

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ ПО ВЫСШЕМУ ОБРАЗОВАНИЮ**

**Рубцовский индустриальный институт**

**М.О.Бутовский  
Е.Н.Шампурова**

**МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ**

**Лабораторный практикум для студентов  
дневной и заочной форм обучения  
специальности 100400**

**Методическое пособие**

**Рубцовск: 1996**

**УДК 621.315**

Бутовский М.Э., Шампурова Е.Н. **Материаловедение: Лабораторный практикум для студентов специальности 100400 дневной и заочной форм обучения. Методическое пособие / Рубцовский индустриальный институт. Рубцовск РИО, 1996 – 47 с.**

**В лабораторном практикуме приводится 6 лабораторных работ по курсу "Материаловедение" для студентов электротехнической специальности. В работах приведены теоретическая часть, экспериментальная часть, схема установок, порядок обработки результатов экспериментов.**

**Рассмотрено и одобрено на заседании научно-методического совета Рубцовского индустриального института.  
Протокол № 16 от 01.02.96 г.**

**Рецензент: к.т.н., доцент В.Т. Гетманов**

**© Рубцовский индустриальный институт, 1996**

**Инструкция по технике безопасности  
для студентов при выполнении лабораторных работ  
по курсу "Материаловедение"**

Лабораторные работы могут проводиться только под наблюдением преподавателя.

Перед началом испытания студент обязан проверить:

- 1) правильность сборки схемы;
- 2) наличие и надежность заземлений элементов схемы;
- 3) наличие защитных средств;
- 4) действие сигналов и блокировок.

Работа должна производиться не менее чем двумя лицами. Запрещается оставлять рабочее место до конца испытаний без разрешения преподавателя.

Подавать напряжение на установку можно только после записи в журнале о допуске бригады к работе и проверки схемы установки и знаний студентов по правилам выполнения работ на данной установке преподавателем.

Перед включением схемы под напряжение обязательно предупредить членов бригады: **ОСТОРОЖНО! ВКЛЮЧЕНО!**

Все операции в процессе выполнения работы должны производиться в такой последовательности, как это указано в руководстве к соответствующей работе.

Если во время эксперимента происходит изменение нормального режима работы установки (возникает шум, появляется дым и т.д.), установку следует отключить от сети и сообщить преподавателю.

По окончании работы установку отключить от сети, привести ее в исходное для начала работы состояние, сдать установку преподавателю или дежурному лаборанту.

# 1. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1. ИССЛЕДОВАНИЕ УДЕЛЬНОГО ОБЪЕМНОГО ( $\rho_V$ ) И УДЕЛЬНОГО ПОВЕРХНОСТНОГО ( $\rho_S$ ) ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СОПРОТИВЛЕНИЙ ДИЭЛЕКТРИКОВ

Цель работы: практическое ознакомление с одним из методов определения  $\rho_S$  и  $\rho_V$  электроизоляционных материалов с помощью тераомметра типа Е6-13А.

Программа работы:

1. Ознакомление со схемой, принципом работы тераомметра.
2. Подготовка образцов к измерениям.
3. Определение  $\rho_V$  и  $\rho_S$  электроизоляционных материалов (гетинакса, резины, лавсана фольгированного и др.).
4. Оценка электротехнического качества образцов исследуемых материалов.

## 1.1. Основные теоретические положения

По своему назначению диэлектрики под действием постоянного напряжения не должны пропускать электрический ток, т.е. удельное сопротивление их должно быть бесконечно большим. Однако, все практически применяемые технические диэлектрики пропускают некоторый, обычно незначительный, ток, называемый током утечки. Чем больше удельное сопротивление электроизоляционного материала, тем выше его качество.

Ток, протекающий в диэлектрике под действием не изменяющегося во времени электрического напряжения, можно измерить лишь с помощью чувствительного прибора. Этот ток, представляющий собой направленное перемещение свободных заряженных частиц под действием приложенного напряжения, называют током сквозной электропроводности, или током утечки  $I_{ут}$ . Ток в диэлектрике при переменном напряжении обычно на несколько порядков превышает ток сквозной электропроводности, так как при изменении полярности приложенного напряжения основную роль играют поляризационные процессы. При работе диэлектрика на постоянном напряжении поляризационные токи, называемые токами абсорбции  $I_{абс}$ , протекают лишь в короткие промежутки времени после включения и выключения напряжения (рис.1.1). У большинства диэлектриков время существования тока

абсорбции не превышает долей секунды, но в некоторых случаях оно может достигать десятков секунд и больше.

Сопротивление диэлектрика при постоянном напряжении, т.е. сопротивление изоляции  $R_{из}$ , определяющее величину тока утечки, можно вычислить по формуле:

$$R_{из} = \frac{U}{I - \sum I_{пол}}, \quad (1.1)$$

где  $U$  - приложенное напряжение, В;

$I$  - наблюдаемый ток, А ;

$\sum I_{пол} = I_{абс}$  - сумма токов, вызванных различными видами поляризации.

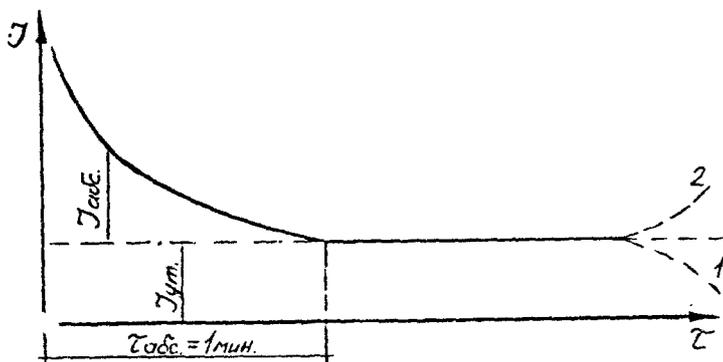


Рис.1.1. Зависимость тока в диэлектрике от времени воздействия постоянного напряжения

Поскольку измерить поляризационные токи практически трудно, сопротивление изоляции обычно рассчитывают как частное от деления напряжения, измеренного через 1 мин. после включения напряжения. Если диэлектрик длительно находится под напряжением, то ток утечки с течением времени уменьшается или увеличивается. Уменьшение тока утечки (см. рис.1.1, кр.1) свидетельствует о том, что электропроводность материала была в большей степени

обусловлена ионами посторонних примесей, которые нейтрализовались вблизи электродов. Это явление называется электрической очисткой образца. Увеличение тока со временем (см. рис. 1.1, кр. 2) свидетельствует об участии в нем зарядов, являющихся структурными элементами самого материала, и о протекающем в диэлектрике необратимом процессе электрического старения, которое постепенно может привести к разрушению диэлектрика - его пробой.

Свободные ионы - носители заряда - могут содержаться не только в толще диэлектрика, но и в тонком слое влаги и различных загрязнений, адсорбированных на поверхности диэлектрика, поэтому протекание тока возможно не только в толще, но и на поверхности диэлектрика. В соответствии с этим различают объемную и поверхностную электропроводность. Величина электропроводности является одним из важнейших показателей качества электроизоляционного материала (ЭИМ). Для количественной оценки электропроводности различных материалов введены понятия удельного объемного и удельного поверхностного сопротивлений.

Удельное объемное сопротивление численно равно сопротивлению куба из данного материала с ребром в 1 см, если ток проходит через две его противоположные грани.

Для плоского образца любого размера

$$\rho_v = \frac{R_v \cdot S}{h}, \text{ Ом}\cdot\text{см}, \quad (1.2)$$

где  $R_v$  - объемное сопротивление образца, Ом;

$S$  - площадь электродов, см<sup>2</sup>;

$h$  - толщина образца, см.

Удельное поверхностное сопротивление численно равно сопротивлению участка поверхности диэлектрика в виде квадрата любых размеров, если ток проходит через электроды, ограничивающие две противоположные стороны этого квадрата.

Удельное поверхностное электросопротивление измеряется в омах и рассчитывается по формуле

$$\rho_s = R_s \cdot \frac{b}{l}, \text{ Ом}, \quad (1.3)$$

где  $R_s$  - поверхностное сопротивление образца материала между параллельно расположенными электродами длиной  $b$  см, находящимися на расстоянии  $l$  см друг от друга.

$$\text{Для круглых электродов: } b = \frac{\pi}{2} (d_1 + d_2) , \quad (1.4)$$

где  $d_1$  – диаметр внутреннего электрода, см;  
 $d_2$  – внутренний диаметр кольцевого электрода, см.

Поверхностное сопротивление определяется не только способностью самого диэлектрика адсорбировать на своей поверхности влагу и загрязнения, но зависит от состояния поверхности диэлектрика и от свойств окружающей среды.

Величина объемного и поверхностного сопротивления зависит от температуры и влажности образца, поэтому измерения производят при  $t = 20 \pm 5^\circ \text{C}$  и относительной влажности воздуха  $\varphi = 65 \pm 5\%$ .

Величина сопротивления диэлектрика зависит также от величины приложенного напряжения.

С увеличением приложенного напряжения в диэлектрике возрастает количество свободных ионов, в особенности ионов примесей, что приводит к увеличению электропроводности.

При приложении напряжения к диэлектрику в нем происходит процесс поляризации и образуется поле, направленное против основного поля. В цепи с диэлектриком возникает электродвижущая сила, направленная против приложенного напряжения и уменьшающая ток, протекающий через диэлектрик. Т.к. для завершения процесса поляризации необходим некоторый промежуток времени, то наблюдается уменьшение тока и рост сопротивления в функции времени.

Протекающий через изоляцию ток проводимости складывается из токов объемной проводимости и поверхностной проводимости. При измерении одной из этих составляющих необходимо устранить влияние другой. С этой целью применяют систему трех электродов (рис.1.2) в соответствии с ГОСТ 64332-71 (СТ СЭВ 2411-80).

