

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1711—2018

六氟化硫分解物检测仪校准规范

Calibration Specification for Sulfur Hexafluoride Decomposition
Products Detectors

2018-06-25 发布

2018-09-25 实施

国家市场监督管理总局 发布

六氟化硫分解物检测仪校准规范

Calibration Specification for Sulfur

Hexafluoride Decomposition Products Detectors

JJF 1711—2018

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

主要起草单位：中国电力科学研究院

参加起草单位：国网安徽省电力公司电力科学研究院

国网陕西省电力公司电力科学研究院

黑龙江省电力科学研究院

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：

季严松（中国电力科学研究院）

谌永华

参加起草人：

颜湘莲（中国电力科学研究院）

王承玉（中国电力科学研究院）

苏镇西（国网安徽省电力公司电力科学研究院）

杨 韧（国网陕西省电力公司电力科学研究院）

鲁 钢（黑龙江省电力科学研究院）

目 录

引言	(Ⅱ)
1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量特性	(1)
3.1 示值误差	(1)
3.2 重复性	(2)
4 校准条件	(2)
4.1 环境条件	(2)
4.2 校准用计量器具及配套设备	(2)
5 校准项目和校准方法	(3)
5.1 浓度示值误差	(3)
5.2 重复性	(3)
6 校准结果表达	(4)
7 复校时间间隔	(4)
附录 A 六氟化硫分解物检测仪校准记录	(5)
附录 B 证书内页格式	(7)
附录 C 浓度示值误差校准结果的不确定度评定	(8)

引 言

本规范依据 JJF 1071—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》和 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》的要求进行制定。

本规范为首次发布。

六氟化硫分解物检测仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量六氟化硫（SF₆）分解物中二氧化硫（SO₂）、硫化氢（H₂S）、一氧化碳（CO）成分的电化学原理 SF₆ 分解物检测仪的校准，其他检测原理的 SF₆ 分解物检测仪可参照本规范进行校准。

2 概述

SF₆ 分解物检测仪（以下简称仪器）主要用于检测 SF₆ 气体绝缘电气设备中的 SF₆ 气体分解产物，以判断设备的运行状态。

根据仪器的用途不同，分为 A 类仪器和 B 类仪器。A 类仪器主要用于设备潜伏性故障的检测和诊断，B 类仪器主要用于设备故障后的定位。

仪器主要由电化学传感器、电子部件和显示部分组成。由传感器将 SF₆ 气体中的 SO₂、H₂S 和 CO 气体浓度转换成电信号，然后通过电子部件处理，并以浓度值显示出来。仪器结构示意图见图 1。

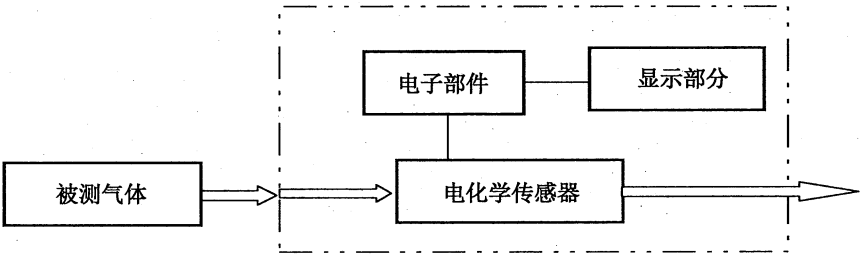


图 1 仪器结构示意图

3 计量特性

3.1 示值误差

仪器的示值误差应满足表 1 的要求。

表 1 仪器的示值误差

仪器类别	气体种类	测量范围 $\mu\text{mol/mol}$	示值误差
A 类	SO ₂	0~10	$\pm 1 \mu\text{mol/mol}$
		10~100	$\pm 10\%$
	H ₂ S	0~10	$\pm 1 \mu\text{mol/mol}$
		10~100	$\pm 10\%$
	CO	0~50	$\pm 5 \mu\text{mol/mol}$
		50~500	$\pm 10\%$

表 1 (续)

