陕 西 省 地 方 计 量 技 术 规 范

JJF（陕）XXX－2021

发电厂发电机置换气分析仪校准规范

Calibration Specification for power plan Generator Displacement gas analyzer

（报批稿）

2021－XX－XX 发布　　2021－XX－XX 实施

陕 西 省 市 场 监 督 管 理 局 发布

发电厂发电机置换气分析仪校准规范

Calibration Specification for power plan Generator Displacement gas analyzer

JJF(陕)XXX－2021

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：河南省日立信股份有限公司

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：

孙喜荣（陕西省计量科学研究院）

董红斌（陕西省计量科学研究院）

吉雪梅（陕西省计量科学研究院）

参加起草人：

秦　玮（陕西省计量科学研究院）

田　敏（陕西省计量科学研究院）

赵　璞（陕西省计量科学研究院）

刘力溥（河南省日立信股份有限公司）

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.....（2）
4.3　响应时间.....（2）
4.4　漂移.....（2）
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.....（3）
6.1　外观与通电检查.....（3）
6.2　示值误差.....（3）
6.3　重复性.....（3）
6.4　响应时间.....（4）
6.5　漂移.....（4）
7　校准结果表达.....（4）
8　复校时间间隔.....（5）
附录 A　发电厂发电机置换气分析仪校准原始记录 (参考).....（6）
附录 B　校准证书内容及内页格式.....（8）
附录 C　发电厂发电机置换气分析仪测量结果不确定度评定.....（9）

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》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》等基础性系列规范文件进行制定。

本规范为首次发布。

发电厂发电机置换气分析仪校准规范

1　范围

本规范适用于发电厂发电机置换气分析仪（包括便携式和在线式）的校准。

2　引用文件

JJG663-90　热导式氢分析器

DL/T 1462-2015　发电厂在线氢气系统仪表检测规程

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

发电机置换气分析仪（以下简称“分析仪”）主要用于监测发电机运行和气体置换时，发电机系统里空气中二氧化碳、二氧化碳中氢气和空气中氢气的浓度。

分析仪采用热导传感器原理，主要由传感单元、电子部件和显示单元等部分组成，其工作原理如图 1。分析仪采样方式有正压式和吸入式。

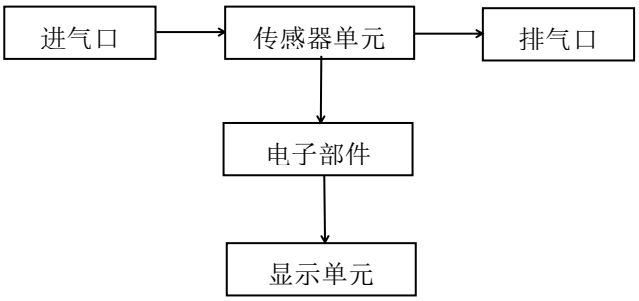


图 1 分析仪工作原理图

4　计量特性

4.1　示值误差

示值误差不超过表 1 的规定。

表 1 示值误差

测量模式	测量范围	示值误差
空气中二氧化碳	（0~100）%mol/mol	±2%mol/mol
二氧化碳中氢气	（0~100）%mol/mol	±2%mol/mol
空气中氢气	（90~100）%mol/mol	±0.2%mol/mol

4.2　重复性

重复性不大于 1%。

4.3　响应时间

响应时间不大于 60s。

4.4　漂移

分析仪的漂移包括零点漂移和量程漂移，不超过表 2 的规定。

表 2 零点漂移和量程漂移

测量模式	测量范围	零点漂移	量程漂移
空气中二氧化碳	（0~100）%mol/mol	±2%FS	±2%FS
二氧化碳中氢气	（0~100）%mol/mol	±2%FS	±2%FS
空气中氢气	（90~100）%mol/mol	±2%FS	±2%FS

注：以上计量特性要求不用于合格性判别，仅供参考。

5　校准条件

5.1　环境条件

5.1.1　环境温度：（10~30）℃；相对湿度：≤85%。

5.1.2　实验室应无影响分析仪正常工作的电磁场及干扰气体，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

采用浓度约为 15%mol/mol、95%mol/mol、99%mol/mol 空气中二氧化碳，浓度约为 15%mol/mol、95%mol/mol、99%mol/mol 二氧化碳中氢气以及浓度约为 92%mol/mol、95%mol/mol、98%mol/mol 空气中氢气等有证气体标准物质，气体标准物质的扩展不确定度不大于 2%（k=2）。

也可采用气体稀释装置对有证标准物质高纯氢（氢气纯度不低于 99.999%）、高纯二氧化碳（二氧化碳纯度不低于 99.99%）和合成空气（氧气含量 19.9%~21.9%，余气为氮气）进行配比稀释，配制所需浓度标准气体。气体稀释装置的流量示值误差不超过±1%。

