

ICS 71.040.40

E 38

备案号: 50783-2015

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL / T 1463 — 2015

变压器油中溶解气体组分含量分析用 工作标准油的配制

Preparation of the working standard oil for transformer oil dissolved gas
composition content in the analysis

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 方法原理	1
4 仪器材料和试剂	1
5 空白油制备	1
6 配制过程	2
7 评价	3

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的规定进行起草。

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（TC322）归口。

本标准起草单位：江苏省电力公司电力科学研究院、山东中惠仪器有限公司。

本标准主要起草人：朱洪斌、余翔、王晨、毕海成、王勇。

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）。

变压器油中溶解气体组分含量分析用工作标准油的配制

1 范围

本标准规定了变压器油中溶解气体组分含量分析用工作标准油的配制方法。

本标准适用于变压器油中溶解气体组分含量分析用工作标准油的配制。

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 17623—1998 绝缘油中溶解气体组分含量的气相色谱测定法

3 方法原理

本方法基于顶空色谱原理（分配定律）。在密闭空间内，以确定体积的空白油和确定体积的标准混合气体，在一定温度和压力下经振荡使得组分气体在气、液两相达到动态平衡，排出平衡后的气体，获得确定浓度的标准油。

4 仪器材料和试剂

4.1 恒温定时振荡器：往复振荡频率 275 次/min \pm 5 次/min，振幅 35mm \pm 3mm，恒温 50℃，控温精确度 \pm 0.3℃。

4.2 标准混合气体：国家二级标准物质，至少含有 H₂、CH₄、C₂H₄、C₂H₆、C₂H₂、CO、CO₂，以氮气或氩气为底气。

4.3 注射器：100mL、10mL、5mL 医用玻璃注射器，气密性良好，芯塞应灵活无卡涩。

4.4 不锈钢注射针头：7 号金属医用注射针头。

4.5 注射器用橡胶封帽：弹性好，不透气。

4.6 真空抽滤装置：应包括砂芯漏斗、抽滤瓶、真空泵。

4.7 定性滤纸。

4.8 常温常压气体饱和器：应符合 GB/T 17623—1998 中附录 B 的要求。

4.9 氧化钙：分析纯。

4.10 氮气或氩气：纯度不应小于 99.99%。

4.11 广口瓶：1000mL。

4.12 盒式气压计。

4.13 双头针头：机械振荡法专用，可用牙科 5 号针头制作。

5 空白油制备

5.1 取适量未使用过的变压器油，置于 1000mL 广口瓶，按 100mL 油加 1g 氧化钙的比例，加氧化钙于油中，充分搅拌后静置至沉淀。

5.2 取澄清液经定性滤纸真空抽滤。

5.3 将过滤后的变压器油转移到常温常压气体饱和器，通入氮气（或氩气）不应少于 2h，使油中溶解气体组分含量达到表 1 的要求，作为空白油。

表 1 空白油中溶解气体含量

组分	H ₂	N ₂ (Ar) ^a	CH ₄	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	C ₂ H ₂	CO	CO ₂
含量 μL/L	<1	—	<5.0	<0.1	<0.1	<0.1	<10	<50
^a N ₂ (Ar) 含量为总量减去表中其他气体组分含量。								

5.4 空白油应在密闭容器中充氮（氩）保存。

6 配制过程

6.1 将 100mL 注射器 A 用空白油样冲洗 2~3 次，然后缓慢抽取 40.0mL 空白油样，用橡胶封帽密封注射器，按照 GB/T 17623—1998 中的加气操作，用 5mL 注射器 B 加入 5mL 氮气（或氩气）。

6.2 将 100mL 注射器 A 放入恒温定时振荡器中，恒温 50℃，振荡 20min，静置 10min。

6.3 从恒温定时振荡器中取出 100mL 注射器 A，按照 GB/T 17623—1998 中 8.1.1.2.1 的排气方法进行排气。

6.4 用 10mL 注射器 C 准确抽取 4.0mL~10.0mL（根据所需标准油浓度）标准混合气，按照 GB/T 17623—1998 中 8.1.1.2.3 的加气方法进行加气。

6.5 将 100mL 注射器 A 放入恒温定时振荡器中，恒温 50℃，振荡 20min，静置 10min；读取并记录当时大气压力。

6.6 从恒温定时振荡器中取出 100mL 注射器 A，插入双头针头，迅速排出平衡后的气体，即完成标准油的配制。

6.7 工作标准油中气体浓度计算。

按公式（1）、公式（2）和公式（3）计算标准油中溶解气体各组分的浓度。

$$X_i = 0.929 \times \frac{C_{ig} \cdot V_g}{\frac{V_g}{K_i} + V_L} \quad (1)$$

其中：

$$V_g = V_g^0 \times \frac{323}{273+t} \quad (2)$$

$$V_L = V_L^0 [1 + 0.0008(50-t)] \quad (3)$$

式中：

X_i ——20℃，101.325kPa 下配制出的标准油样油中溶解气体 i 组分浓度，μL/L；

C_{ig} ——标准混合气中 i 组分浓度，μL/L；

V_g ——恒定 50℃配制时换算出实际加入的标准混合气体体积，mL；

K_i ——组分 i 在实际配制压力下的奥斯特瓦尔德系数；

V_L ——恒定 50℃配制时换算出实际空白油的体积；

0.929——油样中溶解气体浓度从 50℃校正到 20℃时的温度校正系数；

V_g^0 ——配制环境下加入的标准混合气体体积，mL；

t ——配制时的环境温度，℃；

V_L^0 ——配制环境下空白油的体积，40mL。

7 评价

应按照 GB/T 17623—1998 规定的回收率方法评定准确性，回收率应在 98%~102%之间。
