

ICS 27.100

F 24

备案号: 47939-2015



中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1366 — 2014

电力设备用六氟化硫气体

Sulfur hexafluoride for electrical equipment using

最新标准官方首发群: 141160466

最新标准 定期更新 | 资源共享 有求必应

2014-10-15 发布

2015-03-01 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 技术要求 1

4 试验方法 2

 4.1 安全提示 2

 4.2 一般规定 2

 4.3 六氟化硫质量分数的测定 2

 4.4 空气、四氟化碳、六氟乙烷、八氟丙烷、氟化硫酰、氟化亚硫酰、十氟一氧化二硫和二氧化硫
 质量分数的测定 3

 4.5 水分的测定 4

 4.6 酸度的测定 5

 4.7 可水解氟化物（以 HF 计）质量分数的测定 6

 4.8 矿物油的测定 8

 4.9 毒性试验 9

5 检验规则 10

6 包装、标志、贮运及安全警示 11

 6.1 包装、标志、贮运 11

 6.2 安全警示 11

附录 A（资料性附录） 六氟化硫中的空气、四氟化碳、六氟乙烷、八氟丙烷含量的测定..... 12

前 言

本标准依据 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。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业高压开关设备及直流电源标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位：广东电网公司电力科学研究院、中国电力科学研究院。

本标准参加起草单位：重庆电力科学研究院、安徽省电力科学研究院、陕西电力科学研究院、福建电力科学试验研究院、华北电力科学研究院有限责任公司、华东电力试验研究院有限公司、湖北电力试验研究院、海南电力科学研究院、黎明化工研究院、青海信禾高精化工有限公司。

本标准主要起草人：李丽、王宇、姚唯建、刘汉梅。

本标准参加起草人：姚强、祁炯、杨韧、郑东升、蔡巍、徐红、袁平、裘吟君、牛学坤、任清贵。

本标准在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

最新标准官方首发群：141160466

最新标准 定期更新 | 资源共享 有求必应

电力设备用六氟化硫气体

1 范围

本标准规定了电力设备用新六氟化硫气体的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于电力设备用新六氟化硫气体。

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 190 危险货物包装标志
GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则
GB 5099 钢质无缝气瓶
GB/T 5832.1 气体湿度的测定 第1部分：电解法
GB/T 5832.2 气体中微量水分的测定 第2部分：露点法
GB/T 6681 气体化工产品采样通则
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB 7144 气瓶颜色标志
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 8905 六氟化硫电气设备中气体管理和检测导则
GB/T 11605 湿度测量方法
GB 14193 液化气体气瓶充装规定
GB 15258 化学品安全标签编写规定
GB 16804 气瓶警示标签
GB/T 28726 气体分析 氮离子化气相色谱法
HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备
HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备
HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备
中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局令 第46号 气瓶安全监察规程 2003版
中华人民共和国国务院令 第591号 危险化学品安全管理条例 2011版

3 技术要求

电力设备用六氟化硫应符合表1的要求。

表1 技 术 指 标

项目名称		指 标
六氟化硫 (SF ₆) 质量分数, 10 ⁻²		≥99.9
空气 (Air) 质量分数, 10 ⁻⁶		≤300
四氟化碳 (CF ₄) 质量分数, 10 ⁻⁶		≤100
六氟乙烷 (C ₂ F ₆) 质量分数, 10 ⁻⁶		≤200
八氟丙烷 (C ₃ F ₈) 质量分数, 10 ⁻⁶		≤50
氟化硫酰 (SO ₂ F ₂) 质量分数, 10 ⁻⁶		未检出
氟化亚硫酰 (SOF ₂) 质量分数, 10 ⁻⁶		未检出
二氧化硫 (SO ₂) 质量分数, 10 ⁻⁶		未检出
十氟一氧化二硫 (S ₂ OF ₁₀) 质量分数, 10 ⁻⁶		≤5
水 (H ₂ O) 101.3kPa	质量分数, 10 ⁻⁶	≤
	露点, ℃	≤-49.7
酸度 (以 HF 计) 质量分数, 10 ⁻⁶		≤0.2
可水解氟化物 (以 HF 计) 质量分数, 10 ⁻⁶		≤1
矿物油质量分数, 10 ⁻⁶		≤4
毒性		生物试验无毒

4 试验方法

4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性, 操作者须小心谨慎! 如溅到皮肤上应立即用水冲洗, 严重者应立即治疗。对易燃品严禁使用明火加热。

4.2 一般规定

检验样品应液体取样, 采样按 GB/T 6681 和 GB/T 3723 的规定执行。采样管线应采用不锈钢或聚四氟乙烯管。

本标准所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

数值修约规则与极限数值的表示和判定按 GB/T 8170 的规定执行。

4.3 六氟化硫质量分数的测定

应采用差减法测定六氟化硫质量分数。

由于氟化硫酰 (SO₂F₂) 和氟化亚硫酰 (SOF₂) 为可水解氟化物的一种, 在计算六氟化硫 (SF₆) 的质量分数时不重复差减, 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = 100\% - (w_2 + w_3 + w_4 + w_5 + w_6 + w_7 + w_8 + w_9 + w_{10} + w_{11}) \times 10^{-4} \tag{1}$$

式中:

- w₁——六氟化硫质量分数, 数值以 10⁻² 表示;
- w₂——空气的质量分数, 数值以 10⁻⁶ 表示;
- w₃——四氟化碳的质量分数, 数值以 10⁻⁶ 表示;

- w_4 ——六氟乙烷的质量分数，数值以 10^{-6} 表示；
 w_5 ——八氟丙烷的质量分数，数值以 10^{-6} 表示；
 w_6 ——十氟一氧化二硫的质量分数，数值以 10^{-6} 表示；
 w_7 ——二氧化硫质量分数，数值以 10^{-6} 表示；
 w_8 ——水的质量分数，数值以 10^{-6} 表示；
 w_9 ——酸度的质量分数，数值以 10^{-6} 表示；
 w_{10} ——可水解氟化物的质量分数，数值以 10^{-6} 表示；
 w_{11} ——矿物油的质量分数，数值以 10^{-6} 表示。

4.4 空气、四氟化碳、六氟乙烷、八氟丙烷、氟化硫酸、氟化亚硫酸、十氟一氧化二硫和二氧化硫质量分数的测定

4.4.1 方法提要

六氟化硫试样应通过色谱柱，使待测定的诸组分分离，由检测器检测并由记录系统记录色谱图。根据标准样品的保留值定性，用外标法计算有关组分的含量。采用热导检测器（TCD）测定六氟化硫中空气、四氟化碳（ CF_4 ）的含量；采用火焰离子化检测器（FID）测定六氟乙烷（ C_2F_6 ）、八氟丙烷（ C_3F_8 ）的含量；采用火焰光度检测器（FPD）测定氟化硫酸（ SO_2F_2 ）、氟化亚硫酸（ SOF_2 ）、十氟一氧化二硫（ S_2OF_{10} ）和二氧化硫（ SO_2 ）的含量。

