

中华人民共和国电力行业标准

DL450—91

绝缘油中含气量的测试方法
(二氧化碳洗脱法)

中华人民共和国能源部 1991-10-28 批准

1992-05-01 实施

1 主题内容与适用范围

本标准适用于50℃时运动粘度等于或小于50mm²/s的绝缘油中非酸性气体含量的测试,不适用于可与氢氧化钾溶液发生化学反应的酸性气体(如二氧化碳等)含量的测试。

本试验方法主要用于注入新设备的油及作为补充用的经真空过滤的油的控制试验项目。

对正在运行的变压器油中含气量的测试,要注意溶解在油中的二氧化碳气体所引起的误差。

2 引用标准

GB 7252 变压器油中溶解气体分析和判断导则

3 方法概要

本方法用高纯度的二氧化碳气体以极其分散的形式通过一定体积的试样油,由于二氧化碳的过饱和,会将油中原来溶解的气体携带出来,并与二氧化碳同时通过装有氢氧化钾溶液的吸收管,这时,二氧化碳被完全吸收,所留下的气体就进入有精确刻度的气量管里,从刻度上可以读出气体的体积数。

4 试剂

4.1 氢氧化钾(化学纯)溶液:用蒸馏水配成40%的水溶液,即先把572g氢氧化钾溶于少量水中,再稀释至1L。

4.2 水银:经蒸馏水洗过的。

4.3 二氧化碳:干冰。

5 装置

绝缘油中含气量测试的装置如图1所示,要说明如

5.1 吸收管:吸收管上部的气量管总刻度为1.6mL,分刻度为0.01mL,要求精确刻度1)*。气量管的尺寸为内径约3mm,长约210mm,吸收管的总长度要求二氧化碳气泡在上升过程中能被完全吸收。吸收管的具体尺寸见附录A。

注:1)例如,当要求测量测试精度时,还应考虑由于各分度的误差

Professional high voltage test

高压测量仪器智造 | 电力试验工程服务

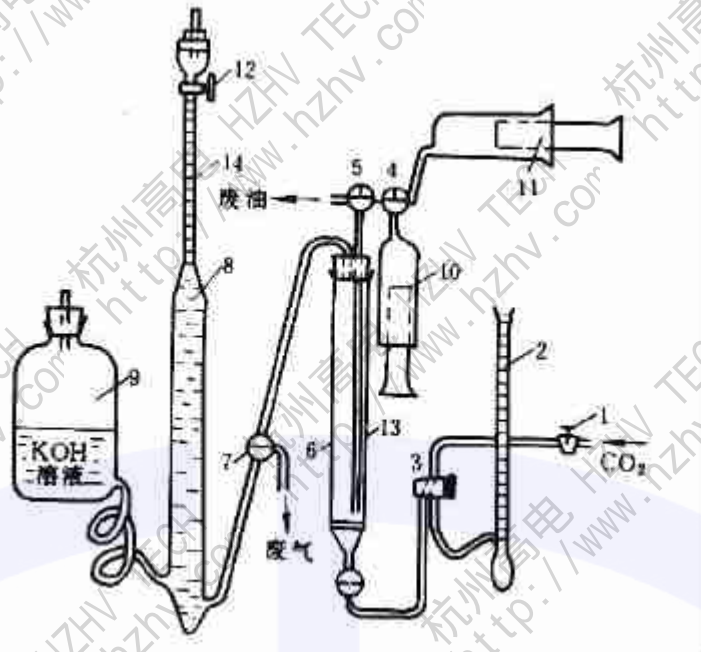


图 1 绝缘油中含气量测试装置

- 1—稳流阀；2—皂膜流量计；3、7—三通阀；
- 4、5—微型三通阀；6—洗脱管；8—吸收管；9—水准瓶；
- 10—进样用注射器；11—取样用注射器；12—旋塞；
- 13—进样用小管；14—气量管

5.2 水准瓶：吸收管下部连一水准瓶，水准瓶的容量可为250mL或500mL。水准瓶的瓶口及吸收管上部应装有已装好一段玻璃管的橡胶塞，以免氢氧化钾溶液飞溅。

5.3 钢丝和永久磁铁：气量管的内径很小，必要时要在管内放一钢丝，直径2mm，长约10mm，可借助气量管14外的永久磁铁使之上移动。

5.4 水银：在吸收管的下部放有少量水银，水银面应刚好挡住二氧化碳进口管。水银太多时，二氧化碳的压力必须较大才能通过，容易造成连接处漏气。水银的作用类似一个活动的阀门，以控制二氧化碳有均匀的流速和稳定的压力，同时，防止氢氧化钾溶液倒流到洗脱管里。

