

JJF

# 中华人民共和国国家计量技术规范

JJF ××××—××××

## 输变电设备在线监测装置校准规范 变压器油中溶解气体在线监测装置

Calibration Specification for On-line Monitoring Device

On-line Monitoring Device of Gases Dissolved in Transformer Oil

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

××××—××—××发布

××××—××—××实施

国家市场监督管理总局发布

# 输变电设备在线监测装置校准规范

## 变压器油中溶解气体在线监测 装置

JJF XXXX-XX

Calibration Specification for On-Line  
Monitoring Device

On-Line Monitoring Device of Gases Dissolved in Transformer oil

---

归口单位：全国电磁计量技术委员会高压计量分技术委员会

主要起草单位： 国网湖北省电力有限公司电力科学研究院

参加起草单位： 国家高电压计量站

国网浙江省电力有限公司电力科学研究院

华北电力科学研究院有限责任公司

特变电工沈阳变压器集团有限公司

国网电力科学研究院武汉南瑞有限责任公司

国网青海省电力有限公司电力科学研究院

本规范委托全国电磁计量技术委员会高压计量分技术委员会负责解释。

本规范主要起草人：

何清（国网湖北省电力有限公司电力科学研究院）

参加起草人：

金 淼（国家高电压计量站）

明菊兰（国网浙江省电力有限公司电力科学研究院）

李志成（华北电力科学研究院有限责任公司）

刘 丰（特变电工沈阳变压器集团有限公司）

孟 刚（国网电力科学研究院武汉南瑞有限责任公司）

周尚虎（国网青海省电力有限公司电力科学研究院）

# 目 录

引言.....	II
1. 范围.....	1
2. 引用文件.....	1
3. 术语和计量单位.....	1
4. 概述.....	3
5. 计量特性.....	4
5.1. 测量误差.....	4
5.2. 最小检测浓度.....	5
5.3. 测量重复性.....	5
5.4. 最小检测周期.....	5
5.5. 响应时间.....	6
6. 校准条件.....	6
6.1. 环境条件.....	6
6.2. 测量标准及其他设备.....	6
7. 校准项目和校准方法.....	8
7.1. 校准项目.....	8
7.2. 校准方法.....	9
8. 校准结果表达.....	13
9. 复校时间间隔.....	13
附录 A 测量误差不确定度的评定示例.....	15
附录 B 校准原始记录格式.....	20
附录 C 校准证书内页格式.....	23
附录 D 变压器油中溶解气体在线监测装置结构（资料性附录）.....	26
附录 E 校准用工作标准油的配制（资料性附录）.....	28
附录 F 变压器油中溶解气体在线监测装置现场校准流程（规范性附录）.....	32

# 引言

本规范依据国家计量技术规范 JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、JJF1001-2011《通用计量术语及定义》编制。

本规范是首次制定的国家计量校准规范。

# 输变电设备在线监测装置校准规范

## 变压器油中溶解气体在线监测装置

### 1. 范围

本规范适用于油浸式高压电气设备用变压器油中溶解气体在线监测装置的实验室校准和现场校准。

油浸式高压电气设备主要包含变压器、电抗器、油绝缘真空有载分接开关等，油浸式互感器、套管配置的变压器油中溶解气体在线监测装置可参照本规范执行。

### 2. 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 700 气相色谱仪

JJF 1344-2012 气体标准物质研制（生产）通用技术要求

GB 2536 电工流体 变压器和开关用的未使用过的矿物绝缘油

GB/T 7597 电力用油(变压器油、汽轮机油)取样方法

GB/T 17623 绝缘油中溶解气体组分含量的气相色谱测定法

DL/T 722-2014 变压器油中溶解气体分析和判断导则

DL/T 1498.2-2016 变电设备在线监测装置技术规范 第 2 部分：变压器油中溶解气体在线监测装置

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

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

变压器油中溶解气体 gas dissolved in transformer oil

油浸式高压电气设备内，各类材料在热、电、氧气、水等作用下降解、劣化产生的溶于绝缘油中的各类气体。

#### 3.2

特征气体 characteristic gases

对判断充油电气设备内部缺陷、故障有价值的气体，即氢气（H<sub>2</sub>）、甲烷（CH<sub>4</sub>）、乙烷（C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>）、乙烯（C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>）、乙炔（C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>）、一氧化碳（CO）、二氧化碳（CO<sub>2</sub>）。

[来源：DL/T 722-2014 ， 3.1有修改]

### 3.3

变压器油中溶解气体在线监测装置 on-line monitoring device of gases dissolved in transformer oil

安装在油浸式电气设备本体上或附近，可对变压器油中溶解气体组分含量进行连续或周期性自动监测的装置。一般由油样采集与油气分离、气体检测、数据采集与控制、通信与辅助等部分组分。

[来源：DL/T 1498.2-2016 ， 3.1]

### 3.4

标油 reference oil

用标准物质配制得到、用于在线监测装置校准用的已知气体组分浓度或含量的绝缘油样品。

### 3.5

油中溶解气体检测方法 detection method of gases dissolved in transformer oil

对油中溶解气体进行定性和定量检测分析的技术和方法。

### 3.6

响应时间 response time

当油中溶解气体浓度发生变化时，在线监测装置全组分检测值达到稳定值90%所需要的检测时间。

### 3.7

油气分离 gas- oil separation

将溶解于油中的气体脱离出来的过程。

[来源：DL/T 1498.2-2016 ， 3.5]

### 3.8

总烃 total hydrocarbon

CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>和C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>四种烃类特征气体含量的总和。

[来源：DL/T 722-2014 ， 3.2]

### 3.9

气体标准物质 gas reference material

以混合气体、纯气或高纯气形式存在和使用的标准物质。

注：气体标准物质有时俗称标准气体。

[来源：JJF 1344-2012 ， 3.1]

## 4. 概述

变压器油中溶解气体在线监测装置（以下简称“在线监测装置”）是安装在充油电气设备本体上或附近，可对变压器油中溶解气体组分含量进行连续或周期性自动检测的装置。一般由油样采集与油气分离、气体检测、数据采集与控制、通信与辅助等部分组成。

在线监测装置根据所检测气体种类多少分为多组分和少组分两种在线监测装置。少组分在线监测装置是指变压器油中溶解气体组分的监测量少于7种的装置。监测量为特征气体中的一种或多种，但应至少包括氢气（ $H_2$ ）或者乙炔（ $C_2H_2$ ）。多组分在线监测装置是指对变压器油中溶解气体组分的监测量为7种及以上的装置。监测量应包括氢气（ $H_2$ ）、甲烷（ $CH_4$ ）、乙烷（ $C_2H_6$ ）、乙烯（ $C_2H_4$ ）、乙炔（ $C_2H_2$ ）、一氧化碳（ $CO$ ）和二氧化碳（ $CO_2$ ）在内的7种特征气体。氧气、氮气和微水为可选监测量。