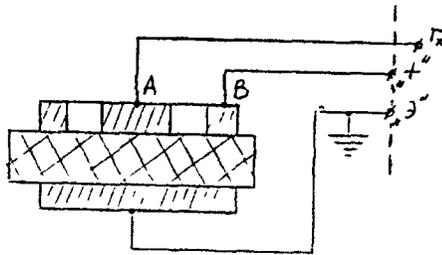


Рис.1.4. Схема подключения кольцевых электродов при измерении объемного сопротивления

Экранное кольцо и центральный электрод кладется на испытываемый материал (для более плотного прилегания допускается смазка тонким слоем трансформаторного масла). Электрод с черным проводом находится внизу испытываемого материала.

Потенциометром "Установка 0 точно" добиться положения стрелки крайнего правого положения (1) или (3), причем отсчет ведется: по I верхней шкале, если значение  $R_v$  кратно 10; по I нижней шкале, если значение  $R_v$  кратно 3; малое (до  $10^6$ ) значение  $R_v$  измеряется по II нижней шкале.

Выбирается предел измерения переключателем, при этом кнопка "Уст. 0" должна быть утоплена.

Произвести измерение по необходимой шкале нажатием кнопки "уст.0".

Удельное объемное электросопротивление подсчитывается по формуле:

$$\rho_v = R_v \frac{S}{h}, \text{ Ом} \cdot \text{см}, \quad (1.6)$$

где  $R_v$  - показания прибора, Ом;  
 $S$  - площадь электродов (A+B), см<sup>2</sup>;  
 $h$  - толщина образца, см.

При измерении поверхностного электросопротивления кольцевые электроды подключаются согласно рис.1.5.

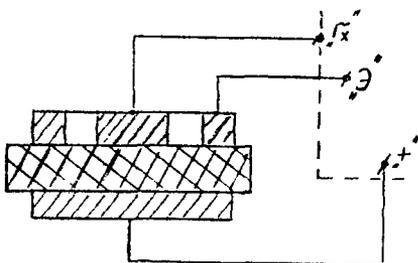


Рис.1.5. Схема подключения кольцевых электродов при измерении поверхностного электросопротивления

Измерения  $R_s$  проводят аналогично измерениям  $R_v$ . Для расчета  $\rho_s$  пользуются следующей формулой:

$$\rho_s = R_s \cdot \frac{2.74}{\log \frac{d_2}{d_1}}, \text{ Ом} . \quad (1.7)$$

При окончании работы следует выключить прибор в следующей последовательности:

- 1) "Уст.0" - утопить; .
- 2) выключить кнопку СЕТЬ.

## 2. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОЧНОСТИ ( $E_{пр}$ ) ЖИДКИХ И ТВЕРДЫХ ДИЭЛЕКТРИКОВ

Цель работы: ознакомление с методом испытания жидких и твердых диэлектриков на электрическую прочность с помощью высоковольтного испытательного трансформатора (АИМ-80, АИИ-70, АМИ-60, ВИУ-25).

### 2.1. Основные теоретические положения

Любой диэлектрик в электрическом поле теряет изоляционные свойства, если напряженность поля превысит критическое значение. Это явление называется пробоем диэлектрика.

Пробой диэлектриков сопровождается образованием высокопроводящего канала и возрастанием тока проводимости в нем при малом падении напряжения.

Пробой диэлектрика или его электрическая прочность с количественной стороны характеризуется напряженностью электрического поля при пробое. Значение электрической прочности находят по выражению

$$E_{\text{пр}} = \frac{U_{\text{пр}}}{h}, \quad (2.1)$$

где  $U_{\text{пр}}$  - пробивное напряжение, мВ

$h$  - толщина диэлектрика в месте пробоя, для жидких-расстояние между электродами, м.

Величина пробивного напряжения зависит от формы и размеров электродов, расстояния между ними, давления и температуры диэлектрика, характера приложенного напряжения (постоянное, переменное). Кроме этого, механизм пробоя жидких диэлектриков сильно зависит от чистоты жидкости. Различают три степени чистоты жидких диэлектриков:

- 1) диэлектрики загрязненные, содержащие эмульсионную воду и твердые механические загрязнения;
- 2) диэлектрики технически чистые, практически не содержат эмульсионную воду и твердые механические загрязнения;
- 3) диэлектрики особо тщательно очищенные, совершенно не содержащие воды и механических загрязнений и хорошо дегазированные.

Пробой жидких диэлектриков первой степени чистоты в основном происходит вследствие образования между электродами мостиков, состоящих из капелек эмульсионной воды и механических загрязнений. Пробивное напряжение снижается, если в диэлектрике имеются различные волокна, которые поглощают влагу и образуют сплошные цепочки-мостики, замыкающие электроды. Для образования мостиков требуется определенное время, величина которого зависит от концентрации загрязнений, формы электродов и расстояния между ними. Поэтому при кратковременном приложении напряжения образование таких мостиков невозможно (затруднено).

В месте пробоя жидкого диэлектрика выделяется тепло, возникает конвекция жидкости, которая разрывает мостики, и электрическая прочность жидкого диэлектрика может

восстановиться даже без снижения приложенного напряжения. Затем снова образуются мостики, происходит очередной пробой диэлектрика и т.д. Поэтому точно определить электрическую прочность загрязненного жидкого диэлектрика не представляется возможным.

Пробой в технически чистой жидкости начинается с ионизации в ней газовых включений и мало зависит от химической природы, а определяется степенью чистоты.

Электрическая прочность особо тщательно очищенных жидких диэлектриков достигает 100 МВ/м.

В твердом диэлектрике пробой – необратимое явление. Возникшая в месте пробоя искра или дуга может вызвать оплавление, обгорание, растрескивание диэлектрика, т.е. наблюдается след пробоя. Если вновь приложить напряжение к ранее пробитой твердой изоляции, то пробой происходит по пробитому ранее месту при весьма малом напряжении.

Физическая картина пробоя твердых диэлектриков в различных случаях может быть весьма различна. Поэтому различают несколько механизмов пробоя твердых диэлектриков: электрический, тепловой, электрохимический, ионизационный и электромеханический.

Электрический пробой – это пробой, обусловленный ударной ионизацией или разрывом связей между частицами диэлектрика непосредственно под действием электрического поля. Этот вид пробоя развивается и завершается за очень короткий промежуток времени (микросекунды и менее). Напряжение пробоя мало зависит от температуры, частоты и формы приложенного напряжения и размеров образца (за исключением очень малых толщин).

Тепловой пробой обусловлен нарушением теплового равновесия диэлектрика вследствие диэлектрических потерь. При этом, если при некотором напряжении  $U = U_{пр}$  выделенное вследствие диэлектрических потерь тепло не успевает передаваться окружающей среде, температура диэлектрика повышается, что, в свою очередь, увеличивает выделенное тепло, а следовательно, и температуру. Таким образом, температура диэлектрика самопроизвольно поднимается до температуры оплавления или прожигания. Этот вид пробоя в значительной степени зависит от рабочей температуры окружающей среды. С увеличением температуры время развития и завершения пробоя уменьшается. Напряжение теплового пробоя зависит также от частоты, времени приложения и

следующих условий охлаждения: поверхности соприкосновения с окружающей средой, температуры окружающей среды и теплофизических свойств диэлектрика.

Электрохимический пробой обусловлен химическими процессами, приводящими к изменениям в диэлектрике под воздействием электрического поля. Химические изменения (старение) при высоком напряжении возникают вследствие электролиза, наличия озона, окислов азота, следов хлорной кислоты и других продуктов разложения диэлектрика. Процесс электрического старения особенно усиливается при воздействии постоянного напряжения, наличия влаги и развивается медленнее при переменном напряжении. Его характеристикой является время жизни электрической изоляции  $\tau_{ж}$  (промежуток времени от момента подачи напряжения до пробоя).

Ионизационный пробой - это пробой, обусловленный ионизационными процессами вследствие частичных разрядов в диэлектрике. Он характерен для диэлектриков с воздушными или жидкими включениями, у которых  $E_{пр} < E_{пр.тв}$  диэлектриков. При больших напряжениях в воздушных порах возникает ионизация, а в жидких - пробой жидкости. Продукты разложения газов и жидкостей приводят к разложению твердого диэлектрика. Этому способствует также выделяющееся тепло в этих местах. Все эти факторы приводят к постепенному разрушению изоляции и, следовательно, пробоя.

Электромеханический пробой обусловлен повреждением диэлектрика механическими напряжениями, возникающими под действием электрического поля. Этот вид пробоя в основном имеет место в изделиях из хрупких неорганических диэлектриков (в керамических диэлектриках), где нагрев вследствие диэлектрических потерь неравномерен, что приводит к большим температурным перепадам. С увеличением частоты этот вид пробоя усиливается.

В твердых диэлектриках наряду с объемным возможен поверхностный пробой, т.е. пробой в жидком или газообразном диэлектрике, прилегающем к поверхности твердой изоляции. Так как  $E_{пр}$  жидкостей и газов ниже  $E_{пр}$  твердых диэлектриков, а нормальная составляющая напряженности электрического поля непрерывна на границе раздела, то при одинаковом расстоянии между электродами в объеме и на поверхности пробой в первую очередь будет проходить на поверхности твердого диэлектрика (рис.2.1).

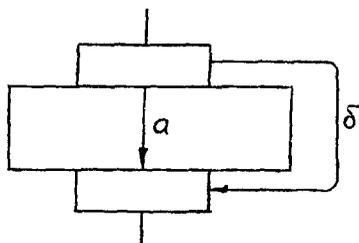


Рис.2.1. Пробой по объему (а) и по поверхности (б) изоляции

Чтобы не допустить поверхностного пробоя, необходимо удлинить возможный путь разряда по поверхности. Поэтому поверхность изоляторов делают гофрированной, а в конденсаторах оставляют закраины диэлектрика. Поверхностную  $U_{пр}$  повышают также специальными гидрофобными электроизоляционными покрытиями (лаки, эмали) и твердыми диэлектриками с высокой электрической прочностью.

Таким образом, механизм пробоя твердых диэлектриков сложен и разнообразен. Зачастую тот или иной вид пробоя определяется не природой диэлектрика, а конфигурацией изделий и внешними воздействиями.