4.4.2 材料

4.4.2.1 载气：氢气或氦气，纯度大于 99.99%（体积分数）。

4.4.2.2 色谱柱：

- 硅胶 [600 μm ~300 μm (30 目~50 目)]，癸二酸二异辛酯；或者高分子多孔微球 [425 μm ~250 μm (40 目~60 目)] 或 [250 μm ~180 μm (60 目~80 目)]，可选择 401 有机担体，GDX-105。
- Porapak Q 填充柱。
- GasPro 系列毛细柱。
- 其他等效色谱柱。

4.4.2.3 气体标准样品：标准气体中空气、 CF_4 、 SO_2F_2 、 SOF_2 、 S_2OF_{10} 和 SO_2 含量为实际样品中相应组分含量的 50%~300%，气体标准样品定值的不确定度小于 20%，平衡气与载气相同。

4.4.2.4 气相色谱仪的其他测定条件按照该仪器的说明执行。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 气相色谱仪：备有热导检测器（TCD）、火焰离子化检测器（FID）、火焰光度检测器（FPD）和适当衰减装置。检测限值：热导检测器（TCD）为 5×10^{-6} （对空气、 CF_4 ）、火焰离子化检测器（FID）为 5×10^{-6} （对 C_2F_6 、 C_3F_8 ）、火焰光度检测器（FPD）为 0.5×10^{-6} （对 SOF_2 、 SO_2F_2 、 S_2OF_{10} 和 SO_2 ）。

4.4.3.2 进样器：具有六通阀的定量管。

4.4.4 测定步骤

4.4.4.1 稳定色谱仪

在确保所用气相色谱仪的气路气密性的前提下，按照仪器说明书开启仪器并达到以下分析条件：

- 热导检测器（TCD）测定时：
 - 柱箱温度：60℃~80℃。
 - 检测器温度：75℃。
 - 桥电流：150mA。
 - 载气类型、流速：氢气或氦气，根据所用色谱柱进行优化。
- 火焰离子化检测器（FID）测定时：

- 1) 柱箱温度: 60℃~80℃。
- 2) 检测器温度: 295℃。
- 3) 载气类型、流速: 氮气、氩气、氦气, 根据所用色谱柱进行优化。
- 4) 辅助气类型、流速: 氢气和空气, 根据所用检测器进行优化。
- c) 火焰光度检测器 (FPD) 测定时:
 - 1) 柱箱温度: 60℃~80℃。
 - 2) 检测器温度: 230℃。
 - 3) 载气类型、流速: 氦气, 根据所用色谱柱进行优化。
 - 4) 辅助气类型、流速: 氢气和空气, 根据所用检测器进行优化。

4.4.4.2 试样的测定

应在测定气体标准样品的同样条件下检测试样, 进样前应用待测气体将连接管内气体置换干净。用定量管进样时, 应待定量管中气体压力与大气压力平衡时, 方能进入色谱柱。进样量应小于 2mL。

4.4.5 结果计算

六氟化硫中空气、CF₄、C₂F₆、C₃F₈、SO₂F₂、SOF₂、S₂OF₁₀、SO₂ 的含量采用外标法定量分析, 空气、CF₄、C₂F₆、C₃F₈ 的含量按公式 (2) 和公式 (4) 计算; SO₂F₂、SOF₂、S₂OF₁₀、SO₂ 的含量按公式 (3) 和公式 (4) 计算:

$$\varphi_i = \varphi_{si} \times \frac{A_i}{A_{si}} \tag{2}$$

最新标准官方首发群: 141160466

$$\frac{\ln \varphi_i}{\ln \varphi_{si}} = \frac{\ln A_i}{\ln A_{si}} \tag{3}$$

最新标准 定期更新 | 资源共享 有求必应

体积分数按式 (3) 转变为质量分数:

$$w_i = \varphi_i \times \frac{M_i}{M_{SF_6}} \tag{4}$$

式中:

- φ_i 、 φ_{si} ——分别为试样和气体标准样品中 i 组分的体积分数, 数值以 10^{-6} 表示;
- A_i 、 A_{si} ——分别为试样和气体标准样品中 i 组分的峰面积;
- w_i ——试样中组分的质量分数, 数值以 10^{-6} 表示;
- M_i 、 M_{SF_6} ——分别为试样中 i 组分和六氟化硫的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol);
- i ——组分编号, 为 2~7。

4.4.6 其他测定方法

可按 GB/T 28726—2012 规定的切割方法测定六氟化硫中的空气、四氟化碳、六氟乙烷、八氟丙烷含量。具体的测定方法参见附录 A。

当测定结果有异议时, 以本标准 4.4.1~4.4.5 规定的方法为仲裁方法。

4.5 水分的测定

4.5.1 电解法

应按 GB/T 5832.1 的规定进行。取样时应防止出现冷凝。当测定结果有异议时, 以 GB/T 5832.1 规定的方法为仲裁方法。

4.5.2 露点法

应按 GB/T 5832.2 的规定进行。

4.5.3 阻容法

应按 GB/T 11605 的规定进行。

4.5.4 结果处理

体积分数与质量分数间的转化按公式 (4) 进行。

4.6 酸度的测定

4.6.1 方法提要

试样中的酸和酸性物质与过量的氢氧化钠标准溶液发生中和反应，以甲基红—溴甲酚绿为指示剂，用硫酸标准滴定溶液滴定过量的碱，从而测定出试样的酸度。

4.6.2 试剂、溶液、设备

4.6.2.1 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH})$ 约 0.01mol/L 。由 0.1mol/L 标准溶液稀释制取。

4.6.2.2 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)$ 约 0.01mol/L 。由 0.1mol/L 标准溶液稀释制取。

4.6.2.3 混合指示剂：甲基红乙醇溶液与溴甲酚绿乙醇溶液按 1:3 体积比混合。

4.6.2.4 微量滴定管： 5mL ，分度值为 0.02mL 或 0.01mL 。

4.6.2.5 多孔气体分布管：孔度为 2 号。

4.6.2.6 湿式气体流量计。

4.6.3 测定步骤

酸度测定的吸收装置如图 1 所示。缓冲瓶、吸收瓶均为 300mL 锥形瓶，每个吸收瓶内分别装入 100mL 新煮沸过的水和 4.00mL 氢氧化钠标准溶液。气体分布管口距瓶底 8mm ，试样气体流速 500mL/min ，通气量 50L ，由湿式气体流量计计量。通气完毕，从系统中取下吸收瓶，加入 4 滴~5 滴混合指示剂，用硫酸标准滴定溶液滴定，溶液由蓝绿色变为红色为终点。