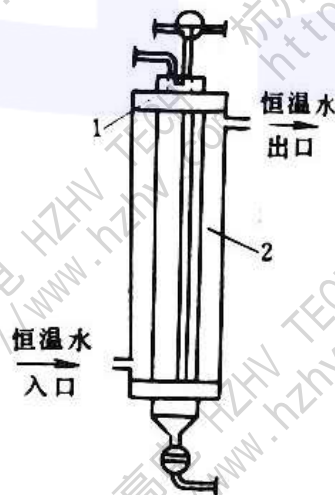


图 2 洗脱管的恒温装置

- 1—橡胶塞；2—玻璃罩

5.5 洗脱管:洗脱管下部装有一块烧结的微孔玻璃滤板(孔径可选为 $5\sim 10\mu\text{m}$),以便二氧化碳通过时能以极其分散的小气泡的形式进入到烧结板上部的油中。加大油与二氧化碳的接触面,使洗脱的速度加快,洗脱得完全。

洗脱管尺寸要求:对含气量大的油样,例如3%或更多,进样量可小些,如10mL,洗脱管的容积可为30~50mL,滤板的直径可为12mm;对含气量小的油样,例如1%~2%,为提高测试的精确度,进样量可以大些,如2.0mL,洗脱管内的容积可为80~200mL,滤板的直径可为25mm。管内径小时,洗脱效率高。

5.6 二氧化碳的流量控制和测试部分:二氧化碳的流量由稳流阀控制,也可在稳流阀与三通阀3之间装一压差流量计,以随时监视二氧化碳的流量。要求在整个测试时间内二氧化碳的流量稳定不变。

用三通阀3所连接的皂膜流量计2测量二氧化碳的流量。单位: mL/min。

注:此处所测二氧化碳的流量非流经洗脱管及吸收管的真实流量,因为转动三通阀3时,流量会有变化,但是,只要保持流量稳定不变,对总的测试结果就无影响。

5.7 进样量的控制:进样用的注射器10应用蒸馏水称重法准确测定内部容积,并设法固定所确定的芯子位置,精确到0.05mL。

由于从三通阀4经三通阀5到进样用的小玻璃管13内的油,实际上不被测试,故应把这段管内油的体积从总进油量中减去,才为实际的进油量。所以还需要用蒸馏水称重法确定小管的容积,精确到0.05mL。

5.8 关于测试温度的控制:对粘度较大的油,可以用提高洗脱管的温度来提高洗脱效率。用打水式恒温水浴是适用的。装置如图2所示(温度控制不要求很严格)。

6 取样方法

) 见GB7252第2.1条,同时用两支注射器分别取两个样品做平行试验。

7 样品的保存和运输

要求在取样及保存油样的过程中保证严密不漏气,不漏油。取样用的注射器要密封良好。因此最好就近取样测试,避免长途运输,详见GB 7252第2.3条。

8 操作步骤

8.1 将仪器按照图1所示的装置装好,注意所有的连接管均要采用内径不大于3mm的细管,并严格检查所有接头要严密不漏气,必要时可用封口胶或真空封泥密封。

8.2 取干冰于一小塑料瓶中,要注意装满一瓶并压紧,以尽可能排除瓶内的空气。将瓶盖盖好,经检查瓶盖处不漏气后,放入保温瓶内。塑料瓶盖上的小管经保温瓶盖的小孔引出,接三通阀3。为使塑料瓶处于低温,保温瓶内也放少许干冰。

8.3 转动三通阀3使二氧化碳进气管与皂膜流量计2连接。皂膜流量计2内装少量十二烷基硫酸钠水溶液。测定二氧化碳的流量,一般以 $20\sim 40\text{mL}/\text{min}$ 为宜¹⁾。

注:1)流量太小时,洗脱时间要延长;流量太大时,油会产生较多的泡沫,甚至进入吸收管。

8.4 转动三通阀3使二氧化碳进气管与洗脱管6连接,用二氧化碳取代整个装置内部空间的空气,此时三通阀7转向通大气,大约1~2h。在这期间要有几次用注射器10和小玻璃管13抽取洗脱管内的气体,并在废油的出口处排出,以加速整个清洗过程。

8.5 提高水准瓶9,打开活塞12,使吸收管内几乎完全充满氢氧化钾溶液,然后关闭活塞12。将水准瓶的液面对准气量管的液面,记下气量管的读数 V_0 ,要求精确到0.005mL。放下水准瓶,转动三通阀7使二氧化碳通过吸收管,并同时用秒表记录时间。分析一个油样的时间定为10min,通二氧化碳10min后立即转动三通阀7使二氧化碳通入大气,提高水准瓶,以同样的方法记下气量管的读数,减去 V_0 即为空白值 V_c 。当 V_c 于0.1mL时,即可开始试验。如果空白值过高,应继续步骤8.4;如果所测的油样含气量很低,则空白值应小一些。

8.6 提高水准瓶, 以同样的方法记下 V_0 后, 放下水准瓶。将注射器11(油样瓶)与三通阀4连好, 用样品油清洗进样用的注射器10, 转动三通阀4、5将废油排出, 再转动三通阀4、5到进油方向, 推动注射器11的芯子, 使油进入注射器10到已经固定好的位置。转动三通阀4到进样方向, 慢慢推动注射器10的芯子, 将油样全部推进到洗脱管里, 同时转动三通阀7使二氧化碳通入吸收管, 并开始记录时间, 然后立即关闭三通阀5。通气10min后, 转动三通阀7到通大气。提高水准瓶, 以8.5所述的同样的方法记下气量管的读数, 减去 V_0 即为洗脱出的溶解气体体积 V_a 。

