



陕西省地方计量技术规范

JJF(陕) ××—2019

相对比较法真空氦漏孔校准规范

Calibration Specification for Vacuum Helium Leak by Relative
Comparison Method

(报批稿)

××××—××—××发布 ××××—××—××实施

陕西省市场监督管理局 发布

相对比较法真空氦漏孔 校准规范

JJF (陕) XX—2019

Calibration Specification for

Vacuum Helium Leaks by Relative Comparison Method

本规范经陕西省市场监督管理局 2019 年××月××日批准，并自
××××年××月××日起施行。

归口单位：陕西省市场监督管理局

主要起草单位：陕西省计量科学研究院

参加起草单位：西安航天计量测试研究所

本规范由陕西省市场监督管理局负责解释

本规范主要起草人：

关卫军（陕西省计量科学研究院）

范祎萌（陕西省计量科学研究院）

魏于昆（陕西省计量科学研究院）

参加起草人：

刘 波（西安航天计量测试研究所）

目 录

引 言.....	(II)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 术语和计量单位.....	(1)
3.1 术语.....	(1)
3.2 计量单位.....	(2)
4 概述.....	(2)
5 计量特性.....	(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 校准项目.....	(3)
7.2 校准方法.....	(3)
8 校准结果表达.....	(5)
9 复校时间间隔.....	(5)
附录 A 真空漏孔校准记录格式.....	(6)
附录 B 真空漏孔校准证书内页格式 (推荐样式)	(7)
附录 C 测量结果的不确定度评定示例.....	(8)
附录 D 漏率单位换算.....	(12)

引 言

JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》和 GB/T3163-2007《真空技术术语》共同构成本规范制定的基础性系列文件。

本校准规范参照 BS EN 13192-2002《无损检测—漏孔检测—气体参考漏孔校准》(Non Destructive Testing - Leak Testing - Calibration of Reference Leaks for Gases)、ASTM E908-1998(2012)《校准气体参考漏孔的标准方法》(Standard Practice for Calibrating Gaseous Reference Leaks)进行制定,采用了其中的基本原则,对具体方法和技术指标进行了细化、补充和修改。

本规范参照 JJG 793-1992《标准漏孔检定规程》制定。

本规范与 JJG 793-1992 相比,除编辑性修改外,主要技术要求变化如下:

——适用范围为由标准漏孔扩大到所有真空氦漏孔,测量范围向下扩展两个数量级;

——标准装置使用了相对比较法校准装置;

——校准方法采用相对比较法;

——增加了不确定度评定方法和质量流量与摩尔流量的换算方法。

相对比较法真空氦漏孔校准规范

1 范围

本规范适用于漏率值在 $(1 \times 10^{-10} \sim 1 \times 10^{-4}) \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 范围内的真空氦漏孔（以下简称漏孔）相对比较法的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1001 通用计量术语及定义

JJF 1008 压力计量名词术语及定义

GB/T 3163 真空技术术语

GB/T 3164 真空技术 图形符号

BS EN 13192 无损检测—漏孔检测—气体参考漏孔校准（Non Destructive Testing - Leak Testing - Calibration of Reference Leaks for Gases）

ASTM E908-1998(2012) 校准气体参考漏孔的标准方法（Standard Practice for Calibrating Gaseous Reference Leaks）

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 术语和计量单位

3.1 术语

3.1.1 漏孔（leak）[GB/T3163-2007 定义 6.1.1]

在真空技术中，在压力或浓度差的作用下，使气体从壁的一侧通到另一侧的孔洞、孔隙、渗透元件或一个封闭器壁上的其他结构。

3.1.2 真空氦漏孔（vacuum Helium leak）

出气口压力低于 1kPa 条件下校准和使用的漏孔为真空漏孔，使用氦气作为示踪气体的真空漏孔称为真空氦漏孔。

3.1.3 通道漏孔（conductance leak）[GB/T3163-2007 定义 6.1.2]

