



中华人民共和国电力行业标准

DL/T 919 — 2005

代替 SD 310 — 1989

六氟化硫气体中矿物油含量测定法 (红外光谱分析法)

Determination of mineral oil content in sulphur hexafluoride
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 原理.....	1
3 仪器.....	1
4 试剂.....	2
5 操作步骤.....	2
6 结果计算.....	3
7 精密度.....	4

前 言

本标准是根据原国家经济贸易委员会《关于下达 2000 年度电力行业标准制、修订计划项目的通知》（电力〔2000〕70 号文）下达的计划任务，对原水电部颁标准 SD 310—1989《六氟化硫气体中矿物油含量测定法（红外光谱分析法）》进行修订的。

六氟化硫气体中的矿物油含量，是气体质量指标之一，本标准推荐采用红外分光光度法测定。

主要修订内容为：

- 增加了本标准的适用范围。
- 保留了原方法原理、步骤和结果计算。
- 采用 $\mu\text{g/g}$ 来表示六氟化硫气体的矿物油含量。
- 增加了专用矿物油测定的油份仪。

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。

本标准主要起草人：孟玉婵。

本标准 1989 年 2 月首次发布，2005 年 2 月第一次修订。

本标准自实施之日起，代替 SD 310—1989。

六氟化硫气体中矿物油含量测定法

(红外光谱分析法)

1 范围

本标准给出了六氟化硫气体中矿物油（不含合成润滑油）含量的红外光谱分析测定法。

本标准适用于电气设备用六氟化硫气体中矿物油（不含合成润滑油）含量的测定。

2 原理

将定量的六氟化硫气体按一定的流速通过两个装有一定体积四氯化碳的洗气管，使分散在六氟化硫气体中的矿物油被完全吸收，然后测定该吸收液 2930cm^{-1} 吸收峰的吸光度（相当于链烷烃亚甲基非对称伸缩振动），再从工作曲线上查出吸收液中矿物油浓度，计算其含量。

3 仪器

3.1 红外分光光度计，也可采用油份仪。

3.2 液体吸收池。在 $3250\text{cm}^{-1}\sim 2750\text{cm}^{-1}$ 范围内，透光、无选择性吸收、程长为 20mm 的固定吸收池（石英或氯化钠均可）。

3.3 吸收装置。

a) 玻璃洗气瓶。100mL 封固式、导管末端装有一个 1 号多孔熔融玻璃圆盘（微孔平均直径为 $90\mu\text{m}\sim 150\mu\text{m}$ ），尺寸见图 1。

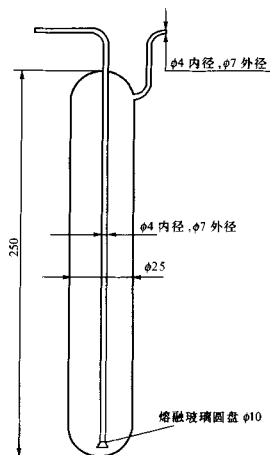


图 1 封固式玻璃洗气瓶

- b) 连接套管。硅橡胶或氟橡胶管。
- c) 湿式气体流量计。0.5m³/h，准确度为±1%。

3.4 盒式气压计。分度为1hPa。

3.5 容量瓶。容量分别为100、500mL。

4 试剂

4.1 四氯化碳。分析纯，新蒸馏的（沸点76℃~77℃）。

4.2 直链饱和烃矿物油（30号压缩机油）。

5 操作步骤

5.1 红外分光光度计的调整

调整好红外分光光度计。

5.2 液体吸收池的选择

在两只液体吸收池中装入新蒸馏的四氯化碳，将它们分别放在仪器的样品及参比池架上，记录3250cm⁻¹~2750cm⁻¹范围的光谱图。如果在2930cm⁻¹出现反方向吸收峰，则把池架上两只吸收池的位置对调一下，做好样品及参比池的标记，计算出2930cm⁻¹吸收峰的吸光度，在以后计算标准溶液及样品溶液的吸光度时应减去该数值。

5.3 工作曲线的绘制

5.3.1 矿物油工作液（0.2mg/mL）的配制

在100mL烧杯中，称取直链饱和烃矿物油100mg（精确到±0.2mg），用四氯化碳将油定量地转移到500mL容量瓶中并稀释至刻度。

5.3.2 矿物油标准液的配制

用移液管向七个100mL容量瓶中分别加入0.5（5.0）、1.0（10.0）、2.0（20.0）、3.0（30.0）、4.0（40.0）、5.0（50.0）、6.0（60.0）mL矿物油工作液，并用四氯化碳稀释至刻度，其溶液浓度分别为1.0（10.0）、2.0（20.0）、4.0（40.0）、6.0（60.0）、8.0（80.0）、10.0（100.0）、12.0（120.0）mg/L。

