

ICS 75.100
E 38



中华人民共和国国家标准

GB/T 7600—2014
代替 GB/T 7600—1987

运行中变压器油和汽轮机油水分含量 测定法(库仑法)

Determination of water content in transformer oils and turbine oils in service by
coulometric method

2014-09-03 发布

2015-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

目 次

| | |
|--------------------------|-----|
| 前言 | III |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 方法原理 | 1 |
| 4 试剂 | 1 |
| 5 仪器 | 2 |
| 6 测定步骤 | 2 |
| 7 计算 | 2 |
| 8 精密度 | 2 |
| 附录 A(资料性附录) 电解池的清洗 | 4 |

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 7600—1987《运行中变压器油水分含量测定法(库仑法)》，与 GB/T 7600—1987 相比主要变化如下：

- 扩大了标准的适用范围，增加了汽轮机油；
- 增加了引用标准；
- 删去原标准中卡尔费休试剂的配制和电解液的配制；
- 将原标准内容进行了适当的重新编排；
- 附录中增加了电解池的清洗。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由全国电气化学标准化技术委员会(SAC/TC 322)归口。

本标准起草单位：西安热工研究院有限公司、安徽省电力科学研究所。

本标准主要起草人：肖秀媛、冯丽苹、祁炯。

本标准于 1987 年首次发布，本次为第一次修订。

运行中变压器油和汽轮机油水分含量 测定法(库仑法)

1 范围

本标准规定了用库仑法测定运行中变压器油和汽轮机油水分含量的方法。

本标准适用于运行中变压器油和汽轮机油水分含量的测定。磷酸酯抗燃油水分含量的测定可参照本方法。

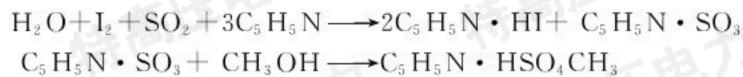
2 规范性引用文件

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。

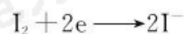
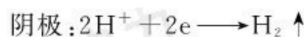
GB/T 7597 电力用油(变压器油、汽轮机油)取样方法

3 方法原理

其原理是基于有水时,碘被二氧化硫还原,在吡啶和甲醇存在的情况下,生成氢碘酸吡啶和甲基硫酸氢吡啶。反应式如下:



在电解过程中,电极反应如下:



产生的碘又与试油中的水分反应生成氢碘酸,直至全部水分反应完毕为止,反应终点用一对铂电极所组成的检测单元指示。在整个过程中,二氧化硫有所消耗,其消耗量与水的摩尔数相等。

依据法拉第电解定律,电解所用的电量与碘的物质的量成正比,即电解 1 mol 碘,消耗 1 mol 水,需要 2 倍的 96 493C 电量。计算式如下:

$$\frac{m \times 10^{-6}}{18} = \frac{Q \times 10^{-3}}{2 \times 96\,493}$$

$$\text{即: } m = \frac{Q}{10.722} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——样品中的水分,单位为微克(μg);

Q ——电解电量,单位为毫库仑(mC);

18 ——水的相对质量。

4 试剂

4.1 卡尔费休法电解液。

GB/T 7600—2014

4.2 纯水:电导率不应大于 0.10。

4.3 含水标样:含水量为 200 mg/L。

5 仪器

5.1 微库仑分析仪。

5.2 注射器:0.5 μL,50 μL;0.25 mL,1 mL,2 mL,5 mL,25 mL,50 mL。

6 测定步骤

6.1 按 GB/T 7597 的规定采集油样。

6.2 电解池的清洗参见附录 A。

6.3 按仪器说明书调试仪器。

6.4 开启电磁搅拌器,开始电解电解池中所存在的残余水分。若电解液碘过量,用 0.5 μL 微量注射器注入适量纯水,此时电解液颜色逐渐变浅,最后呈黄色进行电解。

6.5 当电解液达到滴定终点,用注射器抽取一定量已知含水量的标样或用 0.5 μL 注射器抽取 0.5 μL 纯水,按下启动按钮,通过电解池上部的进样口注入电解池,进行仪器标定。仪器显示数值与标准值的相对误差应为±5%,当连续三次标定均达要求值,才能认为仪器调整完毕。超出此范围,应更换电解液。

6.6 当电解液难以达到滴定终点时,应先关闭搅拌器、停止滴定,拿起电解池,摇动数次,再重新开始搅拌、滴定,使周围壁上的水分充分电解,可以如此反复几次,以便尽快达到终点。如果还是难以达到要求,应更换电解液。再按 6.5 测试。

6.7 仪器调整平衡后,用待测样品冲洗注射器不应少于三次,然后抽取待测样品 1 mL(根据样品含水量高低,可调整进样量的大小)。

6.8 按启动按钮,待测样品通过电解池上部的进样口注入电解池。仪器自动电解至终点,记下显示数值。同一试验至少重复操作两次以上,取平均值。

7 计算

根据被测样品的进样体积,按式(2)计算出水分含量。

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

ρ——待测样品的水分含量,单位为毫克每升(mg/L);

m——待测样品中的水分,单位为微克(μg);

V——待测样品的进样体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

两次平行测试结果的差值不应超过表 1 中的数值:

表 1

单位为毫克每升

| 样品含水范围 | 允许差 |
|--------|--------|
| 10 以下 | 2 mg/L |
| 10~20 | 3 mg/L |
| 21~40 | 4 mg/L |
| 大于 41 | 10% |

取两次平行试验结果的算术平均值为测定值。

附录 A
(资料性附录)
电解池的清洗

A.1 溶剂清洗

电解池是由玻璃、铂金和聚四氟乙烯等材料制成,它们能耐强酸和绝大部分的溶剂。清洗电解池时最好采用与分析样品相容的溶剂,比如丙酮、甲醇等溶剂。

把溶剂充入阴极室,用橡皮塞密封好干燥管的接口,充分摇晃以除去内部的沉淀(可以反复进行)。然后把溶剂整个倒在阳极室冲洗,但不要冲到电极引线处。

A.2 硝酸清洗

如果用溶剂不能清洗干净,则要依次使用硝酸、水、甲醇清洗。并用真空泵或其他类似的装置通过滤板抽出酸液(可以反复进行),直至滤板上的孔被清洗干净。清洗应按下列具体步骤进行:

- a) 首先取出阴极室,用水冲洗,在阳极室内加入约 50 mL 75%的硝酸,把阴极室慢慢放入阳极室,使滤板浸入酸液,将真空泵接到阴极室上,抽取足量的硝酸通过滤板,使阴极浸入硝酸,沉淀开始被硝酸溶解,硝酸的颜色会变深,倒掉后,再在阳极室内加入约 50 mL 75%的硝酸,抽取硝酸通过滤板,可以反复进行,直到酸不再变色为止。
- b) 如果按步骤 a) 仍然不能清洗干净,需对硝酸加热后再按步骤 a) 清洗。
- c) 用水彻底清洗干净,再用甲醇冲洗。

A.3 干燥

将清洗干净的电解池置于 65℃ 烘箱中至少干燥半小时。

注:本附录是参考 ASTM D 1533 Standard test method for water in insulating liquids by coulometric Karl Fischer titration。