

T/CSMT

团 体 标 准

T/CSMT XXXX—2025

动态 pVTt 气体质量流量校准方法

Dynamic pVTt gas mass flow calibration method

（征求意见稿）

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

中国计量测试学会 发 布

目 录

前 言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

 3.1 动态 pVTt 校准方法 1

 3.2 标准状态体积流量 1

 3.3 标准容器 1

 3.4 参考容器 1

 3.5 有效数据区间 2

 3.6 瞬时流量稳定性 2

 3.7 校准流量点 2

4 校准装置结构和性能要求 2

 4.1 装置结构组成 2

 4.2 校准装置分类 3

 4.3 装置的不确定度 3

 4.4 压力测量仪表 3

 4.5 标准容器 3

 4.6 温度测量仪表 3

 4.7 数据采集系统 4

 4.8 阀门 4

5 校准装置技术要求 4

 5.1 工作条件 4

 5.2 外观 4

 5.3 气密性 4

 5.4 标准容器 5

 5.5 温度测量 5

 5.6 压力测量 5

 5.7 瞬时流量稳定性 5

6 校准原理与方法 5

 6.1 校准原理 5

 6.2 校准条件 6

 6.3 校准流程 6

7 不确定度分析 6

 7.1 不确定度来源 6

 7.2 容积不确定度 7

 7.3 压力测量不确定度 7

 7.4 温度测量不确定度 8

 7.5 时间测量不确定度 9

 7.6 泄漏不确定度 9

 7.7 气体常数不确定度 9

 7.8 气体压缩系数不确定度 9

7.9 合成标准不确定度计算 10

8 记录与报告 10

附录 A （资料性） 动态法/预抽真空原因 11

 A.1 采用动态法原因 11

 A.2 抽真空原因 11

附录 B （资料性） 数据处理建议 12

 B.1 数据预处理 12

 B.2 有效数据区间选取 12

 B.3 线性拟合与离群点处理 12

附录 C （资料性） 用水作为介质的高精度液体置换法校准标准容器容积 13

 C.1 校准原理 13

 C.2 校准设备与条件 13

 C.3 校准步骤 13

 C.4 结果处理 13

附录 D （资料性） 动态 pVT_t 气体质量流量校准不确定度计算示例 15

 D.1 示例条件 15

 D.2 各不确定度分量 15

 D.3 不确定度汇总与结果表示 16

附录 E （资料性） 氮气的压缩系数 Z 17

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

在微小气体流量范围内，流量信号弱，易受环境扰动影响，校准过程对系统稳定性和测量条件要求较高。现有校准方法在微小流量条件下的应用中，仍面临校准周期较长、对环境和工况敏感、实施要求较高等问题。为统一动态 pVT_t 气体质量流量校准方法，保证校准结果准确可靠和量值传递一致，制定本标准。

本标准面向微小气体流量的量值溯源与校准，规定了基于动态 pVT_t 原理的气体质量流量校准方法。该方法在恒温水浴中设置标准容器和参考容器，以差压、温度和时间为主要测量参数，依据气体状态方程和质量守恒关系，对充气过程中容器内气体状态随时间的变化量进行分析，实现气体质量流量的计算与校准。

本标准采用差压测量获取数据并进行流量计算，不以绝对压力作为直接计算输入量。针对微小流量条件下压力变化幅值小、对分辨力要求高的特点，装置宜选用 (0~2000) Pa 小量程差压计，以提高微小压力变化的分辨能力和测量准确度。同时，通过对标准容器和参考容器抽真空并置于恒温水浴中，可有效减弱环境温度引起的温压耦合效应，降低外界扰动对测量结果的影响，提高校准过程的稳定性和可靠性。与稳态法相比，动态 pVT_t 方法无需等待系统达到严格稳态，可通过选取充气过程中的有效数据区间进行流量计算，有利于缩短单次校准时间，提高微小气体流量校准效率。

本标准由北京卫星环境工程研究所提出。

本标准由中国计量测试学会归口。

本文件起草单位：北京卫星环境工程研究所、天津大学、天津福路瑞特测控技术有限公司、青岛芯笙微纳电子科技有限公司、重庆前卫表业有限公司、中国计量大学、辽宁省计量科学研究院、江苏省质量技术监督气体流量计量检测中心、佛山市质量计量监督检测中心、徐州市检验检测中心、河北大学、中国矿业大学、南京航空航天大学、迪乐文(北京)科技有限公司、国联汽车动力电池研究院有限责任公司

本文件主要起草人：綦磊、孙立军、丁红兵、陶继方、邱万彪、徐志鹏、王振、方立德、何展强、郭素娜、毛琳、王韞韬、曾捷、唐守峰、张洋、谢东、余章龙、芮小博、冯振辉、赵仕晗、田伟、王莉娜、郑悦、戚海蛟

动态 pVTt 气体质量流量校准方法

1 范围

本标准规定了采用动态 pVTt 法进行气体质量流量校准的装置结构组成和分类、技术要求、校准原理和方法以及不确定度分析等。

本标准适用于采用标准容积容器，在充气过程中通过差压、温度和时间等参数的动态测量，对气体流量计进行校准的实验室、校准机构及相关应用场合。

本标准适用于空气、氮气等在校准条件下可近似视为理想气体的单相、清洁、干燥、无腐蚀性气体介质。适用流量范围一般为 (0.005~5) sccm，可用于质量流量或标准状态体积流量的校准及量值溯源。