Для испытания электроизоляционных жидкостей и, в частности, трансформаторного масла на электрическую прочность применяют аппараты АМИ-6, АИМ-80, АИИ-70, ВЛУ-2,5. Конструкция такого аппарата включает следующие элементы:

бак с высоковольтным трансформатором  $T_1$  (главный трансформатор);

регулятор напряжения (вариатор) с электрическим приводом щетки  $T_2$ ;

сосуд для испытания (банка с электродами) БЭ;

измерительный прибор кV (миллиамперметр М903 постоянного тока с пределом измерения 0-10мА);

сигнальные лампы 6,5 В, магнитный пускатель;

реле максимального тока.

На лицевой панели аппарата расположены элементы управления аппаратом и световая сигнализация:

выключатель сети (SF) со специальным ключом, исключающим произвольное включение аппарата;

зеленая лампа (HLG), показывающая включение сети, желтая лампа (HLY), указывающая готовность схемы аппарата к включению испытательного напряжения;

кнопка включения электродвигателя (SD1), включающаяся после пробоя испытуемого диэлектрика.

Эти элементы на панели имеют условный знак (- → 0);

красная лампа (HLR), сигнализирующая о включенном высоком напряжении;

кнопка включения (SD2) испытательного напряжения;

измерительный прибор, указывающий величину испытательного напряжения в киловольтах;

тумблер-выключатель (S1) для остановки электродвигателя, имеющий условный знак (■);

тумблер-выключатель (S2) автоматического возврата щетки регулятора напряжения ВГ в нулевое положение после пробоя испытуемого жидкого диэлектрика, имеющий условный знак (- → 0).

Рассмотрим схему аппарата и взаимодействие его элементов (рис.2.2). Напряжение 220В специальным кабелем подается от сети однофазного переменного тока на зажимы выключателя сети питания SF. Далее через предохранители FV напряжение подается одновременно на конденсатор защиты сети от высокой частоты С, трансформатор питания сигнальных ламп Т3, вариатор главный Т2, оперативные цепи управления главным контактором КМ и промежуточные реле КЛ1 и КЛ2.

При условиях, если:

1) щетка вариатора находится в нулевом положении (контакты SQ4 цепи катушки контактора КМ замкнуты);

2) дверца, открывающая доступ к испытательному сосуду, закрыта (контакты дверной блокировки SQ1 и SQ2 замкнуты);

3) тумблер-выключатель S1 находится в положении ВКЛЮЧЕНО.

При нажатии на кнопку SD срабатывает контактор КМ, промежуточное реле КЛ2 и электродвигатель М начинает перемещать щетку вариатора Т2. На выводах вторичной обмотки главного трансформатора Т1 и электродах испытательного сосуда БЭ с испытываемым жидким диэлектриком равномерно повышается напряжение.

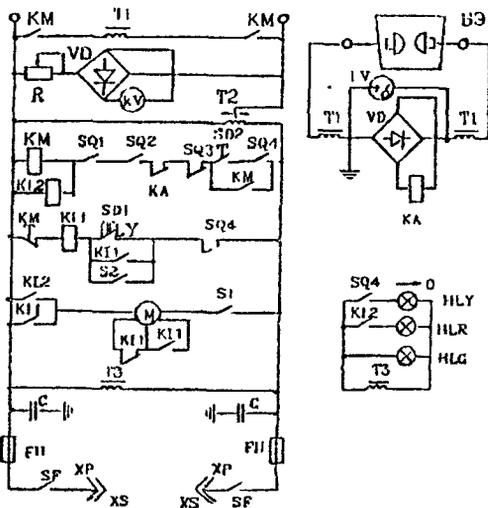


Рис. 2.2. Принципиальная схема высоковольтного трансформатора

Величина испытательного напряжения контролируется прибором  $kV$ , который включен в первичную цепь трансформатора  $T1$  и отградуирован в действующем значении вторичного напряжения. В момент электрического пробоя диэлектрика срабатывает максимальное реле  $KA$ , контактор  $KM$  размыкает электрическую цепь главного трансформатора, реле промежуточное  $KL2$  отключает электродвигатель, при этом стрелка измерительного прибора  $kV$  фиксируется.

Нажатием кнопки включения электродвигателя  $SD1$  (при разомкнутом тумблере  $S2$ ) осуществляется реверс электродвигателя. Стрелка прибора возвратится в нулевое положение.

При возвращении щетки вариатора в нулевое положение срабатывает блокировка вариатора  $SQ4$ , отключается электродвигатель  $M$ , загорается лампа  $HLY$  (желтая), которая укажет на готовность схемы аппарата к повторному включению высокого напряжения.

Если тумблер  $S2$  находится в замкнутом положении, то после пробоя диэлектрика возврат щетки вариатора и стрелки измерительного прибора в нулевое положение будет происходить автоматически.

Главный трансформатор  $T1$  отключается при подъеме на нем напряжения выше номинального значения с учетом минус 15% номинального значения сети, равного 220 В, так как срабатывает максимальное реле  $KA$  и контактор  $KM$  размыкает

электрическую цепь трансформатора.

Сигнальная лампа HLG (зеленая) указывает на включение сети, так как непосредственно включается во вторичную обмотку трансформатора T1; лампа HLR (красная) - на включение высокого напряжения, так как включается после срабатывания промежуточного реле KL2 одновременно с включением главного контактора KM.

Размыканием тумблера S1 в определенный момент можно прервать повышение напряжения и некоторое время держать испытуемый диэлектрик под неизменным высоким напряжением.

Испытание производят в специальном фарфоровом сосуде, заполняемом испытываемым диэлектриком и содержащим два латунных электрода. Электроды для испытания жидких диэлектриков имеют диаметр полусферы 25 мм. Расстояние между электродами должно составлять 2,5 мм, что проверяют щупом для изменения зазора. Потемневшие при работе электроды перед испытаниями полируют замшей.

## 2.2. Порядок выполнения работы

Пред началом работы необходимо произвести следующие операции:

а) установить требуемое расстояние (2,5 мм) между электродами;

б) промыть фарфоровый сосуд с электродами сужим чистым маслом;

в) залить в промытый сосуд такое количество испытываемого масла (приблизительно 500 мл), чтобы электроды были покрыты слоем масла не менее чем на 15 мм;

г) выдержать залитое в сосуд масло в течение 10 мин для того, чтобы пузырьки воздуха всплыли на поверхность. Испытания аппаратом производить в такой последовательности:

а) заземлить аппарат прилагая к нему медным проводом сечением не менее 4 мм<sup>2</sup>;

б) подсоединить к сети 220В однофазного переменного тока гибкий кабель;

в) открыть верхнюю дверцу аппарата, установить сосуд для испытания (B3) с жидким диэлектриком, закрыть дверцу (закмываются дверные блок-контакты SQ1 и SQ2);

г) поставить тумблер-выключатель (S1) в замкнутое положение;

д) тумблер-выключатель (S2) по желанию оператора может

занимать любое из двух положений. Если S2 поставить в положение замкнутых его контактов, то после пробоя диэлектрика возврат щетки вариатора T2 и стрелки измерительного прибора в нулевое положение будет происходить автоматически;

е) специальным ключом включить выключатель сети (SF), при этом загорается зеленая лампа (HLG);

ж) после включения необходимо проследить, чтоб стрелка измерительного прибора стояла на нуле и горела желтая лампа HLY. При этом возможны следующие случаи: стрелка измерительного прибора не стоит на нуле (если тумблер-выключатель S2 поставлен в разомкнутое положение). В этом случае для возврата щетки вариатора в нулевое положение следует нажать кнопку (SD);

з) по истечении 10 мин после заполнения испытательного сосуда жидким диэлектриком нажать кнопку включения испытательного напряжения (SD2), при этом загорается красная лампа HLK и гаснет желтая HLY;

и) после пробоя дождаться возврата стрелки измерительного прибора на нуль (загорится желтая лампа), отключить сетевой выключатель, вынуть съемный ключ, открыть верхнюю дверцу (разомкнутся дверные блок-контакты SQ1 и SQ2);

к) перемешать масло чистой стеклянной палочкой или латунной пластинкой.

Испытания масла произвести 6 раз. На основании шести пробоев вычислить среднее значение пробивного напряжения, которое принимают за действительное значение. Интервал между пробоями (5-10 мин) контролируют по часам.

При испытании твердых диэлектриков образец помещают между электродами сосуда и проводят пробой аналогично испытаниям жидкого диэлектрика.

### 3. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ ПАРОВ ТРАНСФОРМАТОРНОГО МАСЛА

Цель работы: ознакомление с двумя стандартными лабораторными методами определения температуры вспышки паров трансформаторного масла

Температурой вспышки называется температура, при которой пары масла образуют с окружающим воздухом смесь,

вспыхивающую при поднесении к ней пламени. Этот показатель может являться одним из диагностических параметров работавшего масла, по которому можно сделать заключение о дальнейшей возможности его применения.

Температура вспышки ( $t_v$ ) характеризует испаряемость масла. Чем больше содержится в масле легких фракций, тем лучше его испаряемость и ниже температура вспышки, тем больше расход масла.

### 3.1. Приборы и оборудование

Для определения температуры вспышки используются стандартные лабораторные методы двух типов – с закрытым и открытым тиглем.

#### 3.1.1. Прибор для определения температуры вспышки в открытом тигле (рис.3.1)

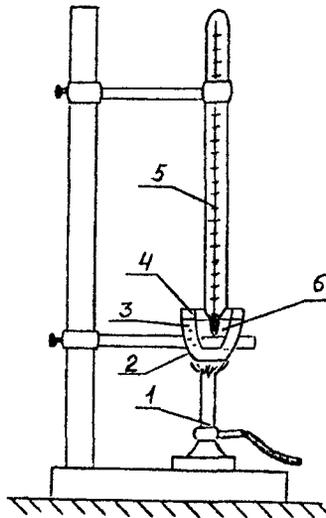


Рис.3.1. Прибор для определения температуры вспышки в открытом тигле:

- 1 – газовая горелка;
- 2 – наружный тигель;
- 3 – прокаленный песок;
- 4 – внутренний тигель;
- 5 – термометр;
- 6 – испытуемое масло

### 3.1.2. Проведение испытаний в открытом тигле

Тщательно промытый бензином, прогретый пламенем газовой горелки и охлажденный внутренний тигель прибора ставят в наружный тигель с прокаленным песком так, чтобы песок был на высоте около 12 мм от края внутреннего тигля, а между дном внутреннего тигля и дном наружного тигля был слой песка толщиной 5–8 мм (рис.3.1).

