

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0019—90

石油蜡和石油脂体积电阻率测定法

(1998年确认)

本标准参照采用国际标准 IEC 93—1980《固体绝缘材料体积电阻率和表面电阻率试验方法》和 IEC 247—1978《液体绝缘材料相对介电系数、介质损耗因数和直流电阻率的测量》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了石油蜡和石油脂体积电阻率的测定方法。

本标准适用于测定石油蜡及石油蜡熔合物在常态下(温度 $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 及相对湿度 $65\% \pm 5\%$) 为固体样品和石油蜡、石油脂及石油蜡熔合物在加热条件下呈液态样品的体积电阻率。

本标准不适用于对制备平整光滑蜡片有困难的蜡样在常态下固体样品的测试。

2 术语

2.1 体积电阻: 施加在试样上的直流电压与流过电极间的传导电流之比, 以欧姆(Ω)表示。

2.2 体积电阻率或体积电阻系数

在试样内的直流电场强度除以稳态电流密度所得的商。实际上可视为一个单位立方体内的体积电阻。以欧姆·米($\Omega \cdot \text{m}$)或欧姆·厘米($\Omega \cdot \text{cm}$)表示。

3 方法概要

对于固体蜡样, 可制成板状试样, 按固体电工绝缘材料测其常态下的体积电阻率。详见第 6 章。

对于加热下呈液态的石油脂和蜡, 按电气绝缘油测其体积电阻率。详见第 7 章。

4 仪器、设备

4.1 体积电阻率的测量仪器

4.1.1 高电阻测量仪

仪器应满足下列要求:

- 测量误差小于 20%;
- 零点飘移每小时不大于全标尺的 4%;
- 输入接线的绝缘电阻应大于仪器输入电阻的 100 倍;
- 测试电路应有良好的屏蔽;
- 仪器应定期进行检查。

4.1.2 检流计

线路基本要求:

- 检流计的电流常数不大于 10^{-9}A/mm ;
- 保护电阻 R , 阻值为 $10^6 \Omega$, 用于检流计电流常数测量时误差不应大于 1%;
- 分流器的调节级数不少于 5 级, 阻值应接近于检流计的外部临界电阻值;
- 直流电源的输出电压必须稳定, 电压表的精确度为 1.5 级;
- 检流计分流器和测量电极的接线应有良好的屏蔽和对地绝缘。

4.2 固体蜡样用电极

4.2.1 电极材料见表 1。

表 1 电极材料要求及用途

电极材料	规格要求	用途
铝箔或锡箔	厚度不超过 0.01mm, 用极少量凡士林或硅油贴到试样上, 贴好后应看不到气泡和皱纹	接触电极用
导电橡胶	体积电阻率不大于 $300\Omega\cdot\text{cm}$, 邵氏 A 型硬度为 40~60 度, 表面光滑平整	接触电极用
铜	工作面表面粗糙度为 $0.80\sqrt{\text{ }}$	做辅助电极也可做软质材料的接触电极

4.2.2 电极尺寸

板状试样电极配置见图 1, 电极尺寸见表 2。

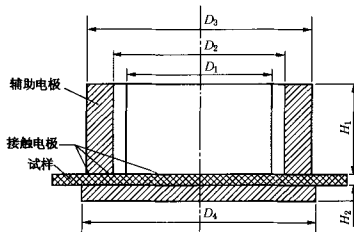


图 1 板状试样电极配置

D_1 —测量电极直径; D_2 —保护电极内径; D_3 —保护电极外径;
 D_4 —高压电极直径; H_1 —测量和保护电极高度; H_2 —高压电极高度

表 2 电极尺寸

mm

D_1	D_2	D_3	D_4	H_1	H_2
25 ± 0.1	29 ± 0.1	40	≥ 45	30	5
50 ± 0.1	54 ± 0.1	74	≥ 80		

4.3 液体试样用电极杯

使用同一电极杯可测量相对介电常数、介质损耗因数和体积电阻率。

平板三端电极杯: 用于精密测量。杯内设有屏蔽测量电极的保护电极, 通常导线屏蔽层接到保护电极上。

平板二端电极杯: 应保证测量电极与高压电极间的绝缘电阻至少是被测液体电阻的 100 倍。

电极杯应符合以下要求:

