

JJF (闽) 1168—2025



福建省地方计量技术规范

JJF (闽) 1168—2025

硅烷气体检测仪校准规范

Calibration Specification for Silane Gas Detectors

2025 - 08 - 11 发布

2025 - 11 - 11 实施

福建省市场监督管理局 发布

硅烷气体检测仪校准规范
Calibration Specification for Silane Gas Detectors

JJF (闽) 1168—2025

归口单位：福建省市场监督管理局
主要起草单位：宁德市计量所
参加起草单位：莆田市计量所
龙岩市计量所
三明市计量所

本规范委托福建省计量规范技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

詹华挺 (宁德市计量所)

陈万灵 (宁德市计量所)

吴义辉 (宁德市计量所)

参加起草人：

黄海旭 (莆田市计量所)

杨 颖 (龙岩市计量所)

杨图强 (三明市计量所)

福建省计量规范技术委员会

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)
5 校准条件	(2)
5.1 环境条件	(2)
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 检测仪的调整	(2)
6.2 示值误差	(3)
6.3 重复性	(3)
6.4 响应时间	(3)
6.5 报警功能和报警动作值	(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 校准原始记录(推荐)格式	(6)
附录 B 校准证书内页(推荐)格式	(8)
附录 C 硅烷气体检测仪示值误差测量结果不确定度评定示例	(9)

引 言

本规范依据 JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》以及 JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》等基础性技术规范进行制定。

本规范为首次制定。

福建省计量规范技术委员会

硅烷气体检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量范围在(0 ~ 100) $\mu\text{mol/mol}$ 的硅烷气体检测仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列版本的文件：

JJF 1888—2020《氯化氢气体检测报警器校准规范》

GB 12358—2024《作业场所环境气体检测报警仪器通用技术要求》

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

硅烷气体检测仪（以下简称检测仪）是用于快速测量空气或管道中硅烷的计量检测仪，广泛应用于各新能源电池及上下游产业链相关企业、特种玻璃制造企业、硅集成电路生产企业、其他化工企业等。其测量原理主要有电化学原理和半导体原理等，采样方式主要有扩散式和吸入式。检测仪主要由检测单元、信号处理单元、显示单元、报警单元等组成。当检测仪显示值大于报警设定值时，具有声或光报警功能。

4 计量特性

4.1 示值误差

示值误差： $\pm 10\%FS$ 。

4.2 重复性

重复性不大于 3%。

4.3 响应时间

扩散式检测仪不大于 60 s，吸入式检测仪不大于 30 s。

4.4 报警功能和报警动作值

具有报警功能的检测仪，当检测仪示值达到报警设定值时，应有声或光等报警功能。

4.5 漂移

4.5.1 零点漂移： $\pm 2\%FS$ 。

4.5.2 量程漂移： $\pm 5\%FS$ 。

注：以上指标不用于合格性判定，仅供参考。

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 温度：(0 ~ 40) °C。

5.1.2 相对湿度：≤ 85%。

5.1.3 其他：应保持良好通风，无影响检测仪正常检测的干扰气体。

5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 有证标准物质

氮中硅烷有证气体标准物质，其相对扩展不确定度不超过 4% ($k=2$)，当采用气体稀释装置时，稀释后的标准气体的相对扩展不确定度应满足此要求。

5.2.2 零点气体

纯度不小于 99.999% 的高纯氮气或清洁空气。

5.2.3 浮子流量计

测量范围 (0 ~ 1.5) L/min，准确度等级不低于 4.0 级。

5.2.4 电子秒表

最大允许误差不超过 ± 0.10 s/h。

5.2.5 减压阀和气路

使用与气体标准物质钢瓶配套并不易吸附硅烷气体的减压阀，使用对硅烷气体吸附性不强的气路材料（如聚四氟材料），气管口径应与减压阀相适应。

6 校准项目和校准方法

6.1 检测仪的调整

校准前查看是否有联动功能，如有，应先断开联动信号。检测仪预热后，按图 1 所示连接气体标准物质、浮子流量计和被校检测仪。当被校检测仪为吸入式时，应保证旁通流量计有气体放出。调整被校检测仪时若检测仪使用说明书有明确要求，则按使用说明书要求进行校准。若检测仪使用说明书无明确要求，可参考以下调整方法，

