

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF xxxx-xxxx

三氟化氮气体检测仪校准规范

Calibration Specification for Nitrogen trifluoride gas detectors

(征求意见稿)

****-**-** 发布

****-**-** 实施

国家市场监督管理总局 发布

三氟化氮气体检测仪校准规范

Calibration Specification for gas detectors of
Nitrogen Trifluoride

JJF ***-****

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

主要起草单位：广东省计量科学研究院

中国计量科学研究院

参加起草单位：广州计量检测技术研究院

深圳市安帕尔科技有限公司

四川凯发计量检测有限公司

邯郸市计量测试所

本规范委托全国环境化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

崔厚祥（广东省计量科学研究院）

刘沂玲（中国计量科学研究院）

毛沅文（广东省计量科学研究院）

参加起草人：

目录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 概述	(1)
4 计量特性	(1)
4.1 示值误差	(1)
4.2 重复性	(1)
4.3 响应时间	(1)
4.4 报警功能和报警动作值	(1)
4.5 漂移	(2)
5 校准条件	(2)
5.1 环境条件	(2)
5.2 校准用计量器具及配套设备	(2)
6 校准项目和校准方法	(3)
6.1 仪器的调整	(2)
6.2 示值误差	(3)
6.3 重复性	(4)
6.4 响应时间	(4)
6.5 报警功能和报警动作值	(4)
6.6 漂移	(4)
7 校准结果表达	(5)
8 复校时间间隔	(6)
附录 A 校准原始记录格式（推荐）	(7)
附录 B 校准证书内页格式（推荐）	(8)
附录 C 三氟化氮气体检测仪示值误差测量不确定度评定示例	(10)

引 言

本规范依据 JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001-2011《通用计量术语及定义》和 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》的规定编写。

本规范的部分计量特性和校准方法参考了 GB12358-2024《作业场所环境气体检测报警器 通用技术要求》、GB/T21287-2021《电子工业用气体 三氟化氮》、HJ1045-2019《固体污染源废气 三氟化氮的测定 非分散红外吸收法》和 SEMI C3.40-0210《Guide for the Use Nitrogen Trifluoride (NF₃) in Semiconductor Manufacturing》的相关内容。

本规范为首次发布。

三氟化氮气体检测仪校准规范

1 范围

本校准规范适用于测量上限不超过 $1000\mu\text{mol/mol}$ 的三氟化氮气体检测仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB/T21287-2021 电子工业用气体 三氟化氮

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

三氟化氮气体检测仪（以下简称仪器）主要用于检测作业场所环境中三氟化氮气体的浓度，主要由检测单元、信号处理单元、显示单元和报警单元等组成，检测原理主要为红外法、电化学法、激光光谱法等。其原理为仪器检测单元接触到三氟化氮气体时，会产生相应的电信号或光信号，信息处理单元会将接受到的信号进行计算转换，并通过显示单元将所对应的浓度值显示出来，实现对环境中三氟化氮气体浓度的定量检测并附加报警。

4 计量特性

4.1 示值误差

绝对误差： $\pm 10\mu\text{mol/mol}$ 或相对误差： $\pm 10\%$ 。

以上满足其中之一即可。

4.2 重复性

重复性不大于 5% 。

4.3 响应时间

响应时间不大于 90 s 。

4.4 报警功能和报警动作值

具有报警功能的仪器，在其测量范围内应具有报警设定值，当仪器示值达到报警设定值时，应有声、光或振动报警。

4.5 漂移

4.5.1 零点漂移：±5%FS

4.5.2 量程漂移：±5%FS

注 1：以上计量特性要求仅供参考，不作为判定依据。

注 2：漂移（零点漂移、量程漂移）只对固定式仪器的首次校准作为要求，对后续校准或便携式仪器不作要求。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 校准必须在有良好的通风条件下进行。