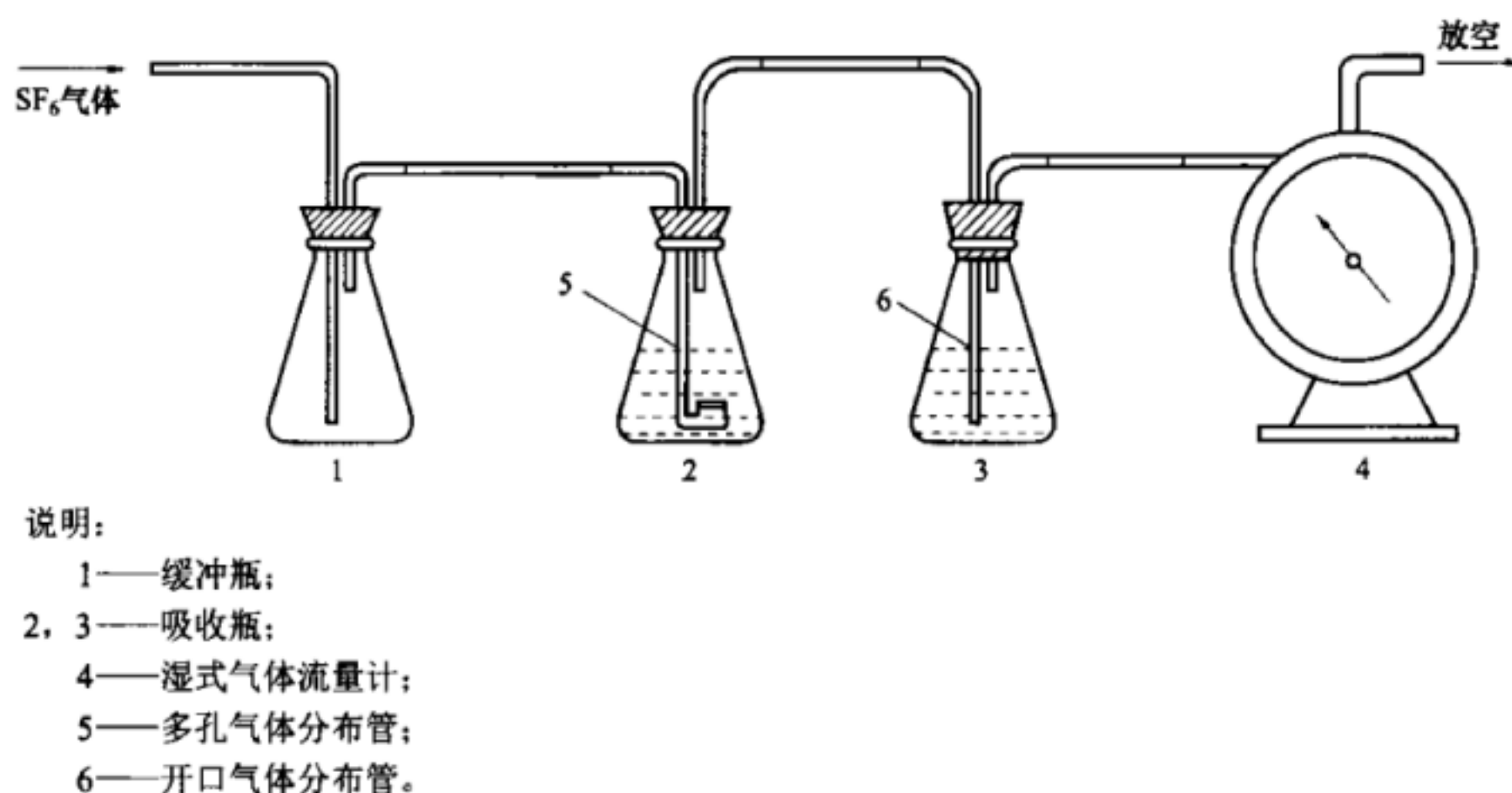


图 1 酸度测定的吸收装置

4.6.4 试样体积的计算

试样体积按公式 (5) 计算：

$$V = \frac{\frac{1}{2}(p_1 + p_2) \times 293.1}{101.3 \left[273.1 + \frac{1}{2}(t_1 + t_2) \right]} \times (V_2 - V_1) \quad (5)$$

式中：

V —— 20°C ， 101.3kPa 的试样体积的数值，单位为升 (L)；

p_1, p_2 ——流量计始态与终态的大气压力的数值，单位为千帕 (kPa)；

V_1, V_2 ——流量计始态与终态的读数值，单位为升 (L)；

t_1, t_2 ——流量计始态与终态的温度的数值，单位为摄氏度（℃）。

4.6.5 结果计算

酸度（以 HF 计）的质量分数按公式（6）计算：

$$w_9 = \frac{[(V_0 - V_1) + (V_0 - V_2)] M \times c \times 10^{-3}}{6.08V} \times 10^6 \quad (6)$$

式中：

w_9 ——酸度（以 HF 计）的质量分数，数值以 10^{-6} 表示；

V_0 ——空白试验消耗硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1, V_2 ——分别为滴定两个吸收瓶溶液消耗的硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M ——氢氟酸（HF）的摩尔质量（ $M=20.0$ ），单位为克每摩尔（g/mol）；

c ——硫酸（ $1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$ ）标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——20℃，101.3kPa 时试样体积，单位为升（L）；

6.08——20℃，101.3kPa 时六氟化硫的密度，单位为克每升（g/L）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对值之差应不大于 0.05×10^{-6} 。

4.7 可水解氟化物（以 HF 计）质量分数的测定

4.7.1 方法提要

六氟化硫样品应在密封容器中与碱液共同振荡水解。水解生成的氟化物离子，用镧-茜素络合剂显色，在分光光度计中波长 600nm 处比色测定氟离子含量。

4.7.2 试剂、溶液

可水解氟化物的质量分数测定所需试剂、溶液如下：

——氨水；

——无水乙酸钠；

——丙酮；

——氧化镧；

——氟化钠：优级纯；

——氢氧化钠溶液：4g/L；

——盐酸溶液：1+5；

——盐酸溶液：1+119；

——乙酸铵溶液：200g/L；

——冰乙酸溶液：6+94；

——氟离子标准溶液：0.01mg/mL。移取 10mL 氟离子标准溶液（0.1mg/mL）于 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，使用前临时配制，贮存于塑料瓶中。

——茜素络合指示剂。

4.7.3 仪器

分光光度计：带 2cm 比色皿。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 显色剂的配制

于 100mL 烧杯中加入 5mL 水、0.13mL 氨水、1mL 乙酸铵溶液，再加入准确称量的 0.048g 茜素络合指示剂。于 250mL 棕色容量瓶中加入 8.2g 无水乙酸钠，用 100mL 冰乙酸溶液溶解。将烧杯中的溶液滤入此容量瓶中，用少量水洗涤滤纸，再加入 100mL 丙酮。