5.2.2　零点气体：高纯氢、高纯二氧化碳和合成空气。

5.2.3　秒表：分度值不大于 0.1s。

5.2.4　流量控制器：由两个气体流量计组成，流量范围（0~1000）mL/min，准确度等级不低于 4 级。如图 2 所示。

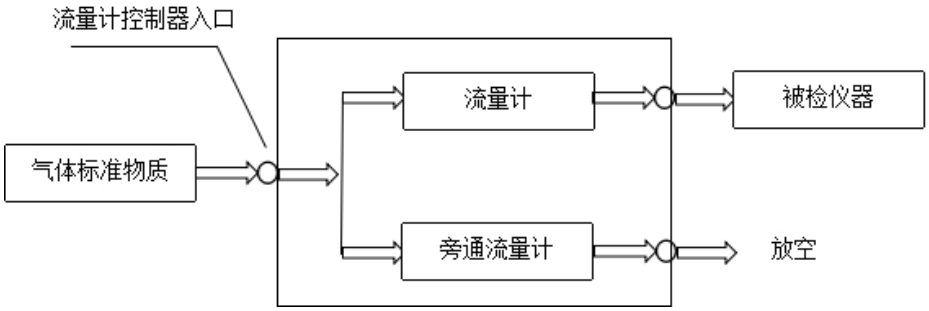


图 2 流量控制器

注：允许使用满足要求的其他测量标准器具。

6 校准项目和校准方法

6.1 外观与通电检查

6.1.1 分析仪不应有影响其正常工作的外观损伤。

6.1.2 分析仪通电后，应能正常工作，显示部分应清晰、完整。

6.2 示值误差

按照使用说明书要求对分析仪通电预热，待仪器稳定后，在对应的测量模式下，对分析仪进行零点和示值的调整。并按下列要求对分析仪进行示值误差校准。

1）空气中二氧化碳测量模式下，分别通入浓度约为 15%mol/mol、95%mol/mol、99%mol/mol 空气中二氧化碳标准气体。

2）二氧化碳中氢气测量模式下，分别通入浓度约为 15%mol/mol、95%mol/mol、99%mol/mol 二氧化碳中氢气标准气体。

3）空气中氢气测量模式下，分别通入浓度约为 92%mol/mol、95%mol/mol、98%mol/mol 空气中氢气标准气体。

对应测量模式下，每种浓度重复测量 3 次，记录仪器稳定示值。按式（1）计算各浓度点的示值误差 ΔC 。

$$\Delta C = \overline{C} - C_s \qquad (1)$$

式中：$\overline{C}$——每种浓度 3 次示值的算术平均值，%mol/mol；

C_s——标准气体浓度值，%mol/mol。

6.3 重复性

在对应的测量模式下，分别通入浓度约为 95%mol/mol 空气中二氧化碳、95%mol/mol 二氧化碳中氢气、95%mol/mol 空气中氢气标准气体，待示值稳定后，记录分析仪示值。重复测量 6 次。按式（2）计算分析仪重复性 s_r 。

$$s_{\mathrm{r}}=\frac{1}{\overline{C}}\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{6}\left(C_i-\overline{C}\right)}{5}}\times 100\% \qquad (2)$$

式中：C_i——分析仪第i次测量的示值，%mol/mol；

$\overline{C}$——分析仪 6 次测量的算术平均值，%mol/mol。

6.4　响应时间

在对应的测量模式下，分别通入浓度约为 95%mol/mol 空气中二氧化碳、95%mol/mol 二氧化碳中氢气、95%mol/mol 空气中氢气标准气体，待示值稳定后，读取稳定值。撤去标准气体，待分析仪回零后，再通入上述浓度的标准气体，同时启动秒表，待分析仪显示值到达稳定示值的 90%时停止计时，记录秒表读数，重复测量 3 次，取 3 次秒表读数的算术平均值作为分析仪的响应时间。

6.5　漂移

分析仪通电预热后，记录分析仪零点示值Z_0。在对应的测量模式下，分别通入浓度约为 95%mol/mol 空气中二氧化碳、95%mol/mol 二氧化碳中氢气、95%mol/mol 空气中氢气标准气体，读取分析仪稳定示值S_0。对便携式分析仪连续运行 1h，每间隔 15min 通入零点气体读取分析仪稳定示值Z_i，再通入上述标准气体读取分析仪稳定示值S_i；对在线式分析仪连续运行 4h，每间隔 1h 通入零点气体读取分析仪稳定示值Z_i，再通入上述标准气体读取分析仪稳定示值S_i。按式（3）计算零点漂移，取绝对值最大的ΔZ_i，为分析仪的零点漂移。

$$\Delta Z_i=\frac{Z_i-Z_0}{R}\times 100\% \qquad (3)$$

按式（4）计算量程漂移，取绝对值最大的ΔS_i作为分析仪的量程漂移。

$$\Delta S_i=\frac{\left(S_i-Z_i\right)-\left(S_0-Z_0\right)}{R}\times 100\% \qquad (4)$$