对于明显偏离理想气体状态的介质、含有冷凝性组分或颗粒杂质的气体，以及不满足本标准规定工作条件和技术要求的校准场景，不宜直接采用本标准。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- JJF 1001 — 2011 通用计量术语及定义
- JJF 1004 — 2004 流量计量名词术语及定义
- JJG 229 — 2010 工业铂、铜热电阻检定规程
- JJG 875 — 2019 数字压力计检定规程
- JJG 619 — 2005 pVTt法气体流量标准装置检定规程
- GB/T 27418 — 2017 测量不确定度评定和表示

3 术语和定义

JJF 1001—2011、JJF 1004—2004、JJG 619—2005和GB/T 27418—2017界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1 动态 pVTt 校准方法

在已知标准容器容积的条件下，通过测量标准容器充气过程中气体差压、温度等参数随时间的变化量，并依据气体状态方程和质量守恒关系确定气体质量流量的方法。

3.2 标准状态体积流量

将气体体积流量折算到规定标准状态后得到的体积流量，本标准采用的标准状态为：温度 293.15 K (20 °C)、绝对压力 101.325 kPa。

3.3 标准容器

有效容积已知且经计量溯源，用于动态 pVTt 校准过程中收集和容纳被测气体的密闭容器。

3.4 参考容器

与标准容器处于相同或等效热环境中，用于与标准容器构成差压测量参考的密闭容器。

3.5 有效数据区间

在动态 $pVTt$ 校准过程中，剔除阀门动作及其他瞬态扰动影响后，用于流量计算的数据区间。

3.6 瞬时流量稳定性

有效数据区间内瞬时流量的波动程度，用瞬时流量测量值的相对标准偏差表示。

3.7 校准流量点

校准过程中选取的流量点。

4 校准装置结构和性能要求

4.1 装置结构组成

动态 $pVTt$ 校准装置通常由气源与净化单元、压力调节单元、温度调节单元、流量调节单元、标准容器、参考容器、差压测量单元、温度测量单元、时间测量单元、多通道同步数据采集系统和上位机等组成。装置各组成部分的连接应可靠，管路布置应合理，并应尽量减小附加容积、泄漏及附加热交换对测量结果的影响。装置原理示意如图1所示。

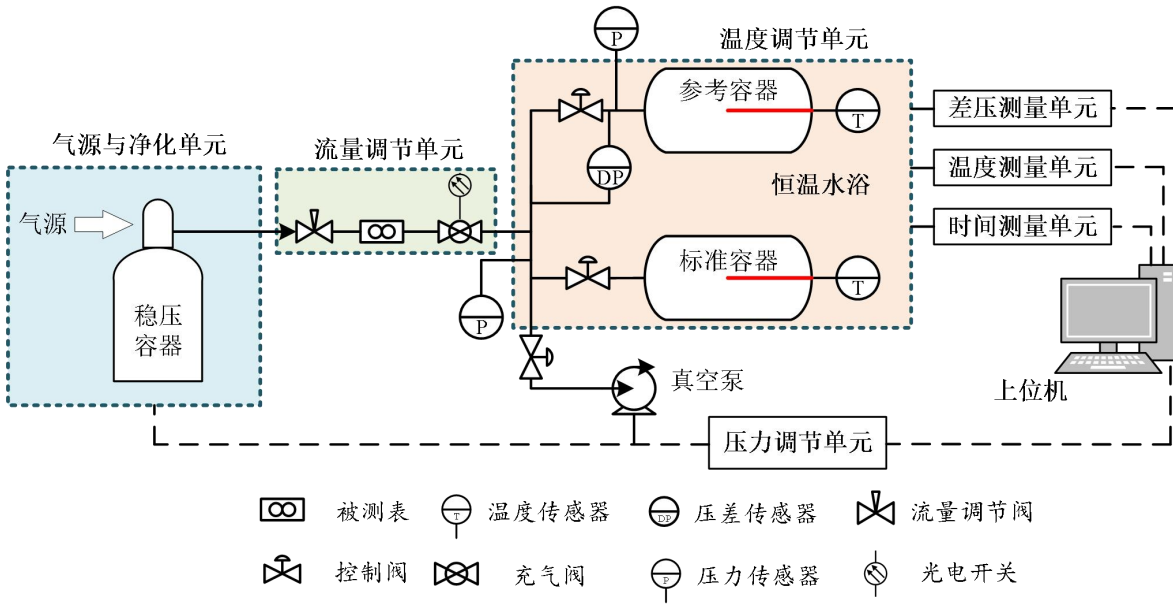


图1 动态 $pVTt$ 气体质量流量校准装置原理示意图

气源与净化单元应为装置提供成分稳定、清洁、干燥的校准介质，压力调节单元应提供稳定的上游和下游压力，温度调节单元应为标准容器和参考容器提供稳定的恒温环境，流量调节单元应满足各校准流量点的连续调节要求。

标准容器用于容纳被测气体，参考容器用于与标准容器构成差压测量参考。标准容器和参考容器应置于同一恒温水浴中，或处于等效热环境条件下，以减小环境温度波动对测量结果的影响。

差压测量单元应连续测量标准容器与参考容器之间的压差变化，温度测量单元应测量能够表征标准容器内气体状态的温度参数，时间测量单元应为各测量通道提供统一时间基准。多通道同步数据采集系统应实现差压、温度和时间信号的同步采集与记录，上位机应具备数据存储、处理、流量计算和结果输出等功能。