Испытуемое масло наливают во внутренний тигель так, чтобы его уровень отстоял от верхнего края тигля на 12 мм.

При налипании не допускается разбрызгивания масла и смачивания стенок внутреннего тигля выше допустимого уровня.

Тигель устанавливается в кольцо штатива, и во внутренний тигель помещается термометр, закрепленный в вертикальном положении так, чтобы его ртутный шарик находился в центре тигля, приблизительно на одинаковом расстоянии от дна тигля и уровня масла.

Наружный тигель после сборки прибора и заполнения используемым продуктом нагревают пламенем газовой горелки так, чтобы температура масла повышалась сначала на  $10^{\circ}\text{C}$  в мин, а за  $40^{\circ}\text{C}$  до ожидаемой температуры вспышки – на  $4^{\circ}\text{C}$  в мин.

За  $10^{\circ}\text{C}$  до ожидаемой температуры вспышки проводят медленно по краю тигля на расстоянии 10–14 мм от поверхности масла и параллельно этой поверхности пламенем зажигательного приспособления, длина пламени которого должна быть около 4 мм, а время продвижения пламени от одной стороны тигля до другой – 2–3 с.

Такие испытания повторяют через каждые  $2^{\circ}\text{C}$  подъема температуры до тех пор, пока над частью (или над всей) поверхности продукта не появится синее, сейчас же исчезающее пламя. Температуру, показываемую в этот момент термометром, фиксируют как температуру вспышки нефтепродукта.

#### Примечание

1. В случае появления "потрескивания" трансформаторного масла при его нагревании необходимо провести его обезвоживание свежeproкаленной поваренной солью или хлористым кальцием.

2. Истинную вспышку не следует смешивать с отблеском от пламени зажигательного приспособления.

3. В случае появления неясной вспышки она должна быть подтверждена последующей вспышкой через 2°С.

По окончании опыта горелка и зажигательное приспособление гасятся, а прибор после остывания разбирается и тщательно очищается.

### 3.2. Прибор для определения температуры вспышки в закрытом тигле (рис.3.2)

Температуру вспышки паров трансформаторного масла определяют по ГОСТ 12.1.044-89 в приборе закрытого типа ПВНЭ (рис.3.2).

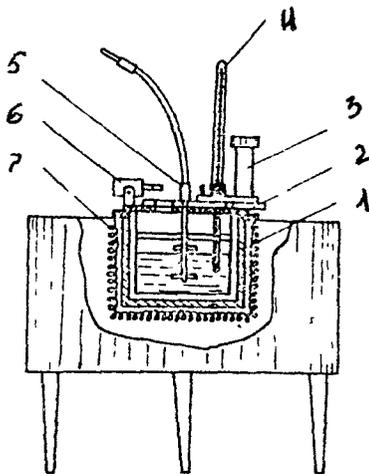


Рис.3.2. Прибор ПВНЭ - для определения температуры вспышки: 1 - латунный стакан; 2 - специальная крышка; 3 - рычажное приспособление; 4 - термометр; 5 - мешалка; 6 - лампочка; 7- нагреватель

Прибор ПВНЭ состоит из латунного стакана - 1; специальной крышки - 2, на которой размещены рычажное приспособление 3, термометр 4, мешалка 5, лампочка 6 и нагреватель 7.

### 3.2.1. Проведение испытаний в закрытом тигле

В чистый сухой стакан 1 налить до кольцевой риски исследуемое масло, закрыть его крышкой 2 и вставить в нагреватель 7. Термометр 4 вставить в крышку 2 так, чтобы он не задевал лопасти мешалки 5 при ее вращении.

Включить прибор в электрическую сеть через лабораторный трансформатор. Нагревание топлива вести со скоростью  $5...8^{\circ}\text{C}$  в мин регулированием напряжения и периодически перемешивать.

Когда топливо нагреется до температуры  $20^{\circ}\text{C}$  ниже предполагаемой температуры вспышки, нагревание вести так, чтобы температура повышалась со скоростью  $2^{\circ}\text{C}$  в мин.

Зажечь фильтр лампочки 6, заправленный предварительно легким маслом (швейным, индустриальным, трансформаторным), и так отрегулировать пламя, чтобы форма его была близкой к шару диаметром 3–4 мм.

При температуре топлива на  $10^{\circ}\text{C}$  ниже ожидаемой температуры вспышки следует начать проводить испытания на вспыхивание через каждые  $2^{\circ}\text{C}$ , для чего повернуть барабек рычажного приспособления 3, что приведет к открытию окна в крышке стакана и наклону в него зажигательной лампочки. Окно выдерживать открытым 1 с, в течение которой должно появиться синее пламя над поверхностью топлива.

После получения первой вспышки испытание продолжают, повторяя зажигание через каждые  $2^{\circ}\text{C}$ . Если при этом вспышка не произойдет, все испытания повторяют заново, заливая другое топливо. Если при новом определении температура вспышки, полученная в первый раз, повторится и не произойдет вспышки через  $2^{\circ}\text{C}$ , определение считается законченным.

За температуру вспышки принимают показания термометра в момент первого появления синего пламени над поверхностью топлива в тигле при двух параллельных определениях.

Расхождения между параллельными определениями температуры вспышки в закрытом тигле не должны превышать  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  от среднего арифметического значения сравниваемых результатов.

### 3.2.2. Результаты работы и выводы

Укажите, для каких марок масла температуры вспышки соответствуют требованиям стандарта.

## 4. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ФЕРРОМАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Цель работы: изучить методику определения основных характеристик магнитных материалов при перемагничивании в переменном магнитном поле.

### 4.1. Общие положения

Следует знать, что основная причина магнитных свойств вещества – внутренние скрытые формы движения электрических зарядов, представляющие собой элементарные круговые токи, обладающие магнитными моментами. Такими токами являются электронные спины и орбитальные вращения электронов в атомах.

Особые свойства ферромагнетиков обусловлены их доменным строением. Домены представляют собой макроскопические области, намагниченные практически до насыщения даже в отсутствие внешнего магнитного поля.

Основные характеристики, определяющие поведение ферромагнитных материалов в магнитном поле: основная кривая намагничивания, максимальное значение индукции  $B_m$ , остаточная индукция  $B_r$ , коэрцитивная сила  $H_c$ , удельные потери, магнитная проницаемость  $\mu_a$  и ее зависимость от напряженности магнитного поля и температуры.

Зависимость магнитной индукции предварительно размагниченного ферромагнетика от напряженности магнитного поля, полученную при монотонном увеличении напряженности, называют начальной кривой намагничивания.

При циклическом перемагничивании изменение состояния ферромагнетика характеризуется явлением гистерезиса, при котором наблюдается отставание индукции от напряженности поля. Изменяя амплитудное значение напряженности внешнего поля, можно получить семейство петель гистерезиса. Петлю гистерезиса, полученную при индукции насыщений, называют

пределной. При дальнейшем увеличении напряженности поля площадь гистерезисной петли остается неизменной. Совокупность вершин петель гистерезиса образует основную кривую намагничивания ферромагнетика.

Напряженность размагничивающего поля ( $-H_c$ ), при которой индукция в ферромагнетике, предварительно намагниченном до насыщения, обращается в нуль, называется коэрцитивной силой.

Значение индукции при напряженности внешнего магнитного поля, равной нулю, полученное в процессе размагничивания образца, намагниченного до насыщения, называется остаточной индукцией ( $B_r$ ).

По кривой намагничивания можно определить параметр, характеризующий поведение ферромагнетика во внешнем магнитном поле, — так называемую относительную магнитную проницаемость:

$$\mu_r = \frac{B}{\mu_0 H} \quad (4.1)$$

где  $\mu_0$  — магнитная постоянная,  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$  Гн/м.

Относительная магнитная проницаемость пропорциональна тангенсу угла наклона секущей, проведенной из начала координат через соответствующую точку на основной кривой намагничивания.

Пределное значение магнитной проницаемости  $\mu_n$  при напряженности магнитного поля, стремящейся к нулю, называется начальной магнитной проницаемостью.

Крутизну отдельных участков кривой намагничивания и ветвей петли гистерезиса характеризует дифференциальная магнитная проницаемость

$$\mu_{диф} = \frac{1}{\mu_0} \cdot \frac{dB}{dH} \quad (4.2)$$

Процесс перемагничивания ферромагнетиков в переменном магнитном поле сопровождается потерями энергии, которые вызывают нагрев диэлектрика. В общем случае потери на перемагничивание состоят из потерь на гистерезис и на вихревые токи.

#### 4.2. Приборы и оборудование

Для изучения основных характеристик ферромагнитных материалов в данной лабораторной работе используется установка, принципиальная схема которой приведена на рис.4.1. Исследуемые образцы кольцевой формы имеют первичную обмотку с числом витков  $W_1$  и вторичную обмотку с числом витков  $W_2$ .