仪器类别	气体种类	测量范围 $\mu\text{mol/mol}$	示值误差
B 类	SO ₂	0~10	$\pm 3 \mu\text{mol/mol}$
		10~100	$\pm 30\%$
	H ₂ S	0~10	$\pm 3 \mu\text{mol/mol}$
		10~100	$\pm 30\%$

3.2 重复性

仪器的重复性应满足表 2 的要求。

表 2 仪器的重复性

仪器类别	气体组分	重复性
A 类	SO ₂	2
	H ₂ S	2
	CO	2
B 类	SO ₂	6
	H ₂ S	6

注：以上指标不是用于合格性判别，仅作参考。

4 校准条件

4.1 环境条件

4.1.1 环境温度：(10~30)℃。

4.1.2 相对湿度：(15~85)%。

4.1.3 校准场所应无影响仪器正常工作的电磁场及干扰气体，并保持通风和采取安全措施。

4.2 校准用计量器具及配套设备

4.2.1 气体标准物质

SF₆ 气体中 SO₂、H₂S、CO 的有证标准物质，相对扩展不确定度不大于 2% ($k=2$)。

4.2.2 气体稀释装置：流量的示值误差不超过 $\pm 1\%$ 。气体标准物质经气体稀释装置混合稀释后的标准气体相对扩展不确定度不大于 3% ($k=2$)。

4.2.3 秒表：分度值不大于 0.1 s。

4.2.4 流量计：由两个气体流量计组成，流量范围 (0~1 500) mL/min 或按照仪器说明书要求，准确度级别不低于 4 级。如图 2 所示。

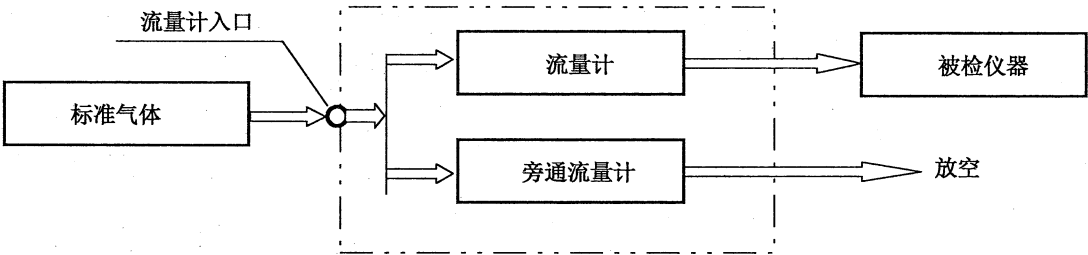


图 2 流量计示意图

4.2.5 零点气体：纯度为 99.999% 的 SF₆ 气体。

4.2.6 减压阀和气体管路：应使用不与标准气体反应且不易吸附的材质，如不锈钢阀和聚四氟乙烯管路。

5 校准项目和校准方法

5.1 浓度示值误差

在正常工作条件下，仪器通电预热稳定后，先通入零点气体调整仪器的零点，采用气体稀释装置按表 3 规定的气体浓度配制 SF₆ 气体中 SO₂、H₂S 和 CO 混合气体，通入仪器，待示值稳定后，读取示值，每种浓度重复测量 3 次，取算术平均值作为仪器示值，按式 (1) 或式 (2) 计算各浓度点的浓度示值误差 ΔC、浓度示值相对误差 δC。

表 3 标准气体浓度参考值

序号	参考值/ (μmol/mol)		
	SO ₂	H ₂ S	CO
1	2	2	10
2	5	5	25
3	8	8	40
4	20	20	100

$$\Delta C = \bar{C} - C_s \tag{1}$$

$$\delta C = \frac{\Delta C}{C_s} \times 100\% \tag{2}$$

式中：

ΔC——浓度示值误差，μmol/mol；

δC——浓度示值相对误差，%；

$\bar{C}$ ——每种浓度 3 次示值的算术平均值，μmol/mol；

C_s——气体标准物质浓度值，μmol/mol。

5.2 重复性

在正常工作条件下，仪器通电预热稳定后，通入零点气体使仪器示值回零，待示值稳定后，采用气体稀释装置配制 SO₂、H₂S 和 CO 浓度分别为 5 μmol/mol、5 μmol/mol 和 25 μmol/mol 的混合气体通入仪器，待读数稳定后记录仪器示值，然后通入零点气体。

