

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



DL/T 916—2005

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)。

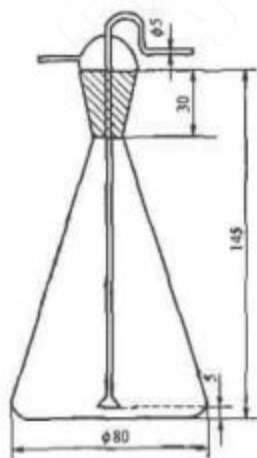


图1 砂芯式吸收瓶

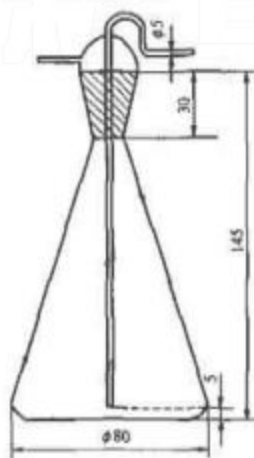


图2 直管式吸收瓶

- 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 0.01 mol/L。

5.1.2 配制氢氧化钠标准溶液 $c(\text{NaOH})$ 为 0.01 mol/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)。

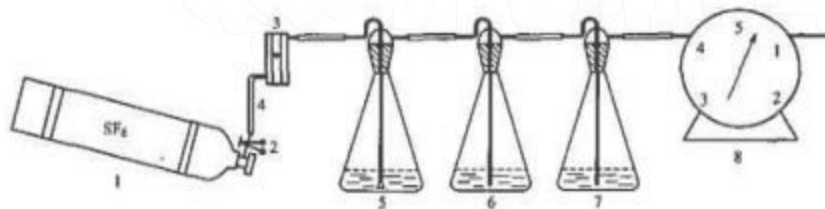
5.1.4 制备试验用水。将约 600 mL 去离子水注入 1000 mL 三角烧瓶中, 加热煮沸 5 min, 然后加盖并迅速冷却至室温。加入 3 滴混合指示剂, 用硫酸标准溶液调至呈微红色, 置于塑料瓶中, 密封保存 (试验用水应现用现配。)

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 150 mL 试验用水, 再用移液管分别加入 2.0 mL 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 500 mL/min。通气约 20 min 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_c ——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%。