7　校准结果表达

经校准的分析仪发给校准证书，校准结果应在校准证书上反映。校准证书内容及内页格式（参考）见附录 B。

8　复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过 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

发电厂发电机置换气分析仪校准原始记录(参考)

第　　页 共　　页

委托方：_____证书编号：_____

仪器名称：_____仪器型号：_____唯一性识别号：_____

出厂编号：_____制造厂：_____

校准依据：_____温度：_____℃ 湿度：_____%RH

主标准器信息：名称 _____测量范围 _____有效期_____

不确定度_____证书编号_____

校准地点：_____

1. 示值误差

测量模式：CO_2/Air				量程：	
标准气体浓度(%mol/mol)	示值(%mol/mol)			平均值(%mol/mol)	示值误差(%mol/mol)
	1	2	3		
测量模式：H_2/CO				量程：	
标准气体浓度(%mol/mol)	示值(%mol/mol)			平均值(%mol/mol)	示值误差(%mol/mol)
	1	2	3		
测量模式　H_2/Air				量程：	
标准气体浓度(%mol/mol)	示值(%mol/mol)			平均值(%mol/mol)	示值误差(%mol/mol)
	1	2	3		

2. 重复性

测量模式	示值（%）						重复性（%）
	1	2	3	4	5	6	
CO_2/Air							
H_2/CO_2							
H_2/Air							

3. 响应时间

测量模式	响应时间（s）			平均值（s）
	1	2	3	
CO_2/Air				
H_2/CO_2				
H_2/Air				

4. 漂移

测量模式	时间							零点漂移	量程漂移
CO_2/Air	零点								
	示值								
H_2/CO_2	零点								
	示值								
H_2/Air	零点								
	示值								

示值误差的不确定度：

校准：_____ 核验：_____校准日期：_____年_____月_____日

附录 B

校准证书内容及内页格式

B.1　校准证书应至少包括以下信息：

a）标题：“校准证书”；

b）实验室的名称和地址；

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）送校单位的名称；

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和应用有关时，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）校准结果仅对校准对象有效的声明；

p）未经校准实验室书面批准，不得部分复制校准证书的声明。

B.2　校准证书内容及内页格式（参考）

证书编号：XXXX-XXXX

校准结果

CO_2/Air：

标准值(%mol/mol)			
示值(%mol/mol)			
示值误差(%mol/mol)			
示值误差的不确定度			
重复性（%）			
响应时间（s）			

H_2/CO_2：

标准值(%mol/mol)			
示值(%mol/mol)			
示值误差(%mol/mol)			
示值误差的不确定度			
重复性（%）			
响应时间（s）			

H_2/Air：

标准值(%mol/mol)			
示值(%mol/mol)			
示值误差(%mol/mol)			
示值误差的不确定度			
重复性（%）			
响应时间（s）			

附录C

发电厂发电机置换气分析仪测量结果不确定度评定
示值误差不确定度评定示例

1. 概述

1.1 测量依据

《发电厂发电机置换气分析仪校准规范》（报审稿）

1.2 测量环境条件

温度：20℃；相对湿度：21%；通风良好，无干扰被测气体。

1.3 测量标准

测量标准：a、高纯气体（高纯氢纯度≥99.999%和高纯二氧化碳纯度≥99.99%）

b、稀释装置（型号：SONIMIX 2106-128，生产厂：瑞士 LNI 公司）。

1.4 被测对象

发电机置换气分析仪（以二氧化碳中氢气测量模式为例）：(0~100)%mol/mol；型号 RA-301HP ；出厂编号：R10070082；分辨率 0.01%mol/mol；生产厂家：河南省日立信股份有限责任公司。

1.5 测量方法

分析仪预热稳定后，按照使用说明书，分别通入流量为 500ml/min 的零点气体(二氧化碳)和 98.0%mol/mol 标准气体(二氧化碳中氢气)，调整分析仪零点和示值。

调整分析仪后，分别通入浓度为 15.0%mol/mol、95.0%mol/mol、99.0%mol/mol 的二氧化碳中氢气标准气体，记录分析仪稳定示值。每点重复测量 10 次，计算 10 次算术平均值和示值绝对误差。

