

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX-XXXX

硅烷气体检测报警器校准规范

Calibration Specification for Silane Gas

Detectors and Alarms

(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

硅烷气体检测报警器校准规范

Calibration Specification for Silane Gas

Detectors and Alarms

JJFxxxx-xxxx

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

主要起草单位：上海市计量测试技术研究院有限公司

江苏省计量科学研究院（江苏省能源计量数据中心）

甘肃省计量研究院

广州计量检测技术研究院

参加起草单位：霍尼韦尔（中国）有限公司

本规范委托全国环境化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

上海市计量测试技术研究院有限公司

江苏省计量科学研究院（江苏省能源计量数据中心）

甘肃省计量研究院

广州计量检测技术研究院

参加起草人：

霍尼韦尔（中国）有限公司

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 报警功能和报警值	(1)
4.5 漂移	(1)
5 校准条件	(1)
5.1 环境条件	(1)
5.2 测量标准及其他设备	(2)
6 校准项目和校准方法	(2)
6.1 报警器的调整	(2)
6.2 示值误差	(3)
6.3 重复性	(3)
6.4 响应时间	(3)
6.5 报警功能和报警值	(3)
6.6 漂移	(4)
7 校准结果表达	(4)
8 复校时间间隔	(5)
附录 A 硅烷气体检测报警器校准记录	(6)
附录 B 证书内页格式	(7)
附录 C 硅烷气体检测报警器示值误差的测量不确定度评定示例	(8)

引 言

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

本规范的制定主要参考了GB 12358—2024《作业场所环境气体检测报警仪通用技术要求》编制而成。

本规范为首次发布。

硅烷气体检测报警器校准规范

1 范围

本规范适用于浓度测量上限不大于 50 $\mu\text{mol/mol}$ 的硅烷气体检测报警器的校准。本规范中的硅烷为甲硅烷 (SiH_4)

2 引用文件

本规范无引用文件

3 概述

硅烷气体检测报警器（以下简称报警器）主要用于检测作业场所环境中硅烷气体的浓度，通常由气路单元、检测单元、信号处理单元、显示单元或报警单元等组成。检测原理主要有电化学法、光谱法等。按照采样方式可分为泵吸式和扩散式，按照使用方式可分为固定式和便携式。

4 计量特性

4.1 示值误差

相对误差： $\pm 10\%$

4.2 重复性

不大于2%。

4.3 响应时间

不大于60 s。

4.4 报警功能和报警值

报警器应具有报警设定值。当示值达到报警设定值时，应有声、光或振动报警。

4.5 漂移（限固定式报警器）

4.5.1 零点漂移： $\pm 1\% \text{FS}$ 。

4.5.2 量程漂移： $\pm 3\% \text{FS}$ 。

注：以上各项指标不是用于符合性判别，仅作参考。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度： $(5\sim 40)^\circ\text{C}$ 。

5.1.2 相对湿度： $\leq 85\%$ 。

5.1.3 工作环境应无影响报警器正常工作的电磁场及干扰气体，应保持通风并采取安全措施。

5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 气体标准物质

氮中硅烷有证气体标准物质，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不大于 3%， $k=2$ 。

5.2.2 零点气体

纯度不低于 99.999%的氮气。

5.2.3 电子秒表

1 h，最大允许误差 ± 0.10 s。

5.2.4 流量计

测量范围(0~1.5) L/min，准确度级别不低于 4.0 级。

5.2.5 减压阀、气体管路

应使用不易与硅烷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等。

6 校准项目和校准方法

6.1 报警器的调整

按照报警器使用说明书的要求对报警器进行预热，预热稳定后按图1所示连接。校准泵吸式报警器时，必须保证旁通流量计有气体放出。校准扩散式报警器时，不需要连接旁通流量计，并按照报警器使用说明书的要求调节流量。若说明书中没有明确要求，则流量一般调节至 (500 ± 50) mL/min。