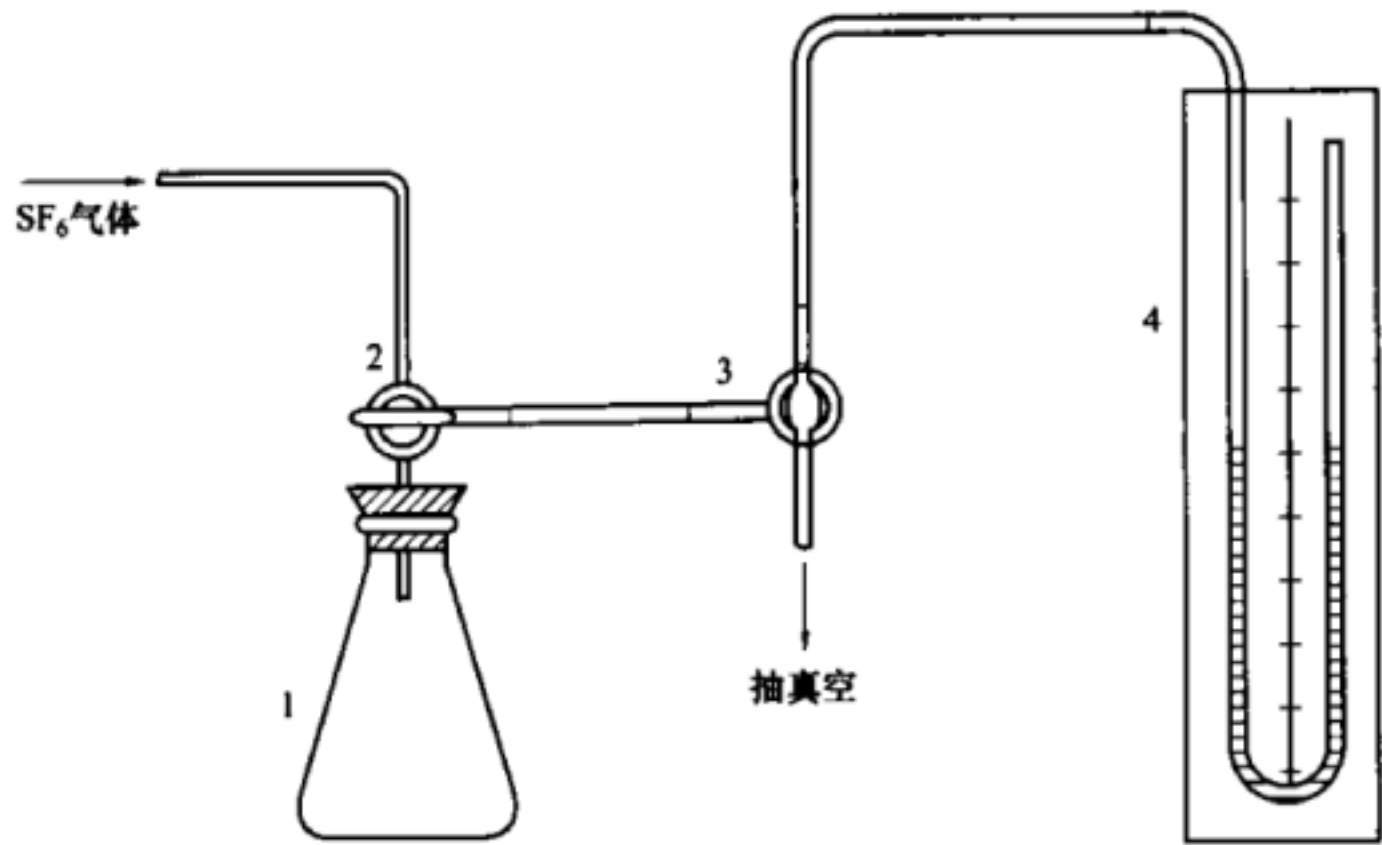
于另一烧杯中加入准确称量的 0.041g 氧化镧和 2.5mL 盐酸溶液（1+1.9），微热溶解。冷却后并入容量瓶中，用水稀释至刻度。此显色剂保存于低温暗处，使用期为一个月。

4.7.4.2 工作曲线的绘制

于 5 个 100mL 烧杯中各加入 10mL 氢氧化钠溶液，用移液管分别加入 0、0.5、1.0、1.5、2.0mL 氟离子标准溶液。借助酸度计，用盐酸溶液（1+5）和氢氧化钠溶液调节各溶液的 pH 值约为 5.0，再分别转移到 100mL 容量瓶中，加入 10mL 显色剂，用水稀释至 100mL，于暗处显色 30min。在分光光度计上，使用 2cm 比色皿，于波长 600nm 处，用水调节零点，测定各溶液的吸光度。将 0mL 氟离子标准溶液作空白参比，扣除空白后以氟离子标准溶液中氟离子质量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4.7.4.3 样品分析

可水解氟化物测定取样装置如图 2 所示。将 1000mL 取样瓶抽空，使样品经玻璃三通阀缓缓进入取样瓶中，待 U 形管压力计平衡后，再重复抽空 3 次。当取样瓶最后一次抽空时，用注射器注入 10mL 氢氧化钠溶液，然后使样品经玻璃三通阀缓慢进入取样瓶中，待 U 形管压力计平衡后，关闭取样瓶活塞。将取样瓶与针形阀及真空系统断开，握在手中振荡。每隔 5min 振荡 1min，操作 1h。倾倒入瓶中溶液，按 4.7.4.2 调节溶液酸度、显色和测定吸光度。



说明：
1——取样瓶；
2, 3——真空三通活塞；
4——U 形管压力计。

图 2 可水解氟化物测定取样装置

4.7.5 结果计算

可水解氟化物的质量分数按公式（7）计算：

$$w_{10} = \frac{mM_1}{M_2 \times 6.08V \frac{p}{101.3} \times \frac{293.1}{273.1+t}} \times 10^6 \tag{7}$$

式中：

- w_{10} ——可水解氟化物的质量分数，数值以 10^{-6} 表示；
- m ——在氟离子质量—吸光度曲线上查得的氟离子质量的数值，单位为毫克（mg）；
- M_1 ——氢氟酸（HF）的摩尔质量（ $M_1=20.0$ ），单位为克每摩尔（g/mol）；
- M_2 ——氟离子（F）的摩尔质量（ $M_2=19.0$ ），单位为克每摩尔（g/mol）；
- V ——取样瓶容积的数值，单位为毫升（mL）；
- p ——大气压力的数值，单位为千帕（kPa）；
- t ——环境温度的数值，单位为摄氏度（℃）；

6.08 ——六氟化硫在 101.3kPa, 20℃时的密度, 单位为克每升 (g/L)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.3×10^{-6} 。

4.8 矿物油的测定

4.8.1 方法提要

六氟化硫试样气体通过含有四氯化碳的吸收瓶, 其中的矿物油被四氯化碳吸收, 用红外光谱法测定该溶液在约 2930cm^{-1} 波长下甲基、次甲基吸收峰的吸光度, 利用工作曲线计算矿物油含量。

4.8.2 试剂、材料

矿物油的质量分数测定所需试剂、材料如下:

- 四氯化碳, 为新蒸馏的 (沸点 $76^{\circ}\text{C} \sim 77^{\circ}\text{C}$) 的分析纯级别;
- 压缩机油: 工业品, 32 号或其他牌号。