图1给出在线监测装置工作框图。

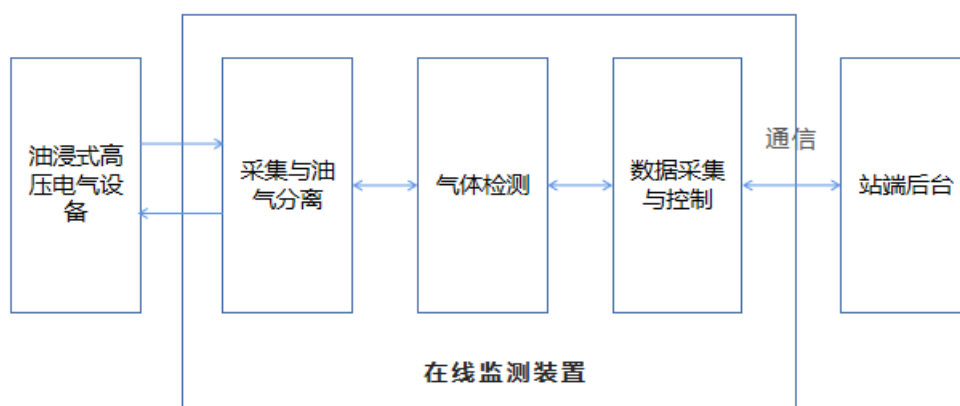


图1 在线监测装置工作框图



## 5. 计量特性

## 5.1. 测量误差

在线监测装置气体组分的测量范围和测量误差一般不超过表1和表2。

表1 多组分在线监测装置测量误差要求

检测参量	测量范围 $\mu\text{L/L}$	测量误差限值		
		A级	B级	C级
氢气 ( $\text{H}_2$ )	$2\sim 20^a$	$\pm 2\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$	$\pm 3\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$	$\pm 4\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$
	$20\sim 2000$	$\pm 30\%$	$\pm 35\%$	$\pm 40\%$
乙炔 <sup>b</sup> ( $\text{C}_2\text{H}_2$ )	$0.2\sim 5^a$	$\pm 0.2\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$	$\pm 1\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$	$\pm 1.5\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$
	$0.5\sim 5^a$	$\pm 0.5\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$		
	$5\sim 10^a$	$\pm 30\%$	$\pm 35\%$	$\pm 40\%$
	$10\sim 200$	$\pm 20\%$	$\pm 30\%$	$\pm 40\%$
甲烷 ( $\text{CH}_4$ ) 乙烯 ( $\text{C}_2\text{H}_4$ ) 乙烷 ( $\text{C}_2\text{H}_6$ )	$0.5\sim 10^a$	$\pm 0.5\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$	$\pm 1\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$	$\pm 2\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$
	$10\sim 600$	$\pm 30\%$	$\pm 35\%$	$\pm 40\%$
一氧化碳 ( $\text{CO}$ )	$25\sim 100^a$	$\pm 25\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$	$\pm 30\mu\text{L/L}$	$\pm 40\mu\text{L/L}$
	$100\sim 3000$	$\pm 30\%$	$\pm 35\%$	$\pm 40\%$
二氧化碳 ( $\text{CO}_2$ )	$25\sim 100^a$	$\pm 25\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$	$\pm 30\mu\text{L/L}$	$\pm 40\mu\text{L/L}$
	$100\sim 15000$	$\pm 30\%$	$\pm 35\%$	$\pm 40\%$

注：1、<sup>a</sup>在各气体组分的低浓度范围内，测量误差限值取两者较大值。

2、<sup>b</sup>应注明厂家说明书中给出的乙炔的最小检测浓度。

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

表2 少组分在线监测装置测量误差要求

检测参量	检测范围 $\mu\text{L/L}$	测量误差限值	测量误差限值	测量误差限值
		A级	B级	C级
氢气 ( $\text{H}_2$ )	$5\sim 50^a$	$\pm 5\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$	$\pm 10\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$	$\pm 15\mu\text{L/L}$ 或 $\pm 30\%$
	$50\sim 2000$	$\pm 30\%$	$\pm 35\%$	$\pm 40\%$

乙炔 (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> )	0.5~5 <sup>a</sup>	±0.5μL/L 或±30%	±1μL/L 或±30%	±1.5μL/L 或±30%
	5~10	±30%	±35%	±40%
	10~200	±20%	±30%	±40%
一氧化碳 (CO)	25~100 <sup>a</sup>	±25μL/L 或±30%	±30μL/L	±40μL/L
	100~3000	±30%	±35%	±40%
复合气体 (H <sub>2</sub> , CO, C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> )	5~50 <sup>a</sup>	±5μL/L 或±30%	±10μL/L 或±30%	±15μL/L 或±30%
	50~2000	±30%	±35%	±40%
注： <sup>a</sup> 在各气体组分的低浓度范围内，测量误差限值取两者较大值。				

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

## 5.2. 最小检测浓度

在线监测装置所能检测到的变压器油中溶解气体组分的最小浓度，一般不超过表3。

表3 油中溶解气体组分最小检测浓度要求

气体组分	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> <sup>b</sup>		CO	CO <sub>2</sub>
最小检测浓度(μL/L)	≤2	≤0.5	≤0.5	≤0.5	≤0.2	≤0.5	≤25	≤50
注： <sup>b</sup> 应注明厂家说明书中给出的乙炔的最小检测浓度。								

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

## 5.3. 测量重复性

定性重复性不超过1%；

定量重复性不超过3%（A级），不超过5%（B级）。

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

## 5.4. 最小检测周期

最小检测周期一般不宜超过表4。

表4 最小检测周期要求

多组分在线监测装置	少组分在线监测装置
≤2 小时	≤12 小时

**注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。**

### 5.5. 响应时间

采用非膜脱气原理的装置响应时间一般不超过 2 小时，采用膜脱气原理的装置响应时间一般不超过 4 小时。

**注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。**

## 6. 校准条件

### 6.1. 环境条件

校准环境应满足以下要求：

(a) 环境温度

室内：+15℃~+35℃；室外：-20℃~+40℃。

(b) 相对湿度

室内：25%RH~75%RH；室外：无雨，湿度不大于 85%RH。

(c) 大气压力

75kPa~106kPa。

(d) 供电电源

电源电压、频率及功率应符合在线监测装置说明书要求。

(e) 周围无影响装置正常工作的电磁干扰和机械振动，并具有良好的接地。

(f) 周围无腐蚀性、易燃、易爆以及与油中溶解气体相似的气体。

(g) 装置安装要求

装置应平衡而牢固地安置于实验室或现场工作区域内，接地良好。与装置相连的管路均应使用不与变压器油发生反应的不锈钢、紫铜或耐油高分子聚合管路。需要配置载气的装置，应保证气路密封性良好。装置安装好后不得出现漏气或渗漏油现象。

### 6.2. 测量标准器及其他设备

测量用标准设备应经计量检定合格或校准，并在有效期内。标准设备的测量范围应覆盖被校装置的测量范围，并具有足够高的分辨力、准确度和稳定性。校准使用的气体标准

物质应采用由国家计量行政部门批准颁布的有证标准物质，具有组分含量、检测合格证并在有效使用期内。根据所采用的校准方法，选择以下可以满足校准要求的测量设备。

#### 6.2.1. 气相色谱仪、脱气装置及其附件

校准用气相色谱系统应符合 JJG 700 和 GB/T 17623 中仪器设备的配置要求，性能指标一般不超过表 5。

**表 5 气相色谱仪性能要求**

序号	检定项目性能指标	计量性能要求	
		TCD	FID
1.	载气流速稳定性(10min)	≤1%	—
2.	柱箱温度稳定性(10min)	≤0.5%	
3.	基线噪声	≤0.1mV	≤1pA
4.	基线漂移(30min)	≤0.2 mV	≤10pA
5.	灵敏度	≥2000mV·mL/mg	—
6.	检测限	—	≤0.5×10 <sup>-11</sup> g/s
7.	定性重复性	≤1%	
8.	定量重复性	≤3%	
9.	分离度	烃类气体组分之间的分离度不应小于 1.0，其它气体组分之间的分离度不应小于 1.5	

#### 6.2.2. 变压器空白油

用于配制标油的空白油应满足 GB 2536 标准要求，油中溶解气体各组分含量一般不超过表 6。

**表 6 空白油中溶解气体含量**

单位：μL/L

组份名称	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	CO	CO <sub>2</sub>
含量	<0.5	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<5	<10

#### 6.2.3. 气体标准物质

应包含氢气 (H<sub>2</sub>)、甲烷 (CH<sub>4</sub>)、乙烷 (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)、乙烯 (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)、乙炔 (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)、一氧化碳 (CO)、二氧化碳 (CO<sub>2</sub>) 7 种气体成分，通常将氮气作为底气。应使用二级及以上标准物质。

#### 6.2.4. 其它气体

6.2.4.1 对于配置载气的在线监测装置，其载气钢瓶纯度应满足装置使用说明书要求，载气不得含有影响装置正常工作的物质；使用气体发生器的在线监测装置，其气体发生器产生的气体浓度不应影响装置最小检测浓度的准确性。