可以把它理想地当做长毛细管的由一个或多个不连续通道组成的一个漏孔。

3.1.4 渗透漏孔（permeation leak）

气体通过渗透穿过薄膜（薄壁）的一种漏孔。

3.1.5 漏率（leak rate）[GB/T3163-2007 定义 6.1.9]

在规定条件下，一种特定气体通过漏孔的流量。

3.1.6 示踪气体（traced gas）[JJF 1008-2008 定义 11.40]

喷在被检容器外或压缩到被检容器内可以用适当的方法和仪器进行漏隙检查的气体。

3.1.7 氦质谱检漏仪 (helium mass spectrometer leak detector)

利用质谱原理制成的对于示踪气体氦反应灵敏, 专门用来检漏的质谱仪。

3.1.8 质谱计 (mass spectrometer) [GB/T3163-2007 定义 4.5.1]

区分不同质荷比电离粒子并测量其离子流的一种仪表。

3.2 计量单位

漏孔漏率的计量单位是帕斯卡·立方米/秒 ($\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$) 或摩尔/秒 (mol/s)。

4 概述

真空氦漏孔是一种在特定条件下提供恒定、已知氦气流量的元件, 用来校准氦质谱检漏仪的灵敏度。按照其结构, 主要可以分为两类, 一类是通道漏孔, 即泄漏元件为真实小孔, 包括毛细管型、小孔型、金属压扁型等; 另一类是渗透漏孔, 主要是用石英玻璃作为渗透元件。

真空氦漏孔通常由漏孔元件、储氦室和阀门构成, 如图 1 所示。



图 1 真空氦漏孔结构示意图

5 计量特性

给出一定条件下, 真空漏孔对氦气的漏率值为主要的计量特性。如果可获得温度修正系数, 则需要给出 23°C 下的氦气漏率值。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 校准的环境温度为 $(23\pm 5)^{\circ}\text{C}$, 校准过程中, 环境温度波动度不超过 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$, 实验室内不应有明显的气体流动。

6.1.2 环境湿度不大于 80%RH。

6.1.3 校准设备周围不应有明显的振动, 或其它干扰因素。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 测量标准装置

标准装置用于提供已知的气体流量或气体量, 采用了相对比较法校准装置, 测量范围在 $(1\times 10^{-10}\sim 1\times 10^{-4})\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 范围内, 相对扩展不确定度优于 20% ($k=2$), 装置的真空度应优于 $1\times 10^{-2}\text{Pa}$ 。

标准装置应配备多支标准漏孔, 漏孔漏率值应覆盖装置测量范围的各个数量级。标准漏孔的校准不确定度不大于 10% ($k=2$)。质谱计或检漏仪应可显示不少于 3 位有效数字, 15min 稳定性应不大于 2%。