4.8.3 仪器、设备

矿物油的质量分数测定所需仪器、设备如下:

- 红外光谱仪: 带 3mm 或 20mm 厚氯化钠池窗液体吸收池或石英池;
- 吸收瓶, 如图 3 所示。

4.8.4 分析步骤 (试验条件以 20mm 厚吸收池为例)

4.8.4.1 工作曲线的绘制

用四氯化碳和压缩机油配制下述质量浓度的矿物油标准溶液:

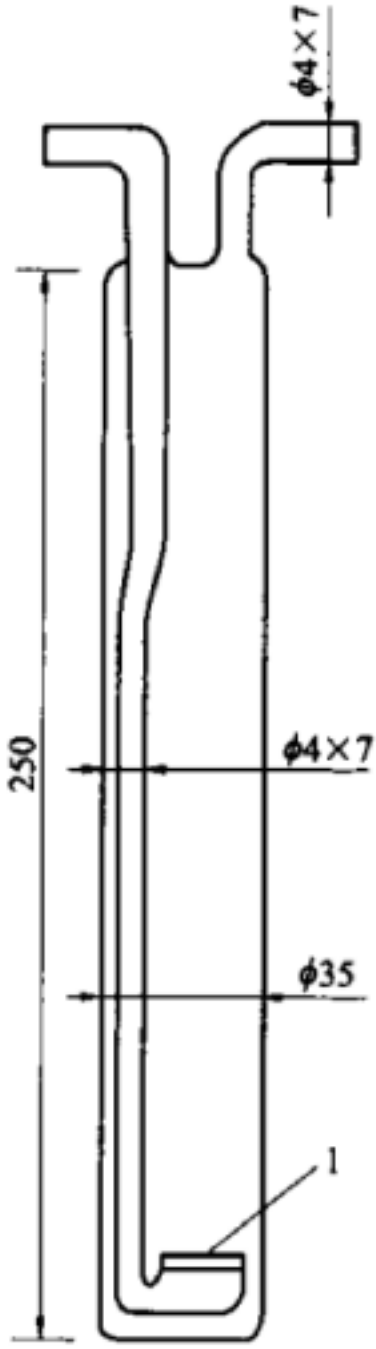
10、20、50、100、200mg/L。压缩机油的称量准确至 0.000 2g。

将矿物油标准溶液分别注入吸收池中, 将四氯化碳放入另一同样规格的吸收池中作空白参比, 在 2930cm^{-1} 处测定吸光度, 以扣除空白后的吸光度和矿物油的质量浓度后绘制工作曲线。

4.8.4.2 矿物油吸收和测定

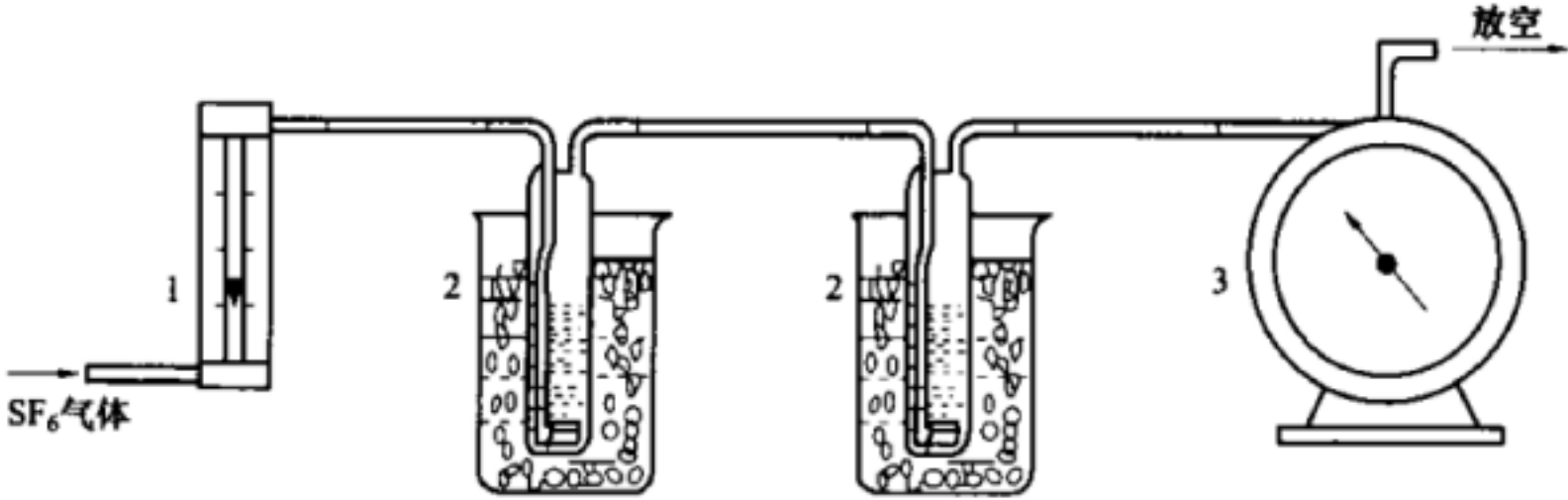
矿物油吸收和测定按如下测定步骤操作:

- a) 矿物油吸收装置如图 4 所示。吸收瓶内分别装有 70mL 四氯化碳, 用冰水浴冷却。试样气体流速 $170\text{mL}/\text{min}$, 通气量 30L, 由湿式气体流量计计量。通气完毕, 将吸收瓶中的溶液合并于烧杯中, 用 40mL 四氯化碳多次洗涤吸收瓶, 洗涤液并入烧杯中。



说明:
1——2 号孔度多孔气体分布管。

图 3 吸收瓶



说明:
1——转子流量计;
2——吸收瓶;
3——湿式气体流量计。

图 4 矿物油吸收装置

- b) 在通风柜内将烧杯中的溶液小心蒸发至 15mL 左右, 转移至 25mL 容量瓶中, 在恒温 20℃ 下, 用四氯化碳稀释至刻度。
- c) 用 180mL 四氯化碳按上述步骤 b) 做空白试验。
- d) 按 4.8.4.1 操作步骤测定样品及空白试验溶液的吸收度, 在工作曲线上查出相应的矿物油质量浓度。

4.8.5 试验体积的计算

试样体积按公式 (8) 计算:

$$V = \frac{\frac{1}{2}(p_1 + p_2) \times 293.1}{101.3 \times \left[273.1 + \frac{1}{2}(t_1 + t_2) \right]} \times (V_2 - V_1) \quad (8)$$

式中:

- V ——20℃, 101.3kPa 的试样体积的数值, 单位为升 (L);
- p_1, p_2 ——流量计始态与终态的大气压力的数值, 单位为千帕 (kPa);
- t_1, t_2 ——流量计始态与终态的温度的数值, 单位为摄氏度 (℃);
- V_1, V_2 ——流量计始态与终态的读数值, 单位为升 (L)。