4.3.1 电极杯所有零件应易于拆洗, 重新装配后空杯电容无明显改变。它还能放在一个合适的恒温浴或烘箱中, 并能测量内电极的温度。

4.3.2 制造电极杯的材料应无气孔, 能承受所要求的温度。电极间的同轴度应不受温度变化的影响。

4.3.3 与试验液体接触的电极材质为不锈钢, 其表面应抛光。试样和清洗剂对电极应无化学作用。

4.3.4 用来支撑电极的固体绝缘材料应具有低的损耗因数, 高的电阻率和优良的机械强度。这些固

体绝缘材料不应吸收试样和清洗剂，也不与它们发生化学作用。

4.3.5 引线应使用屏蔽导线。为了抵抗外部电磁场的干扰，在电极外面要加一层接地的屏蔽罩。

平板三端电极杯实例如图 2 所示。

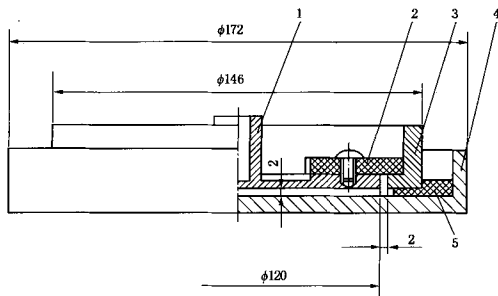


图 2 平板三端电极杯实例

1—测量电极；2、5—绝缘；3—保护电极；4—高压电极

4.4 试验箱：内设强制鼓风设备，以保证电极杯的试验温度均匀。试验箱温控范围 $20 \sim 150^{\circ}\text{C}$ ；温控精度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。箱内设有连接电极杯的屏蔽线。电极杯应同箱壳绝缘，箱壳应接地良好。

4.5 绝缘油电阻率测量仪：测量仪和电极杯符合 4.1 条和 4.3 条的规定。

4.6 恒温恒湿机：保证室温 $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，湿度 $65\% \pm 5\%$ 。

4.7 恒温箱：控温范围 $20 \sim 140^{\circ}\text{C}$ ，温控精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

4.8 真空干燥箱：升温范围室温 $\sim 200^{\circ}\text{C}$ ；恒温精度不大于 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ；真空度范围 $0 \sim 101.33\text{kPa}$ (760mm Hg)；漏气量不大于 $1.33\text{kPa}(10\text{mm Hg})/\text{h}$ 。

4.9 计时器：用以测量充电时间，指示精度为 0.5s 。

4.10 厚度计：XUT 型或其他型号，测量范围 $0 \sim 10\text{mm}$ ，示值最小分度 0.01mm 。

5 试剂与材料

5.1 模片：外径 120mm ，内径 100mm ，厚度 1mm 的黄铜或不锈钢制件，要求表面光滑，与模具底盘的接触严密。

5.2 模具底盘：直径 120mm ，厚度 10mm ，表面粗糙度为 $0.30_{\sqrt{}}$ 的黄铜或不锈钢制件。

5.3 刮蜡板：长 $220 \sim 240\text{mm}$ ，宽 $30 \sim 40\text{mm}$ ， 2mm 厚的不锈钢板，使用边要平直光滑。