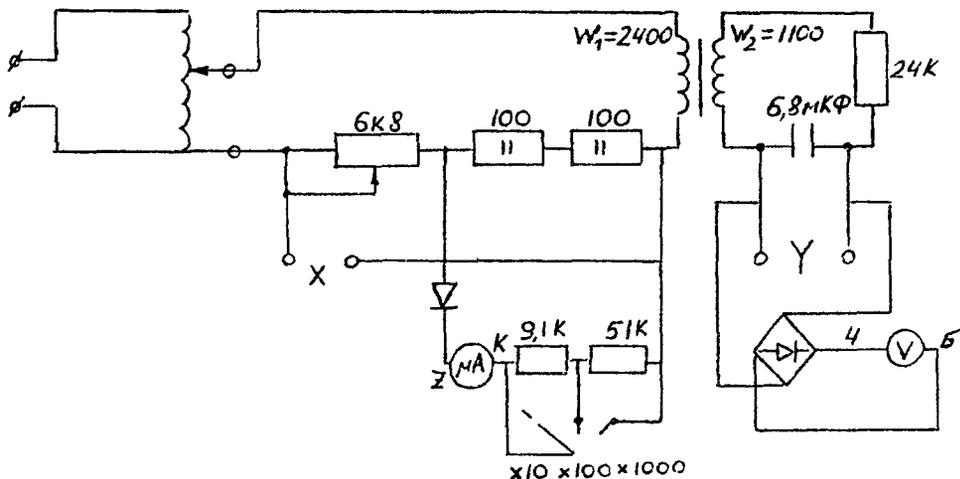


Рис.4.1. Электрическая схема испытательной установки

Первичные обмотки предназначены для создания магнитного поля, намагничивающего сердечник. Они подключаются к регулируемому источнику переменного напряжения заданной частоты.

Значения индукции вычисляют по формуле

$$B = \frac{\Pi \cdot E}{2 \cdot \omega \cdot n_2 \cdot S_c}, \quad (4.3)$$

где  $S_c$  – площадь поперечного сечения образца,  $m^2$ ;  
 $n_2$  – число витков измерительной обмотки;  
 $E$  – напряжение на измерительной обмотке, В;  
 $\omega$ ,  $\omega = 2\pi f$  – угловая частота,  $c^{-1}$ .

По величине  $B$ , определяемой из выражения (4.3), и напряженности поля

$$H = \frac{0.4 \pi n_1 i_{\text{эфф}} \sqrt{2}}{l_m}, \text{ А/м}, \quad (4.4)$$

где  $n_1$  - число витков намагничивающей обмотки;  
 $l_m$  - средняя линия магнитной силовой линии в образце, м;  
 $i_{\text{эфф}}$  - эффективное значение силы тока, А;  
 подчитывают магнитную проницаемость образца материала

$$\mu = \frac{B}{\mu_0 H}. \quad (4.5)$$

Подавая одновременно напряжение на пластины горизонтального и вертикального отклонения луча осциллографа, на экране получим в некотором масштабе петлю гистерезиса.

Масштаб петли гистерезиса определяется по крайним точкам изображения на экране осциллографа:

$$m_n = \frac{H}{I_n}, \quad (4.6)$$

$$m_b = \frac{B}{I_b},$$

где  $H$  - напряженность магнитного поля при данной величине тока в первичной обмотке, А/м;

$l_n$  - половина длины горизонтальной развертки, мм;

$B$  - индукция при данной величине намагничивающего поля, Тл;

$l_b$  - половина длины вертикальной развертки, мм.

По масштабу изображения площади петли гистерезиса определяются удельные потери в образце:

$$P_{\text{уд}} = \frac{S m_n m_b f 10^{-3}}{\gamma}, \quad (4.7)$$

где  $S$  - площадь петли гистерезиса,  $\text{мм}^2$ ;

$f$  - частота, Гц;

$\gamma$  - удельный вес материала,  $\text{г/см}^3$ ;

$m_H, m_B$  - масштабы  $H$  и  $B$  на экране осциллографа.

#### 4.3. Порядок проведения работы

1. Подключить клеммы Т на нагрузку блока питания.
2. Подключить 2 кабеля X к гнездам пластин "Гориз" на задней стенке осциллографа (перекрестно).
3. Подключить к гнездам кабель.
4. Клемму Y двумя кабелями подключить к гнездам (верхн.кабель) и вход  $Y_1$  (нижн.кабель).
5. Убедиться в правильности схемы подключения приборов.
6. В присутствии преподавателя включить питание испытательной установки и измерительных приборов. Регулятор должен быть на нуле.
7. С помощью потенциометра "||" установить начальную петлю гистерезиса (ПГ) на начало координат.
8. Регулятором ИАТРа повысить напряжение, при этом увеличивается и ПГ. Убедиться, что предельная ПГ уместается на экране осциллографа. При необходимости подобрать коэффициент усиления вертикальной оси с помощью переключателя "грубо" (черного цвета).
9. Перенести петлю гистерезиса с экрана осциллографа на миллиметровую бумагу и определить ее площадь. Получить семейство ПГ и по их вершинам построить кривую технического намагничивания.
10. Измерить величину силы тока (показания микроамперметра  $\times 10$  (или 100;1000) и напряжения на вторичной обмотке.
11. По соответствующим формулам определить величины напряженности магнитного поля  $H$ , значения индукции  $B$  и магнитной проницаемости  $\mu$ . Результаты расчетов занести в таблицу 4.1.
12. Определить величину удельных магнитных потерь, используя формулу (4.7).
13. Последовательно уменьшая амплитуду тока в намагничивающей цепи с помощью регулятора, повторить измерения по пп.9-12 минимум для трех значений тока.

14. По экспериментальным данным построить графики зависимости  $B=f(H)$ ;  $\mu=f(H)$ .

15. Отключить питание испытательной установки и в присутствии преподавателя заменить образец магнитного материала. Произвести измерение основных характеристик установленного образца в соответствии с методикой, изложенной в пп.7-12.

16. Полученные экспериментальные и расчетные значения основных параметров исследуемых образцов сравнить со справочными данными [9].

Таблица 4.1

Образец	Номер измерен	Экспериментальные и расчетные параметры							
		$f, \text{Гц}$	$I_{\text{эф}} \cdot A$	$E, \text{В}$	$H, \text{А/м}$	$B, \text{Тл}$	$\mu$	$R_{\text{уд}}$	Прим

#### 5. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5. ИЗМЕРЕНИЕ МАГНИТНОГО ПОТОКА В ПОСТОЯННОМ МАГНИТНОМ ПОЛЕ

В результате намагничивания ферромагнитного материала в нем возникает магнитный поток  $\Phi=B \cdot S$ , где  $S$  - площадь поперечного сечения образца материала,  $B$  - магнитная индукция, численно выраженная произведением величины напряженности магнитного поля  $H$  на величину абсолютной магнитной проницаемости  $\mu_a$   $B = \mu_a H$ , Тл. Величина  $\mu_a$  - это произведение  $\mu_a = \mu_0 \cdot \mu$  (Гн/м), где  $\mu$  - относительная магнитная проницаемость, безразмерная величина,  $\mu_0$  - магнитная постоянная  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ , (Гн/м).

Магнитный поток  $\Phi$  в системе СИ выражается в веберах (Вб), а в системе СГСМ - в максвеллах (Мкс), причем  $1\text{Вб} = 10^8 \text{Мкс}$ .

На практике для измерения малых постоянных магнитных потоков применяют веберметры различных типов. В данной работе используются микровеберметр Ф191.

## 5.1. Принцип действия прибора Ф191

Схема электрическая структурная микровекметра приведена на рис.5.1.

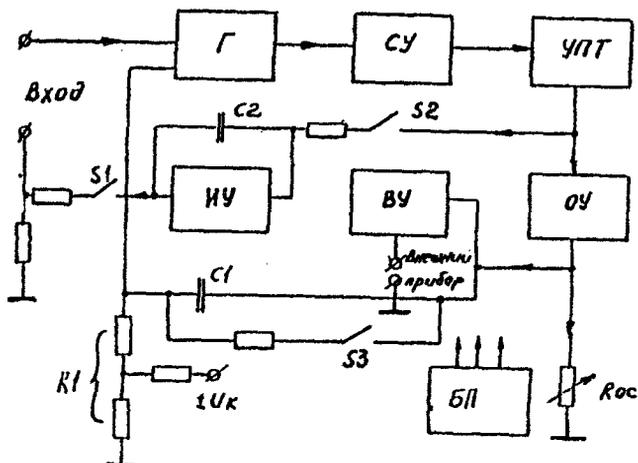


Рис. 5.1. Схема электрическая структурная микровекметра: Г - гальванометр; СУ - согласующий усилитель; УПТ - усилитель постоянного тока; ОУ - отсчетное устройство; ВУ - выходной усилитель; ИУ - интегрирующий усилитель; БП - блок питания

Микровекметр измеряет магнитный поток, интегрируя напряжение, возникающее в измерительной катушке, подключаемой к входным клеммам, при изменении этого потока.

Диапазоны измерений микровекметра, указанные в табл.5.1, соответствуют одному витку измерительной катушки. При увеличении числа витков диапазон измерений пропорционально уменьшается. Например, при 10 витках измерительной катушки максимальный измеряемый поток будет 20 мВб.

Таблица 5.1

Диапазон измерений, мВб	Предел допускаемой основной погрешности, %	Сопротивл. цепи измерений $\Omega$ , Ом, не более	Время сползания указателя на 1 деление S, с, не менее
20-2	$\pm 2.5$	100	10
5-0-5	$\pm 1.0$	100	15
10-0-10	$\pm 1.0$	150	15
20-0-20	$\pm 1.0$	150	20
50-0-50	$\pm 1.0$	300	60
100-0-100	$\pm 1.0$	300	60
200-0-200	$\pm 1.0$	500	60
500-0-500	$\pm 1.0$	500	80
1000-0-1000	$\pm 1.0$	1000	80
2000-0-2000	$\pm 1.0$	1000	80

Предел допускаемой дополнительной погрешности микроберметра, вызванной изменением положения блока управления от нормального положения на  $5^\circ$  в любую сторону, равен пределу допускаемой основной погрешности. При этом корректор блока обеспечивает возвращение указателя к нулевой отметке шкалы.

Предел допускаемой дополнительной погрешности микроберметра, вызванной отклонением температуры окружающего воздуха от  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$  до любой температуры в пределах, установленных рабочими условиями применения, равен пределу допускаемой основной погрешности на каждые  $10^\circ\text{C}$  изменения температуры.

По принципу действия микроберметр представляет собой усилитель постоянного тока, охваченный отрицательной обратной связью по производной, благодаря чему осуществляется интегрирование входного сигнала. Входной сигнал (см. рис. 5.1) поступает в цепь рамки гальванометра Г. Укрепленное на рамке легкое зеркальце, поворачиваясь, перераспределяет световой поток между двумя включенными дифференциально фотоэлементами.