注1：根据需要可按括号内的取液量，配制大浓度标准液。

注2：如果环境温度变化，使原来已经稀释至刻度的标准液液面升高或降低，不得再用四氯化碳去调整液面。

5.3.3 工作曲线的绘制方法

将矿物油标准液与空白四氯化碳分别移入样品池及参比池，放在仪器的样品池架及参比池处，记录3250cm⁻¹~2750cm⁻¹的光谱图，以过3250cm⁻¹且平行于横坐标的切线为基线。计算2930cm⁻¹吸收峰的吸光度（见图2），然后用溶液浓度相对于吸光度绘图，即得工作曲线（见图3）。

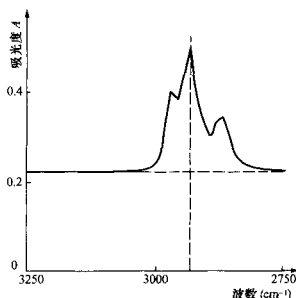


图2 测定六氟化硫气体中矿物油含量的红外光谱图

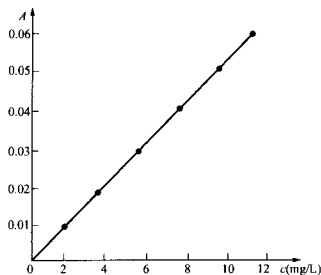


图3 测定矿物油含量的工作曲线图

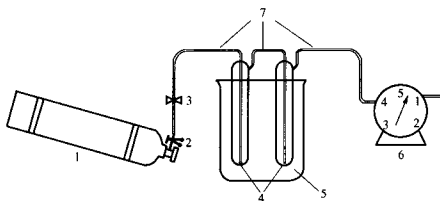
5.4 矿物油含量的测定

5.4.1 六氟化硫气体中矿物油的吸收

分别于两只洁净干燥的洗气瓶中加入 35mL 四氯化碳，将洗气瓶置于 0℃ 冰水浴中并按图 4 组装好。记录在湿式气体流量计处的起始环境温度、大气压力和体积读数（读准至 0.025L）。在针形阀关闭的条件下，打开钢瓶总阀，然后小心地打开并调节针形阀（或浮子流量计），使气体以最大不超过 10L/h 的流速稳定地流过洗气瓶。约流过 29L 气体时，关闭钢瓶总阀，让余气继续排出，直至流完为止。关闭针形阀，同时记录湿式气体流量计处的终结环境温度、大气压力和体积读数（读准至 0.025L）。从洗气瓶的进气端至出气端，依次拆除硅胶管节（一定要防止四氯化碳吸收液的倒吸），撤掉冰水浴。将洗气瓶外壁的水擦干，用少量空白四氯化碳将洗气瓶的硅胶管节连接处外壁冲洗干净，然后把两只洗气瓶中的吸收液定量地转移到同一个 100mL 容量瓶中，用空白四氯化碳稀释至刻度。

注 1：往洗气瓶中加入四氯化碳时，只能用烧杯或注射针筒，而不能用硅（乳）胶管作导管。

注 2：如果由于倒吸，吸收液流经了连接的硅胶管节，此次试验结果无效。



1—六氟化硫气瓶；2—氧气减压表；3—针形阀；4—封固式玻璃洗气瓶；
5—冰水浴；6—湿式气体流量计；7—硅（或氟）胶管节

图4 抽真空系统装置示意

5.4.2 吸光度的测定

按 5.3.3 操作，测定吸收液 2930cm⁻¹ 吸收峰的吸光度，再从 $c-A$ 曲线上查出吸收液中矿物油浓度。

6 结果计算

6.1 按式（1）计算在 20℃ 和 101325Pa 时的校正体积 V_c (L)，即：

$$V_c = \frac{\frac{1}{2} \times (p_1 + p_2) \times 293}{101325 \times [273 + \frac{1}{2} \times (t_1 + t_2)]} \times (V_2 - V_1) \quad (1)$$

式中：

p_1 和 p_2 ——起始和终结时的大气压力，Pa；

t_1 和 t_2 ——起始和终结时的环境温度，℃；

V_1 和 V_2 ——湿式气体流量计上起始和终结时的体积读数，L。

6.2 按式(2)计算矿物油总量在六氟化硫气体试样中所占的百万分率(μg/g)，即：

$$O_c = \frac{100a}{6.16V_c} \quad (2)$$

式中：

O_c ——六氟化硫气体中矿物油的含量，μg/g；

a ——吸收液中矿物油的浓度，mg/L；

6.16——六氟化硫气体密度，kg/m³；

100——吸收液的体积，mL。

7 精密度

7.1 两次平行试验结果的相对误差，不应超过表1所列数值。

表1 含油量和测定允许相对误差

含油量 mg	相对误差 %
0.1	±25
0.5	±15
1.0	±10

7.2 取两次平行试验结果的算术平均值为测定值。