使用说明书中对报警器的调整有明确要求时，按照报警器的要求调整零点和示值；若说明书中没有明确要求，则用零点气体和浓度约为测量上限50%的气体标准物质调整报警器的零点和示值。

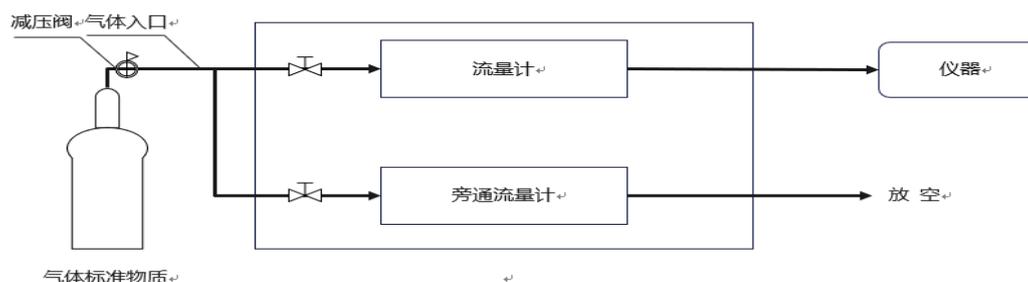


图1 校准连接示意图

6.2 示值误差

按照规定的流量，依次通入浓度约为测量上限20%、50%、80%的气体标准物质，待报警器的读数稳定后记录示值。然后通入零点气体待示值回零后，再通入上述气体标准物质。每点重复测量3次，取3次测得值的算术平均值作为各点的示值。按式（1）计算报警器各点的示值误差 Δx_r 。

$$\Delta x_r = \frac{\bar{x} - x_s}{x_s} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

Δx_r ——相对误差，%；

\bar{x} ——3次测量的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

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

6.3 重复性

按照规定的流量，通入浓度约为测量上限50%的气体标准物质，待报警器的读数稳定后记录示值。然后通入零点气体使报警器的示值回零，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 s_r 表示。按式（2）计算报警器的重复性。

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

式中：

x_i ——第*i*次测量的测得值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

\bar{x} ——*n*次测量的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

n——测量次数。

6.4 响应时间

按照规定的流量，通入零点气体使报警器的示值回零后，通入浓度约为测量上限50%的气体标准物质，读取稳定后的示值；然后通入零点气体使报警器的示值回零，再通入上述浓度的气体标准物质，同时用秒表记录从通入气体标准物质瞬时起到报警器显示稳定值90%时的时间。重复测量3次，取3次测得值的算术平均值作为报警器的响应时间。

6.5 报警功能和报警值

按照规定的流量，通入浓度约为1.5倍报警设定值的气体标准物质，当示值达到报警设定值时，观察报警器声、光或振动报警功能是否正常，并记录报警器的报警值。

6.6 漂移

固定式报警器的漂移包括零点漂移和量程漂移。

按照规定的流量，通入零点气体，待读数稳定后记录报警器的示值 x_{z0} ，再通入浓度约为测量上限80%的气体标准物质，待读数稳定后，记录报警器的示值 x_{s0} 。撤去气体标准物质，通入零点气体，待报警器的示值回零后撤去零点气体。固定式报警器连续运行4 h，每间隔1 h，重复上述步骤一次，分别记录通入零点气体稳定后的示值 x_{zi} 和通入浓度约为测量上限80%的气体标准物质稳定后的示值 x_{si} ($i=1, 2, 3, 4$)。

按式(4)计算零点漂移 Δz_i ，取绝对值最大的 Δz_i 作为报警器的零点漂移。

$$\Delta z_i = \frac{x_{zi} - x_{z0}}{R} \times 100\% \quad (3)$$

按式(5)计算量程漂移 Δs_i ，取绝对值最大的 Δs_i 作为报警器的量程漂移。

$$\Delta s_i = \frac{(x_{si} - x_{zi}) - (x_{s0} - x_{z0})}{R} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

