



中华人民共和国国家标准

GB/T 12022—2006
代替 GB/T 12022—1989

工业六氟化硫

Sulphur hexafluoride for industrial use

(IEC 376, IEC 376A, IEC 376B,
Specification and acceptance of new sulphur hexafluoride, MOD)

2006-09-14 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用国际电工委员会标准 IEC 376:1971《新六氟化硫的规范和验收》,IEC 376A:1973《新六氟化硫的规范和验收 第一次补充》,IEC 376B:1974《新六氟化硫的规范和验收 第二次补充》(英文版)。

本标准根据国际电工委员会标准 IEC 376《新六氟化硫的规范和验收》重新起草。

考虑到我国国情,在采用国际电工委员会标准 IEC 376 时,本标准作了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 A 中给出了这些技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准代替 GB/T 12022—1989《工业六氟化硫》。

本标准与 GB/T 12022—1989 相比主要技术变化如下:

——除可水解氟化物、毒性试验指标外,各项指标要求均有所提高。

——增加气瓶设计压力为 7 MPa 时的充装系数规定。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(CSBTS/TC 63/SC 1)归口。

本标准负责起草单位:黎明化工研究院、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:范国强、阎晓冬、史淑慧、郭旭明、武莉莉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

——GB/T 12022—1989。

工业六氟化硫

1 范围

本标准规定了工业六氟化硫的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于硫与氟激烈反应生成并经过精制的工业六氟化硫。该产品主要用于电力工业、冶金工业和气象部门等。

分子式： SF_6

分子量：146.05(按 2001 年国际原子量)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

GB/T 5832.1—1986 气体中微量水分的测定 电解法

GB/T 5832.2—1986 气体中微量水分的测定 露点法

GB/T 6680—1986 液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(eqv ISO 3696-1997)

GB 7144—1999 气瓶颜色标志

GB 16804—1997 气瓶警示标签

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

国家质量监督检验检疫总局《气瓶安全监察规程》

3 技术要求

工业六氟化硫应符合表 1 要求。

表 1 要求

指标项目		指 标
六氟化硫(SF_6)的质量分数/%		\geq 99.9
空气的质量分数/%		\leq 0.04
四氟化碳(CF_4)的质量分数/%		\leq 0.04
水分	水的质量分数/%	\leq 0.000 5
	露点/ $^{\circ}\text{C}$	\leq -49.7
酸度(以 HF 计)的质量分数/%		\leq 0.000 02
可水解氟化物(以 HF 计)/%		\leq 0.000 10
矿物油的质量分数/%		\leq 0.000 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。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

4.2 一般规定

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—1992 中规定的三级水。

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

检验样品应液相取样,取样时将样品气瓶倒置或倾斜,使气瓶出口处于最低点。

4.3 六氟化硫质量分数的测定

4.3.1 六氟化硫质量分数的测定采用差减法。

4.3.2 结果计算

六氟化硫(SF₆)的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = 100 - (w_2 + w_3 + w_4 + w_5 + w_6 + w_7) \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w_2 ——空气的质量分数,%;
- w_3 ——四氟化碳的质量分数,%;
- w_4 ——水的质量分数,%;
- w_5 ——酸度的质量分数,%;
- w_6 ——可水解氟化物的质量分数,%;
- w_7 ——矿物油的质量分数,%。

4.4 空气和四氟化碳质量分数的测定

4.4.1 方法提要

六氟化硫试样通过色谱柱,使待测定的诸组分分离,由热导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,用归一化法计算有关组分的含量。

4.4.2 材料

4.4.2.1 载气:氢气或氦气,体积分数大于 99.9%。

4.4.2.2 固定相: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,或者国外 porapak-Q 等。

4.4.2.3 标准样品:六氟化硫、四氟化碳、空气等。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 气相色谱仪:备有热导检测器和适当衰减装置。

4.4.3.2 色谱柱:色谱柱的色谱柱管、固定相等应符合下列要求:

- 色谱柱管:不锈钢,长度 2 m,内径 3 mm~4 mm。根据所用仪器情况,柱管可适当改变。
- 固定相:涂有癸二酸二异辛酯的硅胶。癸二酸二异辛酯与硅胶的比为 3:97(m/m),用三氯甲烷作溶剂。或用高分子多孔微球。
- 色谱柱的老化:硅胶柱在 120℃老化 4 h 以上,401 有机担体柱在 200℃老化 4 h 以上。载气及流速与分析样品时相同。

4.4.3.3 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

色谱仪启动后,进行必要的调节,以达到下述分析条件:

——柱箱温度:室温至 45℃;

——检测器温度:室温至 45℃;

——桥电流:150 mA 以上;