5.1.2 环境温度：（15~35）℃。

5.1.3 相对湿度：≤85%。

5.1.4 电源：（220±22）V，（50±0.5）Hz。

5.2 校准用计量器具及配套设备

5.2.1 气体标准物质：国家有证标准物质，相对扩展不确定度不大于 3%， $k=2$ 。当采用气体稀释装置时，稀释后标准气体的相对扩展不确定度应满足上述要求。

5.2.2 零点气体：采用纯度不小于 99.999%氦气或氮气。

注：校准过程中使用的零点气体应与气体标准物质的平衡气体种类一致。

5.2.3 电子秒表：分辨力 0.01 s。

5.2.4 流量计：测量范围（0~1.5）L/min，准确度级别不低于 4 级。

5.2.5 气体减压阀和气路

应使用不易与三氟化氮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 校准项目和校准方法

6.1 仪器的调整

按照仪器使用说明书的要求对仪器进行预热，预热稳定后，按图 1 所示连接气体标准物质、流量计和被校仪器。校准泵吸式仪器时，必须保证旁通流量计有气体放出。校准扩散式或正压输送式仪器时，不连接旁通流量计，应按照仪器说明书的要求调节流量。若仪器说明书中没有明确要求，则流量一般控制在（500±50）mL/min。若仪器说明书中有明确要求，则按说明书的要求调整仪器的零点和示值。若仪器说明书中没有明确要求，则用零点气体和满量程 80%的气体标准物质调整仪器的零点和示值。

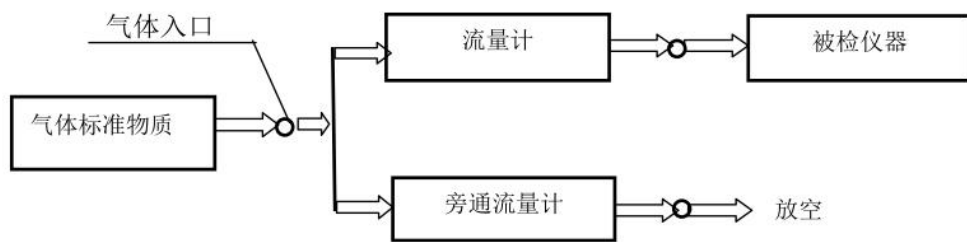


图 1 仪器气路连接示意图

6.2 示值误差

依次通入浓度约为满量程 20%（或 5 $\mu\text{mol/mol}$ ）、50%、80%的气体标准物质，待示值稳定后，记录仪器示值，每个浓度点重复测量 3 次，取 3 次示值的算术平均值 $\bar{c}$ 作为仪器各浓度点的示值，按公式（1）和（2）计算仪器各浓度点的示值误差 Δc 或 Δc_r 。

$$\Delta c = \bar{c}_i - c_s \quad (1)$$

$$\Delta c_r = \frac{\Delta c}{c_s} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

Δc ——示值绝对误差， $\mu\text{mol/mol}$ ；

Δc_r ——示值相对误差；

$\bar{c}$ ——3 次测量结果的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

c_s ——气体标准物质浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

6.3 重复性

通入浓度约为满量程 50%的气体标准物质，待示值稳定后，记录仪器示值。然后通入零点气体使仪器示值回零，再通入上述浓度的气体标准物质，重复测量 6 次。重复性以单次测量的相对标准偏差来表示。按公式（3）计算仪器的重复性。

$$s_r = \frac{1}{\bar{c}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

s_r ——仪器重复性；

$\bar{c}$ ——6 次测量结果的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

C_i ——第 i 次测量结果, $\mu\text{mol/mol}$;

n ——测量次数, $n=6$ 。

6.4 响应时间

通入零点气体校准仪器零点后, 通入浓度约为满量程 50% 的气体标准物质, 待示值稳定后, 读取仪器示值。然后通入零点气体使仪器回零, 再通入上述浓度的气体标准物质, 同时启动秒表, 待仪器显示值达到稳定示值的 90% 时停止计时, 记录秒表读数, 重复测量 3 次, 取 3 次测得值的算术平均值作为仪器的响应时间。

6.5 报警功能和报警动作值

通入浓度约为报警设定值 1.5 倍的气体标准物质, 当示值超过报警设定值时, 观察仪器声、光或振动报警功能是否正常, 并记录仪器报警时的示值。重复操作 3 次, 取 3 次的算术平均值为仪器的报警动作值。

6.6 漂移

仪器的漂移包括零点漂移和量程漂移。

通入零点气体使仪器示值回零, 记录仪器稳定后的示值 C_{z0} , 然后通入浓度约为满量程 80% 的气体标准物质, 待读数稳定后, 记录仪器示值 C_{s0} 。固定式仪器连续运行 4h, 每间隔 1h 通入零点气体读取稳定示值 C_{zi} , 再通入上述气体标准物质读取稳定示值 C_{si} ($i=1, 2, 3, 4$);

