

ICS 27.100

F 24

备案号: 15327-2005

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 929 — 2005

矿物绝缘油、润滑油结构族组成的

红外光谱测定法



标准分享网 - 免费标准下载站

www.bzfxw.com

Determination of the content in insulating oil and lubricating
oil by infrared spectrum method

2005-02-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 仪器设备.....	1
5 操作步骤.....	1
6 测定结果计算.....	2
7 精密度.....	3

前 言

本标准是根据原国家经济贸易委员会《关于确认 1999 年度电力行业标准制、修订计划的通知》（电力〔2000〕22 号）中第 70 项下达的任务而制定的。

由于绝缘油、润滑油油品的结构族组成测定一直没有电力行业标准，现在电力企业所用的绝缘油、润滑油来源、产地不同，结构族组成也不尽相同，因此，为加强油品监督管理，在大量试验的工作基础上，制订了本标准。

本标准的主要技术内容有：

- 依据 GB/T 7603《矿物绝缘油中芳碳含量测定法》的原理，通过测定大量已知碳分布的油样求出的经验公式，进行未知油样各组成含量的测定。
- 要求采用干涉条纹法测定液池厚度。
- 规定了特征峰计算的各自相邻峰位的切点。
- 规定了新绝缘油、润滑油及其运行油结构族组成中烷链碳 C_P 、芳香碳 C_A 和环烷碳 C_N 测定的操作步骤和结果的计算方法。
- 提出了矿物绝缘油、润滑油结构族组成的红外光谱测定法的精密度。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口并解释。

本标准起草单位：西安热工研究院有限公司、深圳供电局、中石油克拉玛依石化分公司。

本标准主要起草人：孟玉婵、冯丽萍、陈智湘、胡红红、唐峰、罗云龙。

本标准首次发布。

矿物绝缘油、润滑油结构族组成的红外光谱测定法

1 范围

本标准规定了分子量为 290~500 的矿物绝缘油和矿物润滑油结构族组成的红外光谱测定方法。

本标准适用于新绝缘油、润滑油及其运行油结构族组成中烷链碳 C_P 、芳香碳 C_A 和环烷碳 C_N 的测定。

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。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 7603 矿物绝缘油中芳碳含量测定法

3 方法原理

采用 GB/T 7603《矿物绝缘油中芳碳含量测定法》的原理，用大量已知碳分布的油样做标准，建立吸光度—浓度关系，求出经验公式，用于绝缘油、润滑油结构族组成中芳香碳（ $C_A\%$ ）、烷链碳（ $C_P\%$ ）和环烷碳（ $C_N\%$ ）的含量测定。

一般绝缘油和润滑油中烷链碳 C_P 范围为 40%~70%；芳香碳 C_A 范围为小于 25%，当 C_A 大于 25% 时，需用石蜡油稀释后再测定。

4 仪器设备

4.1 双光束红外分光光度计：在 720cm^{-1} 和 1610cm^{-1} 谱带的分辨率高于 3cm^{-1} 。

4.2 液池：用定程长或可变程长的带有氯化钠池窗的液池，一般程长为 0.1mm。程长采用干涉条纹法测定。

4.3 玻璃注射器：1ml 或 2ml 玻璃注射器。

4.4 吸耳球：小型吸耳球。

4.5 四氯化碳：分析纯。

5 操作步骤

5.1 调整仪器

按仪器说明书将红外分光光度计调整好。

5.2 液池程长的测定

采用干涉条纹法测定，将可调或固定程长的空液池放在仪器的测定光路中扫描，扫描范围为 $1900\text{cm}^{-1}\sim 600\text{cm}^{-1}$ ，得到如图 1 所示的含有极大和极小值规则的干涉条纹（若液池窗板安装不平行，则得不到规则的干涉条纹，应拆开重新安装）。根据所得的干涉条纹的个数和对应的波数，代入式（1）求出液池的程长：

$$l = \frac{n}{2} \times \left(\frac{1}{\gamma_1 - \gamma_2} \right) \times 10 \quad (1)$$