4.2 校准装置分类

按等级：0.05、0.10、0.20、0.50 级。
按介质：空气类、氮气类、其他气体。

4.3 装置的不确定度

在规定条件下，装置校准稳定流量时的相对扩展不确定度（k=2）应满足表1。

表 1 装置相对扩展不确定度要求

装置等级	相对扩展不确定度（k=2）/%
0.05 级	≤ 0.05
0.10 级	≤ 0.10
0.20 级	≤ 0.20
0.50 级	≤ 0.50

4.4 压力测量仪表

本方法以差压为主要流量计算输入量，绝压不作为直接计算输入量。如用于状态换算、压缩系数评估或辅助分析，可测量并记录。

- 1) 量程：(0~2000) Pa。
- 2) 最大允许误差：0.05级装置不超过±0.01%FS、0.10级装置不超过±0.02%FS、0.20级装置不超过±0.05%FS、0.50级装置不超过±0.1%FS。
- 3) 分辨力：≤0.1 Pa。
- 4) 响应时间：≤50 ms（推荐10~50 ms）。

4.5 标准容器

标准容器应具有良好的密封性和热稳定性，容器材料不与介质发生化学反应或气体吸附。容积应采用可溯源的方法标定，其相对标准不确定度应满足表2。

表 2 标准容器容积相对标准不确定度要求

装置等级	标准容器容积相对标准不确定度/%
0.05 级	≤ 0.01
0.10 级	≤ 0.02
0.20 级	≤ 0.05
0.50 级	≤ 0.10

必要时应评估容器弹性变形对有效容积的影响，标准容器应完全浸没于恒温水浴中，且与参考容器处于一致的液位条件。

4.6 温度测量仪表

温度测量宜采用经标定的温度测量仪表，最大允许误差±0.05℃，分辨力 ≤0.01℃。响应时间应不高于50 ms（推荐10~50 ms）。

表 3 测温仪表单点测量扩展不确定度要求

装置等级	测温仪表单点测量的不确定度 (k=2) /°C
0.05 级	≤ 0.02
0.10 级	≤ 0.05
0.20 级	≤ 0.10
0.50 级	≤ 0.10

4.7 数据采集系统

数据采集系统应同步采集差压、温度和时间，确保各测量通道同步，采样率一般不低于5kHz，以保证数据的连续性和准确性。

4.8 阀门

与标准容器气体累积量相关的阀门，其泄漏率应不大于 $1 \times 10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。

5 校准装置技术要求

5.1 工作条件

5.1.1 工作环境条件

装置应在常温实验室环境中使用，并避免高温、高湿及强振动等不利影响。环境条件应满足相应技术规范要求。装置工作环境条件一般为：

- 1) 环境温度不超过 $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ 。
- 2) 相对湿度宜为 $(30 \% \sim 70 \%)\text{RH}$ 。
- 3) 装置应具备良好的通风和安全防护措施。

5.1.2 介质条件

装置使用的校准介质应为单相、清洁、干燥、无腐蚀性的气体，通常为空气或氮气。若使用其他气体，应评估其物性参数（如摩尔质量、压缩系数等）的不确定度对校准结果的影响。

5.2 外观

装置外观应符合下列条件：

- 1) 整体布局完整，结构合理，试验管路连接可靠。
- 2) 焊接件焊缝应均匀平整，不应有气孔、夹渣、未焊透、未熔合、裂纹、凹坑和焊瘤等缺陷。
- 3) 结构件表面处理应均匀，不应有毛刺、裂纹、刻痕、起皮和锈蚀等缺陷。
- 4) 紧固件和连接件不应松动或脱落。
- 5) 信号线应采用屏蔽线，并与动力线分开布置，排线整齐、标识清晰。
- 6) 装置明显位置应设置清晰、永久的铭牌，内容应完整。

5.3 气密性

在正常工作压力下，装置各连接部位不应泄漏，并应具备整套装置密封性检测手段，漏率应满足表

4。容器抽真空后保压性能应满足本标准规定，充气结束并复位后，标准容器与参考容器的差压应回到规定零位范围内。

表 4 装置气密性要求

装置等级	漏率 (Pa·m³/s)
0.05 级	$\leq 1 \times 10^{-8}$
0.10 级	$\leq 5 \times 10^{-8}$
0.20 级	$\leq 1 \times 10^{-7}$
0.50 级	$\leq 1 \times 10^{-7}$

5.4 标准容器

标准容器的容积应根据校准流量范围合理选择，容积应定期校准，建议使用高精度液体置换法进行校准，具体方法见附录C。

5.5 温度测量

温度测量仪表敏感段应位于能够代表标准容器平均温度的位置，电缆屏蔽应良好，自热影响应可忽略。

5.6 压力测量

压力测量仪表应具备过压保护和零点校准功能，安装位置应避免气泡滞留、水击及其他附加扰动。

5.7 瞬时流量稳定性

有效区间内的瞬时流量稳定性可采用1s 滑动平均结果进行评价，其限值应满足装置准确度等级要求。以1s 滑动平均的 q_m 计算为例：

- 1) 0.05级、0.10级： $RSD \leq 0.1\%$ 。
- 2) 0.20级： $RSD \leq 0.2\%$ 。
- 3) 0.50级： $RSD \leq 0.5\%$ 。

其中， $RSD = \sigma_{q_m} / \bar{q}_m \times 100\%$ ， σ_{q_m} 为有效数据区间内瞬时质量流量测量值的标准偏差， $\bar{q}_m$ 为有效数据区间内瞬时质量流量测量值的算术平均值。

