

中华人民共和国能源行业标准

NB / T 42140 — 2017

绝缘液体 油浸纸和油浸纸板 用卡尔费休自动电量滴定法测定水分

Insulating liquids Oil-impregnated paper and pressboard-
Determination of water by automatic coulometric Karl Fischer titration

(IEC 60814: 1997, MOD)

2017-11-15 发布

2018-03-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 低黏度绝缘液体（直接滴定法） 1

4 高黏度绝缘液体（气体抽提法） 6

5 浸油纸和浸油纸板中水分含量的测定 8

附录 A（资料性附录） 油浸纸和油浸纸板的取样方法 13

参考文献 15

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准修改采用 IEC 60814: 1997《绝缘液体 油浸纸和油浸纸板 用卡尔费休自动电量滴定法测定水分》。

本标准与 IEC 60814: 1997 的技术性差异：根据我国实际需要，将 IEC 60814 中的规范性引用文件 IEC 60475: 1974《液体电介质取样方法》改为 GB/T 7597《电力用油（变压器油、汽轮机油）取样方法》；将 ISO 595-1: 1986《可重复使用的全玻璃或金属和玻璃医用注射器 第1部分：尺寸》及 ISO 595-2: 1987《可重复使用的全玻璃或金属和玻璃注射器用于医用 第2部分：设计、性能要求和试验》改为 YY 1001.1《玻璃注射器 第1部分：全玻璃注射器》；将 IEC 60567: 1992《从充油电气设备中取气体和油样品以及游离气体和溶解气体的分析导则》改为 DL/T 722《变压器油中溶解气体分析和判断导则》，并将其列入标准的参考文献。

本标准由中国电器工业协会提出。

本标准由全国绝缘材料标准化技术委员会（SAC/TC51）归口。

本标准起草单位：中国石油天然气股份有限公司兰州润滑油研究开发中心、机械工业电工材料产品质量监督检测中心、中国电力科学研究院有限公司、河南省电力公司电力科学研究院。

本标准主要起草人：王会娟、罗传勇、马书杰、于会民、张绮、王建一、寇晓适。

本标准为首次制定。

绝缘液体 油浸纸和油浸纸板 用卡尔费休自动电量滴定法测定水分

1 范围

本标准规定了卡尔费休自动电量滴定法测定绝缘液体和浸油纤维素绝缘材料中水分含量的方法。直接滴定法适用于 40℃ 时黏度小于 100mm²/s，水分含量大于 2mg/kg 的低黏度绝缘液体。气体抽提法适用于 40℃ 时黏度大于 100mm²/s，水分含量大于 2mg/kg 的高黏度绝缘液体。油浸纸和纸板中水含量测定方法适用于水分含量为 0.1%~20% 的油浸纸和油浸纸板。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 7597—2007 电力用油（变压器油、汽轮机油）取样方法

YY 1001.1 玻璃注射器 第 1 部分：全玻璃注射器（YY 1001.1—2004，ISO 595-1-1986，ISO 595-2-1987，NBQ）

3 低黏度绝缘液体（直接滴定法）

3.1 化学机理

卡尔费休滴定中发生的反应较复杂，但本质上是碘、二氧化硫、有机碱和醇在有机溶液中与水起反应。早期的卡尔费休试剂使用吡啶和甲醇，其反应可表示为：



根据不同绝缘液体的滴定需要，也可应用其他的有机碱/醇混合物。

对于某些绝缘液体的滴定可以且有必要使用有机碱/醇组合。

在卡尔费休电量滴定中，试样与碘化物离子和二氧化硫的有机碱/醇溶液相混合，由电解产生碘，并按式（1）和式（2）相似的方式与水起反应。根据法拉第定律，产生的碘与电量成正比，其反应式可表示为：



按式（1），1mol 碘与 1mol 水按化学当量反应，使之 1mg 的水相当于 10.72C（库仑数）。根据此原理，可直接由电解所需的电量（库仑数）来计算水分含量。

3.2 仪器

3.2.1 操作原理

滴定池具有电解池的结构，由两个室组成，彼此经一层多孔膜相连接。阳极室内装有试剂和试样混合液（阳极溶液），阴极室（发生器）内装有无水试剂（阴极溶液），隔膜的两侧装有电解电极。

注：也可使用无多孔隔膜的滴定仪。

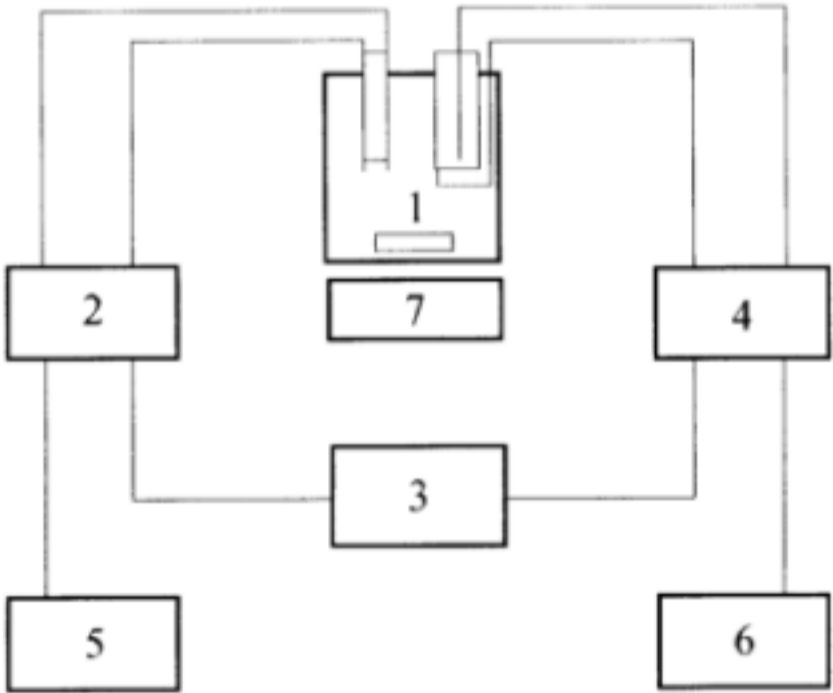
如式（3）所示，电解产生的碘，按式（1）和式（2）的方式与水反应。用一对浸入阳极溶液的铂电极检测反应的终点。在滴定终点时，多余的碘使铂电极对产生去极化作用，致使电流/电压比发生变化，从而启动终点指示器，同时电流积分器停止工作。

