

电 力 用 油 及 监 督

下 册

(试验方法及气相色谱)

温念珠 等 编 写



东北电力试验研究院

一九八八年八月

目 录

第五章 油质试验方法

5.1	1988年国家标准局颁布的试验方法	1
5.1.1	电力用油(变压器油、汽轮机油)取样方法(GB7597—87)	1
5.1.2	运行中变压器油水分含量测定法(库仑法)(GB7600—87)	5
5.1.3	运行中变压器油水分含量测定法(气相色谱法) (GB—7601—87)	8
5.1.4	运行中汽轮机油破乳化度测定法(GB7605—87)	10
5.1.5	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 计法)(GB7602—87)	11
5.1.6	运行中变压器油、汽轮机油水溶性酸值测定法(比色法) (GB—7598—87)	14
5.1.7	运行中变压器油、汽轮机油酸值测定方法(BTB法) (GB7599—87)	18
5.1.8	矿物绝缘油芳烃含量测定方法(GB7604—87)	19
5.1.9	矿物绝缘油芳碳含量测定方法(红外光谱分析法)(GB7603—87)	21
5.1.10	油对水界面张力测定—圆环法	22
5.2	1984年水利电力部颁发的《电力系统油质试验方法》	24
5.2.1	总则和一般规定(YS—1—1—84)	24
5.2.2	采样法(YS—2—1—84)	26
5.2.3	颜色测定法(YS—3—1—84)	27
5.2.4	透明度测定法(YS—4—1—84)	28
5.2.5	密度测定法(YS—5—1—84)	28
5.2.6	界面张力测定法(YS—6—1—84)	43
5.2.7	闪点测定法(闭口杯法)(YS—7—1—84)	45
5.2.8	闪点与燃点测定法(开口杯法)(YS—8—1—78)	47
5.2.9	点闪与燃点测定法(克利夫兰开口杯法)(YS—8—2—84)	50
5.2.10	粘度测定法(恩氏粘度法)(YS—9—1—84)	52
5.2.11	粘度测定法(运动粘度法)(YS—9—2—84)	58
5.2.12	凝点测定法(YS—10—1—84)	62
5.2.13	破乳化时间测定法(通气法)(YS—11—1—78)	63
5.2.14	水分定性测定法(YS—12—1—78)	65

5、2、15	水分定量测定法 (YS—13—1—84)	66
5、2、16	机械杂质测定法 (YS—14—1—84)	68
5、2、17	酸值测定法 (碱性兰6B法) (YS—15—1—84)	69
5、2、18	酸值测定法 (电位滴定法) (YS—15—2—84)	71
5、2、19	水溶性酸测定法 (比色法) (YS—16—1—84)	74
5、2、20	水溶性酸测定法 (酸度计法) (YS—16—2—84)	77
5、2、21	水溶性酸定量测定法 (YS—17—1—84)	77
5、2、22	挥发性水溶性酸测定法 (YS—18—1—84)	79
5、2、23	水溶性酸及碱性测定法 (比色法) (YS—19—1—84)	82
5、2、24	T501抗氧化剂含量测定法 (YS—20—1—84)	82
5、2、25	液相锈蚀测定法 (YS—21—1—84)	84
5、2、26	氢氧化钠抽出物酸化测定法 (YS—22—1—84)	87
5、2、27	汽轮机油抗氧化安定性测定法 (YS—23—1—78)	88
5、2、28	变压器油抗氧化安定性测定法 (YS—24—1—84)	91
5、2、29	运行油开口杯老化测定法 (YS—25—1—84)	94
5、2、30	灰分测定法 (YS—26—1—84)	95
5、2、31	油泥析出测定法 (YS—27—1—84)	97
5、2、32	腐蚀测定法 (YS—28—1—78)	98
5、2、33	绝缘强度测定法 (YS—29—1—84)	99
5、2、34	介质损耗因数和体积电阻率测定法 (YS—30—1—84)	100
5、2、35	润滑脂针入度测定法 (YS—31—1—78)	106
5、2、36	润滑脂和固体烃滴点测定法 (YS—32—1—84)	107
参 考 方 法		
5、2、37	游离碳测定法 (YS—C—2—1—78)	109
5、2、38	气体含量测定法 (真空脱气法) (YS—C—3—1—84)	109
5、2、39	气体含量测定法 (二氧化碳洗脱法) (YS—C—3—2—84)	113
5、2、40	油浸纤维绝缘材料含水量测定法 (YS—C—5—1—84)	116
5、2、41	腐蚀性硫测定法 (YS—C—8—1—84)	118
5、2、42	羰基含量测定法 (YS—C—9—1—84)	119
5、2、43	电场作用下油的析气性测定法 (YS—C—10—1—84)	121
5、2、44	绝缘强度测定法 (YS—C—11—1—84)	124
5、2、45	T501抗氧化剂含量测定法 (薄层层析法)	126
附 录:		
一、	有关油品的规格标准	129
二、	油质分析常用单位名称、符号与国际单位对照关系	139
三、	常用酸、碱溶液的配制与标定	141

