



中华人民共和国国家标准

GB/T 7602.3—2008

变压器油、汽轮机油中 T501 抗氧化剂含量测定法 第 3 部分：红外光谱法

Determination of T501 oxidation inhibitor content
in transformer oil or turbine oil—
Part 3: Infrared spectroscopy method

2008-12-30 发布

2009-10-01 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

GB/T 7602《变压器油、汽轮机油中 T501 抗氧化剂含量测定法》分为 3 部分：

第 1 部分：分光光度法；

第 2 部分：液相色谱法；

第 3 部分：红外光谱法。

本部分为 GB/T 7602 的第 3 部分。

本部分制定时参照了 ASTM D2668 的内容。

本部分由中国电力企业联合会提出并归口。

本部分起草单位：西安热工研究院有限公司、南方电网广州供电局。

本部分主要起草人：孟玉婵、杨红燕、陈智湘、刘志一、黄晓辉。

变压器油、汽轮机油中 T501 抗氧化剂含量测定法 第 3 部分：红外光谱法

1 范围

本部分规定了测定变压器油和汽轮机油中 T501(2,6-二叔丁基对甲酚)抗氧化剂含量的红外光谱方法。

本部分适用于未使用或已用过的变压器油和汽轮机油中 T501 抗氧化剂含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。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 7597 电力用油(变压器油、汽轮机油)取样方法

3 方法概要

本部分是利用变压器油和汽轮机油中由于添加了 T501 抗氧化剂后在 $3\ 650\ \text{cm}^{-1}$ ($2.74\ \mu\text{m}$) 波数处出现酚羟基伸缩振动吸收峰,该吸收峰的吸光度与 T501 浓度成正比关系,通过绘制标准曲线,从而求出其在油样中的质量百分含量。

最小检测限:0.005%。

4 仪器设备

4.1 红外分光光度计。

4.2 分析天平:精度 0.000 1 g。

4.3 液体吸收池:在 $3\ 800\ \text{cm}^{-1}$ ~ $3\ 500\ \text{cm}^{-1}$ 范围内透明、具有无选择性吸收的任何材料的池窗(常用池窗有 KBr, NaCl)、光程长 0.3 mm~1.0 mm(也可根据不同的仪器状况,选择合适程长)的吸收池。

4.4 吸耳球。

4.5 玻璃注射器:1 mL~2 mL。

4.6 搅拌器。

5 试剂、材料

5.1 四氯化碳:化学纯。

5.2 2,6-二叔丁基对甲酚:化学纯。

5.3 浓硫酸:密度 $1.84\ \text{g}/\text{cm}^3$, 98%,分析纯。

5.4 干燥白土:粒度小于 200 目的白土约 500 g,在 $120\ ^\circ\text{C}$ 下烘干 1 h,保存于干燥器内。

6 准备工作

6.1 油样的采集

油样采集按照 GB/T 7597 进行。

GB/T 7602.3—2008

6.2 基础油的制备

取变压器油或汽轮机油 1 kg,加 100 g 浓硫酸,边加边搅拌 20 min,然后加入 10 g~20 g 干燥白土,继续搅拌 10 min,沉淀后倾出澄清油。酸、白土处理应进行两次。将第二次处理后的澄清油加热至 70 °C~80 °C,再加入 100 g~150 g 的干燥白土,搅拌 20 min,沉淀后倾出澄清油。如此再重复处理一次,沉淀后过滤,待用。

6.3 检查基础油中是否含 T501 抗氧化剂

将两次加热加白土处理所得澄清油缓慢注满液体吸收池,按 7.1.2 进行测试,若在 3 650 cm^{-1} 处没有吸收峰,则认为 T501 已脱干净,所得油为基础油。否则,再进行酸、白土处理,直至将 T501 脱干净为止。