式中：

l ——液池程长，mm；

n ——干涉条纹的个数；

γ_1 ——干涉条纹对应的高波数， cm^{-1} ；

γ_2 ——干涉条纹对应的低波数， cm^{-1} 。

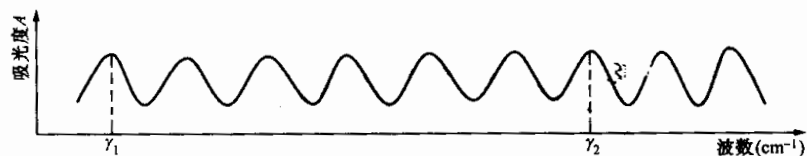


图1 干涉条纹图

5.3 油样的测定

5.3.1 用 1ml 或 2ml 玻璃注射器，将被测油样小心注入液池，需注意此时液池中不得有大小气泡，否则要把油用吸耳球吹出重新注油。

5.3.2 将注好被测油样的液池放在液池架上，应使之处于测量光路位置。

5.3.3 记录 1900cm^{-1} ~ 600cm^{-1} 的红外光谱图，见图 2 示例。

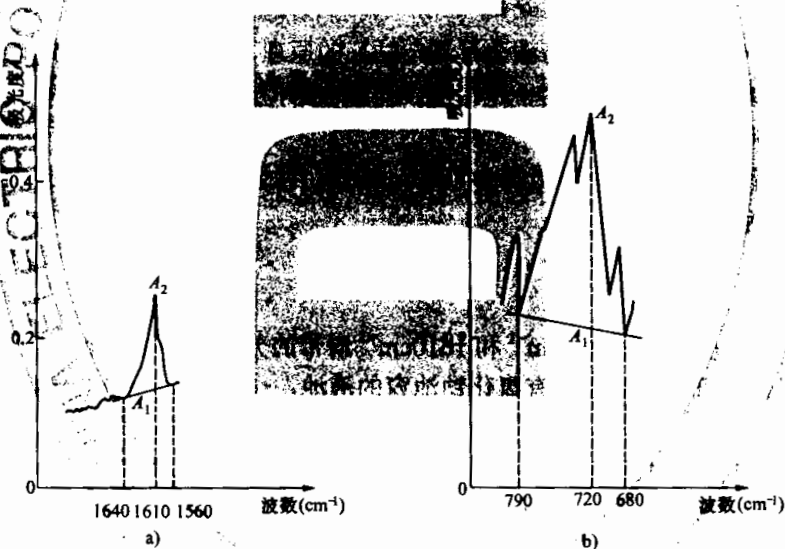


图2 结构族组成的红外光谱图

5.3.4 将扫描完成的液池取下，用吸耳球将液池中的油样吹出，并用干净的注射器将四氯化碳溶剂注满液池（注意：针头不要碰到液池注样口上的油污），再用吸耳球将四氯化碳溶剂吹出。如此反复操作，直到液池内的油污全部清洗干净（注意池外的油污也应清洗干净），并将四氯化碳溶剂吹干为止。

5.3.5 重复一次 5.3.1~5.3.4 的操作。

6 测定结果计算

6.1 基线

从吸收谱带两翼吸光度最小之点引一连线，作为吸收谱带的基线，以它来计算 1610cm^{-1} 和 720cm^{-1} 处的吸光度。

经实测,本标准确定:

- a) 求 1610cm^{-1} 的吸光度时,以 1640cm^{-1} 和 1560cm^{-1} 的连线为基线;
b) 求 720cm^{-1} 的吸光度时,以 790cm^{-1} 和 680cm^{-1} 的连线为基线。

6.2 结果计算

6.2.1 依据 6.1 确定的基线从红外光谱图上分别求出 A_{1610} 和 A_{720} , 并按式 (2) 计算:

$$A_i = A_{i2} - A_{i1} \quad (2)$$

式中:

A_i ——波数为 i 时的吸光度;

A_{i2} ——波数为 $i2$ 时的最大吸光度;

A_{i1} ——波数为 $i1$ 时的最小吸光度。

6.2.2 按式 (3)、(4)、(5) 分别求出 $C_A\%$ 、 $C_P\%$ 、 $C_N\%$:

$$C_A\% = 10.32 \times \frac{A_{1610}}{l} + 0.23 \quad (3)$$

$$C_P\% = 6.9 \times \frac{A_{720}}{l} + 28.38 \quad (4)$$

$$C_N\% = 100 - (C_A\% + C_P\%) \quad (5)$$

式中:

$C_A\%$ ——油样中芳香碳的含量, %;

$C_P\%$ ——油样中烷链碳的含量, %;

$C_N\%$ ——油样中环烷碳的含量, %;

A_{1610} ——在波数 1610cm^{-1} 的吸光度;

A_{720} ——在波数 720cm^{-1} 的吸光度;

l ——液池长度, mm。

7 精密度

7.1 重复性

两次测定结果与其算术平均值的差应不大于下述数据:

$$C_A\% \leq 0.54$$

$$C_P\% \leq 1.08$$

$$C_N\% \leq 1.49$$

7.2 再现性

两个实验室测定结果的算术平均值之差应不大于下述数据:

$$C_A\% \leq 1.67$$

$$C_P\% \leq 6.63$$

$$C_N\% \leq 6.89$$

中 华 人 民 共 和 国
电 力 行 业 标 准
矿物绝缘油、润滑油结构族组成的
红 外 光 谱 测 定 法
DL/T 929 — 2005

*

中国电力出版社出版、发行
(北京三里河路6号 100044 <http://www.cepp.com.cn>)

航远印刷有限公司印刷

*

2005年5月第一版 2005年5月北京第一次印刷
880毫米×1230毫米 16开本 0.5印张 6千字
印数 0001—3000册

*

统一书号 155083·995 定价 5.00 元

版 权 专 有 翻 印 必 究

(本书如有印装质量问题, 我社发行部负责退换)