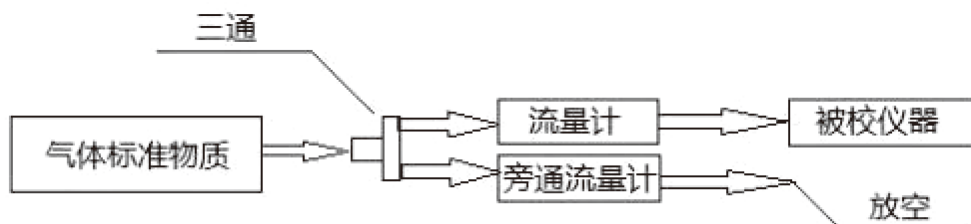


图 1 检测仪校准示意图

控制气体流量在 (500 ± 50) mL/min, 分别用零点气体和满量程 80% 的气体标准物质调整检测仪的零点和示值。

6.2 示值误差

依次通入浓度约为满量程 20%、50%、80% 的气体标准物质, 待示值稳定后, 记录检测仪示值, 每个浓度点重复测量 3 次, 第 i 个浓度点 3 次示值的算术平均值 $\bar{C}_i$ 作为检测仪各点的示值。各浓度示值误差按式 (1) 计算。

$$\Delta C_i = \frac{\bar{C}_i - C_{si}}{R} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

ΔC_i — 第 i 个浓度点被校检测仪的示值误差;

$\bar{C}_i$ — 第 i 个浓度点被校检测仪 3 次示值的算术平均值, $\mu\text{mol/mol}$;

C_{si} — 第 i 个浓度点硅烷气体标准物质的浓度值, $\mu\text{mol/mol}$;

R — 检测仪的满量程, $\mu\text{mol/mol}$ 。

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, 记录第 i 次测量时检测仪示值 C_i , 然后通入零点气体使检测仪示值回零, 再通入上述浓度的气体标准物质, 重复测量 6 次, 重复性按式 (2) 计算:

$$s_r = \frac{1}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (C_i - \bar{C})^2}{6-1}} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

s_r — 重复性;

C_i — 被校检测仪第 i 次测量值, $\mu\text{mol/mol}$;

$\bar{C}$ — 被校检测仪 6 次示值的算术平均值, $\mu\text{mol/mol}$ 。

6.4 响应时间

通入零点气体使检测仪示值回零, 通入浓度约为满量程 50% 的气体标准物质, 待示值稳定后, 读取检测仪示值; 撤去气体标准物质, 待检测仪回零后, 再次通入上述浓度的气体标准物质, 同时启动秒表, 待检测仪显示值达到稳定示值的 90% 时, 停止计时, 记录秒表的读数。重复测量 3 次, 取 3 次测得值的算术平均值作为检测仪的响应时间。

6.5 报警功能和报警动作值

通入浓度大于 1.2 倍报警设定值的气体标准物质, 当示值超过报警设定值时, 观察检测仪的报警功能是否正常, 并记录报警动作值。

6.6 漂移

检测仪的漂移包括零点漂移和量程漂移。

通入零点气体使检测仪示值回零，待示值稳定后，读取检测仪示值记为 C_{z0} ；再通入浓度约为满量程 80% 的气体标准物质，待示值稳定后，读取检测仪示值记为 C_{s0} 。对便携式的检测仪连续运行 1 h，每间隔 15 min 通入零点气体，待示值稳定后，读取第 i 次检测仪示值记为 C_{zi} ；再通入上述气体标准物质，待示值稳定后，读取第 i 次检测仪示值记为 C_{si} 。固定式的检测仪连续运行 4 h，每间隔 1 h 重复校准 1 次。

零点漂移按式 (3) 计算，取绝对值最大的 ΔZ_i 作为检测仪的零点漂移。

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

量程漂移按式 (4) 计算，取绝对值最大的 ΔS_i 作为检测仪的量程漂移。

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

式 (3) 与式 (4) 中：

ΔZ_i — 第 i 次测量的检测仪零点漂移；

ΔS_i — 第 i 次测量的检测仪量程漂移。

7 校准结果表达

校准结果应在校准证书或校准报告上反映。

校准证书或报告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相关时，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) 对校准规范的偏离的说明；