6 校准原理与方法

6.1 校准原理

动态 pVTt 方法基于理想气体状态方程和质量守恒原理，通过连续测量标准容器充气过程中差压 $p(t)$ 、温度 $T(t)$ 和时间 t 的变化量，计算气体质量流量 q_m ，公式如下：

$$q_m = \frac{MV}{R} \left(\frac{1}{T} \frac{dp}{dt} - \frac{p}{T^2} \frac{dT}{dt} \right) \dots\dots\dots (1)$$

- 式中：V— 标准容器容积（m³）；
M— 气体的摩尔质量（对于氮气， $M=28.0134 \times 10^{-3} \text{ kg} \cdot \text{mol}^{-1}$ ）
R— 通用气体常数 $8.31446 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ；
T— 标准容器温度（K）；
P— 标准容器相对于参考容器的压差（Pa）；
 dp/dt — 回归得到的压差时间导数；
 dT/dt — 回归得到的温度时间导数。

6.2 校准条件

实验室环境温度宜为 $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ ，单次校准过程中环境温度波动宜不超过 $\pm 1 ^\circ\text{C}$ 。

实验室相对湿度宜为 $(30\% \sim 70\%) \text{ RH}$ 。

校准前系统预热和稳定时间不应少于 30 min。

校准气源压力宜根据装置性能和被校流量计要求确定。

6.3 校准流程

6.3.1 预抽真空

关闭充气阀，打开标准容器控制阀、参考容器控制阀和真空泵控制阀，对系统抽真空至残余绝对压力小于 2000 Pa。达到规定压力后，关闭真空泵控制阀并进行保压，保压时间不应少于 5 min。根据保压期间的压力变化速率评价装置气密性，漏率应满足表 4。当保压期间存在温度波动时，宜同时评估温度变化对压力测量结果的影响，并对漏率评估结果进行修正。

6.3.2 调节流量

关闭参考容器控制阀，打开流量调节单元充气阀，通过流量调节阀将流量调至目标校准点。

6.3.3 充气前准备

关闭流量调节单元充气阀，打开参考容器控制阀，连通参考容器和标准容器，使差压 $|\Delta p| \leq 0.5 \text{ Pa}$ ，随后关闭参考容器控制阀。

6.3.4 采集与充气

启动数据采集系统，打开充气阀进行充气，一般至 $|\Delta p| \geq 500 \text{ Pa}$ 后，充气过程中实时采集压力、温度和时间数据并保存。

6.3.5 选窗与计算

选取有效数据区间（一般开充气阀后 30 s 至关充气阀前 30 s），对差压 $\Delta p(t)$ 和温度 $T(t)$ 分别进行线性回归，求得相应的时间变化率。代入式（1）得到质量流量，并按需要换算为体积流量。

7 不确定度分析

动态 pVTt 方法中，被测瞬时质量流量 $q_m(t)$ 的计算基于理想气体状态方程与质量守恒关系。考虑到容积 V 、气体摩尔质量 M 、通用气体常数 R 、压力 $p(t)$ 、温度 $T(t)$ 及其时间导数等测量的不确定度，进行装置的不确定度评定。

7.1 不确定度来源

动态 pVTt 方法的不确定度来源主要包括：

- 1) 标准容器有效容积引入的不确定度；
- 2) 差压测量引入的不确定度，包括示值误差、分辨力、零点漂移及动态响应等；
- 3) 温度测量引入的不确定度，包括示值误差、分辨力、安装位置影响及动态响应等；
- 4) 时间测量引入的不确定度；
- 5) 系统泄漏引入的不确定度；
- 6) 其他参数引入的不确定度，包括理想气体近似误差和压缩因子偏差等。

7.2 容积不确定度

标准容器的容积通过高精度液体置换法或气体置换法进行校准。获得 V 的校准值与扩展不确定度 $U(V)$ 。

按包含因子 k 还原为标准不确定度：

$$u(V) = \frac{U(V)}{k}, (k=2) \dots\dots\dots (2)$$

应包含温度膨胀修正：

$$V_T = V_0[1 + \alpha_V(T - T_0)] \dots\dots\dots (3)$$

式中： V — 标准容器的实际容积；

$U(V)$ — 容积的扩展不确定度；

$u(V)$ — 容积的标准不确定度；

V_T — 温度为 T 时的修正容积；

V_0 — 参考温度 T_0 下的标定容积；

T — 实际测量时容器的温度（单位：K 或 °C）；

α — 容器材料的热膨胀系数（对于不锈钢， α 通常取 $16 \sim 18 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ）。

7.3 压力测量不确定度

7.3.1 传感器静态压力不确定度

静态压力测量不确定度 $u_1(\Delta p)$ 来源于传感器的最大允许误差。按均匀分布：

$$u_1(\Delta p) = \frac{U_r(\Delta p)}{k} \dots\dots\dots (4)$$

式中： $U_r(\Delta p)$ — 校准证书给出的扩展不确定度；

$u_1(\Delta p)$ — 静态压力测量的标准不确定度。

k — 包含因子；

7.3.2 传感器动态压力响应不确定度

动态压力响应不确定度来源于传感器对瞬时压力变化的响应滞后。

根据一阶响应模型， $\tau dp_m(t)/dt + p_m(t) = p_{\text{true}}(t)$ 。传感器输出与真实值的偏差与响应时间成指数关系。在动态测量中，通常使用响应时间引起的动态误差进行评估。

