绝缘油油泥与沉淀物测定仪操作手册

根据GB/T8926-2012编制

1. 试剂与器皿：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 1. | 正 戊 烷： | 分析纯 | 500ml |
| 2. | 乙 醇： | 分析纯、清洗用 | 500ml |
| 3. | 烧 杯： | 30ml~50ml | 1个 |
| 4. | 锥形离心管： | 100ml | 2支 |
| 5. | 不锈钢棒： | φ3mm×300mm | 1根 |
| 6. | 洗 气 瓶： | 200ml、500ml | 各1个 |
| 7. | 离心管架： | 四孔 | 1个 |
| 8. | 托 盘： | 60×40mm、30×20mm | 各1个 |
| 9. | 注 射 器： | 1ml（带针头、5号） | 1支 |

1. 测定步骤：
2. 将离心管（2支）、烧杯（1个）清洗干净，放入烘箱105℃±3℃、30min。
3. 烘好取出，在干燥器中冷却。离心管用天平称重，精确至1mg（A）。
4. 将烧杯放入天平，去皮重，再称试样10±0.1g（试样接近10g时改为1ml注射器点进），将称好的试样倒入离心管内，用正戊烷清洗烧杯2~3次倒入离心管内并加至100ml刻度线处，拧紧盖子。
5. 将两只加好试样的离心管放入离心机对称的旋转头中，盖好盖子，设置离心机参数（转速：1450转，温度：30℃，时间：20min）按“开始键”，离心机开始工作。
6. 离心机工作结束并报警后，打开盖子，把离心管取出，在不摆动或分散沉淀物的条件下，轻轻倾倒上层清液，使留在离心管中的液体不超过3ml。
7. 在离心管中加入10ml±1ml正戊烷，用干净的不锈钢棒将离心管底部的沉淀物破碎并松动，用适量的正戊烷冲洗不锈钢棒上的沉淀物到离心管中，直至充满离心管50ml刻度线处，将两支离心管放入离心机对称的旋转头中，盖好盖子，按“开始键”。离心机开始工作（参数不变）。待离心机工作结束并报警后，取出离心管，小心倒出上层清液，避免搅动离心管底部的沉淀物。
8. 重复第6项试验步骤。
9. 将离心管放入105℃±3℃烘箱中干燥30min，在干燥器中冷却并称重，精确到1mg（B）。
10. 当沉淀物较重时，如果将离心管直接放到烘箱中，可能会有飞溅现象，在这种情况下，离心管放入烘箱前，沉淀物可以在室温或稍高温度下自然地进行局部干燥。

10、计算：试样沉淀物（质量分数）ω(%)按式计算

ω=10(B-A）

式中：

1. 清洁、干燥的离心管质量，单位为克（g）
2. 干燥后沉淀物和离心管的质量，单位为克（g）

11、精密度：试验结果的可靠性（95%的置信水平）、

12、重复性：在同一实验室，由同一操作者使用同一仪器，按相同方法，对同一试样连续测定两个试验结果之差，不应超过下列数值：（见表1）

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 沉淀物（质量分数）/% | 重复性（质量分数）/% |
| 0.0～1.0 | 0.07 |
| ＞1.0 | 平均值的10% |