8.7 转动三通阀5到排废油方向, 关闭三通阀7, 借二氧化碳的压力将废油排出。

8.8 上述试验后, 立即测定空白值 V_c , 测定方法同步骤8.5。

8.9 记下试验时的气温($^{\circ}\text{C}$)及大气压力(kPa)。

8.10 试验全部完成后, 打开活塞12把氢氧化钾溶液全部倒出, 用蒸馏水反复清洗吸收管内部, 特别是旋塞12和三通阀7处, 以免腐蚀。

8.11 氢氧化钾溶液使用一段时间后, 会被稀释(此时发现 CO_2 气泡进入洗脱管后不是立即被吸收, 而是逐渐被吸收), 应更换新液。

9 测试结果的表达方式

结果表示方法: 油中的含气量以在 0°C 和101.3kPa下的体积百分数表示。

10 计算方法

10.1 将步骤8.6所测得的气体体积数修正到 0°C 和101.3kPa下的体积 V_s :

$$V_s = \frac{(V_a - V_c) p_a T_s}{p_s T_a}$$

式中 V_a ——试验中实际收集的气体体积, mL;
 V_c ——空白操作时收集的气体体积, mL;
 p_a ——试验时的大气压力, kPa;
 p_s ——标准大气压力, 101.3kPa;
 T_a ——试验时的热力学温度($273+t$)K(t 为试验温度, $^{\circ}\text{C}$);
 T_s ——本试验的标准温度, 273K。

10.2 计算在 0°C 和101.3kPa下油样的体积 V_{1s} :

$$V_{1s} = V_1 - V_{s1}(T_1 - T_s)K$$

式中 V_1 ——被试样的体积, mL;
 T_1 ——试验时油样的热力学温度, ($273+t$)K(t 为试验温度, $^{\circ}\text{C}$);
 T_s ——本试验的标准温度, 273K;
 K ——油样的体积膨胀系数, 变压器油取 $0.00065^{\circ}\text{C}^{-1}$ 。

10.3 计算在 0°C 和101.3kPa下油中气体的百分含量:

$$\text{气体含量的体积百分数} = (V_s / V_{1s}) \times 100$$

11 精确度

两个平行试验结果间的相对偏差, 不应超过下列数值:

含 气 量, %	相 对 误 差, %
<0.5	20
<3	10
>3	5

12 报告

测试结果取两个平行试验值的平均值。

附录 A

洗脱管和吸收管的设计图

(参考件)

洗脱管和吸收管的设计图：见图A1，图A2。

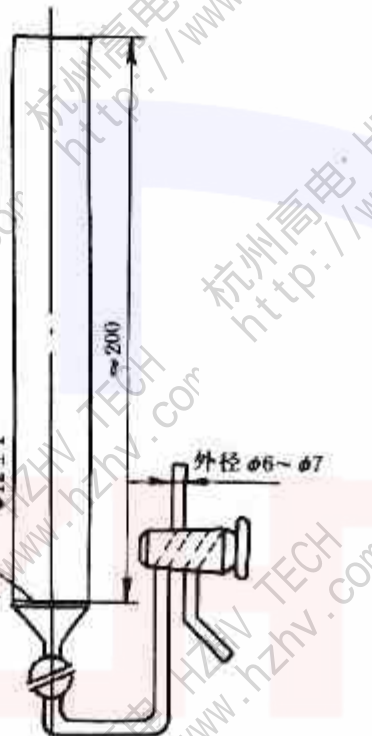


图 A1 洗脱管

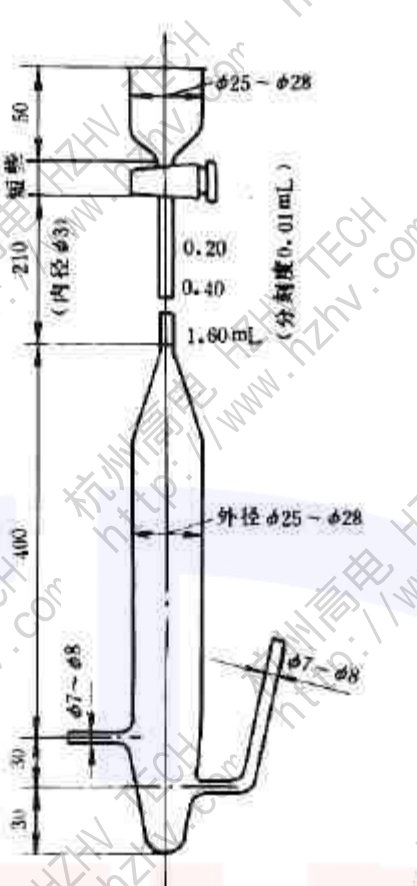


图 A2 吸收管

附加说明:

本标准由能源部科学技术司提出。

本标准由能源部化学专业标准化技术委员会技术归口。

本标准由能源部电力科学研究院负责起草。

本标准主要起草人贾瑞君。

本标准参照采用美国ASTMD1827—84《用二氧化碳置换法测定绝缘液体中气体(非酸性)含量的标准试验方法》。