4.8.6 结果计算

矿物油的质量分数按公式 (9) 计算:

$$w_{11} = \frac{(\rho_1 - \rho_2)V_f / 1000}{6.08V \times 1000} \times 10^6 \quad (9)$$

式中:

- w_{11} ——矿物油的质量分数, 数值以 10^{-6} 表示;
- ρ_1 ——试样溶液的矿物油质量浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);
- ρ_2 ——空白试验溶液的矿物油质量浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);
- V_f ——容量瓶容积的数值, 单位为毫升 (mL);
- 6.08——20℃, 101.3kPa 时六氟化硫的密度的数值, 单位为克每升 (g/L)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值应不大于 1.0×10^{-6} 。

4.9 毒性试验

4.9.1 方法提要

模拟空气中氧气和氮气含量, 配制体积分数为 79%六氟化硫和体积分数为 21%氧气的试验气体。使小白鼠连续染毒 24h, 观察 72h, 检验小白鼠有无中毒症状。

4.9.2 试剂

氧气: 体积分数为 99%以上。

4.9.3 设备

毒性试验装置: 按图 5 组装试验装置。

4.9.4 试验步骤

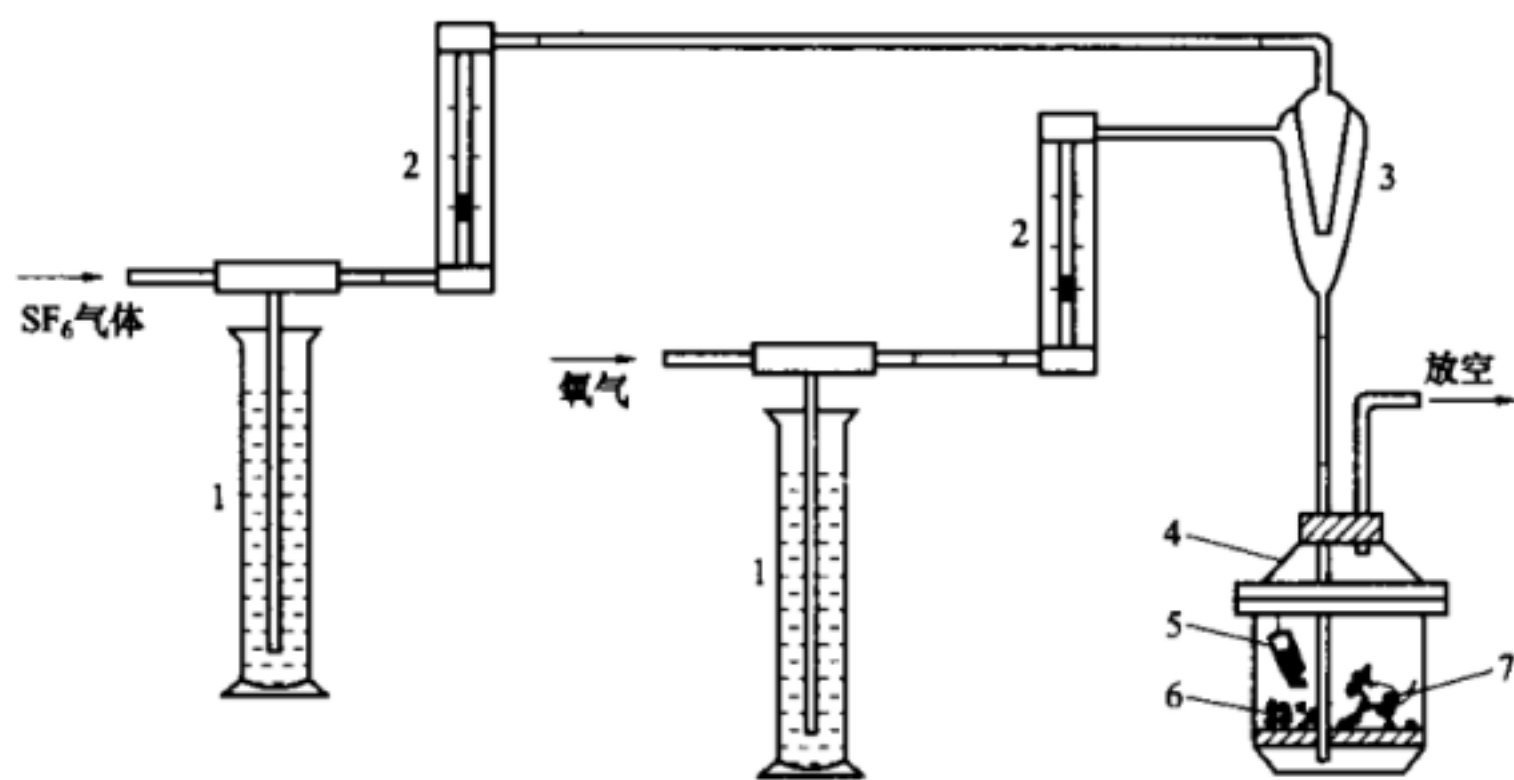
4.9.4.1 准备工作

试验在通风柜内进行。

选购 15 只~20 只体重约 20g 的雌性小白鼠, 饲养在笼子中。试验前, 一般应进行 3 天~5 天的观察, 确认小白鼠健康。除染毒试验 5 只小白鼠外, 其余小白鼠作为对照、仲裁待用。

4.9.4.2 试验操作

4.9.4.2.1 缓慢打开六氟化硫样品气瓶和氧气钢瓶, 调节到所要求的比例 79:21 (体积比), 每分钟气



说明：
1——稳压管；
2——流量计；
3——气体混合器；
4——染毒缸；
5——饮水瓶；
6——食物；
7——小白鼠。

图 5 毒性试验装置

体流量不得小于染毒缸容积的 1/8 [如染毒缸容积为 2L，六氟化硫流量为 (200±2) mL/min，氧气流量为 (55±1) mL/min]。流量稳定 8min~16min 之后，将 5 只小白鼠放入染毒缸内，供应饮水和食物，观察 24h。每小时记录一次，内容为小白鼠的饮食活动、异常表现及室温等。

4.9.4.2.2 试验完毕后，将小白鼠放回笼子中继续观察 72h，按 4.9.4.2.1 要求记录。

4.9.5 结果判断与处理

4.9.5.1 小白鼠无异常表现，则确认该批产品无毒。

4.9.5.2 小白鼠有异常表现，如低头不吃食、狂跳、死亡等，则另取 10 只小白鼠分两组重新试验。试验结果无异常表现，则产品合格。试验结果仍有异常表现，则视产品不合格。应对有异常表现的小白鼠进行细致的尸体解剖，以进一步证实其异常表现的原因。

5 检验规则

5.1 同一生产线连续稳定生产的用于电气设备的六氟化硫构成一批，每批产品的重量不超过 5t。

5.2 瓶装工业六氟化硫按表 2 规定随机抽样检验，成批验收。当有任何一项指标的检验结果不符合本部分技术要求时，应重新加倍随机抽样检验，如果仍有任何一项指标不符合本部分技术要求时，则判该批产品不合格。