重复以上步骤测量 6 次。

按式 (3) 计算仪器的重复性 s_r ：

$$s_r = \frac{1}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (C_i - \bar{C})^2}{6-1}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

C_i ——仪器第 i 次测量的示值， $\mu\text{mol/mol}$ ；

$\bar{C}$ ——仪器示值的算术平均值， $\mu\text{mol/mol}$ 。

6 校准结果表达

校准结果应在校准证书或校准报告上反映，校准证书或报告至少包括以下信息：

- a) 标题，如“校准证书”或“校准报告”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果不在实验室内进行校准）；
- 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) 送校单位的名称和地址；
- 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受日期；
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明；
- i) 对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代码；
- 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) 校准结果及测量不确定度的说明；
- m) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期；
- n) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- o) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书或报告的声明。

7 复校时间间隔

建议不超过 1 年。如果对仪器的检测数据有怀疑或仪器更换主要部件及修理后，应对仪器重新校准。

附录 A

六氟化硫分解物检测仪校准记录

送校单位：_____ 证书编号：_____

仪器名称：_____ 仪器型号：_____ 仪器编号：_____

制造厂商：_____

测量范围：_____

仪器类别（A/B类仪器）：_____

校准环境温度：_____℃ 相对湿度：_____%

校准用气体标准物质及主要设备：_____

校准地点：_____

1. 浓度示值误差

序号	组分	参考值 μmol/mol	仪器示值/（μmol/mol）				浓度示值误差 μmol/mol
			1	2	3	$\overline{C}$	
1	SO ₂						
	H ₂ S						
	CO						
2	SO ₂						
	H ₂ S						
	CO						
3	SO ₂						
	H ₂ S						
	CO						
4	SO ₂						
	H ₂ S						
	CO						

2. 重复性

组分	参考值 μmol/mol	仪器示值/ (μmol/mol)						重复性
		1	2	3	4	5	6	
SO ₂								
H ₂ S								
CO								

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（____类仪器）					
浓度示值 误差	序号	组分	参考值 $\mu\text{mol/mol}$	仪器示值 $\mu\text{mol/mol}$	浓度示值误差 $\mu\text{mol/mol}$	扩展不确定 度， $k=2$ $\mu\text{mol/mol}$
	1	SO ₂				
		H ₂ S				
		CO				
	2	SO ₂				
		H ₂ S				
		CO				
	3	SO ₂				
		H ₂ S				
		CO				
	4	SO ₂				
		H ₂ S				
		CO				
重复性	组分			重复性		
	SO ₂					
	H ₂ S					
	CO					

附录 C

浓度示值误差校准结果的不确定度评定

C.1 校准基本信息

- C.1.1 校准方法：按照本校准规范对仪器进行校准。
- C.1.2 环境条件：符合本校准规范规定的环境条件。
- C.1.3 测量标准：气体标准物质见表 C.1。气体稀释装置：流量的示值误差不超过±1%。气体标准物质经气体稀释装置混合稀释后的标准气体相对扩展不确定度不大于3% ($k=2$)。

表 C.1 气体标准物质

序号	标准物质名称	标准物质编号	浓度范围 mol/mol	相对不确定度/%
1	六氟化硫中二氧化硫气体 标准物质	GBW (E) 061772	$(50\sim100)\times10^{-6}$	2
2	六氟化硫中硫化氢气体 标准物质	GBW (E) 061774	$(50\sim100)\times10^{-6}$	2
3	六氟化硫中一氧化碳气体 标准物质	GBW (E) 061280	$(50\sim1\,000)\times10^{-6}$	2

- C.1.4 被校仪器：六氟化硫分解物检测仪，测量范围： SO_2 ：(0~100) $\mu\text{mol/mol}$ ， H_2S ：(0~100) $\mu\text{mol/mol}$ ， CO ：(0~500) $\mu\text{mol/mol}$ 。
- C.1.5 测量方法：在正常工作条件下，仪器通电预热稳定后，先通入零点气体调整仪器的零点，采用气体稀释装置按表 C.2 规定的气体浓度配制 SF_6 气体中 SO_2 、 H_2S 和 CO 混合气体，通入仪器，待示值稳定后，记录仪器示值，每种浓度重复测量 3 次，3 次示值的算术平均值与通入标准气体浓度值的差值为该仪器的浓度示值误差。