测量值相对真实压力的误差为：

$$\delta_p(t) = \frac{p_m(t) - p_{\text{true}}(t)}{p_{\text{true}}(t)} = -\frac{\tau \frac{dp_m(t)}{dt}}{p_{\text{true}}(t)} \dots\dots\dots (5)$$

因此，传感器动态响应引入的相对不确定度可表示为：

$$u_2(p) = \left| \frac{\tau dp_m / dt}{p_{\text{true}}(t)} \right| \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中： τ — 传感器响应时间；

p_m — 传感器压力输出值；

p_{true} — 压力真实值；

$u_2(\Delta p)$ — 传感器动态响应引入的相对不确定度。

7.4 温度测量不确定度

7.4.1 传感器静态温度不确定度

静态温度不确定度来源于传感器校准、分辨力、安装位置差异，是气体实际温度与探头检测到的温度的温差 ΔT_1 。

按均匀分布：

$$u_1(T) = \frac{\Delta T_1}{\sqrt{3}T} \times 100\% \quad (7)$$

式中： ΔT_1 — 温度传感器最大允许误差；

T — 有效数据区间内标准容器气体的平均绝对温度，单位为 K；

$u_1(T)$ — 静态温度测量的标准不确定度。

7.4.2 传感器动态温度响应不确定度

一阶热惯性方程：

$$\tau_T \frac{dT_m}{dt} + T_m = T_{\text{true}} \quad (8)$$

在充气导致温度升高/降低时，温度滞后引入对 dT/dt 的系统性低估。

误差近似：

$$\varepsilon_T \approx -\tau_T \frac{dT_m}{dt} \quad (9)$$

因此，传感器动态响应引入的相对不确定度可表示为：

$$u_2(T) = \left| \frac{\tau_T \frac{dT_m}{dt}}{T_{\text{true}}} \right| \times 100\% \quad (10)$$

式中： τ_T — 传感器响应时间；

T_m — 传感器温度输出值；

T_{true} — 温度真实值；

$u_2(T)$ — 传感器动态响应引入的相对不确定度。

7.4.3 温度均匀性不确定度

标准容器放置于恒温水浴中时，容器不同位置仍可能存在温度梯度，导致传感器所测得的温度与容器平均温度存在偏差。该项不确定度来源可按温度场均匀性试验或文献给出的典型值估算。若通过在容器不同位置布设多个温度传感器测量得到最大温差为 ΔT_2 。

则温度均匀性标准不确定度可取：

$$u_3(T) = \frac{\Delta T_2}{\sqrt{3}} \times 100\% \quad (11)$$

式中： ΔT_2 — 容器内温度分布的最大差值；

$u_3(T)$ — 温度均匀性引入的相对不确定度。

若无实测数据，可根据恒温水浴的控温指标与容器体积特性经验估算，一般取 (0.01~0.05) K。

在合成标准不确定度时，应与静态温度不确定度和动态响应不确定度共同考虑。

7.5 时间测量不确定度

时间测量的不确定度来源于计时装置的时间间隔测量不确定度。计时装置不确定度为 Δt ，并按均匀分布处理，则时间测量引入的相对标准不确定度为：

$$u(t) = \frac{\Delta t}{\sqrt{3}t} \times 100\% \quad \text{..... (12)}$$

式中： Δt — 计时装置不确定度；

t — 装置有效测量时间；

$u(t)$ — 时间测量的不确定度。

7.6 泄漏不确定度

系统泄漏不确定度主要来源于标准容器累积部分泄漏率及其在校准过程中引入的附加气体质量变化对测量结果的影响，装置泄漏率应采用氮质谱检漏等高灵敏度检漏方法测试，检漏工况应与校准工况保持一致。泄漏标准不确定度：

$$u(l) = \frac{q_l}{q_{\min}} \times 100\% \quad \text{..... (13)}$$

式中： q_l — 标准容器累积部分泄漏率，单位换算为流量单位；

$q_{\min}$ — 装置适用范围内的最小校准流量，或实际校准流量点中的最小流量；

$u(l)$ — 系统泄漏不确定度。

7.7 气体常数不确定度

气体常数的不确定度来源于气体成分的不确定性及理想气体模型的近似性。

根据不确定度传递（线性化、一次泰勒展开），比气体常数 R_g 的标准不确定度为：

$$u(R_g) = \sqrt{\left(\frac{\partial R_g}{\partial R} u(R)\right)^2 + \left(\frac{\partial R_g}{\partial M} u(M)\right)^2} \quad \text{..... (14)}$$

计算偏导数并代入：

$$\frac{\partial R_g}{\partial R} = \frac{1}{M} \quad \text{..... (15)}$$

$$\frac{\partial R_g}{\partial M} = -\frac{R}{M^2} = -\frac{R_g}{M} \quad \text{..... (16)}$$

因此得到更易于使用的形式：

$$u(R_g) = \sqrt{\left(\frac{u(R)}{M}\right)^2 + \left(\frac{R_g}{M} u(M)\right)^2} \quad \text{..... (17)}$$

把 $R_g=R/M$ 代入并写成相对不确定度形式：

$$u(R_g) = R_g \sqrt{\left(\frac{u(R)}{R}\right)^2 + \left(\frac{u(M)}{M}\right)^2} \quad \text{..... (18)}$$