电流积分器对电解过程中消耗的电流进行积分，根据法拉第定律计算出水分当量，最后以微克（ μg ）为单位显示水分含量。

3.2.2 仪器说明

3.2.2.1 卡尔费休滴定仪

试验所用仪器为卡尔费休滴定仪。卡尔费休滴定仪采用专利电路，其连接形式如图 1 所示。



说明：

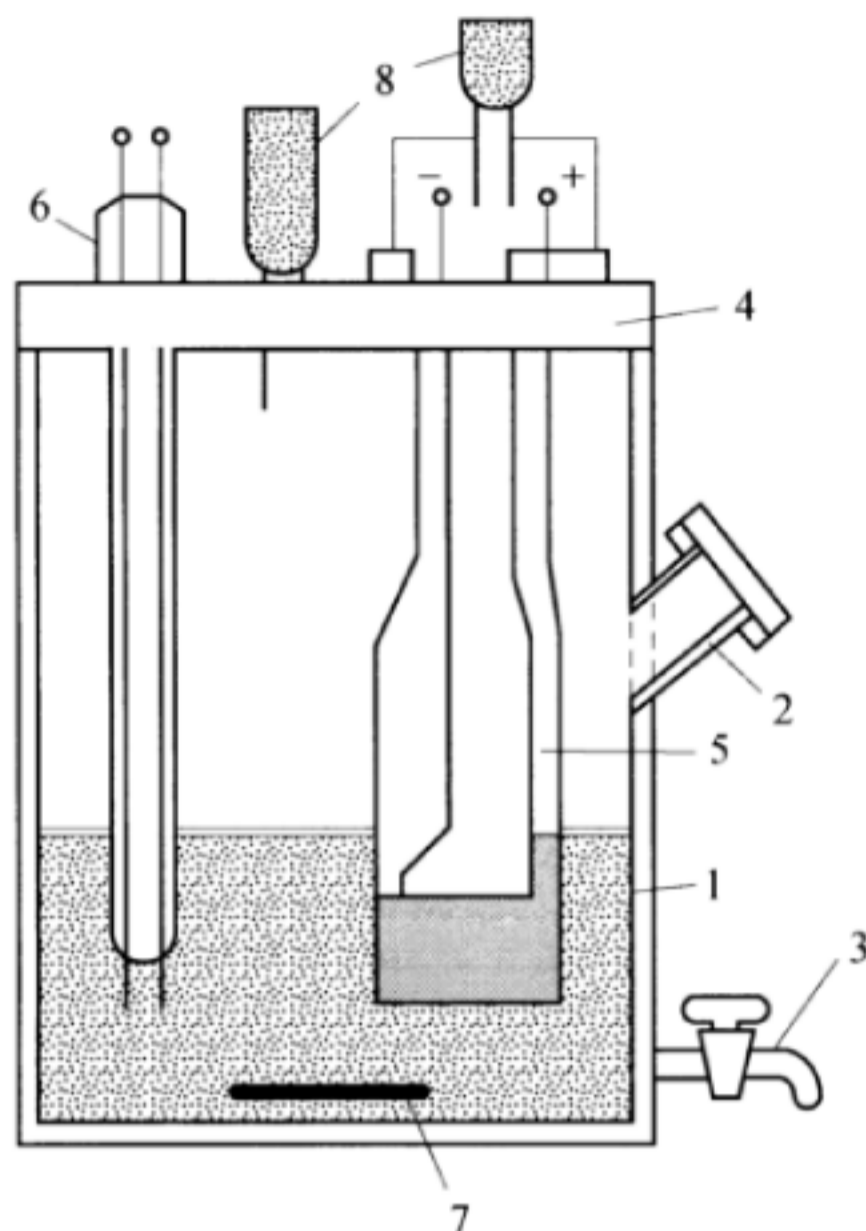
- 1——滴定池；
- 2——检测电路；
- 3——电流调节器电路（稳流电路）；
- 4——直流电源（电解）；
- 5——终点指示器；
- 6——电流积分器；
- 7——电磁搅拌器。

图 1 卡尔费休滴定仪连接形式

3.2.2.2 滴定池

图 2 为滴定池示例，随着技术的发展，也可能出现符合本标准技术要求的其他新的设计。滴定池中的仪器组成包括：

- 玻璃滴定瓶，带有进样口和排气阀（任选）。
 - 聚四氟乙烯盖，连接到滴定瓶上，盖上面有三个孔用于插入电极和干燥管。
 - 发生器装置（阴极室），由一根下端用隔膜封闭的玻璃管组成，在隔膜的两边都装有铂电极。
- 注：隔膜可由离子交换膜、烧结多孔板、陶瓷过滤器或其他体系组成，用其来阻止两种溶液扩散，并能允许产生足够大的电解电流。
- 检测电极，用于测定电位或电流的铂电极对。
 - 涂有聚四氟乙烯的搅拌棒。
 - 干燥管，防止滴定池和发生器受环境中湿气的影响。
 - 硅橡胶密封膜，密封进样口用。建议在使用前十字切口处理，以便可以用钝的平头针注入试样。
- 必要时，应更换密封膜，以防漏气。如试验时仪器出现大的漂移，则说明漏气。