6.4 标准油的配制

称取 T501 抗氧化剂 1.0 g(称准至 0.000 1 g),加热至不高于 70 °C 条件下,溶于 199.0 g 基础油中,制成含 0.50% T501 的标准油。此油避光保存于棕色瓶中,可以使用三个月。再称取此油 4.0 g、8.0 g、12.0 g、16.0 g,分别溶于 16.0 g、12.0 g、8.0 g、4.0 g 基础油中,得到 T501 含量分别为 0.1%、0.2%、0.3%、0.4% 的标准油。

7 试验步骤

7.1 标准曲线的绘制

7.1.1 用 1 mL~2 mL 的玻璃注射器,抽取标准油样,缓慢地注满液体吸收池。

7.1.2 将注满标准油的液体吸收池放在红外分光光度计的吸收池架上,记录 3 800 cm^{-1} ~3 500 cm^{-1} 段的红外光谱图(见图 1),重复扫描三次。若三次扫描示值计算得到的吸光度 A 的最高值和最低值之差大于 0.010 时,则需重新测定,否则取三次测定结果的算术平均值作为测定结果。

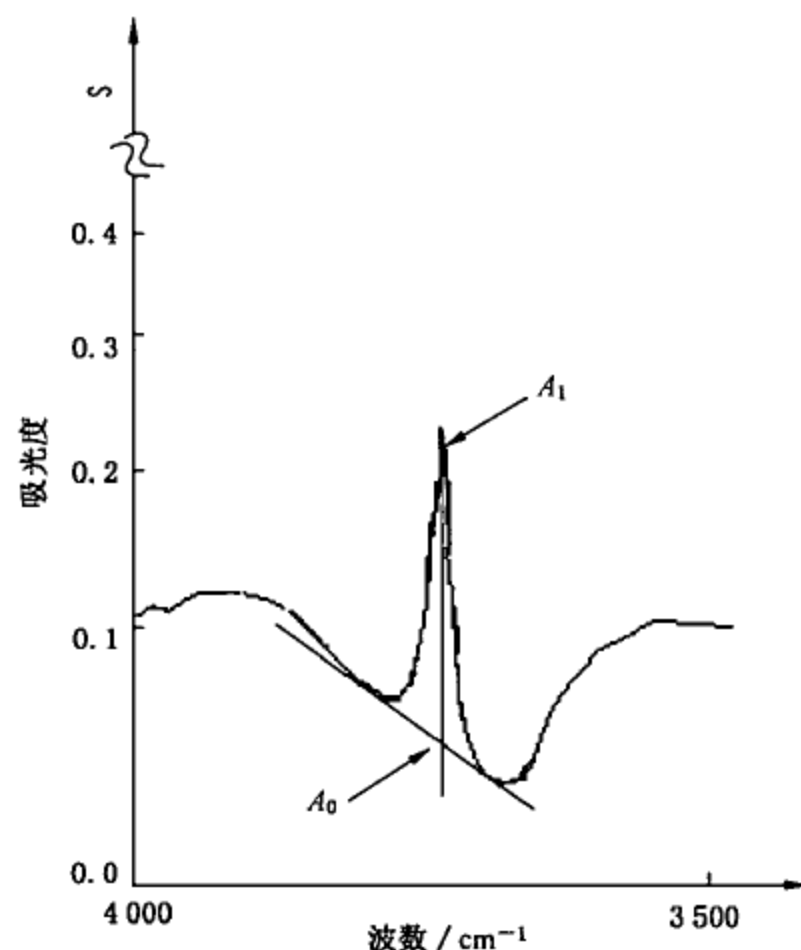


图 1 测定变压器油、汽轮机油中 T501 抗氧化剂含量的红外光谱图例

7.1.3 记录完谱图后,将液体吸收池从吸收池架上取下,用吸耳球将吸收池中的油样吹出,并用四氯化碳溶剂将吸收池清洗干净。

7.1.4 按 7.1.2 的操作步骤分别测定含有 0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、0.5% T501 的标准油的红外光谱谱图。