6.2.4.2 实验室气相色谱仪用气体（气体钢瓶或气体发生器）应满足以下要求：

- a) 氮气（或氩气）：纯度不低于99.99%；
- b) 氢气：纯度不低于99.99%；
- c) 空气：纯净无油。

#### 6.2.5. 标油配制装置

标油配制装置指利用分配定律，采用气体标准物质配制指定气体浓度标油的装置。通常由气瓶柜、配油室、工作站等构成。标油配制装置应能实现根据目标浓度和目标体积自动完成标油配制以及标油自动导出等功能。标准配置装置应具有压力调节装置、自动进排油接口、手动取油口、标气进气接口等。

#### 6.2.6. 储油罐

储油罐是用于临时性存储标油、独立于配油装置内配油室的容器。储油罐应选择不与变压器油发生反应的材料制成。配置进排油、手动取油等接口，具有压力控制、排气、清洗油罐等功能。

#### 6.2.7. 气路、油路系统的管材

应使用不与变压器油发生反应的材料，如不含催化元素的不锈钢管、紫铜或壁厚不小于1mm的耐油高分子聚合管作为连接管路。

#### 6.2.8. 温度计、大气压力表

应使用符合下列要求，校检合格在有效期内的温度计和大气压力表。

- a) 温度计的测量范围为-25℃~50℃，最大允许误差 $\pm 0.1$ ℃；
- b) 大气压力表测量范围为70kPa~110kPa，最大允许误差 $\pm 0.2$  kPa。

### 7. 校准项目和校准方法

#### 7.1. 校准项目

在线监测装置校准分为实验室校准与现场校准两大类。装置的通用校准项目见总则要求，专项校准项目见表7。

表7 在线监测装置校准项目一览表

序号	项目名称	计量特性的条款	校准方法的条款	实验室校准	现场首次校准	现场定期校准
1.	测量误差	5.1	7.2.2	●	●	●
2.	最小检测浓度	5.2	7.2.3	●	●	●
3.	测量重复性	5.3	7.2.4	●	●	●
4.	最小检测周期	5.4	7.2.5	●	●	●

5.	响应时间	5.5	7.2.6	●	●	○
注：●表示规定必须做的项目；○表示规定可不做的项目；*表示根据客户要求做。						

## 7.2. 校准方法

### 7.2.1. 校准前准备

校准前的准备按以下要求进行：

#### a) 外观检查

装置的名称、型号、制造厂名或商标、出厂编号、额定输入电压和频率、端钮标志等信息应齐全；端钮、开关、按键和调节旋钮应无松动、损伤、脱落；各种功能标志应齐全正确。取回油管路应无渗漏。

#### b) 工作正常性检查

通电后开关、按键、调节旋钮、显示、测量仪表和各种状态指示灯（标志）应工作正常。

### 7.2.2. 测量误差

测量误差试验按以下要求进行。

#### a) 标油制备

标油存储装置中油中各组分气体含量用实验室气相色谱仪参照 GB/T 17623 方法检测。标油中各气体组分浓度应满足以下要求：

- 1) 多组分在线监测装置检测：标油中各气体组分浓度一般不超过表 8。
- 2) 少组分在线监测装置检测：参照表 8 要求，介于最低检测浓度与最高检测浓度间油样不少于 3 个。

表 8 标油浓度范围 单位：μL/L

气体组分	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	CO	CO <sub>2</sub>
油样 1 (低浓度)	2~20	0.5~2	0.5~2	0.5~2	0.5~1	25~100	25~500
油样 2 (中低浓度)	50~100	10~30	10~30	10~30	1~5	300~600	1000~3000

油样 3 (中浓度)	100~200	50~100	50~100	50~100	5~20	600~1000	3000~5000
油样 4 (高浓度)	500~2000	150~600	150~600	150~600	20~200	1000~3000	5000~15000
油样 5 (交叉干扰 1)	20~40	3~4	3~4	150~300	1~2	1500~2000	7500~10000
油样 6 (交叉干扰 2)	1000~1500	3~4	150~300	3~4	1~2	200~300	/

### b) 装置连接

用管路将装置与标油储存装置进行连接。装置与标油储存装置的连接有两种方式，见图2所示。当采用图2方式连接时，为非循环油检测方式；当采用图3方式连接时，为循环油检测方式。实验室和现场校准宜采用非循环油检测方式开展。仅当装置完成一次检测，排出的废油体积与标油储存装置体积比小于1/100时，可选择采用循环油检测方式。标油配置方法见附录E。

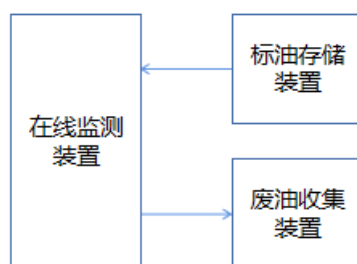


图 2 在线监测装置与标油存储装置连接示意图（非循环方式）

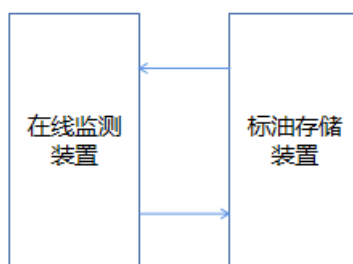


图 3 在线监测装置与标油存储装置连接示意图（循环方式）

### c) 测量误差计算

将在线监测装置调整为正常检测状态，启动在线监测装置自动对不同浓度标油分别进行2-3次检测，取最后一次检测数据作为计算结果。对同一浓度的标油样品，分别用在线监测装置和实验室色谱仪进行检测分析，按照公式（1）和公式（2）计算测量误差。实验室油样的取样和检测按照GB/T 7597和GB/T 17623要求。测量误差应符合5.1要求。

$$\Delta C = C_i - C_s \quad (1)$$

$$C_x = \frac{C_i - C_s}{C_s} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

$\Delta C$ ——绝对测量误差， $\mu\text{L/L}$ ；

$C_x$ ——相对测量误差，%；

$C_i$ ——在线监测装置检测值， $\mu\text{L/L}$ ；

$C_s$ ——实验室气相色谱仪检测值， $\mu\text{L/L}$ 。

### 7.2.3. 最小检测浓度

按7.2.2给出的方法进行装置连接，以在线监测装置厂家说明书给出的各组分最小检测浓度配制标油，标油各组分浓度正偏差 $\leq 30\%$ 。在线监测装置首先进行空白油检测，应无气体浓度响应，调整在线监测装置至最小检测周期，接入最小检测浓度标油进行连续3次检测，记录在线监测装置各组分浓度响应值。最小检测浓度应符合5.2要求。

### 7.2.4. 测量重复性

测量重复性按以下要求进行：

#### a) 多组分监测装置

按 7.2.2 给出的方法进行装置连接，单独配制或结合表 8 油样 2（中浓度）或油样 3（中低浓度）测量误差试验，油中各气体组分浓度均应 $\geq 10\mu\text{L/L}$ ，取在线监测装置连续 6 次测量结果。

对有色谱柱分离的装置，其定性重复性以氢气连续测量 6 次保留时间的相对标准偏差  $RSD(\%)$ 表示。



定量重复性以氢气、甲烷、乙烷、乙烯和乙炔 5 种气体浓度连续测量 6 次的相对标准偏差  $RSD(\%)$  表示。相对标准偏差  $RSD$  按式 (3) 计算, 定性和定量重复性应符合 5.3 的要求。

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

式中:  $RSD$ ——定性(定量)测量重复性相对标准偏差;

$C_i$ ——第  $i$  次测量的保留时间 (min) 或气体浓度 (uL/L);

$\bar{C}$ ——6 次测量的保留时间 (min) 或气体浓度(uL/L)的算术平均值;

$n$ ——测量次数,  $n=6$ ;