——载气流速:氢气,40 mL/min 或由使用者选择能得到合适分离的载气流速。

在达到上述色谱分析条件并稳定之后,即得到一条稳定的基线。

4.4.4.2 测定

4.4.4.2.1 进样

进样前用待测气体将连接管内气体置换干净。用定量管进样,待定量管中气体压力与大气压力平衡时,方能进入色谱柱。进样量小于 2 mL。

4.4.4.2.2 定性

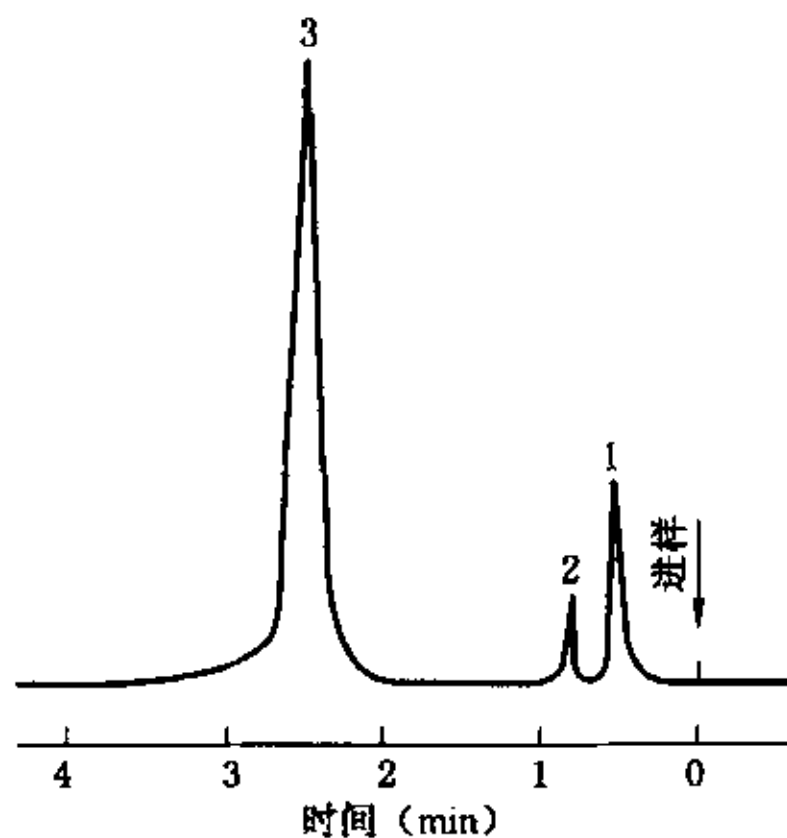
根据标准样品的相对保留值定性,各组分出峰的顺序依次是:空气、四氟化碳和六氟化硫。

4.4.4.2.3 定量

注入样品,进行色谱分析。记录色谱图,测量各组分的峰面积。

4.4.5 色谱图

典型色谱图见图 1,满量程为 1 mV。



- 1——空气;
2——CF₄;
3——SF₆。

图 1 六氟化硫典型色谱图

4.4.6 结果计算

空气、四氟化碳的质量分数 w_i ,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum (f_i A_i)} \times 100 \quad (i = 1, 2, 3) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_i ——组分 i 的质量分数;

f_i ——组分 i 的校正因子;

A_i ——组分 i 的峰面积。

用氢气做载气时,建议采用下述质量校正因子:

$$f_{\text{SF}_6} = 1.0$$

$$f_{\text{空气}} = 0.3$$

$$f_{CF_4} = 0.7$$

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 0.005%。

4.5 水分的测定

4.5.1 重量法(仲裁法)

