_2/^{12}\text{CO}_2)_{\text{PDB标准物质}}} \times 1000 (\text{‰})$$

[来源：T/CAME 40-2021,3.1]

4 概述

¹³C 呼气试验分析仪（包括 DOB 分析仪、幽门螺杆菌 ¹³C 测定仪等，以下简称分析仪）检测原理主要有红外光谱法、质谱法、光声光谱法等。其通过测量受检

者服药前、后的呼气样本中 $^{13}\text{CO}_2$ 和 $^{12}\text{CO}_2$ 浓度比的变化量相对于 ^{13}C 天然丰度的变化量即 DOB(‰)值，来判断是否感染幽门螺杆菌。

分析仪主要由样品采集单元、检测单元、信号采集单元、控制/分析单元组成。

5 计量特性

5.1 示值误差

不超过 $\pm 1.5\%$ （绝对误差）或 $\pm 15\%$ （相对误差），两者取绝对值大者。

5.2 重复性

重复性不大于 0.3% 。

5.3 漂移

零点漂移：不超过 $\pm 0.3\%$ ；

量程漂移：不超过 $\pm 1.5\%$ 。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：（10~30） $^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.2 相对湿度：30%~70%。

6.1.3 工作环境应无影响分析仪正常工作的电磁场及干扰气体，校准现场应保持通风并采取安全措施。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 ^{13}C 呼气校准装置

6.2.1.1 装置各输入通道的流量控制： $0.1q_{\max}\sim q_{\max}$ ，MPE： $\pm 1\%$ 。

6.2.1.2 CO_2/N_2 气体标准物质，浓度范围（10~30）%mol/mol，相对扩展不确定度不大于 1%（ $k=2$ ），应标明 $\delta^{13}\text{C}$ 值，建议范围（-50‰~0‰）。

6.2.1.3 $^{13}\text{CO}_2/\text{N}_2$ 气体标准物质，浓度范围（50~100） $\mu\text{mol}/\text{mol}$ ，相对扩展不确定度不大于 1%（ $k=2$ ）。

6.2.1.4 高纯氮气：99.999%。

6.2.1.5 发生 DOB 值标准气体范围（0~50）‰，相对扩展不确定度不大于 4.0%（ $k=2$ ）。

6.2.1.6 底气：装置利用 6.2.1.2 和 6.2.1.4 气体发生的较低 $^{13}\text{CO}_2/^{12}\text{CO}_2$ 丰度比的 CO_2/N_2 标准气体；样气：装置利用 6.2.1.2、6.2.1.3 和 6.2.1.4 气体发生的较

高 $^{13}\text{CO}_2/^{12}\text{CO}_2$ 丰度比的 CO_2/N_2 标准气体，底气与样气的 CO_2 来源必须一致。

6.2.1.6 DOB 值标准气体：6.2.1.6 发生的底气与样气组成的一对确定 DOB 值的标准气体。

6.2.2 减压阀及气体管路

应使用不易与被测气体发生反应或吸附的材质，如不锈钢阀和聚四氟乙烯管路。

6.2.3 集气袋

专用集气袋或分析仪配套集气袋（需保证存储和测试时的气密性）。

7 校准项目和校准方法

7.1 分析仪的调整

按分析仪说明书开机预热至少 30 分钟，待分析仪稳定后，调整分析仪到工作状态。

7.2 示值误差

调整 ^{13}C 呼气校准装置，发生 DOB 值为 2‰、4‰、8‰、10‰、20‰ 的标准气体，使用 6.2.3 集气袋分别采集后，将每个标准气体对应的两个集气袋同时通入一对被测通道中，读取分析仪示值，重复测量 3 次，按公式（1）或公式（2）计算各点的示值误差 ΔC 或 $\Delta C'$ 。

$$\Delta C = \bar{C} - C_s \quad (1)$$

$$\Delta C' = \frac{\bar{C} - C_s}{C_s} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