四、试验方法有关注释及补充	143
第六章 气相色谱法的一般知识	
6、1 概 述	160
6、2 气相色谱法的基本流程	160
6、3 气相色谱法的分离原理	162
6、4 色谱柱	163
6、5 鉴定器(检测器)简介	168
6、6 色谱流出曲线概念和色谱理论	178
6、7 定性、定量方法	184
第七章 油中溶解气体分析方法	
7、1 取样	188
7、2 从油中脱出溶解气体	191
7、3 用气相色谱仪进行气体分析	200
第八章 充油设备故障的诊断	
8、1 充油设备内部故障的检测原理	207
8、2 正常设备油中气体含量	213
8、3 变压器等内部故障类型及其油中气体的特征	216
8、4 变压器等设备内部故障的判断	218
8、5 自由气体的分析及其气体继电器动作原因的判别	229
8、6 综合分析	231
附 录 一	
电力系统充油设备中气体色谱分析仪数据处理装置研制总结	233

第五章 油质试验方法

电力系统油质试验方法（简称试验方法）主要是贯彻执行国家标准局颁布的试验方法（简称“国标”）和水利电力部颁发的试验方法（简称“部标”）。必要时也参考国际电工委员会（IEC）、国际标准化组织（ISO）、以及美国（ASTM）、日本（JIS）苏联（ГОСТ）等，国际上推荐或制订的有关试验方法。

5.1 国家标准总局颁发的试验方法

1988年1月1日国家标准局颁布实行的有关油质试验方法，介绍如下。

5.1.1 电力用油（变压器油、汽轮机油）取样方法 (GB7597—87)

