

ICS 27.100
F 24
备案号: 15314-2005

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 916 — 2005
代替 SD 307 — 1989

六氟化硫气体酸度测定法

Determination of acidity in sulphur hexafluoride

2005-02-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 原理.....	1
3 仪器.....	1
4 试剂.....	2
5 分析步骤.....	2
6 计算.....	3
7 精确度.....	3

前 言

本标准是根据原国家经贸委“关于下达 2000 年度电力行业标准制、修订计划项目的通知”(电力[2000] 70 号文)下达的计划任务,对原水电部颁标准 SD 307—1989《六氟化硫新气中酸度测定法》进行修订的。

六氟化硫气体中的酸和酸性物质,将对设备和固体绝缘材料造成腐蚀及加快劣化,是六氟化硫气体质量控制重要指标之一。

主要修订内容为:

- 明确了本标准的适用范围;
- 将 SD 307—1989 名称中的“新气”改为“气体”;
- 保留了 SD 307—1989 的详细操作步骤和结果计算方法;
- 去掉了 SD 307—1989 中的附录 B 采样方法,推荐采用相关电力行业标准中六氟化硫气体采样方法;
- 采用 $\mu\text{g/g}$ 来表示六氟化硫气体的酸度。

本标准自实施之日起,代替 SD 307—1989。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口并解释。

本标准起草单位:西安热工研究院。

本标准主要起草人:孟玉婵。

六氟化硫气体酸度测定法

1 范围

本标准规定了六氟化硫气体酸度的测定方法。

本标准适用于电气设备用六氟化硫气体酸度的测定。

2 原理

一定体积六氟化硫 (SF_6) 气体中的酸性物质, 被含有指示剂的稀碱溶液吸收, 过量的碱用酸标准溶液滴定。根据消耗酸标准溶液的体积、浓度及六氟化硫气体质量, 计算出酸度, 结果以氢氟酸 (HF) 的质量和六氟化硫气体质量比表示 ($\mu\text{g/g}$)。

3 仪器

3.1 三角吸收瓶 250mL。

- a) 砂芯式 (见图 1);
- b) 直管式 (见图 2)。

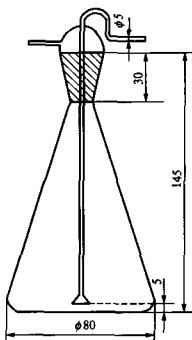


图 1 砂芯式吸收瓶

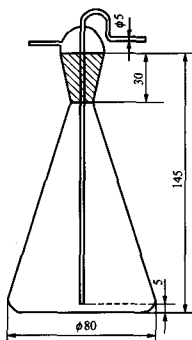


图 2 直管式吸收瓶

3.2 微量滴定管 2mL, 分度 0.01mL。

3.3 移液管 2mL。

3.4 三角烧瓶 1000mL。

3.5 微量气体流量计 100mL/min、1000mL/min。

3.6 湿式气体流量计 0.5m³/h, 精确度 ±1%。

3.7 电磁搅拌器。

3.8 空盒气压表 分度 100Pa。

4 试剂

- 4.1 硫酸 优级纯。
- 4.2 氢氧化钠 分析纯。
- 4.3 乙醇 分析纯。
- 4.4 甲基红。
- 4.5 溴甲酚绿。

5 分析步骤

5.1 准备

5.1.1 配制硫酸标准溶液 $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$ 为 0.01mol/L。

5.1.2 配制氢氧化钠标准溶液 $c(\text{NaOH})$ 为 0.01mol/L (此标准液应密封保存)。

5.1.3 配制混合指示剂。取 3 份 0.1% 溴甲酚绿乙醇溶液与 1 份 0.2% 甲基红乙醇溶液混匀 (此指示剂可以在室温下保存一个月)。

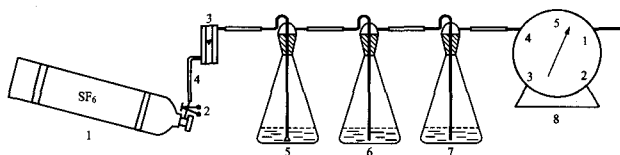
5.1.4 制备试验用水。将约 600mL 去离子水注入 1000mL 三角烧瓶中, 加热煮沸 5min, 然后加盖并迅速冷却至室温。加入 3 滴混合指示剂, 用硫酸标准溶液调至呈微红色, 置于塑料瓶中, 密封保存 (试验用水应现用现配)。

5.2 采样

采样方法应按照电力行业标准中规定的六氟化硫气体采样方法进行。

5.3 吸收

5.3.1 吸收装置见图 3。



1—六氟化硫气瓶；2—氧气减压表；3—微量气体流量计；4—不锈钢管；

5、6、7—吸收瓶；8—湿式气体流量计

图3 酸度吸收装置示意图

5.3.2 图3中吸收瓶5、6、7内各加入150mL试验用水, 再用移液管分别加入2.0mL氢氧化钠标准溶液, 摇匀, 并尽快按图3连接好。

5.3.3 记录湿式气体流量计 (图3中8) 的读数 V_1 、大气压力 P_1 及室温 t_1 。

5.3.4 依次打开六氟化硫钢瓶和氧气减压表 (图3中2) 的阀门, 并调节微量气体流量计 (图3中3), 使六氟化硫气体的流量约为 500mL/min。通气约 20min 后 (吸收瓶砂芯分散孔度大于 1 时, 应减小气体流速至吸收液面不起气泡), 依次关闭钢瓶及氧气减压表阀门。

5.3.5 记录湿式气体流量计 (图3中8) 的读数 V_2 、大气压力 P_2 及室温 t_2 。

5.4 样品分析

拆下图3中吸收瓶5、6、7, 分别加入8滴混合指示剂, 立即置于磁力搅拌器上, 用硫酸标准溶液滴定至终点 (酒红色)。记录各吸收液所消耗的硫酸标准溶液体积 X 、 Y 、 B , 若第二只吸收瓶的耗酸量

大于第一只吸收瓶中耗酸量的 10%，则认为吸收不完全，应重新吸收。

6 计算

6.1 六氟化硫体积的校正按式 (1) 进行：

$$V_c = \frac{(V_2 - V_1) \times \frac{1}{2} (p_1 + p_2) \times 293}{101325 \times \left[273 + \frac{1}{2} (t_1 + t_2) \right]} \quad (1)$$

式中：

V_c ——20℃、101325Pa 时的六氟化硫的校正体积，L；

p_1 、 p_2 ——试验起、止时的大气压力，Pa；

t_1 、 t_2 ——试验起、止时的室温，℃；

V_1 、 V_2 ——试验起、止时的湿式气体流量计读数，L。

6.2 酸度计算 [以氢氟酸 $\mu\text{g/g}$ 计] 按 (2) 式进行：

$$HF = \frac{20c[(B-X) + (B-Y)] \times 10^3}{6.16V_c} \quad (2)$$

式中：

HF ——六氟化硫气体酸度， $\mu\text{g/g}$ ；

c ——硫酸标准溶液的浓度 (以 $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$ 为基本单元)， mol/L ；

X ——第一级吸收液耗用硫酸标准溶液的体积， mL ；

Y ——第二级吸收液耗用硫酸标准溶液的体积， mL ；

B ——第三级吸收液耗用硫酸标准溶液的体积， mL ；

20——氢氟酸的摩尔质量， g/mol ；

6.16——六氟化硫气体的密度， kg/m^3 。

7 精确度

7.1 取两次测定结果的算术平均值为测定值。

7.2 两次测定结果的相对偏差小于 15%。