式中： $u(R)$ — 通用气体常数的标准不确定度；

M — 气体的摩尔质量；

$u(M)$ — 气体的摩尔质量的标准不确定度。

7.8 气体压缩系数不确定度

在实际工况下，气体状态方程应写为：

$$pV = nZRT \quad \text{..... (19)}$$

其中 Z 为压缩系数，若仍采用理想气体假设（ $Z=1$ ）进行计算，则需考虑由于气体不可压缩性引入的不确定度。

压缩系数的不确定度可表示为：

$$u(Z) = \frac{\Delta Z}{\sqrt{3}} \times 100\% \quad \cdots \cdots \cdots (20)$$

式中： ΔZ — 在测量条件下气体压缩系数相对于理想气体状态的最大偏差；

$u(Z)$ — 气体压缩系数的标准不确定度。

对氮气在（100~500）kPa下室温范围内， Z 通常在0.999~1.002之间。

7.9 合成标准不确定度计算

$$u(q_m) = \sqrt{(u^2(V) + u_1^2(p) + u_2^2(p) + u_1^2(T) + u_2^2(T) + u_3^2(T) + u^2(t) + u^2(l) + u^2(R_g) + u^2(Z))} \quad \cdots \cdots (21)$$

扩展不确定度：

$$U(q_m) = k \cdot u(q_m) \quad \cdots \cdots \cdots (22)$$

式中： $u(V)$ — 标准容器容积的不确定度；

$u_1(p)$ — 静态压力测量的不确定度；

$u_2(p)$ — 传感器动态响应引入的不确定度；

$u_1(T)$ — 静态温度测量的不确定度；

$u_2(T)$ — 传感器动态响应引入的不确定度；

$u_3(T)$ — 温度均匀性引入的不确定度；

$u(t)$ — 时间测量的不确定度；

$u(l)$ — 系统泄漏的不确定度；

$u(R_g)$ — 比气体常数 R_g 的不确定度；

$u(Z)$ — 气体压缩系数的不确定度；

k — 包含因子， $k=2$ 。

8 记录与报告

记录内容应至少包括设备和传感器编号、介质种类、温度、压力及标准容器参数及其不确定度等。还应记录抽真空条件、采样频率、有效数据区间及其他关键工况参数。

数据处理结果应包括压力变化率、温度变化率及拟合系数等。

校准结果应包括平均质量流量（或标准状态体积流量）以及相对扩展不确定度 Ur （ $k=2$ ）。

对异常情况、数据剔除和重测情况应作出说明。

附录 A
(资料性)
动态法/预抽真空原因

A.1 采用动态法原因

与稳态法相比，动态法无需等待系统达到严格稳态，可通过对充气过程中的有效数据区间进行分析完成流量计算，有利于缩短单次校准时间，提高微小流量校准效率。

A.2 抽真空原因

理想气体 $\delta_p \approx p \delta_T / T$ ，在 $p \leq 2000 \text{Pa}$ 、 $T \approx 293 \text{K}$ 、 $\delta_T = 0.1 \text{K}$ 时， $\delta_p \leq 0.68 \text{Pa}$ （零点几帕），而大气压状态下约为 34Pa 。因此，抽真空可降低环境温度波动折算为压力变化的扰动，提高微小流量测量的稳定性和灵敏度。

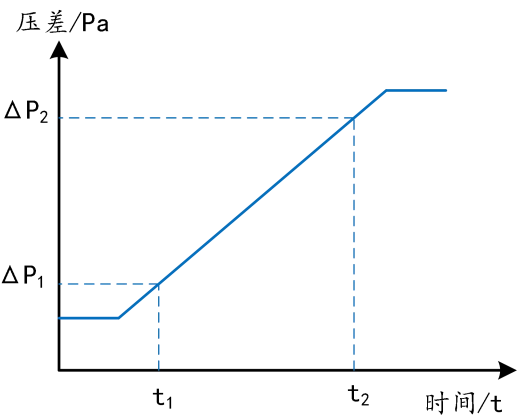


图 A.1 差压变化曲线示意图

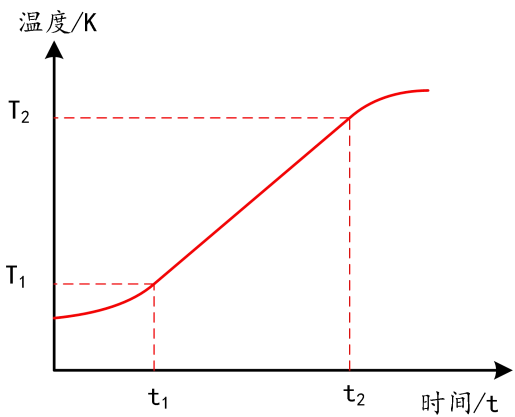


图 A.2 温度变化曲线示意图

附 录 B
(资料性)
数据处理建议

动态 pVTt 法的数据处理宜遵循“保留原始信息、抑制随机噪声、避免明显相位滞后、保证结果可追溯”的原则。数据处理应基于同步采集的差压、温度和时间序列进行，并完整记录原始数据、预处理参数、有效数据区间、拟合结果、异常点剔除情况和最终计算结果。