R ——报警器测量上限， $\mu\text{mol/mol}$ 。

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），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，包括名称及编号；
- 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

由于复校时间间隔的长短是由报警器的使用情况、使用者、报警器本身质量等因素所决定，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，建议不超过 12 个月。

附录 A

硅烷气体检测报警器校准记录

送校单位：_____ 记录编号：_____

报警器名称：_____ 制造厂商：_____

报警器型号：_____ 报警器编号：_____ 测量范围：_____

温度：_____℃ 相对湿度：_____% 校准地点：_____

校准依据：_____

校准使用的主要设备：

名称	编号	测量范围	不确定度或准确度等级 或最大允许误差	证书编号	有效期至

1 示值误差

气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	示值 $\mu\text{mol/mol}$			平均值 $\mu\text{mol/mol}$	相对误差 %	相对扩展不确定度 %
	1	2	3			

2 响应时间

气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	响应时间/s			
	1	2	3	平均值

3 重复性

气体标准物质浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	示值 $\mu\text{mol/mol}$						平均值 $\mu\text{mol/mol}$	重复性 %
	1	2	3	4	5	6		

4 报警功能及报警值

报警功能	报警值 $\mu\text{mol/mol}$

5 漂移

时间	0 h	1h	2h	3h	4h	零点漂移	量程漂移
零点 $\mu\text{mol/mol}$							
示值 $\mu\text{mol/mol}$							

校准员：_____ 核验员：_____ 校准日期：_____

附录 B

证书内页格式

校准结果

校准项目	校准结果			
示值误差	气体标准物质浓度值	报警器示值	示值误差	相对扩展不确定度
重复性				
响应时间				
报警功能及报警值				
零点漂移				
量程漂移				

附录 C

硅烷气体检测报警器示值误差的测量不确定度评定示例

C.1 测量条件及测量方法

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：硅烷标准气体，相对扩展不确定度为 3%， $k=2$ 。

C.1.3 被校报警器：硅烷气体检测报警器，以测量范围(0~20) $\mu\text{mol/mol}$ 为例。

C.1.4 测量方法：按照报警器使用说明书中的要求，报警器预热稳定后，分别通入零点气体和浓度约为测量上限 50% 的标准气体，调整报警器的零点和示值。依次通入浓度约为测量上限 20%、50%、80% 的标准气体，待报警器的读数稳定后记录示值。然后通入零点气体待示值回零后，再通入上述标准气体。每点重复测量 3 次，3 次测量的算术平均值与标准气体浓度值的差值为该报警器的示值误差。

C.2 测量模型

示值误差测量模型：

$$\Delta x_r = \frac{\bar{x} - x_s}{x_s} \times 100\% \quad (\text{C.1})$$

式中：

Δx_r ——示值误差，%；

\bar{x} ——3 次测量的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

x_s ——标准气体浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.3 测量不确定度来源

C.3.1 测量标准引入的不确定度。

C.3.2 测量重复性引入的不确定度。环境条件、人员操作、流量控制、取样系统吸附和被校检测仪等各种随机因素，体现在测量重复性中。

C.4 标准不确定度评定

C.4.1 测量标准即标准气体的定值引入的标准不确定度 $u(x_s)$

根据校准规范，标准气体的相对扩展不确定度不大于 3%，包含因子 $k=2$ 。以标准气体的相对扩展不确定度等于 3% 为例，标准气体定值引入的标准不确定度为：

$$u(x_s) = \frac{x_s \times 3\%}{2} \quad (C.2)$$

各校准点标准气体的定值引入的标准不确定度 $u(x_s)$ 计算结果见表 C.1。

表 C.1 各校准点标准气体定值引入的标准不确定度 $u(x_s)$

测量范围 $\mu\text{mol/mol}$	标准气体浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	$u(x_s)$ $\mu\text{mol/mol}$
(0~20)	4.11	0.062
	10.53	0.158
	16.40	0.246

