

ICS 27.100

F24

备案号: 15317-2005

DL

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。

- 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)。

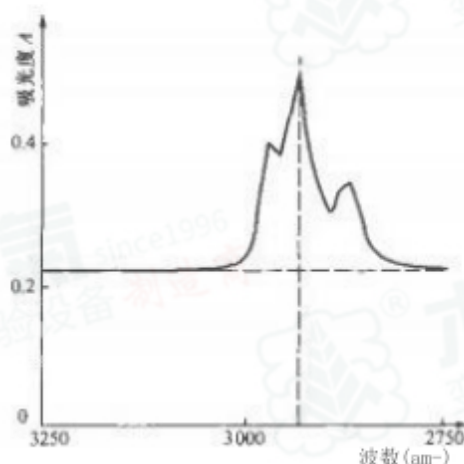


图2 测定六氟化硫气体中矿物油含量的红外光谱图

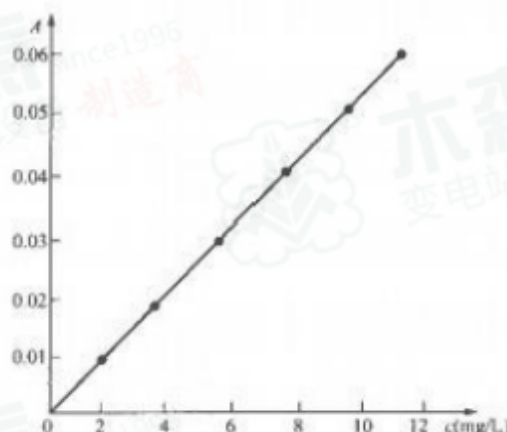


图3 测定矿物油含量的工作曲线图

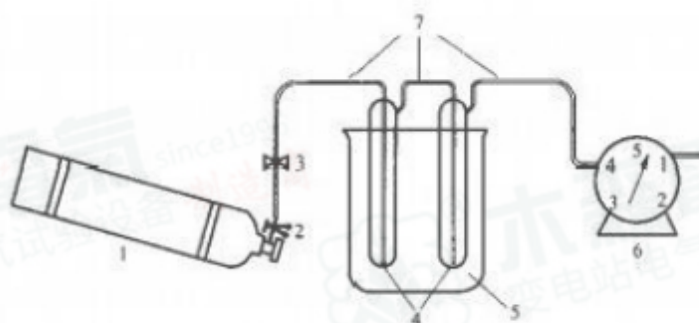
5.4 矿物油含量的测定

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_e(L)， 即：

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

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, °C;

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($\mu\text{g/g}$), 即:

$$Q_s = \frac{100a}{6.16V_s} \quad (2)$$

式中:

Q_s ——六氟化硫气体中矿物油的含量, $\mu\text{g/g}$;

a ——吸收液中矿物油的浓度, mg/L ;

6.16 ——六氟化硫气体密度, kg/m^3 ;

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。