表 C.2 标准气体浓度参考值

序号	参考值/ ($\mu\text{mol/mol}$)		
	SO_2	H_2S	CO
1	2	2	10
2	5	5	25
3	8	8	40
4	20	20.1	100.1

C.2 测量模型

浓度示值误差测量模型：

$$\Delta C = \bar{C} - C_s \quad (\text{C.1})$$

式中：

ΔC ——浓度示值误差， $\mu\text{mol/mol}$ ；

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

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

C.3 不确定度来源

C.3.1 气体标准物质及气体稀释装置引入的不确定度；

C.3.2 环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引入的不确定度。

C.4 输入量的标准不确定度评定

C.4.1 气体标准物质的定值不确定度及气体稀释装置引起的不确定度 $u(C_s)$ 的评定

气体标准物质经气体稀释装置混合稀释后的标准气体相对扩展不确定度不大于 3% ($k=2$)。则气体标准物质的定值不确定度及气体稀释装置引入的不确定度引起的标准不确定度分量为 $\frac{3\%}{2} C_s = 1.5\% C_s$ ，由此可计算出各浓度点的不确定度 $u(C_s)$ ，见表 C.4。

C.4.2 环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引入的不确定度 $u(\bar{C})$

由环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引入的不确定度，可采用 A 类评定。

各校准点重复测量 10 次，分别按式 (C.2) 计算标准偏差，具体测量数据列于表 C.3。

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

因本规范实际校准中，每个校准点重复测量 3 次，取算术平均值作为仪器示值，故各校准点的标准不确定度为：

$$u(\bar{C}) = \frac{s}{\sqrt{3}}$$

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

C.3 各校准点 A 类评定结果

校 准 点	校 准 点	组分	参考值 $\mu\text{mol/mol}$	1 $\mu\text{mol/mol}$	2 $\mu\text{mol/mol}$	3 $\mu\text{mol/mol}$	4 $\mu\text{mol/mol}$	5 $\mu\text{mol/mol}$	6 $\mu\text{mol/mol}$	7 $\mu\text{mol/mol}$	8 $\mu\text{mol/mol}$	9 $\mu\text{mol/mol}$	10 $\mu\text{mol/mol}$	平均值 $\mu\text{mol/mol}$	s	u ($\bar{C}$)
1		SO ₂	2.0	1.8	1.8	1.8	1.8	1.9	1.8	1.8	1.8	1.8	1.9	1.82	0.042	0.024
		H ₂ S	1.9	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.8	1.7	1.7	1.71	0.032	0.018
		CO	9.9	9.6	9.7	9.7	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.7	9.6	9.63	0.048	0.028
2		SO ₂	4.9	4.8	4.8	4.8	4.8	4.8	4.9	4.9	4.8	4.8	4.8	4.82	0.042	0.024
		H ₂ S	5.0	5.1	5.1	5.1	5.1	5.1	5.2	5.1	5.1	5.1	5.1	5.11	0.032	0.018
		CO	25.0	24.7	24.7	24.8	24.8	24.7	24.7	24.7	24.8	24.7	24.7	24.73	0.048	0.028
3		SO ₂	7.9	7.8	7.8	7.8	7.8	7.8	7.8	7.9	7.8	7.8	7.8	7.81	0.032	0.018
		H ₂ S	8.0	7.9	7.9	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	7.98	0.042	0.024
		CO	40.1	39.8	39.8	39.9	39.9	39.8	39.8	39.9	39.8	39.8	39.8	39.83	0.048	0.028
4		SO ₂	20.0	19.5	19.5	19.5	19.5	19.6	19.6	19.5	19.6	19.6	19.6	19.55	0.054	0.031
		H ₂ S	20.1	20.4	20.4	20.4	20.5	20.5	20.4	20.4	20.4	20.5	20.4	20.43	0.048	0.028
		CO	100.1	99.3	99.3	99.4	99.5	99.5	99.6	99.5	99.5	99.5	99.5	99.46	0.097	0.056