- 说明：
- 1——滴定瓶（阳极室）；
 - 2——进样口；
 - 3——排气阀；
 - 4——聚四氟乙烯盖；
 - 5——发生器装置（阴极室）；
 - 6——电位测量用的铂电极对；
 - 7——涂聚四氟乙烯的搅拌棒；
 - 8——干燥管。

图 2 滴定池示例

3.2.2.3 检测电路

检测电路用于将直流恒定电压或交流恒定电流加到检测器铂电极对上，以使能根据极化电流或电压的变化来测定终点。

3.2.2.4 电流调节器电路

电流调节器电路能按照来自检测器电路的信号控制电解过程。

3.2.2.5 直流电源

电解过程用直流电源进行。

3.2.2.6 终点指示器

终点指示器用于显示电解过程达到终点。

3.2.2.7 电流积分器

电流积分器用于测量滴定过程中因电解而消耗的电量，然后计算并显示相应的水分含量，以微克(μg)计。

注：某些仪器已装上计算器，对测定的试样能自动显示水分含量。

3.2.2.8 电磁搅拌器

保持恒速的电磁搅拌器，能保证溶液充分分散（通常滴定瓶内的物质并不总是单一相，因为大多数绝缘液体与试剂液体不是完全可混溶的）。

3.3 试剂与辅助材料

警告：有些试剂可能危害健康，需妥善处理。

3.3.1 试剂

试验所用的试剂有：

- 可以根据所用的仪器型号和被测试绝缘液体的需要从市场上购置已配制好的试剂。
- 甲醇基试剂和某些硅酮化合物会发生干扰反应。此外，某些醛类、酮类和共轭不饱和有机酸之间也会发生类似反应，这些化学物质作为降解产物或杂质存在于液体中，这时建议不要使用甲醇基的试剂。

注：某些绝缘液体可能需要使用附加的或其他替代溶剂。

3.3.2 辅助材料

试验所用辅助材料有：

- 中性溶液，含有约 20mg/mL 水的甲醇。
- 干燥剂，如无水高氯酸镁或变色硅胶。
- 润滑脂，聚四氟乙烯的石油烃类或氟代烃类。
- 试样进样和测试用玻璃注射器，根据 YY 1001.1 的规定，注射器容积为 10mL 和 5mL，针长 100mm，针孔直径为 1mm。建议使用钝的平头针，以减少对橡胶片的破坏。

3.4 仪器准备

准备并安装仪器，装好试剂，按仪器说明书进行仪器稳定化程序操作。

3.5 取样

如果试样除测试水分含量外还需进行其他成分测试，则必须先进行水分测试。

3.5.1 常规取样方法

常规试验应按 GB/T 7597—2007 中 3.1 的规定取样，取样瓶应在 $115^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中加热干燥 16h~24h。

3.5.2 推荐取样方法

为获得较高的准确度，尤其是当水分含量比较低时，应按 GB/T 7597—2007 中 3.2 的方法取样。取样瓶准备按 GB/T 7597—2007 中 3.7 进行。注射器和针头应拆开，并在 $115^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下至少干燥 8h，然后将其放置在有无水硅胶的干燥器内冷却，直到使用时再取出。

注：若取组合样品或平均样品，则可能会影响测定的准确度，因此不建议这样取样。

3.5.3 样品贮存

样品从取样到分析测试期间的时间不应超过 7 天，且应避光贮存。

3.6 程序

- a) 对于已收集在玻璃瓶中的试样：将干净的玻璃注射器和合适尺寸的注射针放于 $115^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 、鼓风良好的烘箱中干燥，然后放入干燥器中冷却。将绝缘液体吸入注射器，注意针头应在液面以下。立即盖好玻璃瓶，使注射器保持垂直且针尖朝上，排出全部气泡。将注射器内的液体排空，重新用注射器吸液并称重，准确到 0.1g。

对于已收集在注射器内的试样：排出约 2mL 试样冲洗针头，称重注射器，精确到 0.1g。

所需试样的量根据试样预期的水分含量确定。但对于大多数新的或已使用过的绝缘液体，当其水分含量在 $2\text{mg/kg} \sim 100\text{mg/kg}$ 时，其最佳取样量为 5mL。

- b) 按仪器说明书操作仪器开关使其开始电解，并将试样通过隔膜注入滴定瓶中，针尖不可接触到试剂表面。重新称重注射器，并记录注入试样的质量 m_1 ，以克 (g) 计。

确保注入的试样与试剂充分混合，在仪器达到自平衡后或在滴定过程中，搅拌器的速度应保持恒定。

- c) 滴定至终点，从显示器上读出被测试样的水分含量 (m_2)，以微克 (μg) 计。

- d) 用样品将注射器冲洗两次，按步骤 a) 重新注入试样并称重，并按 b) 和 c) 步骤重复测定。

- e) 经数次测试后可能已累积了很多试样液体，按照使用说明书，根据阳极和阴极的液位情况，弃掉多余的试样液体，并使仪器重新达到平衡。

经数次抽液后，应重新将新的溶液注入滴定瓶和发生器电极，重复平衡步骤。

3.7 计算结果

$$\text{水分含量} = m_2/m_1$$

式中：

m_2 ——滴定测得的水分含量， μg ；

m_1 ——试样的质量，g。

3.8 报告

试样的水分含量以两次测定的平均值表示，以 mg/kg 为单位，精确到整数。

注：有些仪器注入试样的量以毫升 (mL) 计，则水分含量也可以 mg/L 为单位表示。

3.9 精度

3.9.1 重复性

同一操作者，在同一实验室，使用同一台仪器，按相同的操作方法，对同一试样进行的两次测定结果之差在 95%置信水平下不大于 $0.60\sqrt{x}$ (mg/kg)，其中 x 为两次测定的平均值。