4.5.1.1 方法提要

六氟化硫试样通过已知质量的无水高氯酸镁水分吸收管,由吸收管的增量值计算水分含量。

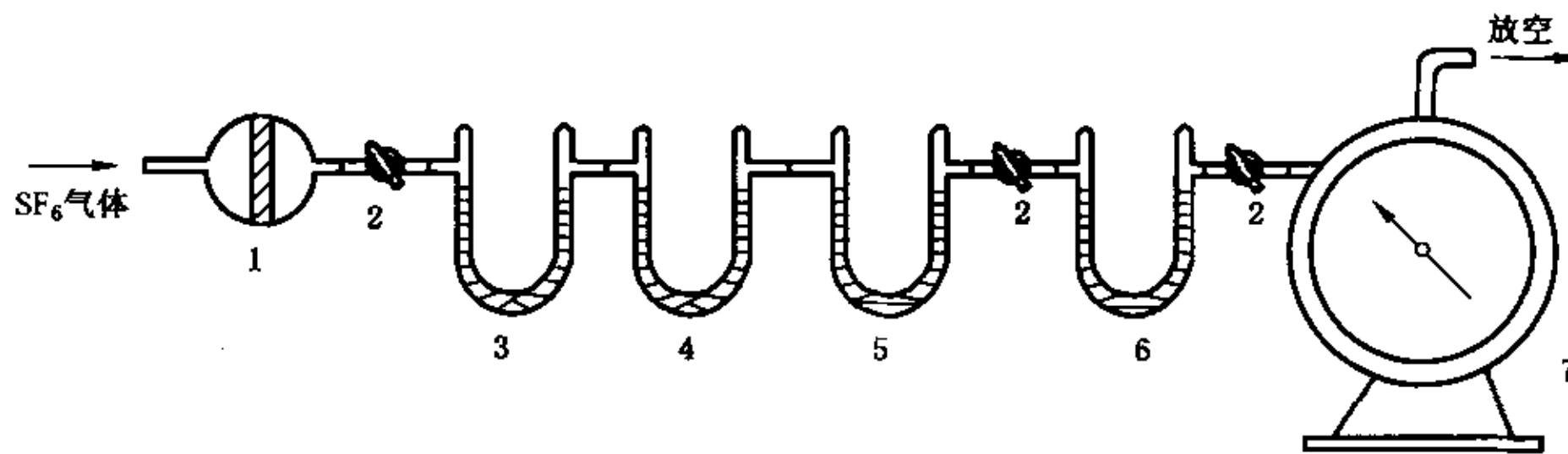
4.5.1.2 试剂、材料

4.5.1.2.1 无水高氯酸镁;

4.5.1.2.2 无油干燥空气:由压缩空气通过装有几层碱石棉和高氯酸镁的干燥塔制得。

4.5.1.3 仪器、设备

4.5.1.3.1 水分吸收管:玻璃或不锈钢 U 型管,见图 2 中 A1 管、A2 管、A3 管,高约 100 mm,内径 13 mm,内装两份高氯酸镁和一份玻璃粉[850 μm~425 μm(20 目~40 目)]的完全混合物。装入混合物后立即塞上玻璃棉,盖上氯丁橡胶盖子。三只吸收管串连,两端装有活塞,吸收装置见图 2。



- 1——多孔玻璃过滤器;
- 2——活塞;
- 3——A1 管;
- 4——A2 管;
- 5——A3 管;
- 6——保护管;
- 7——湿式气体流量计。

图 2 重量法测定水分吸收装置

4.5.1.3.2 过滤器:多孔玻璃过滤器,2 号孔度[425 μm~180 μm(40 目~80 目)]

4.5.1.3.3 保护管:同 4.5.1.3.1。

4.5.1.4 试验要求

本试验要求在温度和湿度基本恒定的环境中进行。试验应由技术熟练的操作人员进行,在每一次单独测定中,A2 管的增量值比 A1 管的大 1 mg 或大 10%时,则 A1 管和 A2 管应予更换;如果 A3 管的增量值能被检测出来,则 A1 管和 A2 管也应予更换。

4.5.1.5 分析步骤

试验按如下步骤操作:

- a) 试验吸收装置如图 2 所示。三只吸收管用氯丁橡胶管连接。吸收管连入吸收系统之前,用热空气干燥吸收系统的入口端、过滤器和所有隔离活塞。
- b) 打开活塞,让无油干燥空气以 250 mL/min 的速度通入吸收系统 15 min。关闭活塞,拆下 A1 管、A2 管和 A3 管,用氯丁橡胶盖子盖住所有管的出入口。
- c) 用软布或鹿皮仔细擦拭吸收管,然后放在天平中,20 min 后称量(准确至 0.000 1 g),称量时从吸收管臂上取下橡胶盖子。
- d) 重复上述操作,直到每个吸收管恒重为止(连续两次称量之差小于 0.000 2 g)。然后以热空

气、六氟化硫试样气冲洗取样管路。重新将吸收管连入吸收系统。以 250 mL/min 的速度通入试样气体(50~100) L,再通入无油干燥空气以排除吸收系统中残存的试样气体。称量吸收管,求出增量值。

4.5.1.6 试样体积计算

试样体积按公式(3)计算:

$$V = \frac{\frac{1}{2}(p_1 + p_2) \times 293.1}{101.3 \left[273.1 + \frac{1}{2}(t_1 + t_2) \right]} (V_2 - V_1) \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V ——20℃,101.3 kPa 下的试样体积的数值,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)。

4.5.1.7 结果计算

水分的质量分数 w_4 ,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 + m_2}{6.08 V} \times 10^{-3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——A1 管的增量值的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——A2 管的增量值的数值,单位为毫克(mg);

V ——20℃,101.3 kPa 下试样的体积的数值,单位为升(L);

6.08——20℃,101.3 kPa 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 0.000 1%。