ΔC —— 示值误差绝对值，‰；

$\Delta C'$ —— 示值误差相对值，%；

\bar{C} —— 3 次测量 DOB 值的算术平均值，‰；

C_s —— 标准气体的 DOB 值，‰。

7.3 重复性

调整 ^{13}C 呼气校准装置，设定并发生 DOB 值为 8‰ 的标准气体，使用 6.2.3 集气袋采集标准气体后，将标准气体对应的两个集气袋同时通入一对被测通道中，重复测量 10 次，按公式（3）计算分析仪的测量重复性。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \quad (3)$$

式中：

C_i ——第 i 次测量的 DOB 示值，‰；

\bar{C} ——分析仪 10 次 DOB 示值的算术平均值，‰；

n ——测量次数， $n=10$ 。

7.4 漂移

分析仪的漂移包括零点漂移和量程漂移。

调整 ^{13}C 呼气校准装置，设定并发生 DOB 值为 0‰、20‰ 的标准气体，使用 6.2.3 集气袋采集标准气体后，先将 DOB 值为 0‰ 标准气体对应的两个集气袋同时通入一对被测通道中，读取分析仪示值 C_{z0} ，再将 DOB 值为 20‰ 标准气体对应的两个集气袋同时通入一对被测通道中，读取分析仪示值 C_{s0} 。分析仪连续运行 1h，每间隔 10min 重复一次上述操作，分别读取 C_{zi} 、 C_{si} ($i=1, 2, 3, 4, 5, 6$)，按公式 (4) 计算零点漂移，取绝对值最大者作为分析仪的零点漂移。

$$\Delta Z_i = C_{zi} - C_{z0} \quad (4)$$

式中：

ΔZ_i ——第 i 次测量的分析仪零点漂移，‰；

C_{z0} ——首次测量零点气的示值，‰；

C_{zi} ——第 i 次测量零点气的示值，‰。

按公式 (5) 计算量程漂移，取绝对值最大者 ΔS_i 作为分析仪的量程漂移。

$$\Delta S_i = (C_{si} - C_{zi}) - (C_{s0} - C_{z0}) \quad (5)$$

式中，

ΔS_i ——第 i 次测量的分析仪量程漂移，‰；

C_{s0} ——首次测量 20‰ 的标准气体的示值，‰；

C_{si} ——第 i 次测量 20‰ 的标准气体的示值，‰。

8 校准结果的表达

8.1 校准记录

校准原始记录格式参见附录 A。

8.2 校准结果的处理

校准证书内页格式参见附录 B，校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题：如“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) 校准证书的唯一性标识（如证书编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校仪器的描述和明确标识（如型号、产品编号等）；
- 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，应说明被校对象的可接收日期；
- h) 如果与校准结果的有效性应用有关时，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。

9 复校时间间隔

仪器的复校时间间隔建议不超过 1 年。

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定的，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。如果对仪器的检测数据有怀疑或仪器更换主要部件及修理后应对仪器重新校准。

附录 A

校准原始记录参考格式

送校单位：_____ 证书编号：_____

仪器名称：_____ 制造厂商：_____

仪器型号：_____；仪器编号：_____；测量范围_____

校准员：_____；核验员：_____；校准地点：_____

校准日期：____年__月__日；环境温度：__℃；湿度：__%RH；大气压：_____kPa

1. 示值误差

通道	标准 DOB 值 ‰	仪器示值/‰			\bar{C} ‰	绝对误差 ‰	相对误差 %
		1	2	3			

2. 重复性:

标准 DOB 值 ‰	仪器示值					s ‰

3. 漂移

时间	0 min	10 min	20 min	30 min	40min	50min	60min	零点 漂移	量程 漂移
零点									
示值									

注：气体标准物质及分析仪示值的单位为‰。

校准技术依据：_____

校准使用的计量器具（含标准物质）

名称	测量范围	不确定度/ 准确度等级	证书编号	证书有效期至 (YYYY-MM-DD)