С нагрузочных резисторов фотоэлементов сигнал через согласующий усилитель СУ, имеющий высокое входное

сопротивление, поступает на усилитель постоянного тока УПТ и далее на отсчетное устройство ОУ, представляющее собой микроамперметр магнитоэлектрической системы.

Цепь отрицательной обратной связи, дифференцирующая сигнал, состоит из элементов  $R1=100\Omega$  и  $C1=1\mu F$  с малыми отклонениями от номинальных значений, т.к. они определяют погрешность измерений.

Измерение диапазонов измерений производится резистором  $R_{ос}$ , также имеющим высокую точность и стабильность.

Микроверберметру, как интегрирующему усилителю постоянного тока, свойственно "сползание" указателя, вызванное интегрированием различных э.д.с. в его входной цепи, в частности термоэ.д.с. Поэтому перед каждым измерением производится их компенсация: ручная, при замкнутом ключе  $S_3$ , подачей регулируемого постоянного напряжения  $\pm U_k$  во входную цепь, или автоматическая, с использованием дополнительного интегрирующего усилителя ИУ, при замкнутых ключах  $S1, S2, S3$ .

Кроме того, в микроверберметре предусмотрен режим автоматической установки нуля (кнопка "Установка нуля-автомат").

## 5.2. Ход работы

Соедините кабелем блоки микроверберметра, заземлите корпус проводом сечением 1-2 мм, подсоедините входной шнур к блоку фотогальванометрического усилителя и сетевой к блоку управления.

Замкните медной перемычкой зажимы 1 и 2 входного шнура. Корректором, расположенным в нижней части отсчетного устройства, возможно тщательнее установите указатель на нулевую отметку.

Переключатель диапазонов измерения " $\mu V$ " установите на отметку "1000", ручки переменных резисторов ГРУБО, ТОЧНО поставьте примерно в среднее положение, не включая кнопку НУЛЬ, ИЗМЕРЕНИЕ, УСТАНОВКА НУЛЯ - РУЧНАЯ, АВТОМАТ, включите кнопку СЕТЬ (кнопка считается включенной, когда она меньше выступает из панели), при этом загорится лампочка-индикатор, расположенная над ней, а указатель отсчетного устройства, как правило, отклоняется до упора вправо или влево. Если указатель находится слева, измените полярность, нажав соответствующую кнопку (если ни одна из

кнопка ПОЛЯРНОСТЬ не нажата, полярность подключения отсчетного устройства соответствует обозначению "минус"). Через несколько секунд после включения указатель войдет в пределы шкалы и остановится. Корректором блока Ф191/Ф, последовательно переходя на чувствительные диапазоны измерений, установите указатель на нулевую отметку с погрешностью 1-2 деления на диапазоне 2мВ и верните переключатель к отметке того диапазона, на котором предстоит работать.

Выключите микроверметр, подсоедините измерительную катушку и вновь включите. Если измерительная катушка имеет большое сопротивление, указатель смещается с нулевой отметки; верните указатель к нулевой отметке корректором Ф191/Ф. При перерывах в работе и последующих включениях нет необходимости отсоединять и вновь подсоединять измерительную катушку. Это делается только для проверки работоспособности верметра.

Прогрейте микроверметр в течение 30мин. Кратковременно выключите его и убедитесь, что указатель отсчетного устройства находится точно на нулевой отметке. Вновь включите микроверметр.

Для проведения измерения:  
установите переключатель "мВ" на отметке нужного диапазона (на отметку "2000", если величина измеряемого потока неизвестна);

выберите режим, установите нуль;

Микроверметр находится в режиме установки нуля, если кнопка ИЗМЕРЕНИЕ выключена; кнопка НУЛЬ при этом может быть включена или не включена. В первом случае разрешающая способность установки нуля максимальна и почти не зависит от положения переключателя "мВ"; во втором случае она изменяется пропорционально положению этого переключателя.

В режиме АВТОМАТ указатель установится на нуль через 15с. После чего нажмите кнопку ИЗМЕРЕНИЕ, подайте входной сигнал так, чтобы магнитный поток проходил через петлю измерительной катушки, и произведите отсчет показаний;

верните кнопку ИЗМЕРЕНИЕ в исходное положение, нажав кнопку НУЛЬ. При этом, если включена кнопка АВТОМАТ, микроверметр, через 15с будет готов к следующему измерению.

Для отключения прибора:  
убедитесь, что кнопки НУЛЬ, ИЗМЕРЕНИЕ выключены;  
нажмите кнопку СЕТЬ, при этом гаснет лампочка-индикатор;  
отсоедините шнур питания от сети и от микровеберметра.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6. ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ГАЗОВ, РАСТВОРЕННЫХ В ТРАНСФОРМАТОРНОМ МАСЛЕ

### 6.1. Основы газожидкостной хроматографии

Хроматография является физическим методом разделения смеси веществ, осуществляемым путем распределения компонентов между неподвижной (стационарной) и подвижной фазами.

Неподвижная фаза может быть твердым веществом (адсорбентом) или жидкостью. Подвижная фаза может представлять собой жидкость - или газ. В зависимости от агрегатного состояния этих фаз возможны следующие варианты:

1. Неподвижная фаза - твердое вещество;

а) подвижная фаза - газ (газоадсорбционная хроматография);

б) подвижная фаза - жидкость (хроматография жидкостей на адсорбенте).

2. Неподвижная фаза - жидкость;

а) подвижная фаза - газ (газожидкостная хроматография);

б) подвижная фаза - жидкость (жидкостная распределительная хроматография).

В зависимости от практического осуществления различают следующие типы хроматографических методов:

проявительный;

фронтальный;

вытеснительный.

Наибольшее распространение получил метод проявительной хроматографии, основанный на различной сорбируемости компонентов анализируемой пробы.

Схема хроматографической аппаратуры показана на рис.6.1.

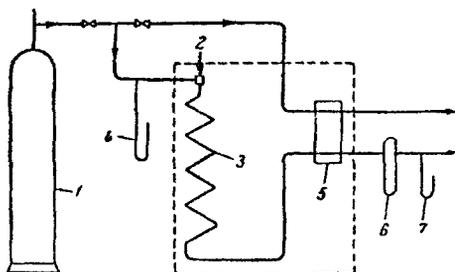


Рис.6.1. Схема хроматографа:

1 - баллон с газом-носителем; 2 - подача пробы; 3 - хроматографическая колонка; 4,7 - манометры; 5 - детектор; 6 - реометр

Главной составной частью схемы является хроматографическая колонка, представляющая собой металлическую или стеклянную трубку, заполненную адсорбентом (силикагель, активированный уголь) или пористым материалом (носителем), на поверхность которого нанесено соответствующее органическое вещество. Через колонку с постоянной скоростью протекает инертный газ (газ-носитель). Поток газа-носителя проба подается на колонку, температура которой подобрана таким образом, чтобы компоненты анализируемой смеси были в парообразном состоянии. При прохождении через колонку отдельные компоненты пробы улавливаются активным адсорбентом (адсорбируются) или растворяются в органическом веществе. Если компоненты смеси сорбируются неодинаково, то молекулы этих веществ продвигаются вдоль колонки с разными скоростями: молекулы, сорбирующиеся лучше, проходят через слой сорбента медленнее компонентов, сорбирующихся слабее. Неадсорбирующиеся или нерастворяющиеся компоненты выходят из колонки первыми. Наблюдение за выходом из колонки отдельных компонентов смеси осуществляется с помощью приборов, называемых детекторами, которые по изменению соответствующего свойства газа-носителя (например, теплопроводности) фиксируют присутствие того или иного

вещества. Показания детектора отмечают визуально или с помощью автоматического самописца в виде хроматографических кривых (хроматограмм).

На рис.6.2 показаны два типа хроматограмм, записанных с помощью дифференциального и интегрального детекторов. Каждый пик соответствует одному веществу (компоненту)

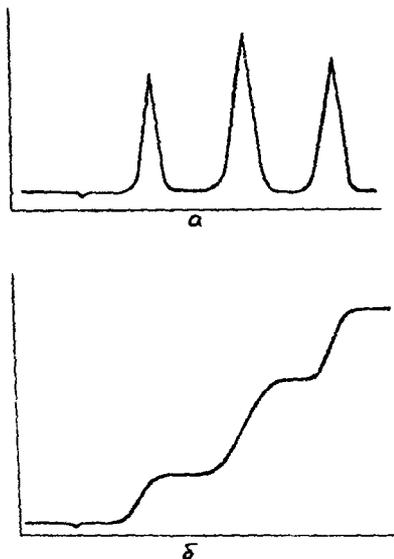


Рис.6.2. Хроматограммы проявления:  
а - кривая, записанная дифференциальным детектором;  
б - кривая, записанная интегральным детектором.

Вещества при прохождении через колонку многократно адсорбируются на адсорбенте или растворяются в органической жидкости. Чем больше число актов адсорбции или растворения, тем больше сказывается разница в энергии адсорбции или растворимости отдельных компонентов и тем лучше достигается разделение. Таким образом, на достаточно длинной колонке можно разделить даже очень разные по свойствам вещества.

Если подвижная фаза и разделяемая смесь - газы, то улавливание молекул сорбентом и обратный процесс протекает относительно быстрее, чем при хроматографии жидкостей, т.к. молекулы газов намного подвижнее молекул жидкостей. Поэтому на разделение веществ методом газовой хроматографии затрачивается значительно меньше времени, чем при

использовании других методов. В этом и заключается два главных преимущества газовой хроматографии: высокая эффективность и быстрота разделения.

## 6.2. Приборы и сорбенты для хроматографического анализа газов, растворенных в масле

По составу растворенных в масле газов возможно определение следующих дефектов в силовых трансформаторах (реакторах):

перегрев токоведущих соединений элементов конструкции остова;

частичные разряды в масле;

перегрев и ускоренное старение твердой изоляции.