注：评估稳定性时推荐在 10^{-7} 数量级标准漏孔的漏率下进行，示值稳定 5min 后连续记录，时间间隔 1min。

6.2.2 其他设备

6.2.2.1 温度计：温度测量范围不小于 $(0\sim 50)^\circ\text{C}$ ，分度值不大于 0.1°C 。

6.2.2.2 氦气源：气体纯度 99.9%或以上。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

7.1.1 外观

7.1.2 漏率值

7.2 校准方法

7.2.1 外观检查

7.2.1.1 漏孔应有型号、编号、标称漏率值、校准温度、温度系数、年衰减率等信息。外观光滑无毛刺，渗透型漏孔应无裂痕等缺陷，通道型漏孔不得堵塞。通过目力观察。

7.2.1.2 漏孔应具有与校准系统连接的密封接口。

7.2.1.3 无储氦室的漏孔应有明确的气流方向或出口端标志。

7.2.2 漏率值

配气前，应保证配气瓶内的真空度优于 $1\times 10^{-2}\text{ Pa}$ 。校准前，应开启漏孔前端阀门并在校准环境内放置 12h 以上。

无储氦室的通道漏孔按图 2 对待校漏孔进行配气。

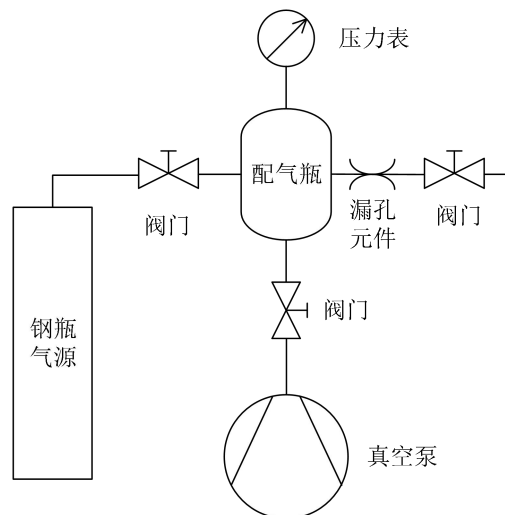


图 2 无储氦室的通道漏孔配气示意图

7.2.3 校准方法

按照正常程序启动真空系统或氦质谱检漏仪，待系统进入高真空后开启质谱计，质谱计正常工作 2h 后，才能开始校准漏孔。

选择与待校漏孔漏率值在同一数量级或漏率值接近的标准漏孔，按照图 3、

4 所示，将待校漏孔和标准漏孔同时安装于真空系统或检漏仪上，标准漏孔与待校漏孔必须安装在同一位置上。打开标准漏孔阀门 K1 和待校漏孔阀门 K2，待质谱计或检漏仪检测到真空系统中的氦气峰值稳定（通常情况下，至少需要 15min）后，开始校准。

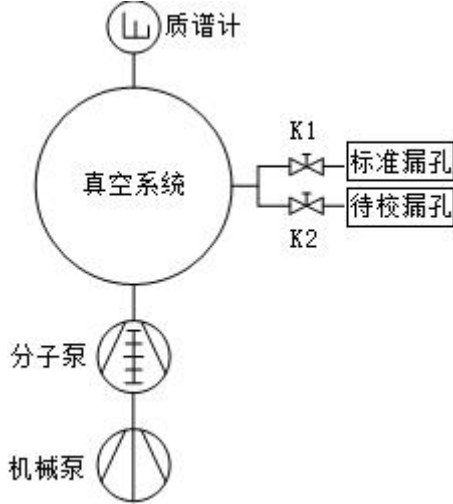


图 3 漏孔连接图（真空系统）

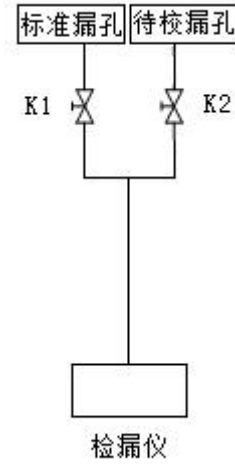


图 4 漏孔连接图（检漏仪）

校准步骤：

- 关闭阀门 K1 和 K2，记录质谱计或检漏仪本底信号 I_0 ；
- 开启阀门 K1，待稳定后记录标准漏孔信号值 I_{std} 和漏孔温度 T_{std} ；
- 关闭阀门 K1；
- 开启阀门 K2，待稳定后记录待校漏孔信号值 I_L 和漏孔温度 T ；
- 重复 A) 到 D) 至少 3 遍。

7.2.4 数据处理

漏孔温度 T 时的漏率值按照公式（1）计算：

$$Q_{LT} = Q_{std} \times [1 + (T_{std} - 23) \times \alpha_{std,T}] \times \frac{I_L - I_0}{I_{std} - I_0} \quad (1)$$

式中：

Q_{LT} ——漏孔温度 T 时的漏率值， $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ；

Q_{std} ——标准漏孔 23°C 的漏率值， $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ；

T_{std} ——校准时标准漏孔温度， $^\circ\text{C}$ ；

$\alpha_{std,T}$ ——标准漏孔温度系数， $^\circ\text{C}^{-1}$ ；

I_L ——质谱计或检漏仪检测到待校漏孔的信号值，A，V 或 $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ；