$i$ ——测量序号。

#### b) 少组分监测装置

按 7.2.2 给出的方法进行装置连接, 对于少组分监测装置, 配制氢气或乙炔  $\geq 50\mu\text{L/L}$  的油样, 取在线监测装置连续 6 次测量结果。定量重复性以测量结果的相对标准偏差  $RSD$  表示, 按式 (3) 计算, 定量重复性应符合 5.3 的要求。

#### 7.2.5. 最小检测周期

按 7.2.2 给出的方法进行装置连接, 按照在线监测装置技术说明书中给定的最小检测周期, 设定为连续工作方式, 参数设置应与“测量误差试验”和“测量重复性试验”保持一致。启动在线监测装置, 待在线监测装置运行稳定后, 装置工作站自动记录数据生成时间, 取连续 3 次数据生成时间的算术平均值作为最小检测周期。最小检测周期应符合 5.4 的要求。

#### 7.2.6. 响应时间

按 7.2.2 给出的方法进行装置连接, 在线监测装置接入表 8 中参考浓度 3 (中浓度) 标油, 待检测示值稳定后, 读取氢气和总烃稳定示值 (响应时间试验可在完成重复性试验后开始检测)。随后将在线监测装置接入空白油样冲洗, 待装置检测到的氢气和总烃检测数据均小于  $2\text{uL/L}$  后, 立即重新接入原参考浓度 3 标油, 并将在线监测装置检测周期调整至

最小检测周期。记录在线监测装置检测气体浓度达到之前稳定示值 90% 时的时间作为响应时间。响应时间应符合 5.5 的要求。

## 8. 校准结果表达

### 8.1 校准证书

校准结果应在校准证书（报告）上反应，校准证书（报告）应至少包括以下信息：

- a) 标题，如“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) 证书或报告的唯一性标识（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) 对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) 校准证书和校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书或报告的声明。

校准原始记录格式见附录 B，校准证书（报告）内页格式见附录 C。

### 8.2 数据修约

在线监测装置的校准数据都应先计算，后修约。数据修约应采用四舍五入及偶数法则进行，末位数修约到在线监测装置最大允许误差绝对值的 1/10 位。

## 9. 复校时间间隔

实验室首校后建议在线监测装置运行中复校时间间隔一般不超过 2 年。由于复校时间

间隔的长短是由装置的使用情况、使用者、装置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。更换重要部件、维修或对仪器性能有怀疑时，应按实验室校准或现场首次校准要求校准。

## 附录 A

## 测量误差不确定度的评定示例

依据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》中规定的方法，对相对测量误差进行测量结果的不确定度评定。以油中乙炔气体的测量误差作为示例分析。

## A.1 测量模型

本校准规范测量误差的测量模型见公式 (A.1) 和公式 (A.2)：

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

$$C_x = \frac{C_i - C_s}{C_s} \times 100\% \quad (\text{A.2})$$

式中：

$\Delta C$ ——绝对测量误差， $\mu\text{L/L}$ ；

$C_x$ ——相对测量误差，%；

$C_i$ ——变压器油中溶解气体在线监测装置检测值， $\mu\text{L/L}$ ；

$C_s$ ——实验室气相色谱仪检测值， $\mu\text{L/L}$ 。

## A.2 测量不确定度主要来源

在线监测装置油中溶解气体组分浓度测量误差的主要不确定度来源有：

- a) 由在线监测装置测量重复性引入的相对标准不确定度分量  $u_{rel}(C_i)$ ；
- b) 由实验室气相色谱仪检测误差引入的相对标准不确定度分量  $u_{rel}(C_s)$ ；

## A.3 各分量的不确定度评定

A.3.1 由在线监测装置测量重复性引入的不确定度分量  $u_{rel}(C_i)$ 

重复性引入的测量不确定度分量用测量结果的相对实验标准差表示，见式 (A.3)，

$$u_{rel}(C_i) = \frac{s(C_i)}{\bar{C}} = \frac{1}{\bar{C}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \quad (\text{A.3})$$

式中：

$u_{rel}(C_{i,A})$ ——多次测量结果的相对实验标准差；

$s(C_i)$ ——测量标准偏差；

$\bar{C}$ ——测量  $n$  次平均值；

$C_i$ ——第  $i$  次测量值。

$n$ ——测量次数。

A.3.2 由实验室气相色谱仪检测误差引入的不确定度分量  $u_{rel}(C_s)$ 

## A.3.2.1 数学模型

根据 GB/T 17623-2017《绝缘油中溶解气体组分含量的气相色谱测定法》中对顶空取气法油中溶解气体浓度计算公式，实验室气相色谱仪检测得到的油中乙炔气体的浓度计算公式见式 (A.4) 所示

$$C_{C_2H_2} = 0.929 \times \frac{P}{101.3} \times C_{C_2H_2,S} \times h \times V \quad (\text{A.4})$$

$$h = \frac{\bar{h}_{C_2H_2,i}}{\bar{h}_{C_2H_2,S}} \quad (\text{A.5})$$

$$V = 1.02 + \frac{V'_g}{V_0} \quad (\text{A.6})$$

$$V'_g = V_g \times \frac{323}{273+t} \quad (\text{A.7})$$

$$V'_0 = V_0 \times [1 + 0.0008 \times (50 - t)] \quad (\text{A.8})$$

式中：

0.929——油样中溶解气体浓度从50℃校正到20℃时的温度校正系数

$P$ ——试验时的大气压力，kPa

$C_{C_2H_2,S}$ ——气体标准物质中乙炔气体的浓度， $\mu\text{L/L}$

$\bar{h}_{C_2H_2,i}$ ——样品气中乙炔气体含量的平均峰高，mv

$\bar{h}_{C_2H_2,S}$ ——标准物质中乙炔气体含量的平均峰高，mv

1.02——50℃时，乙炔气体的奥斯特瓦尔德系数

$V_g$ ——室温 $t$ 、试验压力下平衡气体体积，mL

$V'_g$ ——50℃，试验压力下平衡气体体积，mL

$V_0$ ——室温 $t$ 时所取油样体积，mL

$V'_0$ ——50℃，试验压力下试油体积，mL。

### A.3.2.2 不确定度传播率

组合类似影响因素，将输入量 $P$ 、 $C_{C_2H_2,S}$ 、 $V$ 、 $h$ 重复性因素组合在一起，归入为输入量 $C_s$ 的重复性因素，因此不需分别评定各输入量重复性引入的不确定度分量，而是直接评定乙炔气体 $C_s$ 重复性引入的不确定度分量。

由式 (A.4) 可知，输入量 $P$ 、 $C_{C_2H_2,S}$ 、 $V$ 、 $h$ 输入量互不相关。其相对合成不确定度传播率见式 (A.9)，

$$u_{rel}(C_s) = \left\{ [c_3 u_{rel}(P)]^2 + [c_4 u_{rel}(C_{C_2H_2,S})]^2 + [c_5 u_{rel}(V)]^2 + [c_6 u_{rel}(h)]^2 + [c_7 u_{rel}(f_{rep})]^2 \right\}^{\frac{1}{2}}$$

(A.9)

灵敏系数 $c_3=1$ ,  $c_4=1$ ,  $c_5=1$ ,  $c_6=1$ ,  $c_7=1$ 。

### A. 3. 2. 3 不确定度来源

乙炔气体 $u_{rel}(C_{C_2H_2})$ 不确定度来源有以下 4 个方面:

- (1) 实验时大气压力测量引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(P)$ ;
- (2) 标准乙炔气体浓度引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(C_{C_2H_2.S})$ ;
- (3) 50°C, 试验压力下体积引入的不确定度 $u_{rel}(V)$ ;
- (4) 峰面积引入的不确定度 $u_{rel}(h)$ ;
- (5) 乙炔气体浓度检测重复性引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(f_{rep})$