C.5 合成标准不确定度

C.5.1 标准不确定度汇总

标准不确定度汇总于表 C.4。

表 C.4 标准不确定度一览表

标准不确定度分量				不确定度来源	标准不确定度值 μmol/mol
校准点 1	$u(C_S)$	SO ₂	2.0 μmol/mol	气体标准物质及稀释引入的不确定度	0.03
		H ₂ S	1.9 μmol/mol		0.029
		CO	9.9 μmol/mol		0.149
	$u(\bar{C})$	SO ₂	2.0 μmol/mol	环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引起的不确定度	0.024
		H ₂ S	1.9 μmol/mol		0.018
		CO	9.9 μmol/mol		0.028
校准点 2	$u(C_S)$	SO ₂	4.9 μmol/mol	气体标准物质及稀释引入的不确定度	0.074
		H ₂ S	5.0 μmol/mol		0.075
		CO	25.0 μmol/mol		0.375
	$u(\bar{C})$	SO ₂	4.9 μmol/mol	环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引起的不确定度	0.024
		H ₂ S	5.0 μmol/mol		0.018
		CO	25.0 μmol/mol		0.028
校准点 3	$u(C_S)$	SO ₂	7.9 μmol/mol	气体标准物质及稀释引入的不确定度	0.119
		H ₂ S	8.0 μmol/mol		0.120
		CO	40.1 μmol/mol		0.602
	$u(\bar{C})$	SO ₂	7.9 μmol/mol	环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引起的不确定度	0.018
		H ₂ S	8.0 μmol/mol		0.024
		CO	40.1 μmol/mol		0.028
校准点 4	$u(C_S)$	SO ₂	20 μmol/mol	气体标准物质及稀释引入的不确定度	0.30
		H ₂ S	20.1 μmol/mol		0.30
		CO	100.1 μmol/mol		1.50
	$u(\bar{C})$	SO ₂	20 μmol/mol	环境条件、人员操作和被校仪器等各种随机因素引起的不确定度	0.031
		H ₂ S	20.1 μmol/mol		0.028
		CO	100.1 μmol/mol		0.056

C.5.2 合成标准不确定度及扩展不确定度计算

由测量模型： $\Delta C = \bar{C} - C_S$ ，灵敏系数： $c(\bar{C}) = \frac{\partial \Delta C}{\partial \bar{C}} = 1$ ； $c(C_S) = \frac{\partial \Delta C}{\partial C_S} = -1$ 。

且不确定度分量 $|c(\overline{C})|u(\overline{C})$ 与 $|c(C_S)|u(C_S)$ 间互不相关，所以合成标准不确定度 $u_c(\Delta C)$ 可按式 (C. 3) 计算：

$$u_c(\Delta C)=\sqrt{c^2(\overline{C})u^2(\overline{C})+c^2(C_S)u^2(C_S)}$$
 (C. 3)

计算校准点 1、2、3、4 的合成标准不确定度见表 C. 5。

按式 (C. 4) 计算扩展不确定度 ($k=2$):

$$U=k \cdot u_c(\Delta C)$$
 (C. 4)

各校准点的不确定度计算结果见表 C. 5。

表 C. 5 合成标准不确定度及扩展不确定度一览表

校准点	组分	参考值 μmol/mol	合成标准不确定度 $u_c(\Delta C)$ μmol/mol	扩展不确定度 $U(\Delta C)$ μmol/mol
1	SO ₂	2.0	0.04	0.08
	H ₂ S	1.9	0.03	0.07
	CO	9.9	0.15	0.30
2	SO ₂	4.9	0.08	0.16
	H ₂ S	5.0	0.08	0.15
	CO	25.0	0.38	0.75
3	SO ₂	7.9	0.12	0.24
	H ₂ S	8.0	0.12	0.24
	CO	40.1	0.60	1.21
4	SO ₂	20	0.30	0.60
	H ₂ S	20.1	0.30	0.60
	CO	100.1	1.5	3.0