I_{std} ——质谱计或检漏仪检测到标准漏孔的信号值，A，V 或 $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ；

I_0 ——质谱计或检漏仪本底信号值，A，V 或 $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。

23°C 时漏孔漏率值下列公式（2）计算：

$$Q_{L23^{\circ}\text{C}} = Q_{LT} \times [1 - (T - 23) \times \alpha_{U,T}] \quad (2)$$

式中：

$Q_{L23^{\circ}\text{C}}$ ——漏孔温度为 23℃时的漏率值，Pa·m³/s；

Q_{LT} ——漏孔温度 T 时的漏率值，Pa·m³/s；

$\alpha_{U,T}$ ——待校漏孔温度系数，℃⁻¹。

注：如果待漏孔没有给出温度系数，则石英玻璃渗透型漏孔按照 3.5%/℃，通道型漏孔按照 0.3%/℃计算。

多次测量待校漏孔 23℃时漏率值的平均值 $\overline{Q_{L23^{\circ}\text{C}}}$ 为最终漏率值。

8 校准结果表达

校准完成后，按照本规范给出校准结果，开具相应的校准证书，校准证书内页格式见附录 B。

9 复校时间间隔

漏孔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。

附录 A

真空漏孔校准记录格式

客户名称				型号/规格			标称漏率值	
器具名称				出厂编号			校准气体	
生产厂商				漏孔类型			进气口压力	
校准地点				环境温、湿度	℃	%RH	其它	
标准器信息								
名称		编号		23℃漏率值 (Pa·m ³ /s)		溯源证书号		有效期
校 准 结 果								
测量 次数	本底信号 I_0 ()	标准漏孔 温度 T_{std} (℃)	实测标准漏孔 信号值 I_{std} ()	被校漏孔 温度 T (℃)	实测待校漏孔 信号值 I_L ()	T 温度下被校 漏率值 Q_{LT} (Pa·m ³ /s)	23℃漏率值 $Q_{L23^\circ\text{C}}$ (Pa·m ³ /s)	23℃平均漏率值 $\overline{Q}_{L23^\circ\text{C}}$ (Pa·m ³ /s)
1								
2								
3								
...								
测量结果不确定度:								

校准:

核验:

校准日期:

附录 B

真空漏孔校准证书内页格式（推荐样式）

证书编号：

漏率值： (23℃)

测量结果不确定度：

漏孔类型：

校准气体：氦气

以下空白

附录 C

测量结果的不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 环境条件：温度：(23±5)℃，湿度：≤80%RH。

C.1.2 测量标准：相对比较法校准装置，测量范围：(1×10⁻¹~1×10⁻⁵) Pa·m³/s，不确定度：20% (k=2)。

C.1.3 被测对象：渗氦型真空漏孔。

C.1.4 测量过程：

被测漏孔在校准环境条件下放置 12h 以上。真空系统正常开启，高温烘烤除气。待真空系统温度降至室温，将漏孔接入真空系统，真空度达到 10⁻⁵Pa 后，开启质谱计灯丝和电子倍增器。质谱计检测到氦气分压力稳定后（约 2h），开始校准。

C.1.5 使用检漏仪做标准时，可参考本方法评定。

C.2 数学模型

漏孔漏率值的测量模型为：

$$\overline{Q_{L23^{\circ}\text{C}}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \{Q_{LT} \times [1 - (T - 23) \times \alpha_{U,T}]\} \quad (\text{C.1})$$

将 Q_{LT} 展开并引入相关修正系数，得到的测量模型为：

$$\overline{Q_{L23^{\circ}\text{C}}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left\{ Q_{std} \times [1 + (T_{std} - 23) \times \alpha_{std,T}] \times \frac{I_L - I_0}{I_{std} - I_0} \times [1 - (T - 23) \times \alpha_{U,T}] \right\} \quad (\text{C.2})$$