5.4 烧杯： $125 \sim 150\text{mL}$ 若干个。

5.5 退火铝箔：厚度小于 0.01mm 。

5.6 精制凡士林或硅油。

5.7 绸布和脱脂棉。

5.8 玻璃干燥器。

5.9 溶剂：清洗电极杯用汽油、石油醚或正庚烷、甲苯等。

5.10 清洗剂。

6 固体蜡样体积电阻率的测量

6.1 准备工作

6.1.1 蜡样试片的制作

将待测蜡样置于恒温箱中,在高于蜡样熔点 $15\sim 20^{\circ}\text{C}$ 的条件下熔化,模具底盘预热到略低于熔化蜡样的温度。在模具底盘表面上用绸布涂抹一层精制凡士林或硅油。再把做接触电极用的直径 120mm 的圆形退火铝箔,贴在模具底盘表面。铝箔贴合要平整,保证没有气泡和折皱。把模片放在贴好铝箔的底盘上。将熔化好的蜡样趁热浇注于模具内,使液面略高于模片上沿。冷却到半固体状态,用预热的不锈钢刮蜡板刮去多余的蜡样。如果由于温度下降蜡样收缩使模具中心的蜡样不足,则应补浇蜡样使略高于模片上沿,冷至半固体状态再刮平浇注的蜡样。稍冷后可轻轻取下蜡片。制片时手指不要触及蜡片的测量部位。

6.1.2 对试样的要求和处理

6.1.2.1 蜡样试片的直径为 50 或 100mm ,厚度为 1mm 的圆片。

6.1.2.2 试样厚度的测量:用XUT型厚度计在试样的测量电极面积部位,沿径向测量不少于 3 点,取算术平均值作为试样厚度。厚度的测量误差为 $\pm 0.01\text{mm}$ 。

6.1.2.3 每组试样不少于 3 个蜡片,试样应平整光滑、无气泡和裂纹、厚度均匀。

6.1.2.4 试样的预处理:测量前试样蜡片应在温度 $20^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $65\%\pm 5\%$ 的条件下,放置 24h 以上。产品标准有特殊规定时,试样的预处理可按规定要求进行。

6.1.3 试验环境:

温度为 $20^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$;相对湿度为 $65\%\pm 5\%$ 。

6.1.4 测量仪器使用前的准备

用ZC31-1型振动电容式超高阻计测量时按下述步骤准备(使用其他型号测量仪时,请按仪器使用说明书要求做好使用前的准备)。

仪器面板上各开关调整器的位置如下:

- 测量仪电压选择开关置于“ 10V ”档;
- 倍率选择开关置于“ $\times 10^2$ ”档;
- 输入端“短路-测试”开关拨向“短路”档;
- 直流放大器电压灵敏度选择开关处于“ $\times 1$ ”档位置;
- “+”“-”极性转换开关处于“ 0 ”位置;
- “放电-测试”开关处于“放电”位置;
- 电源开关应拨向“断”位置;
- 将电源开关拨开“通”位置,预热 0.5h 即可进行测量。

6.2 试验步骤

6.2.1 电极按图3接线。

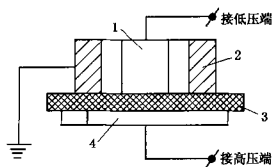


图3 电极接线示意图

1—测量电极; 2—保护电极; 3—被测试样; 4—高压电极

6.2.2 将预处理后的试样蜡片放入电极系统。将两电极连接在一起进行短路,以彻底放掉试样表面上的剩余电荷,直到不加电压时仪器上没有明显指示值为止。盖上电极箱盖。

测量电压选择开关置于“ 1000V ”位置。仪器的“+”“-”极性转换开关由“ 0 ”位置转到“+”位置,转动“ 0 调节”使仪表指针指在“ ∞ ”。倍率选择开关可根据被测试样 R_x 的估计值,置于一定的位置。

直流放大器的电压灵敏度选择开关在一般情况下,处于“×1”的位置,只有当被测的 R_v 值达到 $5 \times 10^{16} \Omega$ 数量级以上时,才使用“×10”这一档。

6.2.3 把“放电-测试”开关从“放电”位置转到“测试”位置,对试样充电,约15s左右后把输入端“短路-测试”开关从“短路”位置拨到“测试”位置并开始计时,1min后读取指示值,作为试样的体积电阻值。

若指针无指示或指示很小,则应将“放电-测试”开关和“短路-测试”开关恢复到原来位置,将倍率选择开关升高一档并重复上述过程。直到试样的体积电阻读数能清晰读出为止(测量值尽量调整在仪表刻度1~10之间读取)。如果相反,指示仪表指针以很快的速度超过了标尺,可能有两种原因出现上述情况:一种是试样本身被击穿或测量用的电极相碰造成短路,使之输入信号很大;另一种是倍率选择开关所处位置太高。这时,应先把“放电-测试”开关转至“放电”位置,进行检查后,再继续测量。