7.1.5 吸光度谱图:读取在 3 650 cm^{-1} 处吸收峰的最大吸光度值 A_1 (精确到 0.001),并以该谱图上相

邻两峰谷的公切线作为该吸收峰的基线,过 A_1 点且垂直于吸收线作一直线,与基线相交的点即为 A_0 。

$$A = A_1 - A_0$$

式中:

A ——含有 T501 的油样的吸光度;

A_1 ——含有 T501 的油样的吸光度示值;

A_0 ——含有 T501 的油样基线的吸光度示值。

7.1.6 取两次平行试验结果的吸光度的算术平均值作为标准油样的 A 值。

7.1.7 用 A 值对 T501 重量百分含量绘制标准曲线,见图 2。

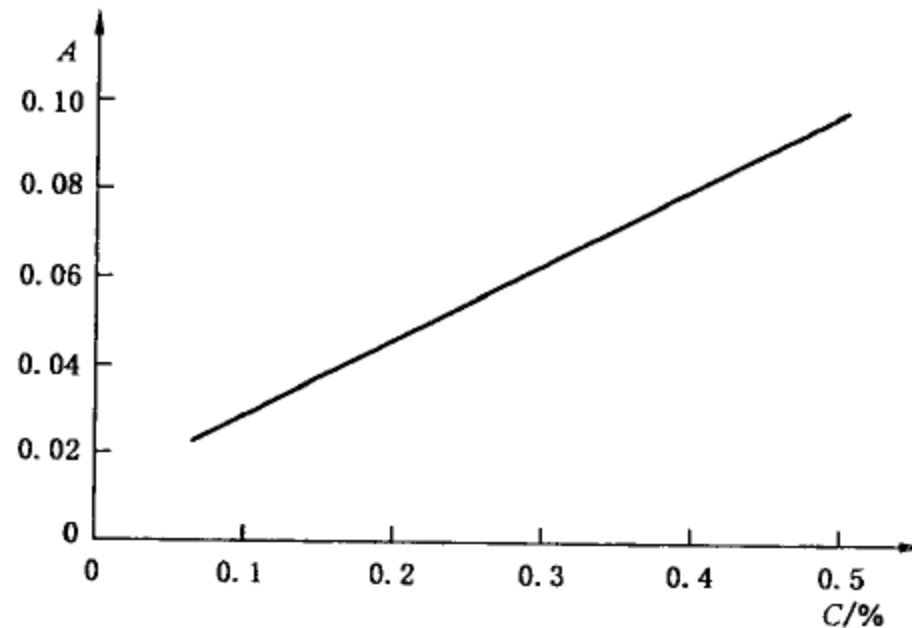


图 2 测定变压器油、汽轮机油中 T501 含量的标准曲线示例

7.2 油样的测定

7.2.1 用 1 mL~2 mL 玻璃注射器抽取油样,缓慢地注入与绘制标准曲线所用的同一个液体吸收池中。

7.2.2 在与绘制标准曲线完全相同的仪器条件下,按 7.1.2 测定油样的吸光度,并按 7.1.6 计算出油样的吸光度值。重复两次。

7.2.3 用求出的 A 值在标准曲线上查得 T501 的重量百分含量。

8 精密度

8.1 重复性:同一试验室,两次平行试验结果的差值不应大于 0.03%。

再现性:不同试验室,两次平行试验结果的差值不应大于 0.04%。

8.2 取两次平行试验结果的算术平均值为测定值。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
变 压 器 油 、 汽 轮 机 油 中
T501 抗 氧 化 剂 含 量 测 定 法
第 3 部 分 : 红 外 光 谱 法
GB/T 7602.3—2008

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话 : 68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷

各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.5 字 数 7 千 字

2009 年 4 月 第 一 版 2009 年 4 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 1-36365 定 价 10.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换

版 权 专 有 侵 权 必 究

举 报 电 话 : (010)68533533



GB/T 7602.3-2008