### A. 3. 2. 4 标准不确定度评定

#### A. 3. 2. 4. 1 大气压力引入的不确定度 $u_{rel}(P)$

使用盒式空气压力表检测实验大气压力, 最大允许误差为 $MPE_1$ , 假设其服从均匀分布,  $k = \sqrt{3}$ , 以公式(A.10)计算标准不确定度。实验室盒式空气压力表证书允差 $MPE_1$ 为 0.127%, 计算由大气压力引入的不确定度 $u_{rel}(P)$ 为:

$$u_{rel}(P) = \frac{|MPE_1|}{\sqrt{3}} = \frac{0.127}{\sqrt{3}} = 0.073\% \quad (A.10)$$

#### A. 3. 2. 4. 2 标准物质引入的不确定度 $u_{rel}(C_{C_2H_2.S})$

采用经国家质量监督检验检疫总局授权厂家生产的标准气体。气体相对扩展不确定为 $MPE_2$ 以及包含因子 $k$ 。以公式(A.11)计算标准不确定度。气体标准物质校准证书, 允差 $MPE_2$ 为 2%,  $k=2$ , 计算由标准物质引入的不确定度 $u_{rel}(C_{C_2H_2.S})$ 为:

$$u_{rel}(C_{C_2H_2.S}) = \frac{MPE_2}{k} = \frac{2\%}{2} = 1.00\% \quad (A.11)$$

#### A. 3. 2. 4. 3 50°C, 试验压力下体积引入的不确定度 $u_{rel}(V)$

由公式(A.6) - (A.8)可知, 输入量 $V'_g$ 和 $V'_o$ 为相互独立操作, 互不相关, 则 $V$ 引入的相对标准不确定度可以式(A.12)计算得到

$$u_{rel}(V) = \sqrt{[c_8 u_{rel}(V'_g)]^2 + [c_9 u_{rel}(V'_o)]^2} = \sqrt{[u_{rel}(V'_g)]^2 + [u_{rel}(V'_o)]^2} \quad (A.12)$$

式中 $c_8=1$ ,  $c_9=-1$ 。

50℃，试验压力下体积引入的不确定度 $u_{rel}(V)$ 包含，5ml取气注射器刻度引入的不确定度 $u_{rel}(g)$ 、100ml取油注射器刻度引入的不确定度 $u_{rel}(o)$ 和环境温度引入的不确定度 $u_{rel}(t)$ 。

(1) 5mL取气注射器刻度引入的不确定度 $u_{rel}(g)$ 。根据GB/T 17623-2017标准要求，使用5mL玻璃注射器提取油气分离后的平衡气体。5mL玻璃注射器相对允差为 $MPE_3$ ，假设其服从均匀分布， $k = \sqrt{3}$ ，以公式(A.13)计算注射器刻度的不确定度。5mL注射器校准证书允差为0.8%，由5mL取气注射器刻度引入的不确定度 $u_{rel}(g)$ 为：

$$u_{rel}(g) = \frac{|MPE_3|}{\sqrt{3}} = \frac{0.8\%}{\sqrt{3}} = 0.462\% \quad (A.13)$$

(2) 100ml取油注射器刻度引入的不确定度 $u_{rel}(o)$ 。根据GB/T 17623-2017标准要求，使用100mL玻璃注射器准确推至40mL。100mL玻璃注射器相对允差为 $MPE_5$ ，假设其服从三角分布， $k = \sqrt{6}$ ，以公式(A.14)计算100mL注射器刻度的不确定度。100ml注射器校准证书允差 $MPE_4$ 为0.25%（40mL刻度），由100mL注射器刻度引入的不确定度 $u_{rel}(o)$ 为：

$$u_{rel}(o) = \frac{|MPE_4|}{\sqrt{6}} = \frac{0.25\%}{\sqrt{6}} = 0.102\% \quad (A.14)$$

(3) 环境温度引入的不确定度 $u_{rel}(t)$ 。环境温度由温度计测量，数显式温度计的最大允许误差为 $MPE_5$ ，假设其服从均匀分布， $k = \sqrt{3}$ ，以公式(A.15)计算标准不确定度。数显温度计校准证书允差为1%，由环境温度引入的不确定度 $u_{rel}(t)$ 为

$$u_{rel}(t) = \frac{|MPE_5|}{\sqrt{3}} = \frac{1\%}{\sqrt{3}} = 0.577\% \quad (A.15)$$

由于5ml取气注射器刻度引入的不确定度 $u_{rel}(g)$ 、100ml取油注射器刻度引入的不确定度 $u_{rel}(o)$ 和环境温度引入的不确定度 $u_{rel}(t)$ 互不相关。可由式(A.16)计算50℃，试验压力下体积引入的不确定度 $u_{rel}(V)$

$$u_{rel}(V) = \sqrt{[u_{rel}(V'_g)]^2 + [u_{rel}(V'_o)]^2} = \sqrt{u_{rel}^2(g) + u_{rel}^2(o) + u_{rel}^2(t)} = 0.746\% \quad (A.16)$$

#### A.3.2.4.4 峰面积引入的不确定度 $u_{rel}(h)$

由外标检测法可知，峰面积 $\bar{h}_{C_2H_{2,i}}$ 、 $\bar{h}_{C_2H_{2,S}}$ 由同一台气相色谱仪检测，根据公式(A.5)峰面积引入的不确定度 $u_{rel}(h)$ 可由式(A.17)得到

$$u_{rel}(h) =$$

$$\sqrt{[c_{10}u_{rel}(\bar{h}_{C_2H_{2,i}})]^2 + [c_{11}u_{rel}(\bar{h}_{C_2H_{2,S}})]^2 + 2c_{10}c_{11}r(\bar{h}_{C_2H_{2,i}}, \bar{h}_{C_2H_{2,S}})u_{rel}(\bar{h}_{C_2H_{2,i}})u_{rel}(\bar{h}_{C_2H_{2,S}})}$$

(A.17)

式中 $c_{10}=1$ ,  $c_{11}=-1$ 。

相关系数 $r(\bar{h}_{C_2H_{2,i}}, \bar{h}_{C_2H_{2,S}})$ 可由式 (A.18) 计算得到,

$$r(\bar{h}_{C_2H_{2,i}}, \bar{h}_{C_2H_{2,S}}) = \frac{\sum_{i=1}^{10}(\bar{h}_{C_2H_{2,i}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,i}})(\bar{h}_{C_2H_{2,S}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,S}})}{\sqrt{\sum_{i=1}^{10}(\bar{h}_{C_2H_{2,S,i}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,S}})^2 \sum_{j=1}^{10}(\bar{h}_{C_2H_{2,i,j}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,i}})^2}} \quad (\text{A.18})$$

用同一气相色谱仪分别对乙炔气体标准物质和油中乙炔气体峰面积进行检测, 检测数据见表 1。

表 1 乙炔气体标准物质和油中乙炔气体峰面积检测数据 单位 (mv. s)

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	均值
气体标准物质 ( $\bar{A}_{C_2H_{2,S}}$ )	20.527	20.528	20.804	20.906	20.916	20.945	21.017	21.02	21.053	21.053	20.877
样油 ( $\bar{A}_{C_2H_{2,i}}$ )	2.389	2.407	2.417	2.42	2.426	2.427	2.375	2.416	2.421	2.419	2.412

$$s(\bar{h}_{C_2H_{2,S}}) = \sqrt{\frac{1}{10 \times (10-1)} \sum_{i=1}^{10} (\bar{h}_{C_2H_{2,S,i}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,S}})^2} = 0.063 \text{mv}$$

$$s(\bar{h}_{C_2H_{2,i}}) = \sqrt{\frac{1}{10 \times (10-1)} \sum_{i=1}^{10} (\bar{h}_{C_2H_{2,i,i}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,i}})^2} = 0.005 \text{mv}$$

$$\sum_{i=1}^{10} (\bar{h}_{C_2H_{2,S,i}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,S}}) (\bar{h}_{C_2H_{2,i,i}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,i}}) = 0.009 \text{mv}$$

$$\sum_{i=1}^{10} (\bar{h}_{C_2H_{2,S,i}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,S}})^2 = 0.359 \text{mv}$$

$$\sum_{i=1}^{10} (\bar{h}_{C_2H_{2,i,i}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,i}})^2 = 0.003 \text{mv}$$

