



# 中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1458 — 2015

## 矿物绝缘油中铜、铁、铝、锌金属含量的测定 原子吸收光谱法

Determination of copper, iron, aluminum and zinc contents in mineral  
insulating oil-Atomic absorption spectrometry method

2015-07-01 发布

2015-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言 ..... II

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 方法概述 ..... 1

4 仪器和材料 ..... 1

5 试剂 ..... 2

6 取样 ..... 2

7 玻璃器皿的准备 ..... 2

8 试验步骤 ..... 2

9 精密度 ..... 4

10 报告 ..... 4

# 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由全国电气化学标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国网黑龙江省电力科学研究院、国网浙江省电力公司电力科学研究院。

本标准主要起草人：李国兴、姜子秋、明菊兰、关艳玲、王晓丹、王礼君。

本标准为首次制定。

本标准在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

# 矿物绝缘油中铜、铁、铝、锌金属含量的测定

## 原子吸收光谱法

### 1 范围

本标准规定了充油电气设备（如变压器、断路器、电抗器、互感器等）用矿物绝缘油中铜、铁、铝、锌金属含量（原子吸收光谱法）的测定方法。

本标准适用于铜、铁、铝、锌金属含量为 0.01mg/kg～5mg/kg 矿物绝缘油样品的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7597 电力用油（变压器油、汽轮机油）取样方法

### 3 方法概述

利用硝酸与盐酸的混合酸溶液和双氧水对铜、铁、铝、锌金属的强氧化和溶解作用，采用加热回流法对绝缘油样品进行处理，将样品中的金属溶解到酸溶液中，用原子吸收光谱仪测定酸溶液中的金属含量，从而得到样品中金属物质的含量。

### 4 仪器和材料

- 4.1 原子吸收光谱仪：带石墨炉原子化器和火焰原子化器，配自动进样器。
- 4.2 天平：感量 0.01g。
- 4.3 电加热套：圆底，50mL～100mL，最大功率 200W，加热功率连续可调。
- 4.4 电加热板：最高温度 300℃，温度连续可调。
- 4.5 超声波清洗器：200W，4.0L。
- 4.6 烧瓶：单口、磨口、圆底，50mL。
- 4.7 坩埚：石英、具盖，100mL。
- 4.8 分液漏斗：50mL。
- 4.9 玻璃注射器：10mL。
- 4.10 容量瓶：25mL、50mL、100mL、500mL。
- 4.11 移液管：2mL、5mL。
- 4.12 量筒：100mL、500mL。
- 4.13 取样瓶：聚丙烯材料，500mL。
- 4.14 试剂瓶：1000mL。
- 4.15 冷凝管：球形、磨口，长度 250mm。
- 4.16 玻璃珠：直径 2mm～3mm。
- 4.17 一次性医用输液管。
- 4.18 瓷盘。

5 试剂

- 5.1 高纯水：应符合《分析实验室用水规格和试验方法》GB/T 6682 一级水的要求。
- 5.2 浓盐酸：优级纯。
- 5.3 浓硝酸：优级纯。
- 5.4 双氧水：优级纯。
- 5.5 水中铜标准溶液：国家二级标准物质，1000 $\mu$ g/mL Cu。
- 5.6 水中铁标准溶液：国家二级标准物质，1000 $\mu$ g/mL Fe。
- 5.7 水中锌标准溶液：国家二级标准物质，1000 $\mu$ g/mL Zn。
- 5.8 水中铝标准溶液：国家二级标准物质，1000 $\mu$ g/mL Al。

6 取样

- 6.1 取样应符合《电力用油（变压器油、汽轮机油）取样方法》GB/T 7597 的规定。
- 6.2 取样应采用聚丙烯塑料瓶，采样量 250mL~500mL；取样瓶用体积分数是 5%的硝酸溶液浸泡 24h 以上，用高纯水冲洗干净，烘干备用。

7 玻璃器皿的准备

玻璃器皿在使用前应用体积分数为 5%的硝酸溶液浸泡 24h 以上，再用高纯水清洗干净。

8 试验步骤

8.1 混合酸溶液的配制

量取 75mL $\pm$ 1mL 浓硝酸和 225mL $\pm$ 1mL 浓盐酸，用高纯水配制成 1000mL 混合酸溶液。

8.2 空白试验

- 8.2.1 将 50mL 烧瓶放入电加热套中，用移液管分别加入 8mL 混合酸溶液和 2mL 双氧水，然后加 2 粒玻璃珠。
- 8.2.2 按图 1 所示，在烧瓶上装入冷凝管，用铁架台固定，装配时避免冷凝管口被污染。

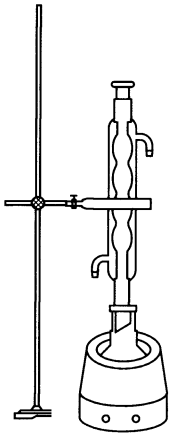


图 1 试验装置示意图

- 8.2.3 打开电加热套电源开关，调整加热功率，使烧瓶中溶液处于稳定的沸腾状态，35min 后停止加热，静置 10min。
- 8.2.4 取下冷凝管，将烧瓶中的溶液倒至废液瓶中。
- 8.2.5 将烧瓶和冷凝管用高纯水冲洗干净，重复 8.2.1~8.2.4 操作，进行空白试验。取下冷凝管，将烧