B.1 数据预处理

差压和温度信号在采集过程中可能受到电噪声、阀门动作扰动及环境微小波动影响。为提高斜率拟合和流量反演的稳定性，宜对差压和温度数据进行适度预处理。

- 1) 去噪方法可采用 Savitzky-Golay 滤波、滑动平均或其他不会明显削弱趋势项的平滑方法；
- 2) 当采用 Savitzky-Golay 滤波时，推荐多项式阶数为 2~3 阶；
- 3) 推荐平滑时间窗为 1 s~3 s，具体窗长宜根据采样频率、噪声水平和信号变化速率确定；
- 4) 去噪处理不宜引入明显相位延迟，也不宜过度平滑，以免削弱有效区间内压力变化率和温度变化特征；
- 5) 对差压信号宜重点抑制高频随机波动，对温度信号宜重点保留其缓慢变化趋势。

B.2 有效数据区间选取

为减小阀门开启和关闭瞬间的压力冲击及热扰动影响，宜自动剔除充气开始和结束附近的瞬态数据，仅保留充气过程中的稳定线性区段作为有效数据区间。

- 1) 宜根据阀门开启时刻和关闭时刻自动识别充气全过程；
- 2) 宜剔除开阀初期及关阀前后的瞬态响应区间；
- 3) 在无更充分实验依据时，可采用“开阀后 30 s 至关阀前 30 s”的时间区间作为有效数据区间；
- 4) 当不同流量点的充气时长差异较大时，有效数据区间可根据实际信号线性程度适当调整；
- 5) 有效数据区间应同时应用于差压、温度及对应时间序列，确保参与计算的数据一一对应。

B.3 线性拟合与离群点处理

在有效数据区间内，宜对差压信号进行线性回归以获得压差变化率，必要时也可对温度信号进行趋势拟合或代表值提取，用于后续流量计算。

- 1) 宜采用最小二乘法对有效数据区间内的差压数据进行线性回归；
- 2) 回归结果的决定系数宜不低于 0.999；
- 3) 当拟合残差中存在明显异常点时，可采用残差 3σ 准则识别并剔除离群值；
- 4) 离群点剔除后宜重新进行线性回归，并记录剔除前后的拟合参数和决定系数；
- 5) 若离群点数量过多或决定系数仍不能满足要求，应重新检查原始数据质量、时间对齐情况、阀门动作识别结果及有效区间选取是否合理；
- 6) 不宜通过过度剔除数据点来人为提高拟合优度。

附录 C (资料性)

用水作为介质的高精度液体置换法校准标准容器容积

C.1 校准原理

采用蒸馏水或去离子水作为置换介质，通过称量注入标准容器内水的质量，并根据测量温度下水的密度，计算标准容器的实际容积：

$$V_t = \frac{m}{\rho_w(t)} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中： V_t — 温度 t 时标准容器的容积；
 m — 注入标准容器内水的质量；
 $\rho_w(t)$ — 温度 t 时水的密度；

标准容器在参考温度 T_0 下的容积为：

$$V_0 = \frac{V_t}{1 + \alpha_v(t - T_0)} \dots\dots\dots (C.2)$$

式中： V_0 — 参考温度下的标准容器的容积；
 α_v — 标准容器材料的体积热膨胀系数；
 T_0 — 参考温度，一般取 20℃；

C.2 校准设备与条件

校准设备主要包括电子天平、铂电阻温度计、注水装置及蒸馏水或去离子水。

电子天平和温度计应经检定或校准合格，并在有效期内使用。校准宜在温度稳定、无明显振动和气流影响的环境中进行，水温与标准容器温度应充分平衡。

标准容器应清洁、干燥、无渗漏，并具有便于排气和排水的接口。

C.3 校准步骤

- 1) 明确标准容器的容积边界，包括与容器连通的阀门腔体和管路；
- 2) 将标准容器清洗、干燥后称量，记录空容器质量 m_1 ；
- 3) 缓慢向标准容器及相连管路内注入蒸馏水，开启高位排气口，排尽内部气体，避免残留气泡；
- 4) 待标准容器充满后，擦除外表面水分，测量并记录水温 t ；
- 5) 称量注水后标准容器质量 m_2 ；
- 6) 按下式计算注入水的质量：

$$m = m_2 - m_1 \dots\dots\dots (C.3)$$

- 7) 将注入水的质量和对应水温下的水密度代入式 (C.1)，计算标准容器在测量温度下的容积，再按式 (C.2) 换算为参考温度下的容积；
- 8) 重复上述操作不少于 6 次，取各次测量结果的算术平均值作为校准结果。

C.4 结果处理

标准容器在参考温度下的平均容积按下式计算：

$$\bar{V}_0 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_{0,i} \dots\dots\dots (C.4)$$

校准结果应至少记录：

- 1) 空容器质量和注水后质量;
- 2) 水温及对应的水密度;
- 3) 各次容积测量结果及平均值;
- 4) 校准使用的电子天平和温度计;
- 5) 测量不确定度及包含因子。

校准结果可表示为:

$$V_0 = \bar{V}_0 \pm U(V), k = 2 \cdots \cdots (C.5)$$

其中, $U(V)$ 为标准容器容积的扩展不确定度。

附录 D

(资料性)

动态 pVTt 气体质量流量校准不确定度计算示例

D.1 示例条件

本示例采用氮气作为校准介质，A 类评定采用测试数据上游压力 0.3 MPa，0.01sccm 流量工况下的 6 次重复校准结果；B 类分量采用校准证书数据。主要参数如下：