校准结果的扩展不确定度： $U=$ _____($k=2$)

附录 B

校准证书（内页）参考格式

B.1 校准证书第 2 页

证书编号：XXXXXXXX-XXXX				
校准机构授权说明				
校准所依据/参照的技术文件（代号、名称）				
校准环境条件及地点：				
温度： °C		地点：		
湿度： %RH		其它：		
校准使用的计量基（标）准装置（含标准物质）/主要仪器				
名称	测量范围	不确定度/ 准确度等级	证书编号	证书有效期至 (YYYY-MM-DD)
第 页 共 页				

B.2 校准证书第 3 页

证书编号: XXXXXXXX-XXXX

校准结果

校准项目	校准结果			
	标准值	分析仪示值	示值误差	不确定度
示值误差				
重复性				
零点漂移				
量程漂移				

-----以下空白-----

校准员:

核验员:

第 页 共 页

附录 C

13C呼气试验分析仪示值误差测量结果不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 环境条件：符合本校准规范规定的环境条件。

C.1.2 测量标准：

CO₂/N₂ 气体标准物质，浓度 20%mol/mol，相对扩展不确定度 1% (k=2)；

¹³CO₂/N₂ 气体标准物质，浓度 50 μmol/mol，相对扩展不确定度 1%(k=2)；

高纯氮气：99.999%，相对扩展不确定度 0.001% (k=2)。

¹³C 呼气校准装置，发生标准气体 DOB 值范围 (0~50)‰，相对扩展不确定度 4% (k=2)；

C.1.3 被校仪器：¹³C 呼气试验分析仪，测量范围 0~50‰。

C.1.4 测量方法：按分析仪说明书开机预热至少 30 分钟，待分析仪稳定后，调整 ¹³C 呼气校准装置，发生 DOB 值为 2‰、4‰、8‰、10‰、20‰的标准气体，使用专用集气袋分别采集后，将每个标准气体对应的两个集气袋同时通入一对被测通道中，读取分析仪示值，重复测量 3 次，3 次测量平均值与标准值之差为各点的示值误差。

C.2 测量模型

$$\Delta C = \bar{C} - C_s \quad (\text{C.1})$$

式中：ΔC ——被检仪器示值误差，‰；

\bar{C} ——被校仪器三次测量 (DOB) 平均值，‰；

C_s ——标准气体 (DOB) 值，‰；

C.3 不确定度来源

C.3.1 标准气体 (DOB) 定值引入的不确定度。

C.3.2 被检仪器测量重复性引入的不确定度，包括环境条件、人员操作、流量控制、管路吸附和被校仪器变动性等各种随机因素。

C.4 标准不确定度评定

C.4.1 标准气体 (DOB) 定值引入的标准不确定度 $u(C_s)$

通过 ^{13}C 呼气检测校准装置发生标准气体 (DOB) 值, 装置相对扩展不确定度 4%, 包含因子 $k=2$, 则校准装置发生标准气体 (DOB) 定值引入的不确定度按公式 (C.2) 计算:

$$u(C_s) = C_s \times \frac{U_{\text{rel}}}{k} \quad (\text{C.2})$$

式中: C_s ——标准气体 (DOB) 值, ‰;

U_{rel} —— ^{13}C 呼气检测校准装置发生标准气体 (DOB) 值相对扩展不确定度; 根据公式 (C.2), 各校准点标准气体 (DOB) 定值引入的标准不确定度计算如下:

校准点 2‰, $u(C_s)=0.04\text{‰}$;

校准点 4‰, $u(C_s)=0.08\text{‰}$;

校准点 8‰, $u(C_s)=0.16\text{‰}$;

校准点 10‰, $u(C_s)=0.20\text{‰}$;