4.5.2 电解法

按 GB/T 5832.1—1986 的规定进行。

4.5.3 露点法

按 GB/T 5832.2—1986 的规定进行。

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

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

4.6.3 仪器、设备

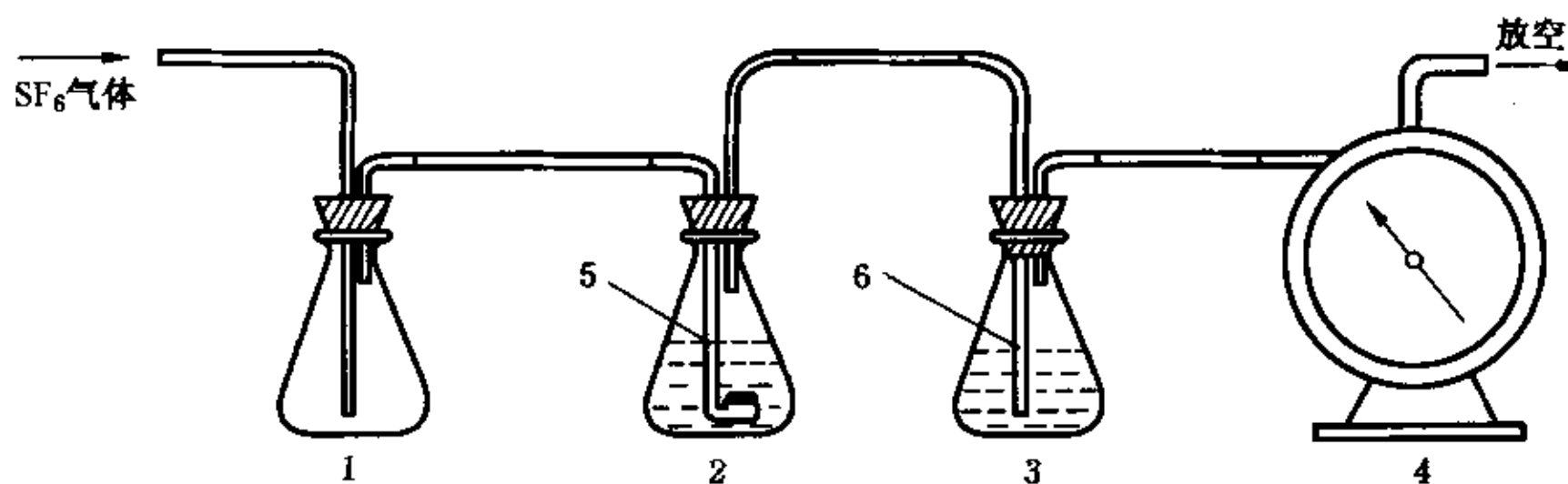
4.6.3.1 微量滴定管:5 mL,分度值为 0.02 mL 或 0.01 mL;

4.6.3.2 多孔气体分布管:孔度为 2 号;

4.6.3.3 湿式气体流量计。

4.6.4 测定步骤

酸度测定的吸收装置如图 3 所示。缓冲瓶、吸收瓶均为 300 mL 锥形瓶,吸收瓶内分别装入 100 mL 新煮沸过的水和 4.00 mL 氢氧化钠标准溶液。气体分布管口距瓶底 8 mm,试样气体流速 500 mL/min,通气量 30 L,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(4~5)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。



- 1——缓冲瓶；
- 2,3——吸收瓶；
- 4——湿式气体流量计；
- 5——多孔气体分布管；
- 6——开口气体分布管。

图3 酸度吸收装置

4.6.5 试样体积的计算

试样体积按公式(5)计算：

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

式中：

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

4.6.6 结果计算

酸度(以 HF 计)的质量分数 w_s , 数值以 % 表示, 按公式(6)计算：

$$w_s = \frac{[(V_0 - V_1) + (V_0 - V_2)] M \times c \times 10^3}{6.08V} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中：

- 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($\frac{1}{2}H_2SO_4$)标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L)；
- V——20℃, 101.3 kPa 时试样体积, 单位为升(L)；
- 6.08——20℃, 101.3 kPa 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差值应不大于 0.000 005%。

4.7 可水解氟化物测定

4.7.1 方法提要

六氟化硫样品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, 比色法测定。

4.7.2 试剂、溶液

- 4.7.2.1 氨水；
- 4.7.2.2 无水乙酸钠；
- 4.7.2.3 丙酮；
- 4.7.2.4 氧化镧；
- 4.7.2.5 氟化钠: 优级纯；
- 4.7.2.6 氢氧化钠溶液: 4 g/L；

4.7.2.7 盐酸溶液 1+5;

4.7.2.8 盐酸溶液:1+119;

4.7.2.9 乙酸铵溶液:200 g/L;

4.7.2.10 冰乙酸溶液:6+194;

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

4.7.2.12 茜素络合指示剂。

4.7.3 仪器

分光光度计:带 2 cm 比色皿。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 显色剂的配制

于 100 mL 烧杯中加入 5 mL 水、0.13 mL 氨水、1 mL 乙酸铵溶液,再加入准确称量的 0.048 g 茜素络合指示剂。于 250 mL 棕色容量瓶中加入 8.2 g 无水乙酸钠,用 100 mL 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 100 mL 丙酮。