3.9.2 再现性

不同操作者，在不同实验室，使用不同仪器，按相同的操作方法，对同一试样测得的两个单一、独立的测定结果之差在 95%置信水平下不大于 $1.50\sqrt{x}$ (mg/kg)，其中 x 为两次测定的平均值。

4 高黏度绝缘液体（气体抽提法）

4.1 方法概述

将已知量的绝缘液体在卡尔费休仪中的密闭瓶内加热，借助干燥的氮气流吹扫将水分转移到滴定池中，然后进行库仑滴定。

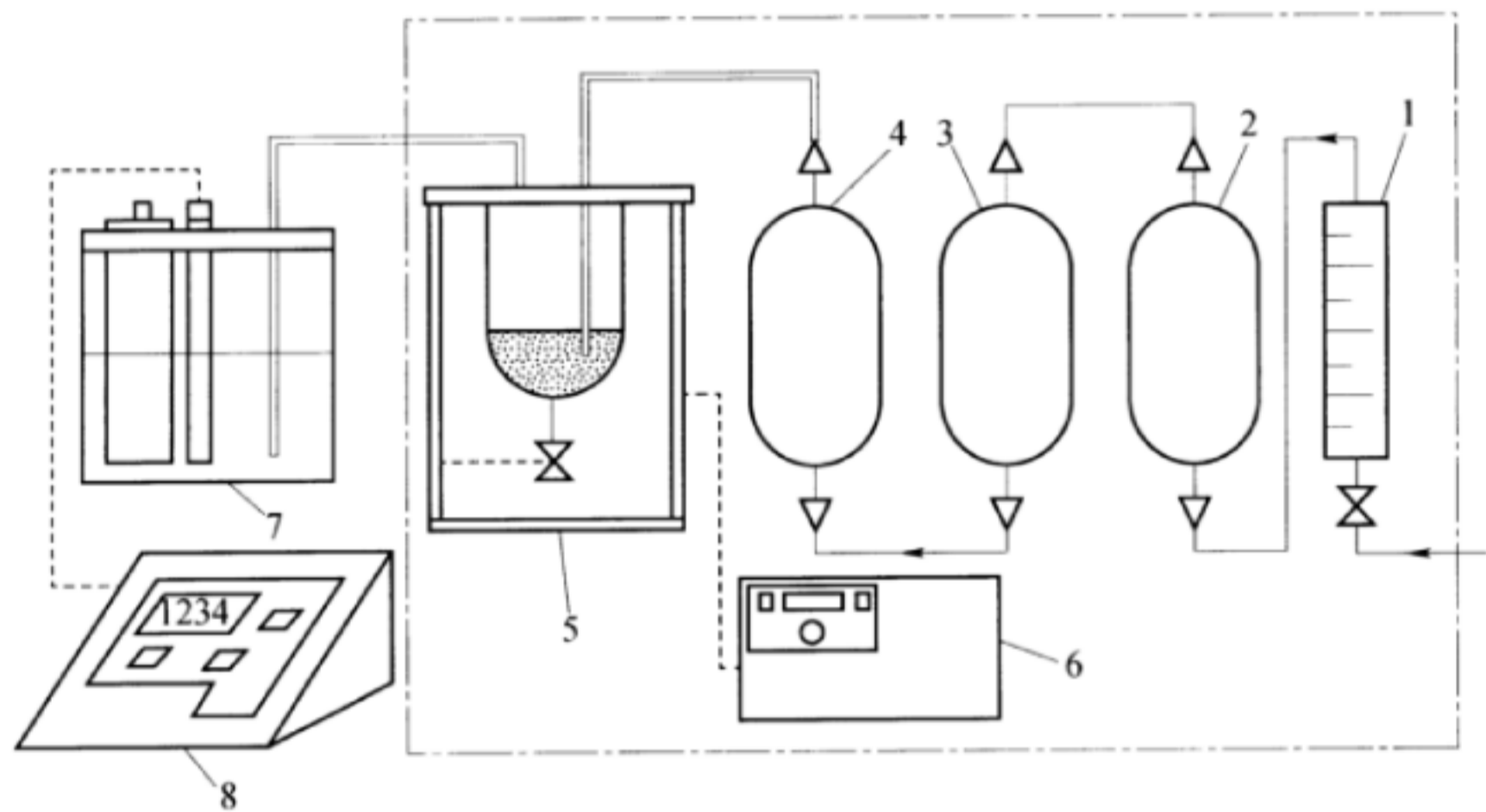
注：用适当溶剂稀释后，也可用第 3 章中的方法对高黏度绝缘液体进行水分含量的测试。该方法的精确度取决于稀释度、水分含量和所选用溶剂的黏度等因素的影响。