重复校准结果：0.0101、0.01012、0.01012、0.01017，0.01014、0.01011sccm；

重复测量次数：n=6，算术平均值为 0.01013sccm；

标准容器容积： $V = 215.77\text{mL}$ ；

有效测量时间： $t = 575.92\text{s}$ ；

标准容器平均温度： $T = 293.15\text{K}$ ；

系统氦气漏率： $2.5 \times 10^{-9}\text{Pa} \times \text{m}^3/\text{s}$ ；

包含因子： $k = 2$ 。

动态 pVTt 法气体质量流量计算模型为：

$$q_m = \frac{MV}{R} \left(\frac{1}{T} \frac{dp}{dt} - \frac{p}{T^2} \frac{dT}{dt} \right) \dots\dots\dots (\text{D.1})$$

式中， M 为气体摩尔质量， R 为通用气体常数。

D.2 各不确定度分量

D.2.1 测量重复性 (A类)

以 6 次独立充气校准结果进行统计评定。算术平均值和实验标准偏差分别为：

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n q_i = 0.01013\text{sccm} \dots\dots\dots (\text{D.2})$$

$$s(q) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (q_i - \bar{q})^2}{n-1}} = 2.53 \times 10^{-5}\text{sccm} \dots\dots\dots (\text{D.3})$$

以算术平均值作为校准结果时，其相对 A 类标准不确定度及自由度为：

$$u_A(q) = \frac{s(q)}{\sqrt{n}\bar{q}} \times 100\% = 0.00112\%, v_A = n-1 = 5 \dots\dots\dots (\text{D.4})$$

D.2.2 标准容器容积 (B类)

标准容器采用高精度液体置换法校准，校准结果为 215.77 mL，容积相对标准不确定度为 0.009870%。该分量来源于容积校准结果，按 B 类评定；其相对标准不确定度为：

$$u(V) = 0.00987\% \dots\dots\dots (\text{D.5})$$

D.2.3 时间测量 (B类)

计时装置不确定度为 0.0001 s，来源于标准流量积算仪的计量技术指标。按均匀分布，采用装置最短测量时间 575.92 s 进行保守评定：

$$u(t) = \frac{0.0001}{\sqrt{3} \times 575.92} \times 100\% = 0.00001\% \dots\dots\dots (\text{D.6})$$

D.2.4 压力测量 (B类)

根据压力传感器校准结果及本例所采用的折算关系：差压计第三方校准证书给出的扩展不确定度为 0.00013 kPa ($k=2$)。按装置 2 kPa 的差压变化量进行折算：

$$u(P) = \frac{U(P)/k}{P} = \frac{0.00013}{2 \times 2} \times 100\% = 0.00325\% \dots\dots\dots (\text{D.7})$$

D.2.5 温度测量（B类）

温度测量扩展不确定度为 0.02 K（ $k=2$ ），来源于温度计校准结果。以 293.15 K 为代表温度：

$$u(T) = \frac{U(T)/k}{T} = \frac{0.02/2}{293.15} \times 100\% = 0.00341\% \quad (\text{D.8})$$

D.2.6 开关阀时间（A类）

开关阀时间差来源于6次重复测量独立响应时间试验。将试验得到的最大平均时间差 0.00943 s 作为误差限值，按均匀分布处理，并采用对应的最短测量时间 720.58 s：

$$u(t_v) = \frac{0.009433}{\sqrt{3} \times 720.58} \times 100\% = 0.00076\% \quad (\text{D.9})$$

D.2.7 系统漏率（B类）

氮质谱检漏试验得到的平均漏率为 $2.5 \times 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。按标准状态压力 $P_N = 101325 \text{ Pa}$ 换算为标准状态体积流量：

$$q_l = 2.5 \times 10^{-9} \times \frac{10^6 \times 60}{101325} \times \sqrt{\frac{4.0026}{28.0134}} = 5.60 \times 10^{-7} \text{ sccm} \quad (\text{D.10})$$

本例按保守方法取泄漏量与装置最小流量之比作为相对标准不确定度：

$$u(l) = \frac{5.60 \times 10^{-7}}{0.005} \times 100\% = 0.01119\% \quad (\text{D.11})$$

D.3 不确定度汇总与结果表示

表 D.1 不确定度汇总

不确定度来源	评定类别	相对标准不确定度/%
测量重复性 $u_A(q)$	A类	0.00112
标准容器容积 $u(V)$	B类	0.00987
时间测量 $u(t)$	B类	0.00001
压力测量 $u(p)$	B类	0.00325
温度测量 $u(T)$	B类	0.00341
开关阀时间 $u(t_v)$	A类	0.00076
系统漏率 $u(l)$	B类	0.01119

各不确定度分量相互独立时，相对合成标准不确定度为：

$$u(q_m) = [u^2(V) + u^2(t) + u^2(p) + u^2(T) + u^2(t_v) + u^2(l)]^{1/2} = 0.0157\% \quad (\text{D.12})$$

取包含因子 $k=2$ ，相对扩展不确定度为：

$$U(q_m) = k \cdot u(q_m) = 0.0314\% \quad (\text{D.13})$$

附 录 E
(资料性)

氮气的压缩系数 Z

表 E.1 氮气的压缩系数表

温度/℃	绝对压力/Pa		
	0	506625	1013250
0	1.0000	0.9977	0.9957
5	1.0000	0.9981	0.9963
10	1.0000	0.9984	0.9968
15	1.0000	0.9988	0.9974
20	1.0000	0.9988	0.9978
25	1.0000	0.9990	0.9982
30	1.0000	0.9993	0.9986
35	1.0000	0.9995	0.9990
40	1.0000	0.9997	0.9993