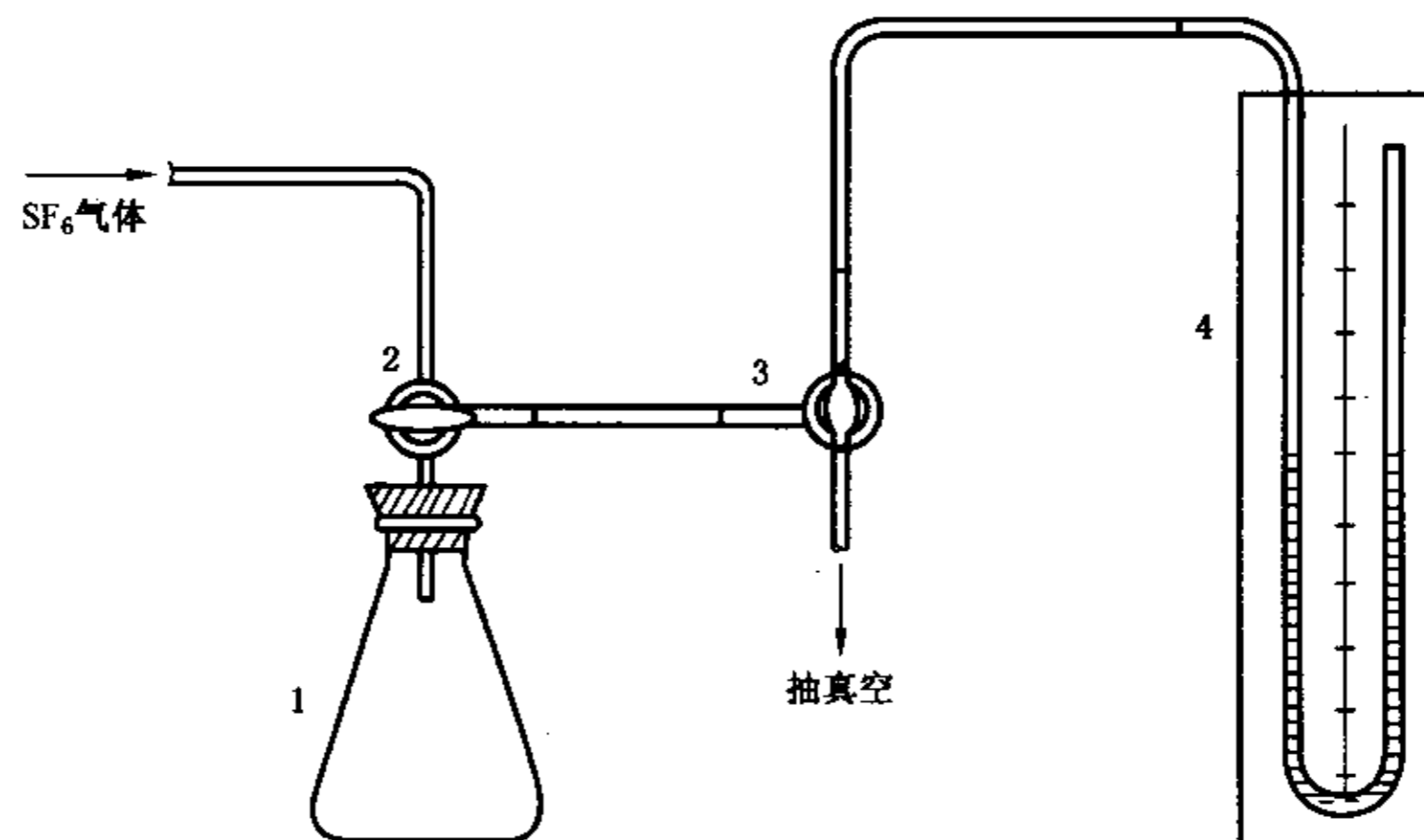
于另一烧杯中加入准确称量的 0.041 g 氧化镧和 2.5 mL 盐酸溶液(4.7.2.8),微热溶解。冷却后并入容量瓶中,用水稀释至刻度。此显色剂保存于低温暗处,使用期为一个月。

4.7.4.2 工作曲线的绘制

于 5 个 100 mL 烧杯中各加入 10 mL 氢氧化钠溶液,用移液管分别加入 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL 氟离子标准溶液。借助酸度计,用盐酸溶液(4.7.2.7)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 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 显色剂,用水稀释至刻度,于暗处显色 30 min。在分光光度计上,使用 2 cm 比色皿,于波长 600 nm 处,用水调节零点,测定各溶液的吸光度。将 0 mL 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

取样装置如图 4 所示。将 1 000 mL 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。当取样瓶最后一次充满样品气体时,用注射器注入 10 mL 氢氧化钠溶液,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 5 min 振荡 1 min,操作 1 h。倾出瓶中溶液,按 4.7.4.2 调节溶液酸度、显色和测定吸光度。



- 1——取样瓶;
2,3——真空三通活塞;
4——U形管压力计。

图 4 可水解氟化物测定取样装置

4.7.4.5 结果计算

可水解氟化物的质量分数 w_6 , 数值以 % 表示, 按公式(7)计算:

$$w_6 = \frac{mM_1}{M_2 \times 6.08V \frac{p}{101.3} \times \frac{293.1}{273.1+t}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