4.2 仪器与试剂

图 3 所示为卡尔费休滴定仪和气体抽提装置示意图，包括以下部分：

- a) 滴定仪：自动库仑卡尔费休滴定仪（见 3.2）；
- b) 蒸发器：100mL 玻璃瓶，带氮气进气管，内径 1.25mm（见图 4）；
- c) 加热器：清洁、透明的可通电玻璃加热器；
- d) 温度控制器：自动控制，精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ；
- e) 载气：氮气，工业级，水分含量小于 $10\mu\text{L/L}$ ；
- f) 载气干燥剂：一个硅胶柱和两个五氧化二磷柱；
- g) 与 3.3 中所列的试剂相同。

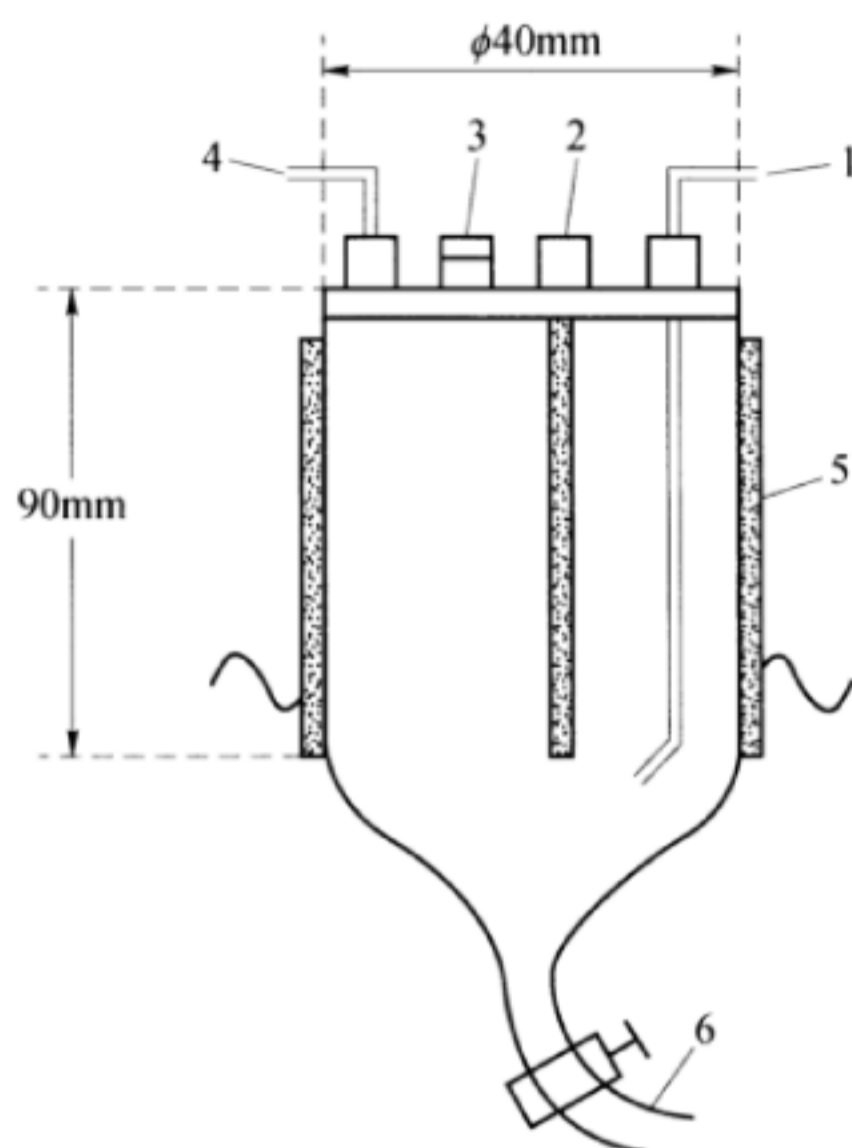
注：当存在干扰物质时，需要选用合适的试剂并需要直接注入试样。



说明：

- 1——流量计；
- 2——硅胶干燥管；
- 3、4——五氧化二磷干燥管；
- 5——备有加热器的蒸发玻璃瓶；
- 6——温度控制器；
- 7——滴定室；
- 8——控制装置。

图 3 卡尔费休滴定仪和气体抽提装置示意图



说明:

- 1——氮气入口管;
- 2——热电偶;
- 3——样品注入口;
- 4——氮气和蒸发水出口管;
- 5——加热器;
- 6——排液阀。

图4 备有加热器的蒸发器玻璃瓶

4.3 程序

- a) 按 3.4 的步骤操作卡尔费休滴定仪。
- b) 由蒸发瓶的进样口隔膜注入足量的基础绝缘液体 (约 10mL) 到蒸发瓶中, 使其淹没氮气进口管头以能使气体可以鼓泡。该基础绝缘液体可以为被测试样, 或任何其他不与试样发生反应的混合液体, 且在测试温度下时其黏度与待测试样相近。
- c) 将蒸发器装置的温度设置为 $130^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, 并使其温度稳定。用干燥氮气以 $50\text{mL/min} \sim 200\text{mL/min}$ 的流速吹扫整个系统, 直至充分地干燥绝缘液体 (此时背景电流显示一个小的且稳定的读数)。
- d) 打开滴定开关, 按步骤 f) 和 g) 对此绝缘液体进行两次空白试验, 每次进行 10min。如果两次空白试验测得的水分含量相差在 $5\mu\text{g}$ 以内, 则取两次的平均值 (m_1); 如果两次空白试验测得的水分含量相差大于 $5\mu\text{g}$, 则需进一步干燥绝缘液体。
- e) 用注射器 [针头最小尺寸为 2mm (内径)] 或其他取样器向蒸发器内注入适量的试样液体 (m), 注入试样前后分别称量注射器以得到准确的试样质量。当水分含量大于 10mg/kg 时, 取 10g 试样; 当水分含量小于 10mg/kg 时, 则取 $20\text{g} \pm 5\text{g}$ 试样。
- f) 关闭主机上的滴定开关, 或停止滴定功能, 等待 10min 使蒸发出的水分聚集到滴定池中。
- g) 10min 后再启动开关并使其滴定到终点。