- n) 校准证书或校准报告签发人的签名或等效的标识;
- o) 校准结果仅对校准对象有效的声明;
- p) 未经实验室书面批准, 不得部分复制校准证书的声明。

8 复校时间间隔

复校时间间隔的长短取决于其使用情况, 使用单位可根据实际使用情况自主决定复校的时间, 建议复校时间间隔为 1 年。

福建省计量规范技术委员会

附录 A

校准原始记录（推荐）格式

记录编号：

送校单位：		
仪器名称：	型号规格：	量程：
出厂编号：		制造单位：
技术依据		

校准所使用的主要计量器具：

名称	型号 / 规格	不确定度 / 准确度等级 / 最大允许误差	证书编号	有效期至

校准地点、环境条件：

地点：	温度：℃	相对湿度：%
-----	------	--------

1、示值误差单位：μmol/mol

气体标准物质浓度值	示值 1	示值 2	示值 3	平均值	示值误差	引用误差（%FS）	扩展不确定度

2、重复性单位：μmol/mol

气体标准物质浓度值	示值 1	示值 2	示值 3	示值 4	示值 5	示值 6	$\bar{C}$	s_r （%）

3、响应时间

气体标准物质浓度值（μmol/mol）	响应时间 /s			
	第 1 次	第 2 次	第 3 次	平均值

4、报警功能和报警动作值

报警功能		报警动作值	
------	--	-------	--

5、漂移

时间	0 h/0 min	1 h/15 min	2 h/30 min	3 h/45 min	4 h/60 min	$\Delta Z_{\max}$	$\Delta S_{\max}$
零点 ($\mu\text{mol/mol}$)							
示值 ($\mu\text{mol/mol}$)							

福建省计量规范技术委员会

附录 B

校准证书内页（推荐）格式

证书编号：XXXX-XXXX

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	检测仪示值	示值误差	扩展不确定度 $U(k=2)$
重复性				
响应时间				
报警功能	报警动作值			
零点漂移				
量程漂移				

以下空白

第 x 页 共 x 页

附录 C

硅烷气体检测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：温度：(0 ~ 40) °C , 相对湿度：≤ 85%。

C.1.2 测量标准：氮中硅烷气体标准物质，相对扩展不确定度不超过 4% , $k=2$ 。

C.1.3 测量对象：硅烷气体检测仪，测量范围 (0 ~ 100) $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.1.4 测量过程：按照检测仪使用说明书要求进行预热，设置气体流量，分别通入零点气体和浓度约为满量程 80 % 的气体标准物质，调整检测仪零点和示值，或按检测仪使用说明书上的要求进行调整。再分别通入浓度约为满量程 20%、50%、80% 的气体标准物质，待检测仪示值稳定后，记录检测仪示值，每个浓度点重复测量 3 次，取 3 次示值的算术平均值 $\bar{C}_i$ 作为检测仪各点的示值。

C.2 测量模型

示值误差的测量模型：

$$\Delta C = \frac{\bar{C} - C_s}{R} \times 100\% \quad (\text{C. 1})$$

式中：

ΔC — 被校检测仪示值误差；

$\bar{C}$ — 被校检测仪示值的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

C_s — 硅烷气体标准物质的浓度值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

R — 检测仪的满量程， $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.3 标准不确定度来源

根据上述测量模型及具体的测量过程，检测仪示值误差测量结果的不确定度来源主要包括：

- 测量重复性引入的标准不确定度；
- 氮中硅烷气体标准物质浓度值引入的标准不确定度。

C.4 标准不确定评定

C.4.1 测量重复性引入的标准不确定度分量 $u(\bar{C})$

在 C.1.4 的测量方法下，选一台常规计量性能的硅烷气体检测仪，满量程为 100 $\mu\text{mol/mol}$ ，依次通入浓度值为 20 $\mu\text{mol/mol}$ 、50 $\mu\text{mol/mol}$ 、80 $\mu\text{mol/mol}$ 的氮中硅烷气体标准物质，重复测量 10 次，具体测量结果见下表。