式中：

$\overline{Q_{L23^{\circ}\text{C}}}$ ——待校漏孔 23℃ 的漏率值 (Pa·m³/s)；

Q_{std} ——标准漏孔 23℃ 的漏率值，Pa·m³/s；

T_{std} ——校准时标准漏孔温度，℃；

T ——校准时被测漏孔温度，℃；

$\alpha_{std,T}$ ——标准漏孔温度系数，℃⁻¹；

$\alpha_{U,T}$ ——待校漏孔温度系数，℃⁻¹；

I_L ——质谱计或检漏仪检测到待校漏孔的信号值，A，V 或 Pa·m³/s；

I_{std} ——质谱计或检漏仪检测到标准漏孔的信号值，A，V 或 Pa·m³/s；

I_0 ——质谱计或检漏仪本底信号值，A，V 或 Pa·m³/s；

对于漏率值大于 1×10⁻⁹ Pa·m³/s， $I_0 < 0.01 I_L$ ，此项可以忽略。此外，需要附加如下几项修正：

(1) 质谱计线性。公式(3)成立的前提条件是：质谱计检测到的离子流值与真空系

统内氢气的分压力成正比关系，但实际上，离子流与分压力成近似正比关系，质谱计线性引入的不确定度不可忽略。因此，引入修正系数 m_1 进行该项不确定度评定。

- (2) 质谱计稳定性。该项除质谱计稳定性外，还包括了真空系统温度变化造成的质谱计信号变化。引入修正系数 m_2 进行该项不确定度评定。

经简化后，得到不确定度数学模型为：

$$\overline{Q_{L23^{\circ}\text{C}}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left\{ Q_{std} \times [1 + (T_{std} - 23) \times \alpha_{std,T}] \times \frac{I_L}{I_{std}} \times m_1 \times m_2 \times [1 - (T - 23) \times \alpha_{U,T}] \right\} \quad (\text{C.3})$$

C.3 输入量的标准不确定度分量评定

C.3.1 $u_r(Q_{std})$

标准漏孔漏率值的不确定度包括两项，一是校准证书中给出漏率值的不确定度，通常小于 5%；二是漏孔漏率随时间衰减造成偏差，通常小于 5%。

注：如果标准漏孔可调节进气口压力，使得其使用状态与校准状态一致，则漏率衰减造成的不确定度可以忽略。如果标准漏孔漏率值进行了衰减修正，漏率衰减造成的不确定度也可以忽略。

C.3.2 $u_r(I_L)$ 和 $u_r(I_{std})$

质谱计离子流或检漏仪信号的不确定度，取其分辨力和读数值 A 类不确定度中较大的一项。

C.3.3 $u_r(m_1)$

由于标准漏孔与待校漏孔仅保证漏率量级一致，故而由于质谱计或检漏仪线性引入的不确定度较大。当然，当标准漏孔漏率与待校漏孔漏率非常接近时，该项不确定度则较小。

如有实验证明所使用的质谱计或检漏仪线性情况，可根据实际情况评估不确定度。如没有相关实验，可参照表 C.1 来评估。

表 C.1 质谱计或检漏仪线性不确定度评估参考

条件	$u_r(m_1)$
$0.5 \leq \frac{I_L}{I_{std}} \leq 2$	3.0%
$0.2 \leq \frac{I_L}{I_{std}} \leq 5$	6.0%
$0.1 \leq \frac{I_L}{I_{std}} \leq 10$	10%