表 2 随机抽样瓶数表

每批气瓶数	选取的最少气瓶数
1	1
2~40	2
41~70	3
71~100	4

注：超过 100 瓶气体按另一批计算。

5.3 电力设备用六氟化硫由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.4 使用单位有权按照本标准的规定对收到的电力设备用六氟化硫进行验收。验收应在货到之日起的一个月内进行。

5.5 大容积钢质无缝气瓶装六氟化硫产品应逐一检验并验收。当检验结果有任何一项指标不符合本标准技术要求时，则判该产品不合格。

6 包装、标志、贮运及安全警示

6.1 包装、标志、贮运

6.1.1 六氟化硫的包装、标志、贮运应符合国家《气瓶安全监察规程》和《危险化学品安全管理条例》的规定。

6.1.2 包装六氟化硫的气瓶应符合 GB 5099 的规定。

6.1.3 六氟化硫的包装标志应符合 GB 190 的相关规定，颜色标志应符合 GB 7144 的规定，标签应符合 GB 16804、GB 15258 的规定。

6.1.4 六氟化硫的充装应符合 GB 14193 的规定。

6.1.5 六氟化硫瓶出厂前应检查气瓶瓶嘴及颈部无泄漏，戴上瓶帽，加装防振圈。

6.1.6 气瓶设计压力为 8MPa 时，充装系数不大于 1.17kg/L；气瓶设计压力为 12.5MPa 时，充装系数不大于 1.33kg/L。

6.1.7 六氟化硫出厂时应附有质量合格证，其内容至少应包括：

- 产品名称、生产厂名称；
- 生产日期或批号、充装量、产品技术指标；
- 执行的标准编号，检验员号等。

6.2 安全警示

6.2.1 六氟化硫在常温常压下为无色、无臭、无毒的非易燃气体。在火焰中释放出刺激性或有毒烟雾（或气体）。周围环境着火时，允许使用各种灭火剂。

6.2.2 六氟化硫的化学性质不活泼，热稳定性能好，在 204℃ 下，对大多数材料仍能完全保持稳定。加热到 500℃ 以上时，该物质分解生成有毒腐蚀性的硫氧化物和氟化物烟雾。

6.2.3 着火时，应喷雾状水保持钢瓶冷却。

6.2.4 人体吸入六氟化硫时会窒息，此时应保证空气新鲜、人体处于休息状态，必要时应进行人工呼吸，并及时治疗。

6.2.5 人体皮肤与六氟化硫液体接触，会发生冻伤，应佩戴保温手套。冻伤时应用大量水冲洗，不应脱去衣物，应及时治疗。

6.2.6 应佩戴安全护目镜、面罩。眼睛若溅入六氟化硫，先用大量水冲洗几分钟（应摘除隐形眼镜），然后及时治疗。

6.2.7 发生泄漏时，应撤离危险区域，保持通风。转动泄漏钢瓶，使漏口朝上，防止液态气体溢出。不应直接将水喷洒在液体上。

6.2.8 个人防护用具：推荐使用带有隔绝式呼吸器的气密式化学防护服。

6.2.9 工业六氟化硫中可能含有杂质，可能改变其毒性。当空气中有高浓度的六氟化硫时，会引起人员缺氧，使其有神志不清和死亡的危险。六氟化硫即使处于中毒浓度范围时，也无异常，无气味，因此，进入污染的工作区域前，应先检验氧含量。

6.2.10 六氟化硫使用过程中的安全应符合 GB/T 8905 的相关要求。

附录 A
(资料性附录)

六氟化硫中的空气、四氟化碳、六氟乙烷、八氟丙烷含量的测定

A.1 仪器

采用配备氦放电离子化检测器的气相色谱仪测定六氟化硫中的空气、四氟化碳、六氟乙烷、八氟丙烷含量。

检测限： 0.5×10^{-6} (体积比)。

A.2 原理

以纯化后高纯氦作载气，采用配备切割装置的氦离子化检测器的气相色谱仪，对样品主组分（六氟化硫）切割处理后，采用气相色谱法定性、定量分析样品中的目标组分。

A.3 测定条件

A.3.1 载气：高纯氦，经纯化器纯化。其流速参照相应的仪器说明书。

A.3.2 辅助气：需要采用辅助气的仪器按仪器说明书使用辅助气。

A.3.3 预分离柱：长约 2m、内径约 3mm 的不锈钢管，内装粒径约为 0.18mm~0.25mm 的 Porapak R (一种高分子聚合物)，或其他等效色谱柱。

A.3.4 色谱柱 I：长约 3m、内径 3mm 的不锈钢柱，内装粒径约为 0.30mm~0.60mm、涂有癸二酸二异辛酯的硅胶，或其他等效色谱柱。该柱用于分析空气含量。

A.3.5 色谱柱 II：长约 2m、内径约 3mm 的不锈钢管，内装粒径约为 0.18mm~0.25mm 的 Porapak R (一种高分子聚合物)，或其他等效色谱柱。该柱用于分析四氟化碳、六氟乙烷、八氟丙烷含量。