h) 从卡尔费休仪上读取滴定的水分含量 (m_2)。

注：当水分含量高于 50mg/kg 且（或）试样质量为 10g 时，水分有可能并未完全蒸发，这时应按步骤 e)、f) 再次进行测定，但应延长滴定时间或减少试样质量，对于某些滴定仪，可通过将滴定时间设得足够长来达到此目的。

i) 为确保运行条件稳定，可再进行一次 10min 的空白试验。如果测定值与原空白值 m_1 的差值在 5 μ g 以内，则不需要进一步滴定。

j) 重复进行一次试验。

注：在日常测定中，试验步骤 d) 和 i) 可省略，步骤 f) 和 g) 中的 10min 也可减小到 1min。

4.4 计算结果

按下式计算水分含量：

$$\text{水分含量 (mg/kg)} = (m_2 - m_1) / m$$

式中：

m_1 ——空白试验中测得的水分含量平均值， μ g；

m_2 ——在样品分析过程中滴定测得的水分含量， μ g；

m ——试样的质量，g。

4.5 报告

试样的水分含量取两次测定结果的平均值，以 mg/kg 为单位，精确到整数。

5 浸油纸和浸油纸板中水分含量的测定

5.1 用甲醇萃取后测定水分含量

5.1.1 试剂与材料

除 3.3 中所列的试剂和材料外，还需要：

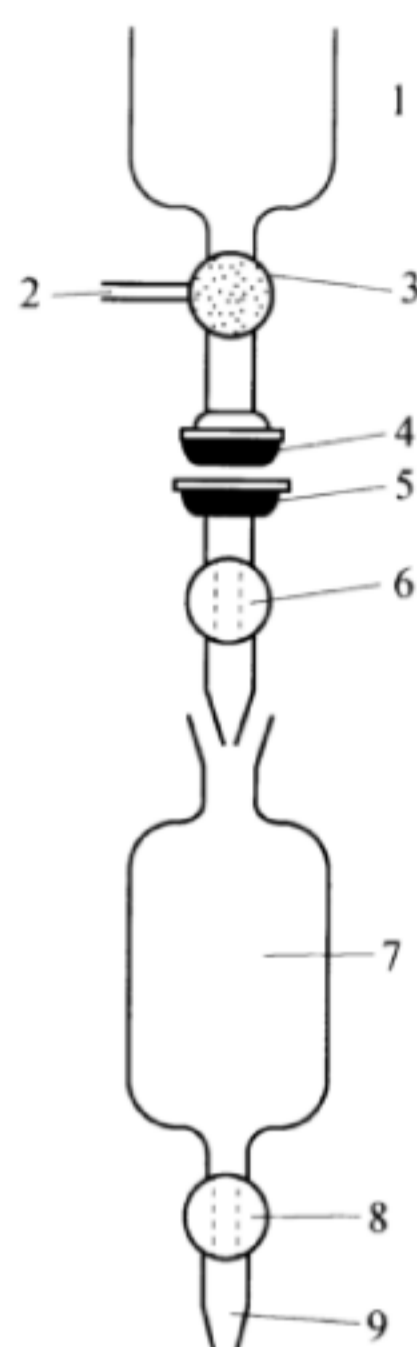
- a) 甲醇，分析纯，水分含量约为 0.05%；
- b) 无氯的合适溶剂，工业级；
- c) 镁屑。

警告：有些试剂可能有害健康，需妥善处理。

5.1.2 仪器

试验仪器有：

- a) 卡尔费休滴定仪，见 3.2。
- b) 甲醇蒸馏器。
- c) 干燥过的容器，用于收集蒸馏过的甲醇。容器装有干燥管以防止大气中水分进入。容器下部装有排气阀及球形接头与萃取管相连接（见图 5）。
- d) 带有刻度的不漏气的萃取管，容积约为 50mL。
- e) 金属镊子。



说明:

- 1——甲醇容器的下部;
- 2——真空泵;
- 3——三通阀;
- 4——标准 19/9 球形磨口接头 (球凸部);
- 5——标准 19/9 球形磨口接头 (球凹部);
- 6——上阀门;
- 7——萃取管, 容量 125mL;
- 8——下阀门;
- 9——锥形磨口接头 14/23。

图 5 甲醇容器和萃取管图示

5.1.3 仪器准备

清洗玻璃器具和金属镊子以除去残留试样的方法: 先用合适的洗涤液或肥皂水或无氯溶剂洗涤, 再用温水洗涤, 然后用去离子水洗涤, 排干水后再用甲醇洗涤。将洁净的器具放于 $115^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱内干燥, 然后放入干燥器中冷却至室温。

5.1.4 程序

- a) 通过镁屑蒸馏甲醇, 使其水分含量降至 200mg/kg 以下。将蒸馏过的甲醇收集在容器中, 容器带有填充高氯酸镁的干燥管以防大气中水分进入。测定已蒸馏过的甲醇中的水分含量并记录结果。
- b) 取一个装有纸或纸板试样的萃取管或将纸或纸板试样装入萃取管。取样方法参见附录 A。
 注 1: 控制试样质量, 使其被测水分含量介于 $1\text{mg} \sim 4\text{mg}$ 。
 注 2: 如果纤维素材料太厚, 建议将其切碎, 以保证得到更好的萃取效果, 在操作中应注意防止和周围环境发生任何水分交换。
- c) 将萃取管与装有干燥甲醇的容器相连接, 打开萃取管上的阀门, 连接真空管并抽真空 (时间很短)。用滴管加入 $1\text{mL} \sim 10\text{mL}$ 的甲醇, 关闭阀门并断开真空管。