表 C.1 重复性测量结果

单位: $\mu\text{mol/mol}$

气体标准物质浓度值	检测仪示值									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
20	19.8	19.9	19.8	20.1	20.0	20.1	19.8	19.9	20.1	19.9
50	50.2	50.1	50.3	50.0	50.1	50.2	50.4	50.2	50.2	50.3
80	79.9	79.8	79.7	79.9	80.1	80.1	79.7	80.2	80.1	80.0

各校准点分别按式 (C.2) 计算试验标准偏差 s , 因实际测量示值误差时, 以 3 次测量数据的平均值作为测量结果, 因此测量重复性引入的标准不确定度按 $u(\bar{C}) = \frac{s}{\sqrt{3}}$,

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

经计算可得 20 $\mu\text{mol/mol}$ 、50 $\mu\text{mol/mol}$ 、80 $\mu\text{mol/mol}$ 各点的测量重复性引入的标准不确定度 $u(\bar{C})$ 分别为 0.08 $\mu\text{mol/mol}$ 、0.07 $\mu\text{mol/mol}$ 和 0.10 $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.4.2 由氮中硅烷气体标准物质浓度值引入的标准不确定度分量 $u(C_s)$

采用氮中硅烷气体标准物质 (或稀释后), 其相对扩展不确定度不超过 4 % ($k=2$); 则氮中硅烷气体标准物质的标准值引入的标准不确定度分量 $u(C_s)$ 为:

$$u(C_s) = \frac{C_s \times 4\%}{2} \quad (\text{C.3})$$

经计算可得 20 $\mu\text{mol/mol}$ 、50 $\mu\text{mol/mol}$ 、80 $\mu\text{mol/mol}$ 各点引入的标准不确定度分量 $u(C_s)$ 分别为: 0.40 $\mu\text{mol/mol}$ 、1.00 $\mu\text{mol/mol}$ 、1.60 $\mu\text{mol/mol}$ 。

C.5 合成标准不确定度

C.5.1 以上各标准不确定度分量相互独立不相关, 合成标准不确定度可按 (C.4) 计算:

$$u^2(\Delta C) = c_1^2 u^2(\bar{C}) + c_2^2 u^2(C_s) \quad (\text{C.4})$$

$$\text{灵敏系数: } c_1 = \frac{\partial(\Delta C)}{\partial(\bar{C})} = \frac{1}{R} = \frac{1}{100} \quad c_2 = \frac{\partial(\Delta C)}{\partial(C_s)} = -\frac{1}{R} = -\frac{1}{100}$$

C.5.2 标准不确定度分量汇总

表 C.2 标准不确定度一览表

校准点 ($\mu\text{mol/mol}$)	不确定度来源	标准不确定度值 ($\mu\text{mol/mol}$)	灵敏系数 c_i ($\text{mol}/\mu\text{mol}$)	$ c_i \times u_i $
20	测量重复性	0.08	$\frac{1}{100}$	0.0008
	气体标准物质浓度值	0.40	$-\frac{1}{100}$	0.0040
50	测量重复性	0.07	$\frac{1}{100}$	0.0007
	气体标准物质浓度值	1.00	$-\frac{1}{100}$	0.0100
80	测量重复性	0.10	$\frac{1}{100}$	0.0010
	气体标准物质浓度值	1.60	$-\frac{1}{100}$	0.0160

C.5.3 合成标准不确定度计算

根据式 (C.4) 计算可得 20 $\mu\text{mol/mol}$ 、50 $\mu\text{mol/mol}$ 、80 $\mu\text{mol/mol}$ 各点合成标准不确定度 $u_c(\Delta C)$ 分别为: 0.41%FS、1.01%FS、1.61%FS。

C.6 扩展不确定度

根据上述分析和评定过程, 取包含因子 $k=2$, 则硅烷气体检测仪示值误差的扩展不确定度按式 (C.5) 计算:

$$U = k \cdot u_c(\Delta C) \quad (\text{C.5})$$

校准点 20 $\mu\text{mol/mol}$: $U=0.9\%\text{FS}$, $k=2$;

校准点 50 $\mu\text{mol/mol}$: $U=2.1\%\text{FS}$, $k=2$;

校准点 80 $\mu\text{mol/mol}$: $U=3.3\%\text{FS}$, $k=2$ 。