按公式 (4) 计算零点漂移 ΔZ_i , 取绝对值最大的 ΔZ_i 作为仪器的零点漂移。

$$\Delta Z_i = \frac{C_{zi} - C_{z0}}{R} \times 100\% \quad (4)$$

按公式 (5) 计算量程漂移 ΔS_i , 取绝对值最大的 ΔS_i 作为仪器的量程漂移。

$$\Delta S_i = \frac{(C_{si} - C_{zi}) - (C_{s0} - C_{z0})}{R} \times 100\% \quad (5)$$

式中:

ΔZ_i ——第 i 次测量的仪器零点漂移;

ΔS_i ——第 i 次测量的仪器量程漂移;

R ——仪器的满量程, $\mu\text{mol/mol}$ 。

7 校准结果的表达

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:

- 标题: “校准证书” 或 “校准报告”;
- 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) 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- 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) 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) 对校准规范偏离的说明；
- n) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期；
- 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，不得部分复制证书或报告的声明。

8 复校时间间隔

仪器的复校时间间隔建议为 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。仪器经修理或对测量结果产生怀疑时，应重新进行校准。

附录 A

校准原始记录格式 (推荐)

委托单位		证书编号	
校准地点		环境温度及相对湿度	_____℃ _____%
仪器名称		技术依据	
仪器型号		校准日期	
出厂编号		校准员	
制造厂		核验员	
主要测量设备			
计量标准器名称	编号	证书号/有效期	溯源单位
			准确度等级/最大允许误差/不确定度

1. 仪器测量范围：_____ 仪器类别： ☐固定式；☐便携式

2. 示值误差

标准气体浓度 ($\mu\text{mol}/\text{mol}$)	仪器测量值 ($\mu\text{mol}/\text{mol}$)			平均值 ($\mu\text{mol}/\text{mol}$)	示值误差 ($\mu\text{mol}/\text{mol}$)	示值误差 (%)	扩展不确定度
	1	2	3				

3. 重复性

标准气体浓度 ($\mu\text{mol}/\text{mol}$)	仪器测量值 ($\mu\text{mol}/\text{mol}$)						平均值 ($\mu\text{mol}/\text{mol}$)	重复性 %
	1	2	3	4	5	6		

4. 响应时间

响应时间			
1	2	3	平均值

5. 报警功能和报警动作值

报警功能	实测报警值			报警值
☐ 正常 ☐ 异常				

6. 漂移

时间	0h	1h	2h	3h	4h	零点漂移	量程漂移
零点							
示值							

校准证书内页格式（推荐）

证书编号××××—××××

校准结果

1. 示值误差

测量范围：

标准气体浓度 (μmol/mol)	仪器测量值 (μmol/mol)	示值误差 (μmol/mol)	示值误差 (%)	扩展不确定度 (k=2)

2. 重复性：

3. 响应时间：

4. 报警功能：

5. 报警动作值：

6. 零点漂移：

7. 量程漂移：

以下空白

第×页共×页

附录 C

三氟化氮气体检测仪示值误差测量不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 环境条件：符合本校准规范的环境条件

C.1.2 测量标准：三氟化氮气体标准物质：相对扩展不确定度为 $U_{rel}=3\%$ ($k=2$)

C.1.3 被校仪器：三氟化氮气体检测仪。测量范围：（0~25） $\mu\text{mol/mol}$ 、（0~100） $\mu\text{mol/mol}$ 和（0~1000） $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.1.4 测量方法

按仪器说明书的要求，正确调整仪器，使其处于正常状态。分别通入浓度约为满量程 20%、50%、80% 的气体标准物质，记录仪器稳定示值，每点测量 3 次。3 次示值的算术平均值作与气体标准物质浓度值的差值为该仪器的示值误差。

C.2 测量模型

$$\Delta c = \bar{c} - c_s \tag{C.1}$$

式中：

Δc ——示值误差， $\mu\text{mol/mol}$ ；

$\bar{c}$ ——3 次示值的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

c_s ——气体标准物质的浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.3 不确定度来源

C.3.1 三氟化氮气体标准物质定值引入的不确定度。

C.3.2 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、取样系统吸附和被校仪器的变动性等各种随机因素。

C.4 标准不确定度评定

C.4.1 三氟化氮气体标准物质的定值引入的标准不确定度 $u(c_s)$

采用的三氟化氮气体标准物质（或稀释后），相对扩展不确定度为 3%，包含因子 $k=2$ 。则三氟化氮气体标准物质定值引入的标准不确定度为：

$$u(c_s)=(C_s\times3\%)/2$$

(C.2)