- d) 用另一个没有装试样的萃取管重复步骤 c) 操作以作为空白试验。
- e) 将试样管和空白管摇动 2h。
- f) 按 3.4 操作卡尔费休滴定仪。
- g) 将试样管连接到滴定池上，将甲醇转移到溶剂中并滴定至终点。读取滴定仪上显示的水分含量 (m_2)。
- h) 重复步骤 g) 做空白试验，读取并记录空白试验的水分含量读数 (m_1)。
- i) 从滴定管中取出纸或纸板试样。用无氯溶剂清除试样表面的油渍，在 $115^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下至少干燥 2h，然后放置在干燥器内冷却、称重，记录纸或纸板的质量 m ，以 g 计。
- j) 进行重复测定。

5.1.5 计算结果

$$\text{水分含量 (质量分数, \%)} = (m_2 - m_1) \times 10^{-4} / m$$

式中：

m_1 ——空白试验中测得的水分含量， μg ；

m_2 ——试样滴定中测得的水分含量， μg ；

m ——纸或纸板试样的质量，g。

5.1.6 报告

取两次测定结果的平均值，精确到 0.01%，同时报告所用甲醇的水分含量。

5.2 直接滴定法

注：本方法仅限于厚度约 1mm 及以下的纤维素材料，因为在常规方法中无法完全萃取较厚的油浸试样中的水分。

5.2.1 试剂与材料

除了 3.3 中所列出的试剂与材料外，还需一种合适的无氯溶剂用以清除试样表面的油渍。

5.2.2 仪器

试验仪器有：

- a) 与 3.2 中所述的卡尔费休滴定仪相同。
- b) 金属镊子。

5.2.3 步骤

试验步骤如下：

- a) 按 3.4 准备并安装卡尔费休滴定仪。
- b) 用干燥的金属镊子快速将纸或纸板试样装入滴定池中。

注：见 5.1.4 的注 1 和注 2。

- c) 关闭滴定开关或停止滴定，等待 15min~25min（具体时间由操作者定），使纸或纸板试样中的水分转移至溶剂中，待萃取结束，打开滴定仪开关滴定到终点。
- d) 读取滴定仪上显示的水分含量 (m_2)。
- e) 在相同的时间内进行空白试验，以确定在试验过程中进入系统的水分含量 (m_1)。

对某些滴定仪，可连续地监控零点漂移且能自动从水分含量读数中扣除。这样可不需做空白试验，但注意确保在滴定过程中应稳定运行。

注：试验时间应尽可能缩短，这一点可由操作者根据经验和试样类型来控制。如果有必要，可通过不断重复试验，

延长萃取时间，直到结果不再变化，以此获得最佳的萃取时间。为了使试验结果具有再现性，整个试验应采用相同的萃取时间。

- f) 从滴定管中取出纸或纸板试样，并用溶剂清除油渍，在 $115^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥至少 2h。让纸样在干燥器中冷却，然后放置在干燥器内冷却、称重，记录纸或纸板试样的质量 m ，以克 (g) 计。
- g) 进行重复试验。

5.2.4 计算结果

$$\text{水分含量 (质量分数, \%)} = (m_2 - m_1) \times 10^{-4} / m$$

式中：

m_1 ——空白试验中测得的水分含量， μg ；

m_2 ——试样滴定中测得的水分含量， μg ；

m ——纸或纸板试样的质量，g。

5.2.5 报告

取两次测定结果的平均值，精确到 0.01%，同时报告萃取时间。

5.3 气体抽提法

5.3.1 仪器

仪器配置如图 3 所示，详见 4.2；也可使用气-固相萃取的船型蒸发器。

5.3.2 程序

- a) 按 3.4 准备并安装卡尔费休滴定仪。
- b) 将蒸发器加热到合适温度，低黏度绝缘液体浸渍的纸或纸板为 130°C ，高黏度绝缘液体或化合物浸渍的纸或纸板为 140°C 。
- c) 调整载气的流量为 $50\text{mL}/\text{min} \sim 100\text{mL}/\text{min}$ 。将载气的出口端伸入滴定池，使系统稳定直到出现小而稳定的背景电流。
- d) 快速地将纸或纸板试样从贮存瓶中取出并放入蒸发器中。对于水分含量很低的纸或纸板试样，取 0.5g 试样。
- e) 关闭主机上的滴定开关或停止滴定，等待 20min，使纸或纸板试样中的水分充分转移到溶剂中，待抽提结束后，打开滴定仪滴定到终点。从卡尔费休仪上读取测得的水分含量 (m_2)。

注：抽提时间取决于试样的性质和系统参数。大多数情况下 20min 已足够，但操作者也可确定最优条件。

- f) 在相同时间内进行空白试验，以确定在试验过程中进入系统的水分含量。记录滴定到的水分含量 (m_1)。

对某些滴定仪，可连续地监控零点漂移且能自动从水分含量读数中扣除。这样可以不需做空白试验，但注意确保在滴定过程中应稳定运行。

- g) 从滴定管中取出试样，用溶剂洗去纸或纸板表面的油渍，并在 $115^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥至少 2h。让纸或纸板试样在干燥器里冷却，然后称重。记录纸或纸板试样的质量 m ，以克 (g) 计。
- h) 重复进行试验。