校准点 20‰, $u(C_s)=0.40\text{‰}$ 。

C.4.2 测量重复性引入的标准不确定度 $u(\bar{C})$

各校准点测量结果标准不确定度按式 (C.3) 计算, 测量重复性引入的标准不确定度按照公式 (C.4) 计算, 各校准点重复性测量结果见表 C.1。

表 C.1 各校准点测量结果

气体标准物质 浓度值 ‰	测量结果 ‰					平均值 ‰	标准偏差 ‰
2.00	2.3	2.0	2.0	1.7	1.9	2.0	0.19
	2.2	2.1	1.9	1.8	2.1		
4.00	4.0	3.9	3.8	3.5	3.6	3.8	0.19
	3.9	3.8	4.0	3.8	4.1		
8.00	8.0	8.2	8.3	8.3	8.1	8.2	0.11
	8.2	8.1	8.1	8.3	8.2		
10.00	10.0	10.2	9.9	9.8	10.3	10.1	0.18
	10.0	10.1	10.3	10.2	10.3		
20.00	20.3	19.6	20.2	20.4	20.0	20.1	0.26
	20.0	20.3	20.3	20.1	19.8		

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (C_i - \bar{C})^2}{10-1}} \times 100\% \quad (\text{C.3})$$

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

注：本规范规定，每个校准点重复测量 3 次，取 3 次示值的算术平均值做为分析仪示值，故 $n=3$ 。

各校准点的标准不确定度计算结果见表 C.2。

表 C.2 各校准点测量重复性引入的标准不确定度计算结果

气体标准物质浓度值 ‰	标准偏差 ‰	标准不确定度 $u(\bar{C})$ ‰
2.00	0.19	0.11
4.00	0.19	0.11
8.00	0.11	0.07
10.00	0.18	0.11
20.00	0.26	0.15

C.5 合成标准不确定度

C.5.1 合成标准不确定度按照公式 (C.5) 计算：

$$u(\Delta C) = \sqrt{\left(\frac{\partial \Delta C}{\partial C}\right)^2 u^2(\bar{C}) + \left(\frac{\partial \Delta C}{\partial C_s}\right)^2 u^2(\bar{C}_s)} \quad (\text{C.5})$$

灵敏系数： $c_1 = \frac{\partial \Delta C}{\partial C} = 1$ 、 $c_2 = \frac{\partial \Delta C}{\partial C_s} = -1$ 。

C.5.2 标准不确定度分量一览表

各标准不确定度分量一览表见表 C.3

表 C.3 标准不确定度一览表

不确定度分量(y)	标准不确定度来源	校准点 ‰	灵敏系数 $c_i = \partial y / \partial x$	标准不确定度 $u(x)$ ‰
$u(C_s)$	气体标准物质定	2.00	-1	0.04
		4.00		0.08
		8.00		0.16

	值	10.00		0.20
		20.00		0.40
$u(\bar{C})$	测量重复性	2.00	1	0.11
		4.00		0.11
		8.00		0.07
		10.00		0.11
		20.00		0.15

C.5.3 合成标准不确定度

按公式 (C.5)，将各参量代入并计算，计算结果见表 C.4。

表 C.4 合成标准不确定度列表

校准点 ‰	合成标准不确定度 ‰
2.00	0.12
4.00	0.14
8.00	0.18
10.00	0.23
20.00	0.43

C.5.4 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则各校准点示值误差的扩展不确定度按公式 (C.6) 将各参量代入并计算，计算结果见表 C.5。

$$U = k \cdot u(\Delta C) \quad (\text{C.6})$$

表 C.5 扩展不确定度列表

校准点 ‰	扩展不确定度 ($k=2$) ‰
2.00	0.24
4.00	0.28
8.00	0.36
10.00	0.46
20.00	0.86

中华人民共和国
国家计量技术规范
XXXXXXXXXX 校准规范
JJFXXXX—XXXX
国家市场监督管理总局发布