A.3.6 标准样品：组分含量与样品气中相应组分含量相近，平衡气为氦。

A.3.7 其他条件：载气净化器温度、色谱柱温度、检测器温度、样气流量等其他条件参考仪器说明书。

A.3.8 参考的切割气路流程示意图如图 A.1 所示。

A.4 分析步骤

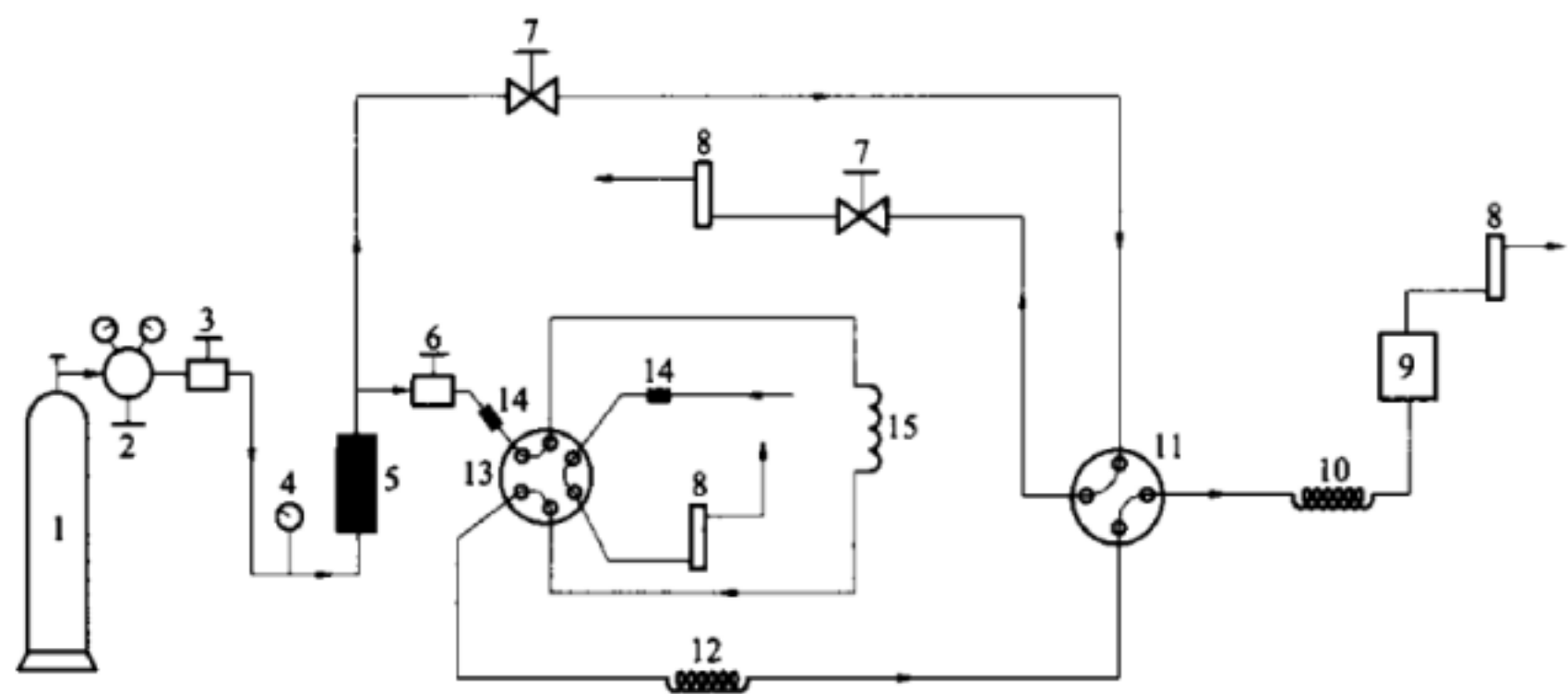
开启仪器至稳定后按仪器说明书的操作步骤完成样品分析。

平行测定气体标准样品和样品气至少两次，直至相邻两次测定结果之差不大于指标值的10%，取其平均值。

A.5 结果处理

空气、四氟化碳、六氟乙烷、八氟丙烷含量按公式 (2) 计算。

典型色谱图见图A.2。



- 说明：
- 1——高纯氮载气钢瓶；
 - 2——钢瓶减压器；
 - 3——稳压阀；
 - 4——压力表；
 - 5——净化管；
 - 6——稳流阀；
 - 7——流量调节阀；
 - 8——流量计；
 - 9——检测器；
 - 10——分析柱；
 - 11——切割阀；
 - 12——预分离柱；
 - 13——六通阀；
 - 14——过滤器；
 - 15——定体积量管。

图 A.1 参考的切割气路流程示意图

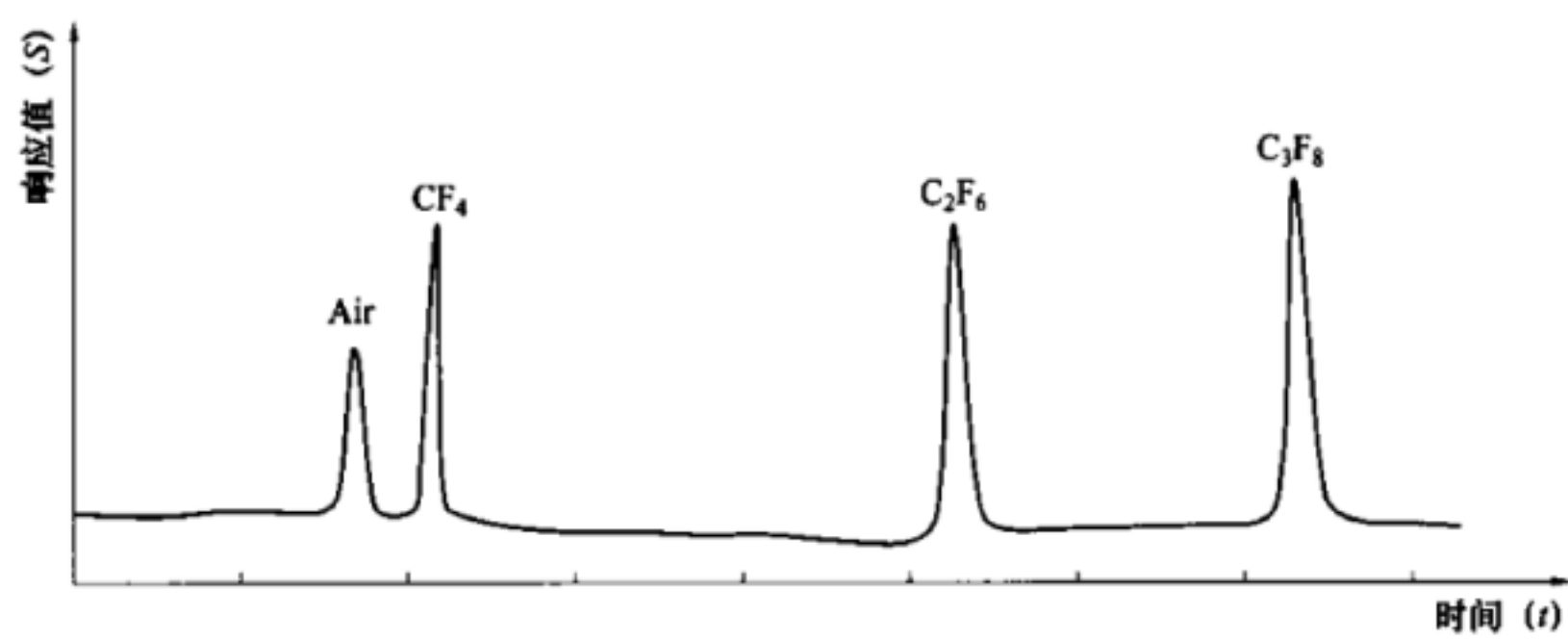


图 A.2 典型色谱图

中 华 人 民 共 和 国
电 力 行 业 标 准
电力设备用六氟化硫气体
DL/T 1366—2014

*

中国电力出版社出版、发行

(北京市东城区北京站西街19号 100005 <http://www.cepp.sgcc.com.cn>)

北京九天众诚印刷有限公司印刷

*

2015年4月第一版 2015年4月北京第一次印刷

880毫米×1230毫米 16开本 1印张 27千字

印数 0001—3000册

*

统一书号 155123·2440 定价 9.00元

敬告读者

本书封底贴有防伪标签，刮开涂层可查询真伪

本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换

版权专有 翻印必究

DL/T1366-2014-电力设备六氟化硫气体



中国电力出版社官方微信



掌上电力书屋



BZ 002110393



1551232440

RMB:9.00