Наличие дефектов в силовых трансформаторах определяется по содержанию в пробе масла следующих газов:  $\text{CH}_4$  (метана),  $\text{CO}_2$  (двуокиси углерода),  $\text{C}_2\text{H}_4$  (этилена),  $\text{C}_2\text{H}_6$  (этана),  $\text{C}_2\text{H}_2$  (ацетилена),  $\text{H}_2$  (водорода).

Для анализа газов могут быть использованы любые газовые хроматографы, имеющие в своем составе детектор по теплопроводности (ДТП) и пламенно-ионизационный детектор (ДИП) с петлевыми дозаторами.

Порог чувствительности определяемых в масле газов должен быть не ниже:

для  $\text{H}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{C}_2\text{H}_6$ ,  $\text{C}_2\text{H}_4$  -  $5 \cdot 10^{-4}$  об.%;

для  $\text{C}_2\text{H}_2$  -  $5 \cdot 10^{-5}$  об.%;

для  $\text{CO}$  и  $\text{CO}_2$  -  $5 \cdot 10^{-3}$  об.%. .

При применении для анализа только ДТП порог чувствительности должен составлять:

для  $\text{H}_2$  -  $5 \cdot 10^{-4}$  об.%;

для  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{C}_2\text{H}_6$  и  $\text{C}_2\text{H}_4$  -  $5 \cdot 10^{-3}$  об.%;

для  $\text{C}_2\text{H}_2$  -  $2 \cdot 10^{-3}$  об.%. .

В качестве приборов могут быть использованы газовые хроматографы серий ЛХМ-8МД, ЛХМ-80, Биохром, модель 3700, Агат, Цвет-100, Цвет-200, Цвет-500, Цвет-2000 и другие.

Для разделения газовых смесей применяются колонки из нержавеющей стали с внутренним диаметром 2-3 мм различной длины, заполненные сорбентом. В качестве сорбентов можно применять полисорб, поропакс Q, M, активированные угли СКТ, АГ-3, силикагель КСК-2.5 и др. Эти сорбенты применяются для разделения газов:  $\text{CH}_4$ ,  $\text{C}_2\text{H}_6$ ,  $\text{C}_2\text{H}_4$ ,  $\text{CO}_2$  и воздуха при

комнатной или повышенной (50–150°С) температуре.

Порядок выхода компонентов газовой смеси следующий: воздух,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{C}_2\text{H}_4$ ,  $\text{C}_2\text{H}_2$ ,  $\text{C}_2\text{H}_6$ .

Для разделения  $\text{H}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{CH}_4$  и  $\text{CO}$  применяются молекулярные сита  $\text{NaX}$ ,  $\text{CaX}$  или  $\text{CaA}$ . Порядок выхода компонентов из колонки:  $\text{H}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{CO}$ .

Подготовка колонок к работе, а также калибровка хроматографической установки проводится квалифицированным специалистом, приводится подробно в [6] и в данной работе не рассматривается.

### 6.3. Количественная обработка хроматограмм

Высота и площадь пика на хроматограмме пропорциональны количеству анализируемого вещества.

Хроматограмма представляет собой, как правило, набор пиков, по форме близких к треугольнику. В связи с этим одним из способов обработки хроматограмм вручную является расчет площадей пиков по методу треугольника (рис. 6.3, пик 1).

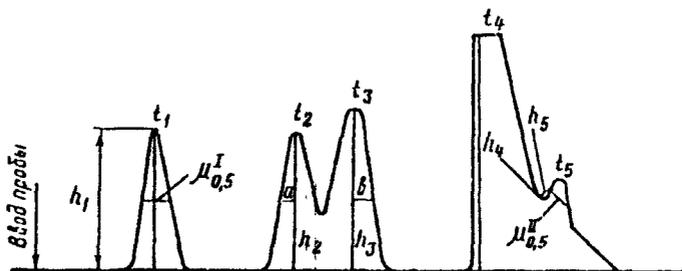


Рис. 6.3. Хроматограмма газовой смеси

$$S_1 = h_1 \mu_{0.5}^1 \quad (6.1)$$

где  $S$  - площадь пика на хроматограмме, мм<sup>2</sup>;

$h$  - высота пика, мм;

$a$  и  $b$  - ширина не полностью разделенных пиков, измеренная на половине высоты каждого пика, соответственно с внешней стороны к области перекрывания, мм;

$\mu_{0.5}$  - ширина пика на половине высоты.

Если наблюдается выход пика на дрейфе нулевой линии либо на "хвосте" большого пика (рис.6.3, пик 5), то для расчета его площади следует использовать формулу:

$$S_s = h_s \mu_{0.5}^{11} \quad (6.2)$$

Если наблюдается неполное деление двух близких по величине достаточно симметричных пиков (рис.6.3, пик 2 и 3), то расчет их площадей производится по формулам:

$$S_2 = 2 h_2 a \quad (6.3)$$

$$S_3 = 2 h_3 b$$

При проведении анализа на стандартных хроматографах при температурах колонок выше 50°С (порапак М, активированный уголь, силикагель) возможна обработка хроматограмм по высотам пиков. При проведении анализа, при комнатной температуре (полисорб - 1, порапак Q), обработка хроматограмм должна проводиться только по площадям пиков.

При обработке хроматограмм следует пользоваться следующими измерительными инструментами:

металлической измерительной линейкой при измерении расстояний более 1 см. Измерение необходимо вести с точностью до 0,5 мм;

специальной лупой с делениями при измерении расстояний менее 1 см. Измерение необходимо вести с точностью до 0,05 мм.

Для автоматической обработки хроматограмм используются интеграторы электромеханического или электронного типа, с помощью которых площади пиков измеряют непосредственно во время записи хроматограмм.

Наибольшая точность достигается при использовании электронного интегратора.

#### 6.4. Отбор, хранение и транспортировка проб масла

Для проведения хроматографического анализа газов, растворенных в масле трансформаторов, необходимо правильно отобрать пробу масла из трансформатора.

Отбор проб масла из трансформаторов осуществляется в пробоотборники шприцевого типа. Такими пробоотборными устройствами могут быть либо стеклянные медицинские шприцы емкостью 10–100 мл, либо металлические пробоотборники шприцевого типа.

Шприц должен быть проверен на герметичность. Предварительная проверка шприца на герметичность производится следующим образом: поршень шприца оттягивают до предела, иглу шприца вводят в резиновую пробку, надавливают на поршень с таким усилием, чтобы поршень сместился не менее чем на половину объема; затем опускают весь шприц в сосуд с водой и выдерживают под водой в сжатом состоянии в течение 2–3 мин. В случае герметичности шприца не должно наблюдаться выделение пузырьков газа.

При отборе проб масла из трансформатора (рис.6.4) маслоотборный штуцер должен быть очищен от загрязнений, шланг 3 должен быть изготовлен из маслостойкой резины. При отборе необходимо следить за тем, чтобы в шприц с маслом не попадали пузырьки воздуха.

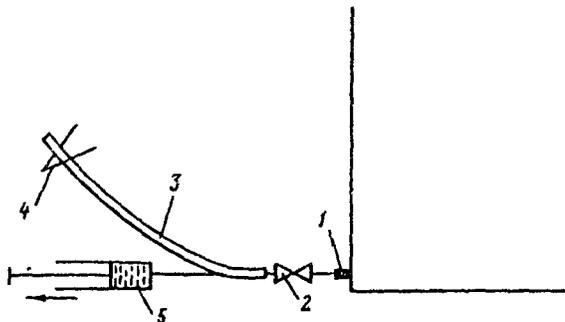


Рис.6.4. Схема отбора пробы масла из трансформатора:  
1 - штуцер; 2 - вентиль; 3 - шланг; 4 - зажим; 5 - шприц

Из каждого трансформатора следует отбирать не менее двух шприцев масла.

Для отбора проб масла к маслоотборному штуцеру 1 подсоединить шланг 3. Осторожно открыть вентиль 2 на трансформаторе и слить 1-2 л масла (для промывки отверстия штуцера и шланга), причем перед окончанием слива свободный конец шланга приподнять вверх для удаления пузырьков воздуха. Для прекращения слива масла перекрыть конец шланга 3 зажимом 4. Ввести иглу в шланг и заполнить шприц 5 маслом под давлением. Для отбора использовать иглу с большим внутренним диаметром. После заполнения шприца маслом снять зажим 4 и масло из шприца 5 выдавить в шланг 3. Перекрыть шланг 3 зажимом и снова заполнить шприц маслом. Процедуру промывки шприца повторять 3-4 раза.

Окончательно отобрать в зависимости от вместимости шприца 10-100 мл масла под давлением. Сменить иглу с большим внутренним диаметром на иглу с меньшим внутренним диаметром и, держа шприц иглой вверх, выдавить 1-2 мл масла из шприца. Ввести иглу в резиновую пробку и закрыть вентиль 2. Обтереть шприц сухой салфеткой. Прикрепить к нему сопроводительную этикетку, на которой должны быть указаны следующие сведения: место установки трансформатора, его тип, мощность, класс напряжения, заводской и подстанционный номера, дата ввода в эксплуатацию, нагрузка во время взятия пробы, температура масла, вид защиты масла, причина отбора, дата отбора, фамилия лица, отобравшего пробу.

Пробы масла хранятся с момента отбора до анализа не более 5 дней в герметично закрытых резиновыми пробками шприцах при комнатной температуре в защищенном от света месте.

В случае, если проведение анализа задерживается на срок не более двух недель, целесообразно шприцы с маслом погрузить полностью в любое трансформаторное масло и хранить в таком состоянии до проведения анализа. Пробы масла транспортируются в герметично закрытых резиновыми пробками шприцах - пробоотборниках, помещенных иглами вертикально вниз в специальных закрытых контейнерах [6]. При транспортировке необходимо избегать вибрации, сильной тряски, резких перепадов температур, попадания света на пробы масла. Чтобы гарантировать неизменность содержания газов в пробах масла при транспортировке, рекомендуется

шприцы, укрепленные в ящике, залить полностью любым трансформаторным маслом. В таком состоянии следует содержать шприцы в течение всего срока транспортировки и хранения до проведения анализа.