5.3.3 计算结果

$$\text{水分含量 (质量分数, \%)} = (m_2 - m_1) \times 10^{-4} / m$$

式中:

m_1 ——空白试验中测得的水分质量, μg ;

m_2 ——试样滴定中测得的水分质量, μg ;

m ——纸或纸板试样的质量, g 。

5.3.4 报告

取两次测定结果的平均值, 精确到 0.01%, 同时报告萃取时间。

附 录 A (资料性附录)

油浸纸和油浸纸板的取样方法

A.1 概述

本附录介绍几种适合于从充油电气设备中取油浸纸或纸板试样的方法，目的是对经验不足的人员提供指导并提出主要的注意事项。

取样方法取决于所涉及绝缘的类型（如电缆或变压器）。每次取样时应避免被取样区域和环境介质之间发生水分交换。因此，建议从浸渍在油品中的纸或纸板上取样或是刚从油品中取出时就取样的方法。

如果方便，建议用打孔器取样，否则也可用剃须刀、外科手术刀或剪刀取样。

A.2 从电缆上取样

A.2.1 取一段电缆

- a) 切取电缆长不小于 50cm，以便于取出样品后安装上金属密封盖。
- b) 选择好第一个切口位置，用电锯、手锯或砂轮片将电缆锯断，并且立即将样品的端头用金属帽密封。金属帽上应带有螺母或螺纹接头，以便在加金属帽时可释放油压。
- c) 选择离第一个切口不小于 50cm 处作为第二个切口位置，并且重复密封过程。
- d) 剩下电缆的另外两个切口也应该按相同的方法进行封闭。
- e) 如果没有金属帽，也可使用能热收缩的或其他种类的塑料帽，只要其能够牢固地固定电缆端头。这时建议将电缆样品放在罐内或其他密闭容器内，直到取出纸样为止。容器内残留空气应尽可能少。

A.2.2 切开电缆取纸样

- a) 切取一段大约 30cm 的电缆。将电缆样品放入干燥氮气吹扫过的手套式试验箱内。氮气由气瓶供气，使用时应通过一个装有高氯酸镁干燥剂的干燥管，使氮气的露点降至 -56°C 。干燥剂应定期更换。电缆样品应在手套式试验箱内切开。
- b) 纸样用打孔器从离每一个电缆芯导体不同距离的至少两个地方取得。
- c) 弃去电缆的前两三层，然后从第五层或第六层取样，最后从靠近导体的第八层进行取样。
- d) 不应在靠近电缆端头的位置取纸样。因为切口端可能已吸收水分。纸样应放在密封的烧瓶中。
- e) 整个过程应尽快完成，将装有纸样的烧瓶从手套式试验箱中取出，按操作程序尽快进行水分测定。

A.3 从变压器上取样

A.3.1 从薄绝缘（厚度小于 3mm）上取浸油纸和纸板样品

用锐利的工具（剃须刀、外科手术刀或剪刀）切取油浸纸或纸板样品。应使用经过干燥的金属工具。样品应保存在密封的烧瓶中，按操作程序测定水分含量。

A.3.2 从厚绝缘（厚度大于 3mm）上取浸油纸或纸板样品

- a) 当绝缘材料厚度大于 3mm 时，最好用打孔器取样。打孔器由一端带有切割刀口的管子和管内

的活塞构成。将打孔器旋转钻入绝缘材料中，当拉出打孔器时，纸样会留在管内。用活塞将纸样推出管子，并直接放入烧瓶中。

- b) 用同一打孔器在第一次操作中能取到深度为 2mm~3mm 的样品。在第二次操作中能取到深度为 4mm~5mm 的样品。为了得到更深处的样品，可换用尺寸更小的切割管。按要求进行水分含量测定。

A.4 纸或纸板样品的保存

- a) 根据取样后立即进行测定与否，可选择不同的保存方式。
- b) 当取样后立即进行水分含量测定时，可将其放入清洁干燥过的烧瓶内。如果测定是在甲醇萃取后进行，纸样可直接保存在萃取管中并尽快地用甲醇萃取。
- c) 当取样后不能立即进行水分测定时，建议将纸或纸板样品放在烧瓶内，瓶中加满从中取出纸样的绝缘油，或用水分含量小于 5mg/kg 的干燥油代替。绝缘油按 DL/T 722 方法所述取样。
- d) 保存样品的容器清洗并干燥。烧瓶应尽量小（如对于数克纸样可选用 50mL 烧瓶），以减少浸渍用油和纸的水分变化。
- e) 烧瓶应装有带螺纹的盖子和合适的橡皮垫圈。在液体上方应留出少量的空间以防油样在温度变化时产生的膨胀。在某些情况下可使用注射器作为贮存和转移容器。
- f) 当使用注射器时，建议采用以下步骤：
 - 装上针头，抽取油样，直至活塞从注射器的针筒刚好完全要退出为止；
 - 用合适的密封帽盖住针头；
 - 装入纸样；
 - 重新将注射器的活塞推进针筒，取下针头密封帽，排出所要求体积的油样；
 - 再次用密封帽盖好针头，密封好的注射器可用于转移。
- g) 按以下步骤将纸样从注射器内取出：
 - 针头向上，握紧注射器，取下封帽，将芯塞拉出活塞直至它从注射器针筒中完全退出为止；
 - 用密封帽再次堵住针头；
 - 将活塞从注射器内取出，用事先干燥好的镊子将纸样取出。

参 考 文 献

- [1] DL/T 722 变压器油中溶解气体分析和判断导则
-