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 $^{\circ}\text{C}$;

6.08——六氟化硫在 101.3 kPa, 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 0.000 03%。

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 $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ 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

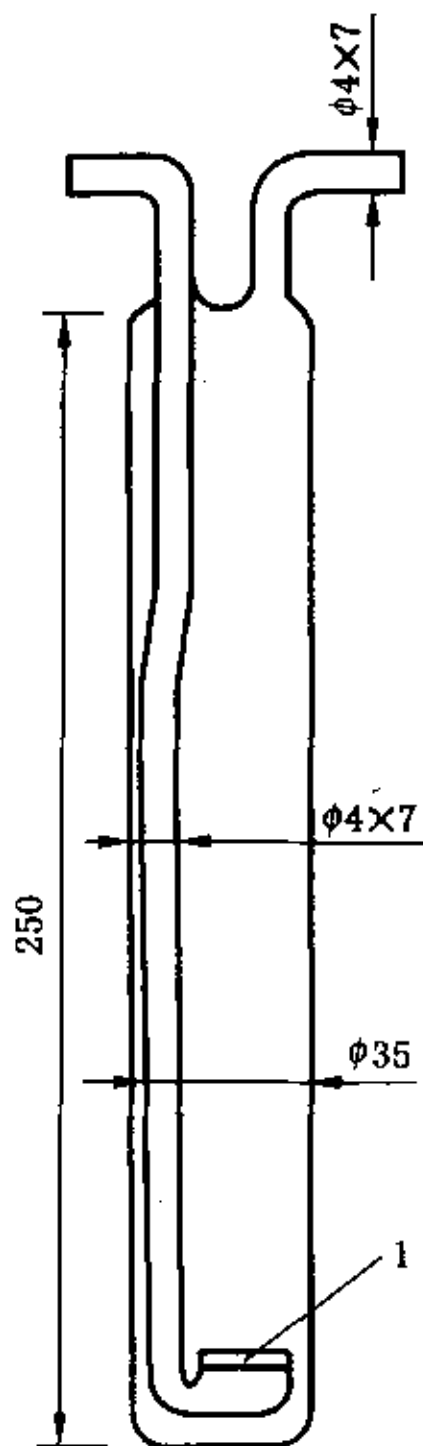
4.8.2.1 四氯化碳;

4.8.2.2 压缩机油: 工业品, 30 号。

4.8.3 仪器、设备

4.8.3.1 红外光谱仪; 带 3 mm 或 20 mm 厚氯化钠池窗液体吸收池或石英池;

4.8.3.2 吸收瓶: 如图 5 所示。



1——2 号孔度多孔气体分布管。

图 5 吸收瓶

4.8.4 分析步骤(试验条件适合于 20 mm 厚吸收池)

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

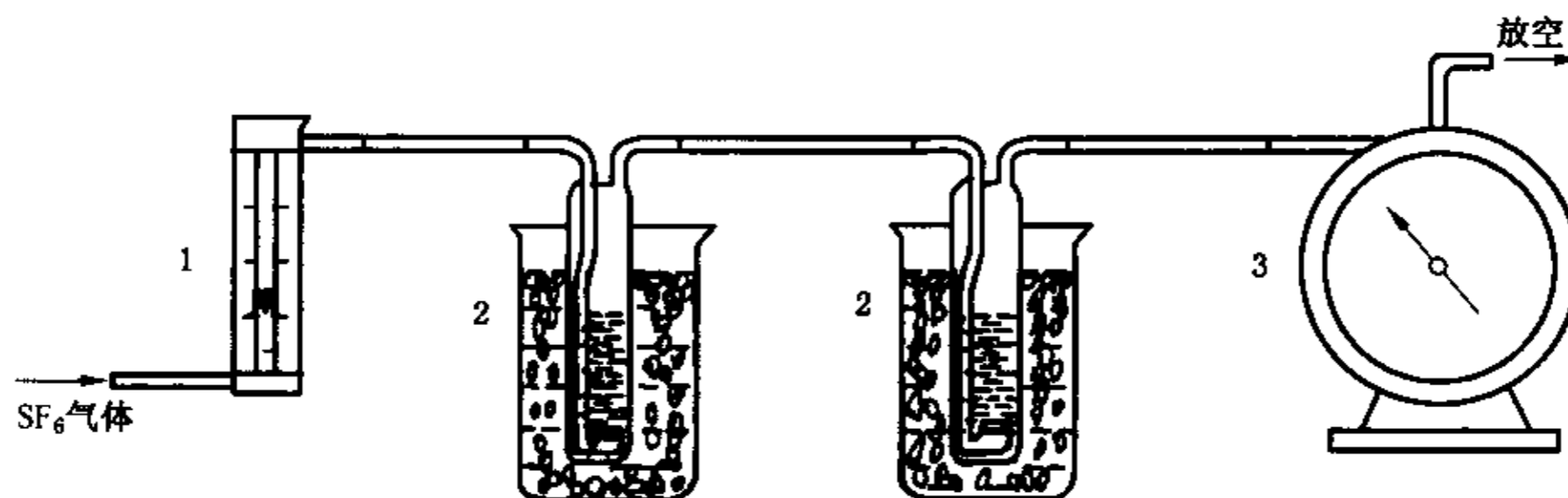
将矿物油标准溶液分别注入吸收池中,将四氯化碳放入另一同样规格的吸收池中作空白参比,在 $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ 处测定吸光度,以扣除空白后的吸光度对矿物油的质量浓度绘制工作曲线。