瓶中的溶液转移至分液漏斗中，静置 15min，将溶液放入坩埚中，盖上盖子，此溶液为空白试样。

8.2.6 重复 8.2.5 操作，进行平行试验。

8.3 样品试验

8.3.1 将上述烧瓶和冷凝管用高纯水冲洗干净。将样品剧烈摇动 2min，然后用超声波清洗器处理 30min，立即用注射器抽取 10mL 样品，注入已称重的烧瓶中，称取样品的质量（精确至 0.01g）。

8.3.2 在烧瓶中分别加入 8mL 混合酸溶液、2mL 双氧水和 2 粒玻璃珠，加热至沸腾，维持 35min，停止加热，静置 10min。

8.3.3 取下冷凝管，将烧瓶中的溶液转移至分液漏斗中，静置 15min，将下层酸溶液放入坩埚中，盖上盖子，此溶液为样品试样。

8.3.4 重复 8.3.1~8.3.3 操作，进行平行试验。

8.4 除酸和定容

8.4.1 将空白和样品试样置于电加热板上，温度控制在 100℃~120℃，除去试样中的酸，待试样体积减少至 1mL 左右时，停止加热，将坩埚盖上盖子，放在瓷盘中冷却。

8.4.2 试样冷却至室温，分别进行试样的转移：向坩埚中加入 10mL 体积分数是 1%的硝酸溶液，将试样转移至 50mL 容量瓶，再用 10mL 体积分数是 1%的硝酸溶液淋洗坩埚，并将淋洗液转移至容量瓶，试样淋洗不应少于 3 次，最后用体积分数是 1%的硝酸溶液定容至刻度。

8.5 试样分析

8.5.1 标准溶液母液的配制

分别取水中铜、铁、铝、锌标准溶液 2mL 加入 4 个 200mL 容量瓶中，用体积分数是 1%的硝酸溶液定容，配制标准溶液母液，浓度均为 10μg/mL。标准溶液母液保存在冰箱保鲜层，不超过 10d。

8.5.2 工作标准溶液的配制

按表 1 用标准溶液母液配制铜、铁、铝、锌的工作标准溶液，稀释液为体积分数是 1%的硝酸溶液。

表 1 工作标准溶液的配制

金属物质	工作标准溶液浓度 μg/L	标准溶液母液加入量 mL	定容体积 mL
铜	20	1.0	500
铁	50	2.5	500
铝	50	2.5	500
锌	50	2.5	500

8.5.3 仪器的标定

原子吸收光谱仪稳定后，根据待测样品金属含量范围，选择 5 个浓度点绘制工作曲线，相关系数不低于 0.995。

8.6 样品测定

将定容后的空白溶液和样品溶液分别在原子吸收光谱仪上进行铜、铁、铝、锌含量的测定。

8.7 金属含量计算

样品中金属含量按式（1）计算

$$X = \frac{0.05(X_s - X_b)}{m}$$

(1)

式中：

0.05——50mL 容量瓶的体积，L；

X ——样品中金属物质的含量，mg/kg；

$X_s$ ——样品溶液中金属物质的含量， $\mu\text{g/L}$ ；  
 $X_b$ ——空白溶液中金属物质的含量， $\mu\text{g/L}$ ；  
 $m$ ——样品质量， $\text{g}$ 。

9 精密度

在 95%的置信水平下，测定结果的重复性限和再现性限见表 2。

表 2 测定结果的重复性限和再现性限

金属物质含量 mg/kg	金属物质	重复性限 ( $r$ ) %	再现性限 ( $R$ ) %
$\leq 0.50$	铜	20	22
	铁	20	22
	铝	22	25
	锌	20	25
0.50~5.0	铜	10	12
	铁	10	12
	铝	12	15
	锌	12	15

10 报告

测定结果取两次平行试验的平均值，结果保留小数点后两位。

中 华 人 民 共 和 国  
电 力 行 业 标 准  
矿物绝缘油中铜、铁、铝、锌金属含量的测定  
原 子 吸 收 光 谱 法  
DL/T 1458 — 2015

中国电力出版社出版、发行  
(北京市东城区北京站西街 19 号 100005 <http://www.cepp.sgcc.com.cn>)  
北京九天众诚印刷有限公司印刷

2016 年 2 月第一版 2016 年 2 月北京第一次印刷  
880 毫米×1230 毫米 16 开本 0.5 印张 10 千字  
印数 0001—1500 册

统一书号 155123 • 2760 定价 9.00 元

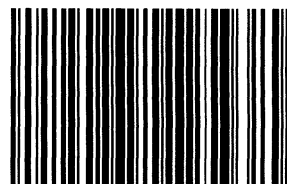
敬 告 读 者  
本书封底贴有防伪标签，刮开涂层可查询真伪  
本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换  
版 权 专 有 翻 印 必 究



中国电力出版社官方微信



掌上电力书屋



155123.2760