C.4.2 测量重复性引入的标准不确定度 $u(\bar{x})$

对于测量范围为(0~20) $\mu\text{mol/mol}$ 的报警器,依次通入浓度约为4.11 $\mu\text{mol/mol}$ 、10.53 $\mu\text{mol/mol}$ 、16.40 $\mu\text{mol/mol}$ 的硅烷标准气体,重复测量10次。各校准点测量结果见表 C.2。

表 C.2 各校准点测量结果

测量范围 $\mu\text{mol/mol}$	标准气体 浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	示值 $\mu\text{mol/mol}$									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
(0~20)	4.11	4.4	4.5	4.5	4.5	4.4	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
	10.53	10.3	10.3	10.3	10.2	10.2	10.3	10.2	10.2	10.3	10.2
	16.40	16.4	16.5	16.4	16.5	16.1	16.0	16.1	16.4	16.1	16.4

各校准点分别按式(C.3)计算实验标准偏差 s ,各校准点相应的标准不确定度可按式(C.4)计算。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (x_i - \bar{x})^2}{10-1}} \quad (C.3)$$

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

注:实际校准时,每个校准点重复测量3次,取3次测量的算术平均值作为报警器示值,故 $n=3$ 。

各校准点的实验标准偏差 s 与标准不确定度 $u(\bar{x})$ 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 $u(\bar{x})$

测量范围 $\mu\text{mol/mol}$	标准气体浓度值 $\mu\text{mol/mol}$	平均值 $\mu\text{mol/mol}$	s $\mu\text{mol/mol}$	$u(\bar{x})$ $\mu\text{mol/mol}$
(0~20)	4.11	4.48	0.0422	0.0243

	10.53	10.25	0.0527	0.0304
	16.40	16.29	0.191	0.1104

C.5 合成标准不确定度

C.5.1 标准不确定度分量汇总表

各标准不确定度分量汇总见表 C.4。

表 C.4 标准不确定度分量汇总表

测量范围 μmol/mol	不确定度来源	标准气体浓度值 μmol/mol	标准不确定度 分量	标准不确定度值 μmol/mol
(0~20)	标准气体定值引入 的标准不确定度	4.11	$u(x_s)$	0.062
		10.53		0.158
		16.40		0.246
	测量重复性引入的 标准不确定度	4.11	$u(\bar{x})$	0.0243
		10.53		0.0304
		16.40		0.1104

C.5.2 合成标准不确定度

各输入量的不确定度彼此不相关，则相对合成标准不确定度为：

$$u_{crel}(\Delta x) = \sqrt{c_1^2 u^2(\bar{x}) + c_2^2 u^2(x_s)}$$

灵敏系数：

$$c_1 = \frac{\partial \Delta x}{\partial \bar{x}} = \frac{1}{x_s}, \quad c_2 = \frac{\partial \Delta x}{\partial x_s} = -\frac{\bar{x}}{x_s^2}$$

$$\text{则：} \quad u_{crel}(\Delta x) = \sqrt{\left(\frac{1}{x_s}\right)^2 u^2(\bar{x}) + \left(-\frac{\bar{x}}{x_s^2}\right)^2 u^2(x_s)} \quad (C.5)$$

测量范围(0~20) μmol/mol:

校准点 4.11 μmol/mol: $u_{crel}=1.75\%$

校准点 10.53 μmol/mol: $u_{crel}=1.50\%$

校准点 16.40 μmol/mol: $u_{crel}=1.63\%$

C.6 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则各校准点示值误差的相对扩展不确定度按式(C.6)计算：

$$U_{rel} = k \times u_{crel} \quad (C.6)$$

测量范围(0~20) μmol/mol:

校准点 4.11 μmol/mol: $U_{rel}=3.5\%, k=2$

校准点 10.53 μmol/mol: $U_{rel}=3.0\%, k=2$

校准点 16.40 μmol/mol: $U_{rel}=3.3\%, k=2$