4.8.4.2 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 6 所示。吸收瓶内分别装有 70 mL 四氯化碳,用冰水浴冷却。

试样气体流速 170 mL/min,通气量 30 L,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 40 mL 四氯化碳多次洗涤吸收瓶,洗涤液并入烧杯中。



- 1——转子流量计;
- 2——吸收瓶;
- 3——湿式气体流量计。

图 6 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 15 mL 左右,转移至 25 mL 容量瓶中,在恒温 20°C 下,用四氯化碳稀释至刻度。

c) 用 180 mL 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光度,在工作曲线上查出相应的矿物油质量浓度。

4.8.5 试样体积的计算

试样体积按公式(8)计算:

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

式中:

V——20°C, 101.3 kPa 时试样体积的数值,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(°C);

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 w_7 , 数值以 % 表示,按下列公式(9)计算:

$$w_7 = \frac{(\rho_1 - \rho_2)V_f/1\ 000}{6.08V \times 1\ 000} \times 100 \dots\dots\dots(9)$$

式中:

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_i ——容量瓶容积的数值,单位为毫升(mL);

6.08——20℃,101.3 kPa 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 0.000 01%。

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 24 h,观察 72 h,检验小白鼠有无中毒症状。

4.9.2 试剂

氧气:体积分数 99%以上。

4.9.3 设备

毒性试验装置:按图 7 组装试验装置。

4.9.4 试验步骤

4.9.4.1 准备工作

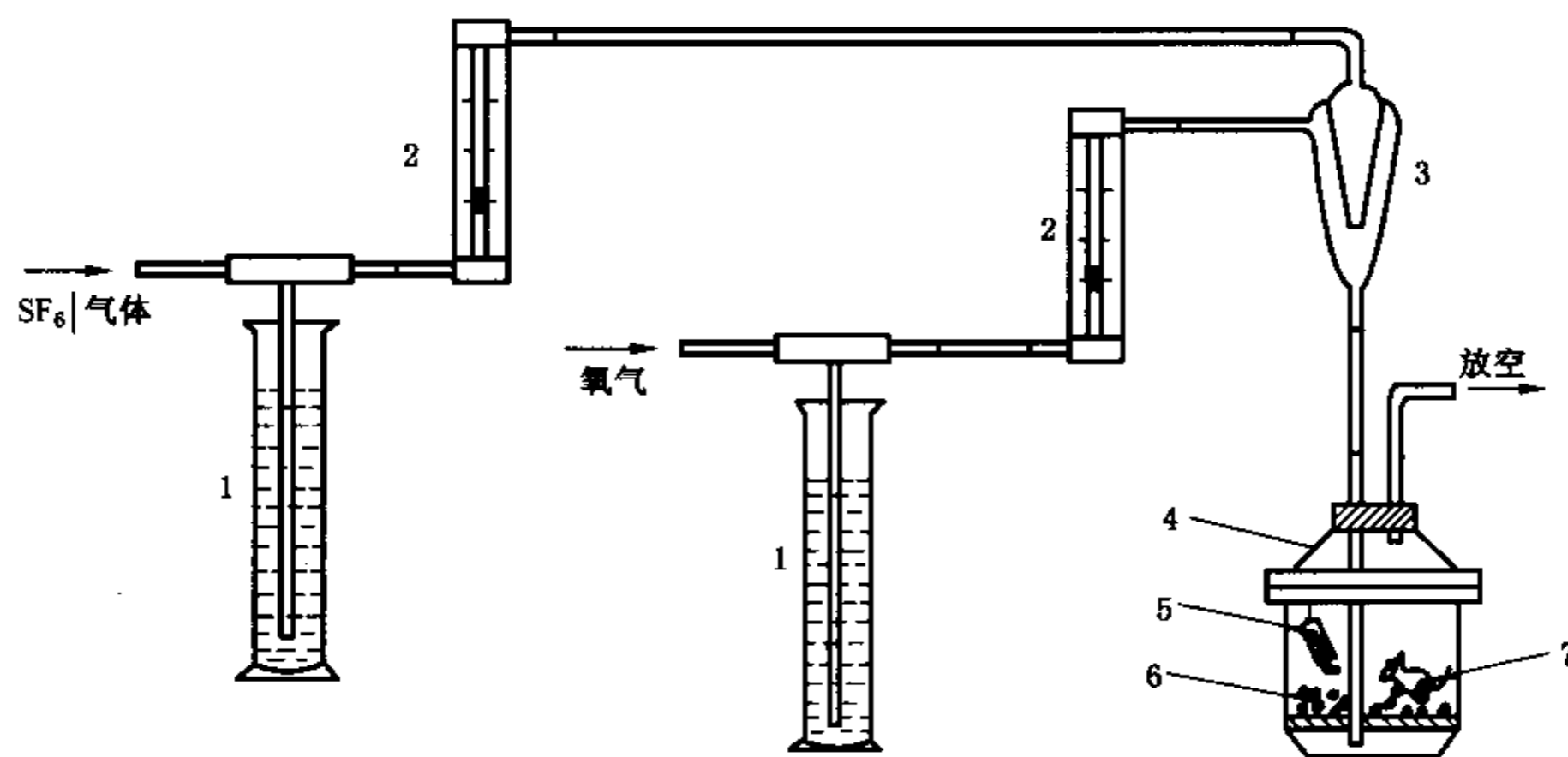
试验在通风柜内进行。

选购 15 只~20 只体重约 20 g 的雌性小白鼠,饲养在笼子中。试验前,一般应进行 3 d~5 d 的观察,确认小白鼠健康。

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,每分钟气体流量不得小于染毒缸容积的 1/8。流量稳定 8 min~16 min 之后,将 5 只小白鼠放入染毒缸内,供应饮水和食物,观察 24 h。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 72 h。按 4.9.4.2.1 要求记录。



- 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 7 毒性试验装置

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 本标准要求的规定的为出厂检验,其中水分可用水的质量分数或露点表示。

5.2 从同一来源稳定充装的工业六氟化硫构成一批,每批产品的重量不超过 5 t。

5.3 采样