所以相关系数

$$r(\bar{h}_{C_2H_{2,i}}, \bar{h}_{C_2H_{2,S}}) = \frac{\sum_{i=1}^{10} (\bar{h}_{C_2H_{2,i}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,i}}) (\bar{h}_{C_2H_{2,S}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,S}})}{\sqrt{\sum_{i=1}^{10} (\bar{h}_{C_2H_{2,S,i}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,S}})^2 \sum_{j=1}^{10} (\bar{h}_{C_2H_{2,i,j}} - \bar{\bar{h}}_{C_2H_{2,i}})^2}} = \frac{0.009}{\sqrt{0.359 \times 0.003}} = 0.310$$

根据式 (A.17) 计算得到  $u_{rel}(A) = 0.315\%$

#### A.3.2.4.5 乙炔气体含量检测重复性引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(f_{rep})$

实验室气相色谱仪对绝缘油中乙炔气体含量进行 10 次重复测量, 检测数据见表 2。

表 2 实验室气相色谱仪绝缘油中乙炔气体含量检测数据 单位 (uL/L)

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均



											值
气体含量	6.4	6.32	6.39	6.42	6.41	6.21	6.35	6.29	6.31	6.29	6.339

根据式 (A.3) 计算乙炔气体含量检测重复性引入的相对标准不确定度  $u_{rel}(f_{rep})$  为

$$u_{rel}(f_{rep}) = \frac{s}{\bar{c}} = \frac{1}{\bar{c}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} = \frac{1}{6.339} \times 0.067 = 1.061\%$$

#### A. 3. 2. 4. 5 合成标准不确定度

由实验室气相色谱仪检测误差引入的合成标准不确定度分量  $u_{rel}(C_S)$  可由式 (A.9) 计算得到

$$u_{rel}(C_S) = \left\{ [u_{rel}(P)]^2 + [u_{rel}(C_{C_2H_2,S})]^2 + [u_{rel}(V)]^2 + [u_{rel}(A)]^2 + [u_{rel}(f_{rep})]^2 \right\}^{\frac{1}{2}} = \sqrt{[0.073]^2 + [1]^2 + [0.746]^2 + [0.315]^2 + [1.061]^2} = 1.669\%$$

#### A. 4 合成标准不确定度

则被校准在线监测装置油中乙炔气体含量测量误差的合成标准不确定度  $u_{rel}(C)$  可由式 (A.19) 计算得到, 由于  $C_i$  和  $C_S$  各测量不确定度分量独立不相关,  $u(C_i, C_S) = 0$ , 灵敏系数  $c_{12} = \frac{\partial C}{\partial C_i} = 1$ ,  $c_{13} = \frac{\partial C}{\partial C_S} = -1$ 。

$$u_{rel}(C) = \sqrt{[c_{12}u_{rel}(C_i)]^2 + [c_{13}u_{rel}(C_S)]^2} \quad (A.19)$$

根据规范要求, 取在线监测装置绝缘油中连续测量6次检测值, 其检测数据见表3。标油中乙炔气体含量平均值  $C$  为 6.339 uL/L。

表3 在线监测装置绝缘油中乙炔气体含量检测数据 单位 (uL/L)

序号	1	2	3	4	5	6	平均值
气体含量	5.39	5.49	5.23	5.10	5.00	4.97	5.196

$$u_{rel}(C_i) = 4.078\%$$

$$u_c(C) = \sqrt{[u_{rel}(C_i)]^2 + [u_{rel}(C_S)]^2} \times C = \sqrt{[4.078]^2 + [1.669]^2} \times 6.339 = 4.407\% \times 6.339 = 0.279 \text{ uL/L}$$

#### A. 5 相对扩展不确定度

取包含因子  $k = 2$ , 则被校准在线监测装置油中乙炔气体含量测量误差的扩展根据公式

(A.20) 计算测量误差校准结果的相对扩展不确定度  $U_{rel}(C)$  :

$$U_{rel} (C) = k \times u_{rel}(C)$$

$$U_c (C) = 2 \times 0.279 = 0.558\mu\text{L/L} \quad (\text{A.20})$$

## 附录 B

## 校准原始记录格式（供参考）

## 变压器油中溶解气体在线监测装置校准原始记录格式

共×页，第×页

证书编号： 记录编号：  
 客户名称： 客户地址：  
 型号规格： 出厂编号：  
 检测原理： 脱气方式：  
 制造厂名： 校准依据：  
 环境条件： 温度：℃ 相对湿度：\_\_% 校准地点：  
 校准日期： 年月日 建议复校时间： 年月日  
 校准员： 核验员：

表 1 主要标准器

序号	标准器名称	型号规格	编号	不确定度或准确度等级或最大允许误差	证书编号	有效期至

## 1. 外观检查

## 2. 通电检查

## 3. 测量误差（最小检测浓度）

	氢气(H <sub>2</sub> )	甲烷(CH <sub>4</sub> )	乙烯(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> )	乙烷(C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> )	乙炔(C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> )	一氧化碳(CO)	二氧化碳(CO <sub>2</sub> )
实验室色谱仪示值 ( $\mu$ L/L)							
在线监测装置示值1 ( $\mu$ L/L)							
相对测量误差%							
绝对测量误差 ( $\mu$ L/L)							
厂家说明书检测范围							

## 4. 定性重复性（氢气）

氢气(H <sub>2</sub> )	在线监测装置示值					
	1	2	3	4	5	6
保留时间(min)						
相对标准偏差 RSD(%)						

## 5. 定量重复性

检测浓度 ( $\mu$ L/L)	氢气(H <sub>2</sub> )	甲烷(CH <sub>4</sub> )	乙烯(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> )	乙烷(C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> )	乙炔(C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> )	一氧化碳(CO)	二氧化碳(CO <sub>2</sub> )
在线监测装置示值1							
在线监测装置示值2							
在线监测装置示值3							
在线监测装置示值4							
在线监测装置示值5							
在线监测装置示值6							
相对标准偏差 RSD(%)							

## 6. 最小检测周期

实测样品分析时间（分钟）	第1次	第2次	第3次	校准结果不确定度 ( $k=2$ )

## 7. 响应时间

检测值	检测时间 min	氢气 H <sub>2</sub>	甲烷 CH <sub>4</sub>	乙烯 C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	乙烷 C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	乙炔 C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	一氧化碳 (CO)	二氧化碳 (CO <sub>2</sub> )
在线监测 装置示值 1 (μ L/L)								
空白油								
在线监测 装置示值 2 (μ L/L)								

## 附录 C

## 校准证书内页格式（供参考）

证书编号 XXXXXX-XXXX

<校准机构授权说明>				
校准结果不确定度的评估和表述均符合 JJF1059.1 的要求。				
校准环境条件及地点：				
温 度	℃	地 点		
相对湿度	%	其 它		
校准所依据的技术文件（代号、名称）：				
校准所使用的主要测量标准：				
名 称	测量范围	不确定度/ 准确度等级	证书编号	证书有效期至 (YYYY-MM-DD)

证书编号 XXXXXX-XXXX

# 校准结果

(校准项目及校准结果)

## 1. 测量误差 (最小检测浓度)

检测浓度( $\mu$ L/L)	氢气 (H <sub>2</sub> )	甲烷 (CH <sub>4</sub> )	乙烯 (C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> )	乙烷 (C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> )	乙炔 (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> )	一氧化碳 (CO)	二氧化碳 (CO <sub>2</sub> )
实验室色谱仪示值( $\mu$ L/L)							
在线监测装置示值( $\mu$ L/L)							
相对测量误差%							
绝对测量误差( $\mu$ L/L)							

## 2. 定性重复性

保留时间 (min)	在线监测装置示值						相对标准偏差 RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	
氢气 (H <sub>2</sub> )							