2. 测量模型

建立模型

$$\Delta C = \overline{C} - C_S \qquad (1)$$

式中：ΔC——分析仪示值绝对误差（%mol/mol）；

$\overline{C}$ ——分析仪示值的算术平均值（%mol/mol）；

C_S——通入分析仪的气体标准物质的浓度值（%mol/mol）；

3. 不确定度来源

影响测量示值的不确定度因素有：

（1）重复性测量引入的测量不确定度$u_1(\overline{C})$；

（2）分析仪分辨力引入的不确定度$u_2(\overline{C})$；

（3）高纯气体纯度引入的不确定度$u_3(C_S)$；

（4）气体稀释装置稀释误差引入的不确定度$u_4(C_S)$。

4. 标准不确定度的评定

4.1 重复性测量引入的测量不确定度$u_1(\overline{C})$

通入浓度为15.0%mol/mol、95.0%mol/mol、99.0%mol/mol的二氧化碳中氢气标准气体，各测量点重复测量10次，测量数据如表1所示。

表1 各测量点测量数据

C_S	C_i (%mol/mol)									
(%mol/mol)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
15.0	15.23	15.38	15.33	15.42	15.48	15.44	15.52	15.34	15.44	15.42
95.0	95.23	95.22	95.12	95.26	95.26	95.16	95.14	95.20	95.23	95.15
99.0	99.05	99.06	99.12	99.02	99.06	99.12	99.15	99.13	99.05	99.08

根据式（3）（4）分别计算实验标准偏差s及标准不确定度$u_1(\overline{C})$：

$$s=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n=10}\left(C_i-\overline{C}\right)}{n-1}} \tag{3}$$

实际工作中示值误差测量3次，所以 $u_1\left(\overline{C}\right)=\frac{s}{\sqrt{3}}$ （4）

表2 各测量点的实验标准偏差s与标准不确定度$u_1(\overline{C})$

C_S (%mol/mol)	s (%mol/mol)	$u_1(\overline{C})$ (%mol/mol)
15.0	0.083	0.048
95.0	0.051	0.029
99.0	0.043	0.025

4.2 分析仪分辨力引入的不确定度$u_2(\overline{C})$

分析仪分辨力为0.01%mol/mol，服从均匀分布，$k=\sqrt{3}$，故其引入的不确定度为

$$u_2(\overline{C}) = \frac{0.01}{2\sqrt{3}} = 0.0029\,(\%\text{mol/mol})$$

分析仪的分辨力引入的不确定度小于重复性引入的不确定度，所以分辨力引入的不确定度可忽略不计。

4.3　气体标准物质的定值不确定度$u_3(C_S)$

经检验的高纯气杂质均要求小于10×10^{-6}V/V，杂质含量占高纯气体的万分之一，此分量影响非常小，可忽略不计。

4.4　稀释装置的稀释误差引入的不确定度$u_4(C_S)$

稀释装置证书给出的稀释比误差ΔR：0.045%（稀释比约为0.15）；0.020%（稀释比约为0.95）；0.0037%（稀释比约为0.99）。

稀释装置的稀释比误差为均匀分布，则稀释装置引入的标准不确定度按式（5）计算：

$$u_4(\mathrm{C_S}) = \frac{\Delta R \times C_S}{\sqrt{3}} \qquad (5)$$

表3　各测量点稀释装置引入的标准不确定度

C_S(%mol/mol)	ΔR（%）	$u_4(C_S)$(%mol/mol)
15.0	0.045	0.0039
95.0	0.020	0.014
99.0	0.0037	0.0021

5.　合成标准不确定度的评定

5.1　标准不确定度汇总

表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		灵敏度系数
		C_S(%mol/mol)	标准不确定度值(%mol/mol)	
$u_1(\overline{C})$	分析仪示值重复性与分析仪分辨力引入的不确定度中较大者	15.0	0.048	1
		95.0	0.029	
		99.0	0.025	
$u_4(C_S)$	稀释装置的稀释误差引入的不确定度	15.0	0.0039	-1
		95.0	0.014	
		99.0	0.0021	

5.2　合成标准不确定度计算

由测量模型：$\Delta C = \overline{C} - C_s$，且不确定度分量间互不相关，所以合成标准不确定度$u_c$按式（6）计算：

$$u_c = \sqrt{u_1^2(\overline{C}) + u_4^2(C_S)} \tag{6}$$

表 5　各测量点合成标准不确定度

C_S (%mol/mol)	u_c (%mol/mol)
15.0	0.048
95.0	0.032
99.0	0.025

6.　扩展不确定度计算

取包含因子$k = 2$，则各测量点示值绝对误差的扩展不确定度按式（7）计算：

$$U = k \times u_c \tag{7}$$

表 6　各测量点合成标准不确定度

C_S (%mol/mol)	U (%mol/mol)
15.0	0.10
95.0	0.07
99.0	0.05