

ICS 29.040.10

E 38

备案号: 50779-2015

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL / T 1459 — 2015

矿物绝缘油中金属钝化剂含量的测定 高效液相色谱法

Quantitative determination of metal passivators in mineral insulating oils (HPLC)

(IEC 60666—2010, Detection and determination of specified additives in
mineral insulating oils, NEQ)

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 术语和定义	1
4 方法概要	1
5 仪器	1
6 试剂	2
7 分离参数	2
8 标定	2
9 试验操作步骤	2
10 结果计算	3
11 精密度	3
12 试验报告	3

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准在编制过程中参考了 IEC 60666—2010《矿物绝缘油中特定添加剂的定量检测方法》附录 B 编制，与 IEC 60666—2010 附录 B 的一致性程度为非等效。

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：广东电网有限责任公司电力科学研究院、中国石油兰州润滑油研究开发中心、国网安徽省电力公司电力科学研究院。

本标准主要起草人：钱艺华、张丽、马利花、祁炯、陈曦、赵耀洪、王毅、付强。

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）。

矿物绝缘油中金属钝化剂含量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了矿物绝缘油中苯并三氮唑及其衍生物类金属钝化剂含量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于未使用和运行中矿物绝缘油中苯并三氮唑及其衍生物类金属钝化剂 [N-2 (2-乙基己基)-氨基-甲基苯并三氮唑 (TTAA), 苯并三氮唑 (BTA), 5-甲基苯并三氮唑 (TTA)] 含量的测定, 测定浓度范围 5mg/kg~500mg/kg。

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 6682—2008, ISO 3696: 1987, MOD)

GB/T 7597 电力用油 (矿物绝缘油、汽轮机油) 取样方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

金属钝化剂 metal passivators

能够在铜金属表面形成一层薄膜, 阻止铜的催化活性和防止铜片与油中腐蚀性硫化物反应生成有害的硫化亚铜沉淀物的物质。常用的苯并三氮唑及其衍生物类金属钝化剂有三种: N-2 (2-乙基己基)-氨基-甲基苯并三氮唑 (TTAA)、苯并三氮唑 (BTA) 和 5-甲基苯并三氮唑 (TTA)。

4 方法概要

在离心管中称取一定量的样品, 加入甲醇振荡萃取、离心分离, 取上层清液注入高效液相色谱仪分析金属钝化剂的含量, 结果用 TTAA (或 BTA、TTA) 的浓度 (mg/kg) 表示。

5 仪器

5.1 高效液相色谱仪。

5.1.1 进样设备: 适合注入 10 μ L 样品的进样针或自动进样器。

5.1.2 反相碳八柱或碳十八柱。

5.1.3 反相前置柱 (可选): 与分析柱装填相同固定相。

5.1.4 紫外检测器: 检测波长范围为 260nm~270nm。

5.1.5 数据采集系统。

5.2 机械振荡器: 往复振荡频率 270 次/min~280 次/min, 振幅 35mm \pm 3mm。

5.3 离心机: 0r/min~4000r/min。

5.4 分析天平: 感量 0.000 1g。

5.5 针筒式滤膜过滤器: 0.45 μ m, 聚四氟乙烯材料。

5.6 注射器: 5mL。

5.7 离心管: 50mL。

6 试剂

- 6.1 甲醇：色谱纯。
- 6.2 试验用水应符合《分析实验室用水规格和试验方法》GB/T 6682 中一级水的要求。
- 6.3 TTAA、TTA 和 BTA：分析纯。
- 6.4 空白油：不含 TTAA、TTA 和 BTA 的矿物绝缘油。

7 分离参数

- 7.1 调节液相色谱仪，应建立下列工作状态：
- a) 流动相：甲醇:水的含量比应为 50:50 至 80:20（体积比）；
- b) 流速：0.5mL/min～1mL/min。
- 7.2 紫外检测器应选择 260nm 波长进行检测。

8 标定

8.1 标准溶液母液的制备

将一定量的 TTAA（或 TTA、BTA）溶解在空白油中配制成浓度为 1000mg/kg 的标准溶液母液。标准溶液母液应保存在棕色瓶中并置于阴暗处，溶液至少应 3 个月更换一次。

注：TTA、BTA 为固体，需要加热至 40℃ 充分搅拌，以保证全部溶解。

8.2 标准溶液的制备

在称量好的空白油中加入一定量的标准溶液母液，制备所需浓度的标准溶液，保存在棕色瓶中并置于阴暗处。浓度为 5mg/kg～500mg/kg 的标准溶液配制可参照表 1。

表 1 标准溶液的配制

序号	标准溶液浓度 mg/kg	标准溶液母液加入量 g	空白油加入量 g
1	5	0.1	19.9
2	50	1	19
3	100	2	18
4	300	6	14
5	500	10	10

8.3 标准溶液的前处理

在 50mL 离心管中称取 20g 标准溶液，精确至 0.000 1g，加入 5mL 甲醇，塞紧管塞，水平放在机械振荡器上常温振荡 10min 后，在高速离心机中离心至甲醇和油两相完全分离（宜选用转速 4000r/min，时间 5min），用注射器取出 2mL 上层清液，用针筒式滤膜过滤待用。

8.4 标准曲线的建立

按照 8.3 步骤处理每个标准溶液，取 10μL 处理好的不同浓度的标准溶液注入高效液相色谱仪分析，应根据响应值和浓度建立标准曲线。

标准曲线宜每 6 个月标定一次，日常分析可用已知浓度的样品定期检查方法的稳定性。

9 试验操作步骤

- 9.1 按照《电力用油（矿物绝缘油、汽轮机油）取样方法》GB/T 7597 规定的方法取待测样品。
- 9.2 按照 8.3 步骤进行样品前处理。

9.3 取 10 μ L 处理好的样品注入高效液相色谱仪进行分析。

10 结果计算

样品的 TTAA（或 TTA、BTA）浓度应按式（1）计算：

$$C = \frac{(R - m)}{b} \quad (1)$$

式中：

C ——TTAA（或 TTA、BTA）浓度，mg/kg；

R ——检测器对样品的响应值；

m ——标准曲线 $y = bx + m$ 的截距；

b ——标准曲线 $y = bx + m$ 的斜率。

11 精密度

11.1 重复性

在 95%的置信区间内，同一操作者用相同仪器对同一样品在相同条件下重复测定的两个结果之差应小于平均值的 6%。

11.2 再现性

在 95%的置信区间内，不同实验室、不同操作者用不同的仪器对同一样品测定的两个结果之差应小于平均值的 12%。

12 试验报告

取重复测定两次结果的算术平均值作为测定值。

中 华 人 民 共 和 国
电 力 行 业 标 准
矿物绝缘油中金属钝化剂含量的测定
高效液相色谱法
DL/T 1459—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 8千字
印数 0001—1000册

*

统一书号 155123·2770 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

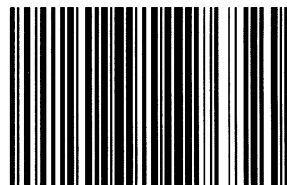
版 权 专 有 翻 印 必 究



中国电力出版社官方微信



掌上电力书屋



155123.2770