## 3. 定量重复性

检测浓度( $\mu$ L/L)	氢气 H <sub>2</sub>	甲烷 CH <sub>4</sub>	乙烯 C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	乙烷 C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	乙炔 C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	一氧化碳 CO	二氧化碳 CO <sub>2</sub>
在线监测装置示值1							
在线监测装置示值2							
在线监测装置示值3							
在线监测装置示值4							
在线监测装置示值5							
在线监测装置示值6							
相对标准偏差 RSD (%)							

证书编号 XXXXXX-XXXX

# 校准结果

## 4. 最小检测周期

实测样品分析 时间（分钟）	第 1 次	第 2 次	第 3 次	校准结果不确定度（ $k=2$ ）

## 5. 响应时间： 分钟

（校准项目及校准结果）

## 说明：

根据客户要求和校准文件的规定，通常情况下个月校准一次。

## 声明：

1. 仅对加盖“XXXXX 校准专用章”的完整证书负责。
2. 本证书的校准结果仅对本次所校准的计量器具有效。

校准员： 核验员：



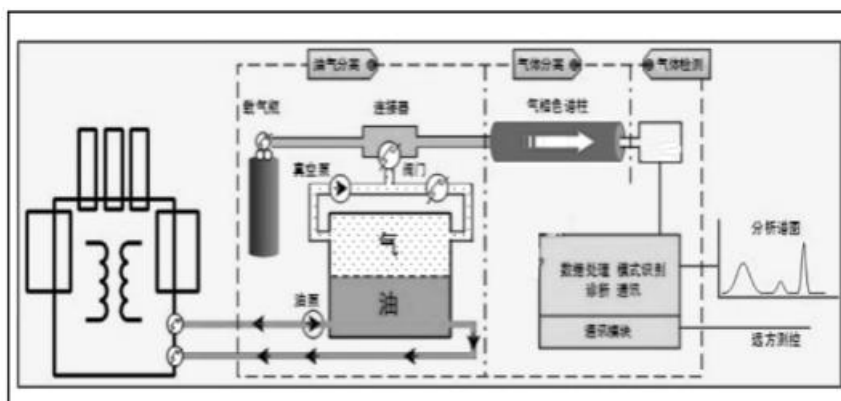
## 附录 D

### 多组分变压器油中溶解气体在线监测装置结构

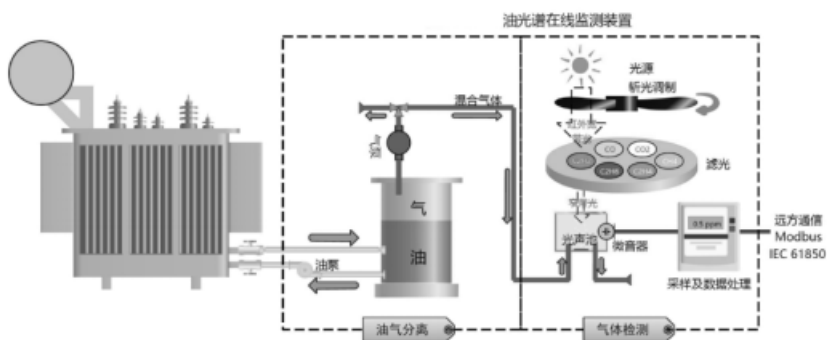
在线监测装置一般由油样采集与油气分离、气体检测、数据采集与控制、通信与辅助等部分组成。多组分在线监测装置目前已成为油浸式高压电气主设备的标准配置。

#### D.1 装置构成

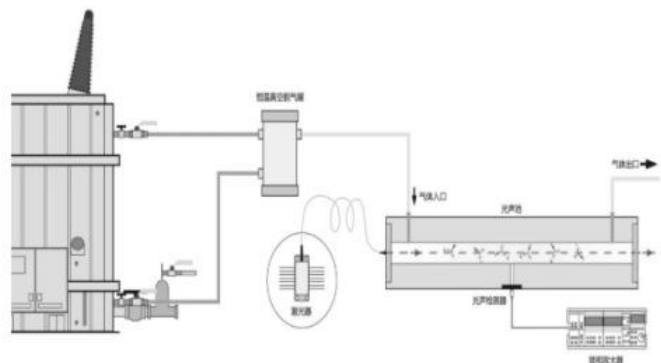
采用色谱法和光谱法检测技术的在线监测装置主要结构示意图分别见图D.1-图D.3。



图D.1 色谱法在线监测装置结构示意图



图D.2 红外光谱法在线监测装置结构示意图



图D.3激光光谱法在线监测装置结构示意图

### D.2.1 油样采集与油气分离部分

油样采集部分与被监测设备的油箱阀门相连，完成对变压器油的取样。油气分离部分实现油中溶解气体与变压器油的分离。目前常用的油气分离技术有薄膜脱气、真空脱气和动态顶空脱气等。

### D.2.2 组分分离与气体检测部分

油气分离后得到的是包含多种故障特征气体组分的混合气，根据气体检测技术的不同，可对混合气直接检测或进一步将混合气进行单组分分离后再检测。在线监测装置中常用的气体检测方法有气相色谱技术和光谱检测技术（红外光谱法、光声光谱法）等。通常采用气相色谱技术进行气体检测的装置，会配置色谱柱及载气对混合气进行单组分分离后再检测。采用光谱检测技术的装置，则直接检测混合气体。由于光谱无法检测双原子气体，如氢气，因此氢气通常采用传感器或燃料电池来检测。

### D.2.3 数据采集与控制部分

完成信号采集与数据处理，实现分析过程的自动控制等。

### D.2.4 通信部分

通信部分用于实现其他设备与在线监测装置的通信，采用满足监测数据和控制指令传输要求的标准通信接口和规约。

### D.2.5 辅助部分

辅助部分是用于保证在线监测装置正常工作的其他相关部件，如恒温装置、液位控制、载气装置、管路等。

## 附录 E

## 校准用工作标准油样的配制

## E.1 原理

基于顶空色谱原理（分配定律）方法，在密闭空间内，以确定体积的空白油和确定体积的标准混合气体，在一定温度和压力下经振荡使得气体组分在气、液两相达到动态平衡，排出平衡后的气体，获得确定气体浓度的标准油。

## E.2 仪器材料和试剂

- a) 空白油；
- b) 气体标准物质：国家二级及以上标准物质，至少含有 H<sub>2</sub>、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>、CO、CO<sub>2</sub> 气体组分，以氮气为底气；
- c) 配油装置；
- d) 10-50L 储油罐；
- e) 注射器用橡胶封帽：弹性好，不透气；
- f) 100mL 医用玻璃注射器；
- g) 氮气：纯度≥99.99%。

## E.3 空白油制备

- a) 取适量未使用过的新变压器油进行真空滤油处理；
- b) 处理后的变压器油按照 GB/T 17623 和 DL/T 703 方法检测油中溶解气体及含气量，用于配制标油的空白油中各溶解气体应满足表 E.1 要求，含气量宜≤1.0%，如未达到要求重复上一步操作。

表 E.1 空白油中溶解气体含量 单位：μL/L

组份	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	CO	CO <sub>2</sub>
含量	<0.5	余	<2	<0.1	<0.1	<0.1	<10	<50

## E.4 配制过程

- a) 用洁净管路将空白油与配油装置进油口连接；
- b) 用管路将气体标准物质与配油装置进气口连接；

- c) 建立配油工作站与指定配油装置的通讯连接；
- d) 用空白油清洗配油装置，以消除前次残油或死油；
- e) 在配油装置工作站中输入计划配制的标油体积；
- f) 在配油装置工作站中输入计划配制标油中各气体组分的目标浓度；
- g) 配油装置工作站自动计算所需目标标油中添加的各组分标气气体体积；
- h) 启动配油流程；
- i) 配油装置自动配油；
- j) 待配油完毕，配油装置内油气浓度达到平衡后排出配油装置内多余气体。
- k) 配油装置静置 30 分钟后，再一次手动排出配油装置中的气体。
- l) 打开配油装置取样口，排出约 300mL 试油以清洗取油管路，再用 100mL 密封性良好的玻璃注射器从配油装置取油口处分别取两支 40mL 油样。
- m) 根据 GB/T 17623 《绝缘油中溶解气体组分含量的气相色谱测定法》，利用经检定合格的台式色谱仪对已取到的标油开展定标检测。若标油中各组分气体浓度满足检测要求则标油配制完成。否则应重新配制直至满足检测要求。
- n) 重复 E.4 步骤配置下一个标油。