C.3.4 $u_r(m_2)$

通常认为电离计的灵敏系数与真空系统的温度呈反比关系，质谱计测量原理

与电离计基本相同，可参照电离计进行评定。真空系统在校准过程中，温度变化通常小于 0.5°C ，因此该项不确定度估计为 0.2% 。

经长时间对质谱计进行监测，质谱计短时间(3min 内)稳定性小于 0.5% 。

因此 $u_r(m_2)$ 估计为 0.6% 。

C.3.5 $u(T_{\text{std}})$ 和 $u(T)$

使用不确定度优于 0.1°C ($k=2$) 的温度计测量标准漏孔和被测漏孔温度，考虑到漏孔温度均匀性和温度的波动，该项不确定度估计为 0.2°C 。

C.3.6 $u(\alpha_{\text{std},T})$ 和 $u(\alpha_{U,T})$

通常情况下，石英渗氦型漏孔的温度系数为 $3.5\%/^{\circ}\text{C}$ ，不确定度估计为 $0.5\%/^{\circ}\text{C}$ 。

C.3.7 $u_r(Q_{L,T})$

用贝塞尔公式计算被测漏孔的重复性，该项不确定度通常能够在 1% 以内。

C.4 合成标准不确定度

漏孔漏率值的不确定度一览表如表 C.2 所示。

表 C.2 相对比较法校准漏孔的不确定度一览表

分量 $u(x_i)$	不确定度来源	标准不确定度	c_i	$ c_i \cdot u(x_i)$
$u_r(Q_{L,T})$	测量重复性	1%	1	1%
$u_r(Q_{\text{std}})$	标准漏孔	$5.0\% \sim 7.5\%$	1	$5.0\% \sim 7.5\%$
$u_r(I_L)$	质谱计测量被测漏孔信号	$0.2\% \sim 2.9\%$	1	$0.2\% \sim 2.9\%$
$u_r(I_{\text{std}})$	质谱计测量标准漏孔离子流信号	$0.2\% \sim 2.9\%$	1	$0.2\% \sim 2.9\%$
$u_r(m_1)$	质谱计非线性	$3.0\% \sim 10\%$	1	$3.0\% \sim 10\%$
$u_r(m_2)$	质谱计稳定性	0.6%	1	0.6%
$u(T_{\text{std}})$	标准漏孔温度	0.2°C	$-0.035^{\circ}\text{C}^{-1}$	0.7%
$u(T)$	被测漏孔温度	0.2°C	$-0.035^{\circ}\text{C}^{-1}$	0.7%
$u(\alpha_{\text{std},T})$	标准漏孔温度系数	$0.5\%/^{\circ}\text{C}$	$(1 \sim 5)^{\circ}\text{C}$	$0.5\% \sim 2.5\%$
$u(\alpha_{U,T})$	被测漏孔温度系数	$0.5\%/^{\circ}\text{C}$	$(1 \sim 5)^{\circ}\text{C}$	$0.5\% \sim 2.5\%$

按照公式 C.4 合成标准不确定度：

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u_r(Q_{L,T})^2 + c_2^2 u_r(Q_{\text{std}})^2 + c_3^2 u_r(I_L)^2 + c_4^2 u_r(I_{\text{std}})^2 + c_5^2 u_r(m_1)^2 + c_6^2 u_r(m_2)^2 + c_7^2 u(T_{\text{std}})^2 + c_8^2 u(T)^2 + c_9^2 u(\alpha_{\text{std},T})^2 + c_{10}^2 u(\alpha_{U,T})^2} \quad (\text{C.4})$$

标准不确定度 u_c 为 6.1%~13.8%

C.5 扩展标准不确定度

取包含因子 $k=2$ ，相对扩展不确定度 $U_r=13\%\sim 28\%$ ($k=2$)。

附录 D

漏率单位换算

D.1 概述

真空氮漏孔漏率通常有两种表述方式：质量流量和摩尔流量，其单位分别为： $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 和 mol/s 。

D.2 单位换算

根据气体状态方程可以得到质量流量和摩尔流量的换算关系：

$$q_v = \frac{1}{RT} q_{pv} \quad (\text{D.1})$$

式中：

q_v ——漏孔漏率值摩尔流量表示 (mol/s)；

q_{pv} ——漏孔漏率值质量流量表示 ($\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$)；

R ——气体常数 ($R=8.314472 \text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$ ， $U(R)=0.000014 \text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$)；

T ——温度 (K)。