6.2.4 若用同一块蜡片进行重复测量;或者不久前曾向试样蜡片施加过直流电压,即使是马上切断电压,也应该把“放电-测试”开关和“短路-测试”开关拨回到“放电”“短路”位置,使其短路放电至少10min以上。

6.2.5 一个试样测量完毕,应将“放电-测试”开关和“短路-测试”开关拨回到“放电”,“短路”位置后,才可以卸下试样。

6.2.6 仪器使用完毕,应先切断电源,并将各个开关及调整器恢复到原始位置。拆除所有接线,盖好测量端钮的外盖。

6.3 计算

6.3.1 高阻计法

$$\rho_v = R_v S / d \quad \dots\dots\dots (1)$$

6.3.2 检流计法

$$\rho_v = \frac{U \cdot N \cdot S}{C_a \cdot a \cdot d} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$S = \pi(D_1 + g)^2 / 4 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: U ——试验电压, V;

N ——分流比;

C_a ——检流计电流常数, A/mm;

a ——检流计两次读数的平均值, mm;

S ——测量电极有效面积, cm^2 ;

g ——测量电极与保护电极间隙宽度, cm;

D_1 ——测量电极直径, cm;

d ——试样厚度, cm;

R_v ——体积电阻, Ω ;

ρ_v ——体积电阻率, $\Omega \cdot \text{cm}$ 。

按下述规定判断结果的可靠性:

在一组三个蜡片的测量值中,较大值与较小值之差与较大值之比值的百分数,小于或等于50%时,该次试验为有效。

6.4 报告

以一组有效试验的平均值,报告试样的体积电阻率。

7 加热下呈液态样品体积电阻率的测量

7.1 用 JZ 201 型绝缘油电阻率测量仪测量

使用 JZ 201 型绝缘电阻率测量仪(使用其他符合技术要求的仪器时,按仪器使用说明书要求进行)。

7.1.1 准备工作

7.1.1.1 仪器使用前的准备

使用前测量系统面板上各个开关的位置:“ ρ 倍率”开关应置于最低档,即 10^{10} 。“测量电压”开关置于复位状态;“短路放电”开关置于“短路放电”位置。

检查试验环境的温度、湿度是否在规定要求(工作环境温度为 $0\sim 40^{\circ}\text{C}$;相对湿度 $\leq 80\%$)。

检查交流电源电压是否符合 $220\text{V} \pm 10\%$ 。

仪器接通电源,指示灯即亮,如果不亮应立即切断电源,查明原因,排除故障后方可使用。预热 30min。慢慢调节“调零”旋钮使指针对准“ ∞ ”线。

7.1.1.2 试样的准备

将石油脂和试样在高于测量温度 $5\sim 10^{\circ}\text{C}$ 的条件下于恒温箱中熔化。保持时间不应超过 1h。把熔化好的试样慢慢注入洗净、烘干并预热好的电极杯中,冲洗电极杯,倒掉冲洗液,立即注入待测试样。试样液面高度以略高于标准线为宜。

7.1.1.3 试样的加热与恒温

接通电极杯温控系统电源,将温度调节旋钮置于所需温度处。把电极杯放入仪器的加热器内。加热恒温过程中可将内电极轻轻摇动,使试样均匀加热。待达到所需温度后,再恒温 10min,方可进行测试。此时试样温度变化应不大于 0.5°C 。

7.1.2 试验步骤

7.1.2.1 电阻率的测量

用高压电缆和信号电缆分别接在两台仪器的相应接线柱上,将测量头电缆插头接在加热器中央插座上。在电极杯内电极中间插入测量头。

将电压选择开关置于 1000V,定时开关设置 60s。“ ρ 倍率”开关放在最低档位置。

接通“短路放电”开关,调节“调零”旋钮,使仪表指针对准“ ∞ ”线,然后将“短路放电”开关复位。

按下“测试”按钮,测试电压指示灯亮。这时表头已有读数,并徐徐升起。若指针不起,可逐渐增大倍率,使指针指在表头中间位置。60s 后,仪器自动切断高压,同时将测试数值自动保持一定时间,此时应立即记录下读数和倍数。体积电阻率即为读数和倍率的乘积。