各校准点 $u(c_s)$ 见表 C.1。

表 C.1 标准物质引入的标准不确定度 $\mu\text{mol/mol}$

测量范围	校准点	$u(c_s)$
0~25	5.0	0.08
	10.0	0.15
	16.0	0.24
0~100	20.0	0.40
	50.0	0.75
	80.0	1.20
0~1000	200	3.00
	500	7.50
	800	12.0

C.4.2 测量重复性引入的不确定度 $u(\bar{c})$

分别对量程为（0~25） $\mu\text{mol/mol}$ 、（0~100） $\mu\text{mol/mol}$ 和（0~1000） $\mu\text{mol/mol}$ 的三氟化氮气体检测仪，依次通入浓度约为满量程 20%、50%、80%左右的三氟化氮气体标准物质，重复测量 10 次，具体测量结果见表 C.2。

表 C.2 各校准点测量结果 $\mu\text{mol/mol}$

测量范围	气体标准物质浓度值	仪器示值									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0~25	5.0	4.3	4.1	4.2	3.6	4.5	4.8	3.8	4.2	4.4	4.5
	10.0	8.7	8.2	8.8	8.4	8.2	8.8	8.6	8.4	9.5	8.6
	16.0	15.4	14.7	15.2	15.4	14.5	14.4	14.7	14.4	15.3	14.8
0~100	20.0	19.1	19.5	18.7	19.1	18.7	18.6	19.1	18.4	18.9	18.5
	50.0	49.1	48.2	48.6	48.3	49.2	49.2	48.3	48.3	49.3	49.0
	80.0	78.2	77.8	78.4	78.1	77.4	78.3	78.6	79.2	78.7	79.1
0~1000	200	197	196	198	195	197	195	196	198	196	195
	500	495	497	493	494	497	492	495	496	497	493
	800	795	794	796	789	784	791	792	790	784	786

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作为仪器示值，故各校准点分别按(C.3)

计算实验标准偏差 s ，各校准点相应的标准不确定度 $u(\bar{c})$ 按（C.4）计算。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{10-1}} \tag{C.3}$$

$$u(\bar{c}) = s / \sqrt{3} \tag{C.4}$$

各校准点的实验标准偏差 s 与标准不确定度 $u(\bar{c})$ 的计算结果见表 C.3。

表 C.3 各校准点的实验标准偏差 s 与标准不确定度 $u(\bar{c})$ 的计算结果 μmol/mol

测量范围	气体标准物质浓度值	仪器示值平均值 $\bar{c}$	s	$u(\bar{c})$
0~25	5.0	4.3	0.14	0.08
	10.0	8.7	0.07	0.04
	16.0	14.8	0.42	0.24
0~100	20.0	18.7	0.42	0.24
	50.0	48.8	0.07	0.04
	80.0	78.5	0.64	0.37
0~1000	200	196	1.41	0.81
	500	494	1.41	0.81
	800	794	6.36	3.67

C.5 合成标准不确定度

C.5.1 合成标准不确定度公式

合成标准不确定度按公式（C.5）计算：

方差：

$$u^2(\Delta c) = c^2(\bar{c})u^2(\bar{c}) + c^2(c_s)u^2(c_s) \tag{C.5}$$

灵敏系数： $c(\bar{c}) = \frac{\partial \Delta c}{\partial \bar{c}} = 1$ $c(c_s) = \frac{\partial \Delta c}{\partial c_s} = -1$

则：

$$u_c(\Delta c) = \sqrt{u^2(\bar{c}) + u^2(c_s)} \tag{C.6}$$

C.5.2 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式（C.7）计算

$$U = k \times u_c(\Delta c)$$

(C.7)

C.6 标准不确定度分量一览表

表 C.4 标准不确定度一览表 $\mu\text{mol/mol}$

测量范围	气体标准物质 浓度值	不确定度来源		合成标准不 确定的度 $u(\Delta c)$	扩展不确定度 $U(k=2)$
		测量重复性引 入的标准不确 定度 $u(\bar{c})$	三氟化氮气体 标准物质定值 引入的不确定 度 $u(c_s)$		
0~25	5.0	0.08	0.08	0.11	0.2
	10.0	0.04	0.15	0.16	0.3
	16.0	0.24	0.24	0.34	0.7
0~100	20.0	0.24	0.40	0.47	0.9
	50.0	0.04	0.75	0.75	1.5
	80.0	0.37	1.20	1.26	2.5
0~1000	200	0.81	3.00	3.08	6.2
	500	0.81	7.50	7.54	15.1
	800	3.67	12.0	12.55	25.1