5.3.1 工业六氟化硫常温常压下的密度约为空气密度的 5 倍,其气体有使人窒息的危险。取样场所必须通风良好,并应遵循 GB/T 3723 的有关规定。

5.3.2 工业六氟化硫采样气瓶数按表 2 规定从每批产品中随机选取。每瓶工业六氟化硫构成单独的样品。也可按 GB/T 6680—1986 第 6.1 条的规定在产品充装管线取样,每批样瓶数应符合表 2 规定。取样瓶上粘贴标签,注明产品名称、批号、生产厂名和取样日期。

表 2 随机取样瓶数表

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

5.4 工业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。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业六氟化硫进行验收。验收应在货到之日起的一个月内进行。

5.6 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

5.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 每批出厂的六氟化硫都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、批号、气瓶编号、净质量、生产日期和本标准编号。

6.2 气瓶应喷涂油漆,标明生产厂名称、产品名称、批号、气瓶编号及产品商标。气瓶的漆色、字样应符合 GB 7144—1999 气瓶颜色标志。标签应符合 GB 16804—1997 规定的要求。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业六氟化硫应充装在洁净、干燥的气瓶中。气瓶容积一般为 40 L,也可根据用户需要选用相应容积的气瓶。气瓶设计压力为 7 MPa 时,充装系数不大于 1.04 kg/L。气瓶设计压力为 8 MPa 时,充装系数不大于 1.17 kg/L;气瓶设计压力为 12.5 MPa 时,充装系数不大于 1.33 kg/L。气瓶应带有安全帽和防震胶圈。

7.2 充装气体前应检查气瓶检验期限、外观缺陷、阀体与气瓶连接处的密封性。

7.3 六氟化硫气瓶严禁曝晒,严禁靠近易燃、油污地点,应贮存在带棚的库房中,库房应阴凉通风良好。

7.4 装运应符合《气瓶安全监察规程》中有关规定。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与国际电工委员会标准 IEC 376 技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与国际电工委员会标准 IEC 376 技术性差异及其原因的一览表。

表 A.1 原因一览表

本标准章条编号	技术性差异	原 因
3	IEC 376 标准未设六氟化硫指标;本标准设立该指标,数值由差减法得到	直观,方便用户
3	除可水解氟化物、毒性试验指标要求相同外,其他各项指标要求均严于 IEC 376 标准	根据产品质量的提高和使用要求
5	规定了检验规则,IEC 376 标准仅对取样方法作了规定	IEC 376 标准无检验规则
6	规定了标志、标签,IEC 376 标准仅提出建议性规定	符合国家相关标准的要求
7	规定了包装、运输、贮存;IEC 376 标准仅对包装容积作了规定	符合国家相关标准的要求

附录 B

(资料性附录)

本标准与国际电工委员会标准 IEC 376 章条编号对照

表 B.1 给出了本标准与国际电工委员会标准 IEC 376 章条编号对照一览表。

表 B.1 对照表

本标准章条编号	IEC 376 章条编号
1	1
2	
3	6,7,8,9,10,50
4	22,23,24,25,26,27,28,29,30,31,32,33,34,35,36,37,38,39, 40,41,42,43,44,45,46,47,48,49
5	
6	11,12
7	