一个试样测量完毕,应将“短路放电”开关接通,放电 1min。再调零至“ ∞ ”线,即可进行另一个试样的测量。

7.1.2.2 电极杯的清洗

松开螺母,将内电极和绝缘板分开(必要时可将屏蔽环拆下来,一起清洗)。先用汽油或石油醚、甲苯等溶剂清洗内电极、外电极和绝缘板,然后先后放入清洗剂 and 热水中各煮沸 0.5h。取出后依次用自来水和蒸馏水冲洗。最后在 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘 2h,取出后放入玻璃干燥器中备用。

7.2 用平板三端电极杯测量

7.2.1 准备工作

7.2.1.1 测试仪器使用前的准备

详见 6.1.4。

7.2.1.2 试样的准备

将待测的试样在高出试验温度 $5\sim 10^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱中熔化,但保持时间不应超过 1h。

7.2.1.3 向电极杯中注试样

将装配好的电极杯置于比规定试验温度高 $5\sim 10^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱内,装配电极杯时注意不要用手直接接触电极和绝缘表面。为了检验电极是否清洁、干燥,使用前要测量空电极的介质损耗因数(应接近零)并记录空杯电容。

当内电极温度超过试验温度时,迅速从恒温箱内取出电极杯,将内电极提出(不要让它直接接触任何表面),注入试样,两次抬起和放下内电极以冲洗电极杯。取出内电极,倒掉冲洗试样,立即注入待测试样。

将装好试样的电极杯,置于符合试验温度的试验箱中,接好电路,并保证 15min 以内达到温度平衡。

注:为了在保证在 15min 内达到平衡,首先要选择好试样、电极杯及试验箱预热温度,而且要迅速完成冲洗电极杯和向电极杯中注样的操作,这样不但可以防止电极过分冷却,也可避免灰尘微粒在电极杯的湿润面上聚集。

7.2.2 试验步骤

7.2.2.1 体积电阻率的测量

试验电压:直流试验电压一般选用使液体承受 200~300V/mm 的电场强度。如产品标准另有规定,则按规定电压进行。

试验温度:90℃。如产品标准另有规定,则按规定温度进行。

如果试样测过介质损耗因数,两电极应短接 1min 后测量体积电阻率。如果仅测体积电阻率,则待电极杯注入试样 15min 开始进行测量。

接好测量仪器和电源的连接线。电源的正极接到电极杯的外电极上。加直流电压,在充电 60s 时记录电阻值。

短路电极杯两电极 5min,倒掉电极杯中试样,重新取样进行测量。

7.2.2.2 电极杯的清洗

拆卸电极杯的全部组件,用汽油、石油醚或甲苯、正庚烷等其中的两种溶剂清洗。用蒸馏水冲洗后再于蒸馏水中煮沸 1h。然后在 105~110℃ 的烘箱中烘 60~90min,取出后放在玻璃干燥器中。

7.3 计算

体积电阻率,单位为 $\Omega \cdot \text{cm}$,按式(4)计算:

$$\rho_v = K \cdot R \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: R ——试样电阻的测定值, Ω ;

K ——空电极常数, cm 。

空电极常数根据以空气为介质时的电极杯电容(pF)按式(5)计算:

$$K = 11.3 C_a \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: C_a ——以空气为介质的电极杯的电容, pF。

7.4 精密度

两次读数之差不应超过两值中较高一个的 35%。否则,继续对试样测量。直到相邻两个读数之差不超过两值中较高一个的 35% 为止。并判定试验有效。

7.5 报告

两次有效测量的较高一个值作为试样的体积电阻率。

附加说明:

本标准由抚顺石油化工研究院技术归口。

本标准由抚顺石油化工研究院负责起草。

本标准主要起草人张巧歌。