

中华人民共和国国家标准

运行中汽轮机油、变压器油
T501抗氧化剂含量测定法
(分光光度法)

UDC 621.892.098
:543.06

GB 7602—87

Determination of T501 oxidation inhibitor
content in transformer and turbine oils in
service by spectrophotometric method

本方法适用于运行中汽轮机油和变压器油中2,6-二叔丁基对甲基酚(简称T501)含量的测定。
以石油醚、乙醇作溶剂,磷钼酸作显色剂,基于T501在碱性溶液中生成钼蓝络合物,利用其溶于水中的性质,采用分光光度计法测定。

1 仪器

- 1.1 分光光度计:72型、721型或其他型号。
- 1.2 移液管:2、10ml。
- 1.3 锥形烧瓶:150ml。
- 1.4 分液漏斗:125、200ml。
- 1.5 容量瓶:100ml。
- 1.6 量筒:10、50ml。
- 1.7 水浴或电热板。
- 1.8 烧杯:50ml。
- 1.9 酸式滴定管:50ml。

2 试剂

- 2.1 无水乙醇。
- 2.2 氢氧化钾:分析纯,配成0.1mol/L的无水乙醇溶液。
- 2.3 磷钼酸:分析纯,配成5%无水乙醇溶液,过滤于棕色瓶中,放到暗处保存。
- 2.4 硫酸:分析纯。
- 2.5 35%氢氧化钾甲醇溶液:取氢氧化钾35g(称准至0.1g),溶于25ml蒸馏水中,再用甲醇稀释至100ml。
- 2.6 甲醇:分析纯。
- 2.7 2,6-二叔丁基对甲酚:化学纯。
- 2.8 活性白土。
- 2.9 LWX-801吸附剂。
- 2.10 石油醚:分析纯,沸点范围30~60℃或60~90℃。
- 2.11 脱脂棉。

3 准备工作

3.1 基础油的制备: 取变压器油或汽轮机油 1 kg, 加 100g 浓硫酸, 边加边搅拌 20min, 然后加入 10~20g 干燥白土, 继续搅拌 10min, 沉淀后倾出澄清油。酸、白土处理应进行两次。将第二次处理后的澄清油加热至 70~80℃, 再加入 100~150g 的干燥白土, 搅拌 20min, 沉淀后倾出澄清油。如此再重复处理一次, 沉淀后过滤, 经检查不含 T 501 即可。

3.2 标准油的配制: 称取 T 501 抗氧化剂 1g (称准至 0.0001g), 溶于 199g 基础油中, 此油 T 501 含量为 0.50%。再分别称取此油 4.0, 8.0, 12.0, 16.0g, 溶于 16.0, 12.0, 8.0, 4.0g 基础油中, 按顺序 T 501 含量为 0.1%, 0.2%, 0.3%, 0.4%。溶解 T 501 抗氧化剂的温度不高于 70℃, 并避光保存于棕色瓶中。

3.3 试油 (运行汽轮机油) 脱色处理: 取 10ml 运行油注入 125ml 分液漏斗中, 加入 50ml 石油醚, 摇匀后加入 10ml 35% 氢氧化钾甲醇溶液, 剧烈摇动 5 min 后放出处理液, 重复处理直至放出液为无色。然后以 20ml 1:49 硫酸中和被处理试油, 用蒸馏水洗至中性后, 将油滤入 50ml 烧杯中, 于通风橱内在水浴上加热蒸发掉石油醚, 即得被测试油。

3.4 试油 (运行变压器油) 脱色处理: 称取 0.2g (用精度为 0.01g 托盘天平) 干燥的 LWX-801 吸附剂装于 50ml 酸式滴管中 (装前用少量脱脂棉塞于滴定管的锥形部位, 以防 LWX-801 流失), 厚度要均匀。然后用 50ml 量筒量取 10ml 试油以石油醚稀释到 50ml, 一次倒入装有吸附剂的滴定管中过滤 (流速适当)。滤液盛于 50ml 烧杯中, 于通风橱内在水浴或电热板上加热, 将石油醚全部蒸掉, 即得被测试油。

4 试验步骤

4.1 标准曲线的绘制

4.1.1 分别称取 0.10, 0.20, 0.30, 0.40, 0.50% 的标准油 0.4g (准确至 0.0001g), 置于 150ml 锥形烧瓶中, 依次加石油醚 10ml, 无水乙醇 10ml, 0.1mol/L 氢氧化钾乙醇溶液 6.5ml、5% 磷钼酸乙醇溶液 2ml。每加一种试剂后均需充分摇匀。5 min 后在各锥形烧瓶中加入约 50ml 沸腾蒸馏水, 充分摇荡, 使钼蓝络合物完全溶解于水, 并移入分液漏斗内 (如有不溶物, 应再加适量沸腾蒸馏水使其全部溶解) 进行分离。将水溶液仍注入原锥形烧瓶中, 加热煮沸至完全透明。冷却至室温后, 移入 100ml 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 然后注入 2cm 比色皿中, 用分光光度计以 700nm 波长进行测定, 读取吸光度值。

4.1.2 将测得的吸光度值和 T 501 抗氧化剂毫克数绘成标准曲线。

4.2 试油的测定

4.2.1 称取试油 0.4g (准确至 0.0001g), 注入 150ml 锥形烧瓶中, 以下操作步骤同 4.1.1。

4.2.2 用试油测得吸光度值, 在标准曲线图上查得 T 501 抗氧化剂含量的毫克数。

5 结果计算

T 501 抗氧化剂含量按下式计算:

$$X = \frac{a}{G \times 1000} \times 100$$

式中: X——抗氧化剂含量, %;

a——标准曲线图上查得的 T 501 抗氧化剂含量, mg;

G——试油重量, g。

6 允许差

6.1 汽轮机油允许差

表 1

T501含量, %	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70
计算结果							
平行试验结果的差值, % 不大于	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.05	0.06
室间试验结果的差值, % 不大于	0.01	0.05	0.08	0.12	0.15	0.18	0.22

6.2 变压器油允许差

表 2

T 501含量, %	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70
计算结果							
平行试验结果的差值, % 不大于	0.03	0.03	0.03	0.03	0.30	0.30	0.30
室间试验结果的差值, % 不大于	0.03	0.05	0.06	0.08	0.09	0.11	0.12

6.3 取两次平行测定结果的算术平均值, 作为测定结果。

附加说明:

本标准由中华人民共和国水利电力部科技司提出, 由水利电力部西安热工研究所技术归口。

本标准由华东电力试验研究所负责起草。

本标准主要起草人张赐珍、孙翠珍。