#### 6.5. Выделение газов из проб масла с помощью метода АРП

Метод заключается в извлечении газов, растворенных в пробе масла, до равновесного распределения газовых компонентов между жидкой и газовой фазами герметичного сосуда.

Исходная концентрация газа в масле определяется по формуле

$$A^*_m = A_r \left( B + \frac{V_r}{V_m} \right), \quad (6.4)$$

где  $A^*_m$  - исходная концентрация газа, растворенного в пробе масла, об.%;

$A_r$  - равновесная концентрация газа, извлеченного из масла в объем надмасленного пространства, об.%;

$B$  - коэффициент растворимости газа в масле;

$V_r$  - объем надмасленного пространства герметичного сосуда, мл;

$V_m$  - объем пробы масла, мл.

Выделение газов из масла может проводиться как в шприцах-пробоотборниках, так и специально градуированных шприцах.

Из герметично закрытого шприца-пробоотборника вместимостью 10-100 мл, заполненного пробой масла, часть масла вытесняется поршнем. Затем шприц через иглу заполняется инертным газом для создания газового пространства, в котором будет устанавливаться равновесие между газовой и жидкой фазами.

Для заполнения шприца инертным газом можно применять устройство, приведенное на рис.6.5.

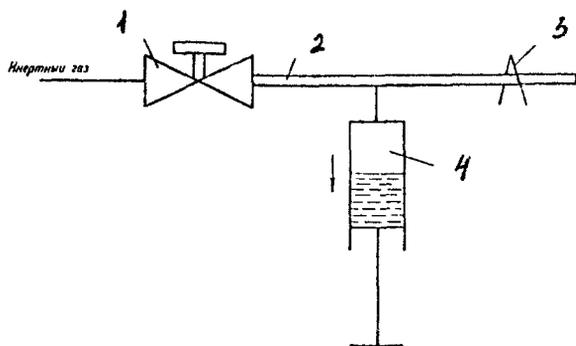


Рис.6.5. Устройство для заполнения шприца инертным газом:  
 1 - вентиль тонкой регулировки; 2 - вакуумный шланг; 3 - зажим; 4 - шприц

В этом случае инертный газ давлением не более 0.05 МПа ( $0.5 \text{ кг/см}^2$ ) с помощью вентиля тонкой регулировки 1 подается с небольшим расходом (20-30 мл/мин), установленным по пенному расходомеру, в резиновый вакуумный шланг 2, который после продувки инертным газом (около 1 мин) перекрывается зажимом 3. При анализе на  $\text{H}_2$  в качестве инертного газа необходимо применять аргон.

Из шланга через иглу инертный газ заполняет шприц 4 до нужного соотношения  $V_r/V_m$ . При заполнении инертным газом шприц следует располагать иглой вертикально вверх, а шток поршня перед прокалыванием шланга придерживать рукой для исключения его самопроизвольного опускания и попадания атмосферного воздуха в шприц. После заполнения газом шприц герметизируется. Таким образом, получается замкнутый объем, частично заполненный пробой масла с выбранным значением  $V_r/V_m$ . Отношение  $V_r/V_m$  выбирается исходя из того, что объем

исследуемой газовой фазы для достижения максимальной чувствительности анализа должен быть минимальным, но обеспечивающим проведение двух параллельных анализов и продувки петли дозатора и линии, соединяющей шприц с дозатором, но менее чем тремя объемами газовой фазы. Как правило, отношение  $V_r/V_m$  находится в пределах 0.8–3.0.

При выделении газов из масла в специальных градуированных шприцах проба масла определенного объема  $V_m$  из шприца-пробоотборника переводится в специальный градуированный шприц, затем туда подается инертный газ до определенного объема  $V_r$ , чтобы создать необходимое значение  $V_r/V_m$ . Для этих целей может быть использовано, например, устройство для приготовления растворов газов [6].

Процесс достижения равновесия можно ускорить, например, с помощью специального устройства, в барабане которого горизонтально расположенные шприцы вращаются в вертикальной плоскости [6].

После достижения равновесного состояния шприц подсоединяется к петлевому дозатору с помощью переходника и равновесная газовая фаза подается в хроматограф. При выделении газов в специальных градуированных шприцах в качестве переходника можно использовать стальной капилляр, соединенный с краном-дозатором.

Возможные схемы проведения анализов с использованием одновременно двух детекторов (ДИП и ДТП) подробно приводятся в [6] и здесь не рассматриваются.

## Литература

1. Шинглер М. Газовая хроматография в практике. -М.:Химия, 1964. 195с.
2. Исакова Н.А., Белова Г.А., Фихтенгольд В.С. Контроль производства синтетических каучуков. -Л.:Химия, 1980.-240с.
3. Методические указания по обнаружению повреждений в силовых трансформаторах с помощью анализа растворенных в масле газов. -М.:СПО Совзтехэнерго, 1979, 27с.
4. Инструкция по калибровке хроматографического комплекса, предназначенного для измерения растворенных в изоляционных маслах газов, с использованием относительных коэффициентов чувствительности. И34-70-008-84. М.: Совзтехэнерго, 1985, 11с.

5. Методические указания по диагностике развивающихся дефектов по результатам хроматографического анализа газов, растворенных в масле силовых трансформаторов (временные). РД34.46.302-89. М.: Союзтехэнерго, 1989, 28с.
6. Методические указания по подготовке и проведению хроматографического анализа газов, растворенных в масле силовых трансформаторов. РД34.46.303-89. М.: Союзтехэнерго, 1990, 58с.
7. Смоленская Н.Ю., Сапожников Ю.М. Регенерация хроматографических колонок и предколонок при анализе трансформаторного масла.- Электрические станции, 1995, №2, с.48-48.
8. Ванин Б.В., Львов Ю.Н., Писарева Н.А., Львов М.Ю., Топорков Д.А. Изменение свойств трансформаторного масла Т-750 в высоковольтных герметичных вводах в процессе эксплуатации.- Электрические станции, 1995, №3, с.28-34.
9. Справочник по электротехническим материалам: в 3 т./ Под редакцией Ю.В.Керицкого и др.-М.: Энергоатомиздат, 1987.
10. Бородулин В.Н., Воробьев А.С., Попов С.Я. и др. Конструкционные и электротехнические материалы.-М.: Высшая школа, 1990, 296с.
11. Дроздов Н.Г., Никулин Н.В.- Электроматериаловедение.- М.: Высшая школа, 1973, 285с.
12. Малиновский В.Н., Демидова-Панферова Р.М., Евланов Ю.Н. и др.- Электрические измерения.-М.: Энергоатомиздат, 1985, 115с.
13. Лахтин Ю.М., Леонтьева В.П. Материаловедение: -М., "Машиностроение, 1972, 510 с.
14. Анвельт М.Ю., Герасимов В.Г., Данильченко В.П. и др. Электротехника: -М., Высшая школа, 1976, 559 с.
15. Бажанов С.А., Вахтон И.С., Баумштейн И.А. и др., Справочник по электрическим установкам высокого напряжения: -М., Энергоиздат, 1981, 656 с.
16. Электротехнический справочник в 3 т. Т.1. Общие вопросы. Электротехнические материалы. /Под общ. ред. профессоров МЭИ В.Г. Герасимова и др./-М., Энергоатомиздат, 1985, 488 с.
17. Боярченков М.А., Черкашина А.Г. Магнитные элементы автоматики и вычислительной техники: -М., Высшая школа, 1976, 383 с.

18. Львов Ю.М. Писарева Н.А. и др. Применение фотометрического и хроматографических методов обнаружения утечек масла из маслоохладителей в охлаждающую воду. - Электрические станции, 1994, №4, с.20.

19. Алексеев В.Г., Незбижский Е.Н. Выбор оптимальных значений критериев по диагностике состояния силовых трансформаторов по результатам анализа растворенных в масле газов. - Электрические станции, 1991, №1, с.64.

20. Смоленская Н.Ю., Сапожников Ю.М. Газохроматографический анализ трансформаторного масла на содержание в нем воздуха, воды, кислорода и азота. - Электрические станции, 1994, №8, с.34.

21. Колобаев Г.К. Смоленская Н.Ю., Сапожников Ю.М. Применение сорбента ПАУ-1 при анализе трансформаторного масла на содержание в нем газов. - Электрические станции, 1994, №11, с.49.

22. Ванин Б.В. Львов Ю.Н., Сапожников Ю.М. К вопросу о нормировании содержания воздуха в масле трансформаторов. - Электрические станции, 1994, №6, с.55.

23. Зусак М.Т., Шинкаренко Г.В. Определение газосодержания изоляционных масел трансформаторов с пленочной защитой на хроматографах. - Электрические станции, 1989, №2, с.87.

24. Петриченко А.Д., Проблемы эксплуатации энергетических масел и методы их решения. - Электрические станции, 1994, №3, с.34.

25. Смоленская Н.Ю., Сапожников Ю.М. Регенерация хроматографических колонок и предколонок при анализе трансформаторного масла. - Электрические станции, 1995, №2, с.47.

26. Хренников А.Ю., Шлегель О.А., Запорожец М.И. Диагностика повреждений силовых трансформаторов, находящихся в эксплуатации на ТЭЦ Волжского автозавода. - Электрические станции, 1994, №2, с.43.

## СОДЕРЖАНИЕ

Инструкция по технике безопасности для студентов при выполнении лабораторных работ .....	3
1. Лабораторная работа №1. Исследование удельного объемного ( $\rho_v$ ) и удельного поверхностного ( $\rho_s$ ) электрических сопротивлений диэлектриков.....	4
2. Лабораторная работа №2. Определение электрической прочности ( $E_{пр}$ ) жидких и твердых диэлектриков .....	11
3. Лабораторная работа №3. Определение температур вспышки паров трансформаторного масла .....	19
4. Лабораторная работа №4. Определение основных характеристик ферромагнитных материалов .....	24
5. Лабораторная работа №5. Измерение магнитного потока в постоянном магнитном поле .....	29
6. Лабораторная работа №6. Хроматографический анализ газов, растворенных в трансформаторном масле .....	34
Литература .....	44