## 附录 F

## 变压器油中溶解气体在线监测装置现场校准流程

对于现场已安装好的在线监测装置，若需进行现场校准，可按图 F.1 流程开展工作。



图 F.1 现场校准工作流程图

## F.1 检测项目

现场校准项目见校准规范正文“7.1 校准项目”中表 7 要求。

- a) 现场首次校准项目同实验室校准项目，包括“测量误差”、“最小检测浓度”、“测量重复性”、“最小检测周期”和“响应时间”5 个项目。
- b) 现场定期校准必检项目包括“测量误差”、“测量重复性”和“最小检测周期”3 个项目，“最小检测浓度”为必要时进行。

## F.2 现场校准要求

- a) 现场首次校准校准方法见正文 7.2.2 至 7.2.6 要求。
- b) 现场定期校准中“测量误差”试验应选取 2-3 个测试点（低浓度、中低浓度和中浓度），至少应包含低浓度和中低浓度两个测试点。“测量重复性”试验可选择用总烃大于 50 $\mu$ L/L 的中低浓度标油检测也可用满足气体浓度要求的主设备本体油进行检测。“最小检测周期”试验参见 7.2.5 要求。
- c) 现场校准应在良好天气条件下开展，满足“6.1 环境要求”。
- d) 视现场情况，现场校准工作可在主设备停电或带电条件下进行。若在主设备带电条件

下进行，应注意现场标油存储装置应接地良好，以防止感应电损坏设备及伤人。涉及带电登高操作时（操作色谱在线监测装置与主设备连接阀门），应由有登高资质的人员操作。色谱在线监测装置回油管恢复与主设备连接前，宜先退出瓦斯保护以免油流扰动引起瓦斯误动。

### F.3 现场校准管路连接方式

现场应采用非循环油方式进行校准，也可以采用循环油方式。采用非循环油校准方式的在线监测装置与校准用标油存储装置连接方式参见 7.2.2 图 2(a)，采用循环油校准方式的在线监测装置与校准用标油存储装置连接方式参见 7.2.2 图 2(a)。若采用循环油现场校准方式，应在测试过程中对标油存储装置中的油样浓度进行重新检测。

### F.4 现场校准工作流程

#### F.4.1 状态确认

- 现场检查在线监测装置运行状态，应无渗漏油现象，将设备调整至可正常检测状态；
- 观察并记录主设备油位，若油位过低应暂缓开展现场校准工作。

#### F.4.2 与主设备隔离

##### F.4.2.1 断开与上位机通讯

现场校准前，首先断开在线监测装置与上位机通讯连接，对现场标油检测数据进行屏蔽，保证现场校准数据不上传监控系统或不影响设备正常运行状态的判断。

##### F.4.2.2 断开与主设备进、回油管路

- 在关闭在线监测装置与主设备连接管路前，应先开断连接阀门至少 3 次，以保证阀门关断的有效性和可靠性。
- 关断在线监测装置与主设备油回油连接阀门。
- 断开在线监测装置本体侧的取油管 and 回油管接头（见图 F.2×标记处），拆卸过程中注意观察回油管漏油量，用堵头分别封堵与主设备相连接的取油管 and 回油管终端。

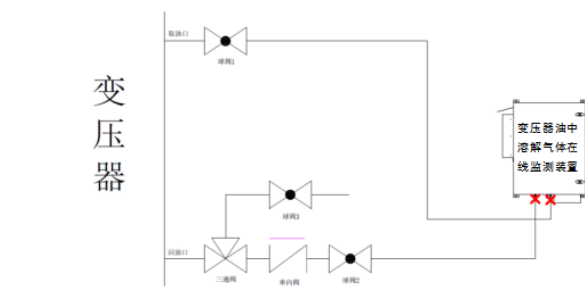


图 F.2 在线监测装置断开部位示意图

### F.4.3 现场校准

不同浓度标油校准开始前都应将色谱在线监测装置与标油储存装置连接管路中的空气或残油用待测标油进行排空和充分冲洗。

#### F.4.3.1 测量误差现场校准

- a) 低浓度标油校准：将色谱在线监测装置调整至正常检测状态。同一浓度标油重复检测 2-3 次，取最后一次检测值作为计算数据。
- b) 中低浓度标油校准：若不在此浓度下开展重复性检测，中低浓度标油现场校准同低浓度标油校准步骤。
- c) 其它标油校准：同低浓度标油校准步骤。

#### F.4.3.2 测量重复性现场校准

宜在中低浓度下开展重复性校准，亦可采用总烃气体含量超过 50 $\mu$ L/L 的设备本体油进行校准。校准前应将色谱在线监测装置调整至最小检测周期，取最后连续 6 组检测值做为计算数据。

#### F.4.3.3 最小检测周期现场校准

与测量重复性现场校准同步开展，取最后连续 3 组检测时间做为计算数据。

### F.4.4 与主设备恢复连接

#### F.4.4.1 恢复与主设备进、回油管路

- a) 用空白油对在线监测装置校准回路进行充分冲洗，直至管路中未有标油残留，出油管接至废油桶。
- b) 将在线监测装置的进油管路与主设备取油管路重新连接，在线监测装置的回油管路放空至废油桶。启动在线监测装置，用主设备本体油对在线监测装置管路连续冲洗 3 次，清洗油样排入废油桶，连接管路见图 F.3 所示。

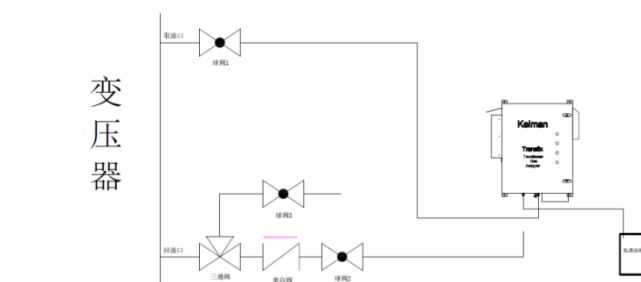


图 F.3 在线监测装置连接主设备取油管路冲洗示意图

- c) 管路冲洗完毕后，手动开启在线监测装置对主设备本体油进行检测，检测油样仍排入废油桶。测量结果应与前期主设备本体油检测数据一致，否则继续用本体油冲洗在线监测装置连接管路。
- d) 当在线监测装置测量结果与前期主设备本体油检测数据一致后，迅速连接主设备回油管路至在线监测装置，将管路恢复至 F.4 所示，打开球阀 3 排气。

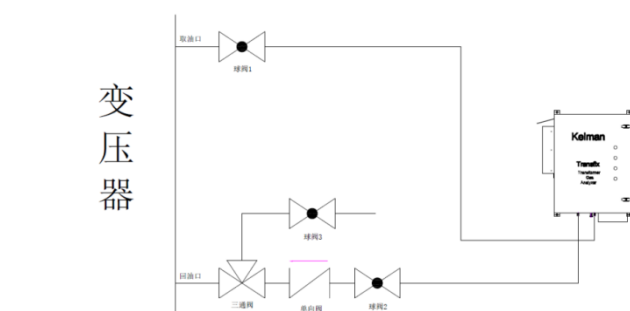


图 F.4 恢复在线监测装置与主设备连接管路示意图

- e) 当球阀 3 管路内无气泡时，关闭球阀 3，打开主设备进回油阀门。

#### F.4.4.2 恢复与上位机通讯

恢复在线监测装置与上位机通讯连接；查看后台与主控室数据传输是否正常。

#### F.6 工作结束

- a) 观察并记录变压器油位，并与试验前油位进行对比。
- b) 检测完成，清理试验现场。