本方法适用于变压器、互感器、油开关、套管等充油电气设备及汽轮机用油分析试验样品的采集。

1 取样工具

1.1 取样瓶

500—1000ml 磨口具塞玻璃瓶，
并应贴标签。

1.1.1 适用范围

适用于常规分析

1.1.2 取样瓶的准备

取样瓶先用洗涤剂进行清洗，再用自来水冲洗，最后用蒸馏水洗净，烘干、冷却后，盖紧瓶塞。

1.2 注射器

应使用20mL至100mL的全玻璃注射器（最好采用铜头的），注射器应装在一个专用油样盒内，该盒应避免光、防震、防潮等。注射器头部用小胶皮头密封。

1.2.1 适用范围

适用于油中水份含量测定和油中

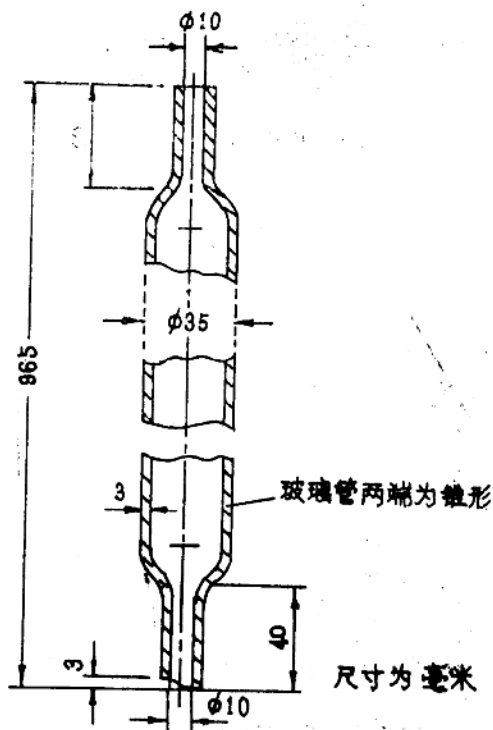


图 5-1-1-1 玻璃取样管

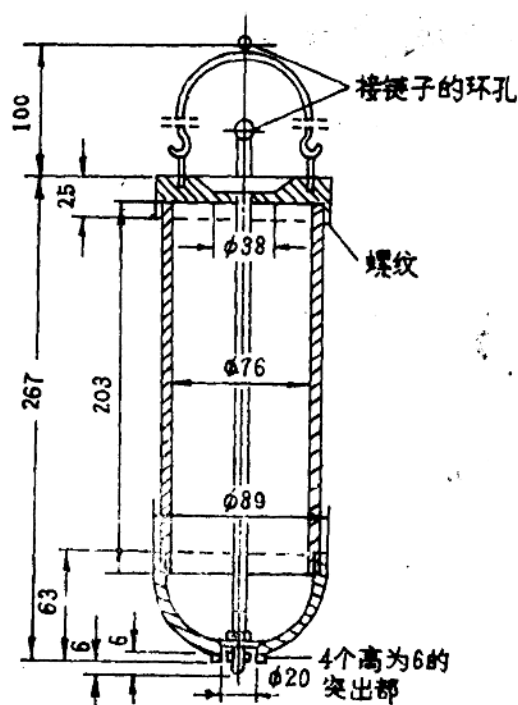


图 5.1.1.2 取样勺

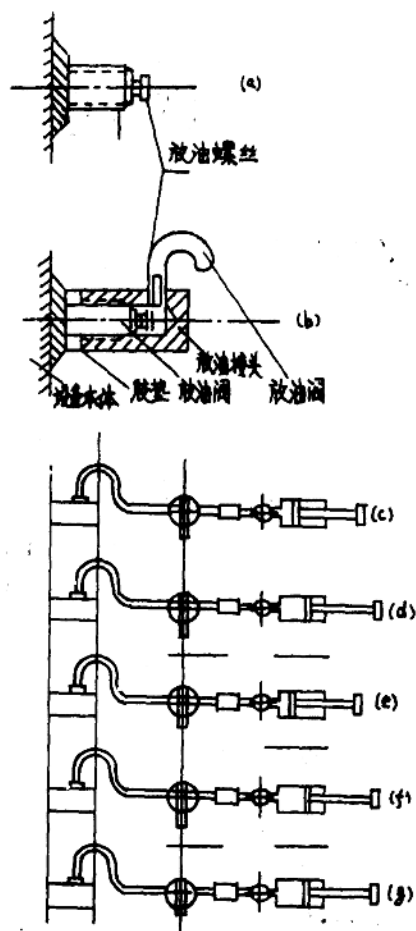


图 5.1.1.3 取样用放油接头

溶解气体（油中总含气量）分析。

1.2.2 注射器的准备

取样注射器使用前，按顺序用有机溶剂、自来水、蒸馏水洗净，在 105°C 温度下充分干燥，或采用吹风机热风干燥。干燥后，立即用小胶头盖住头部待用（最好保存在干燥器中）。

1.3 油桶取样用的取样管（见图5.1.1.1）

1.4 油罐或油槽车取样用的取样构（见图5.1.1.2）

1.5 从充油电气设备中取样，还应有防止污染的密封取样阀（或称放油接头）及密封可靠的医用金属三通阀和作为导油管用的透明胶管（耐油）或塑料管（见图5.1.1.3）

2 取样方法和取样部位

2.1 常规分析取样

2.1.1 油桶中取样

2.1.1.1 试油应从污染最严重的底部取样,必要时可抽查上部油样。

2.1.1.2 开启桶盖前需用干净甲级棉纱或布将桶盖外部擦净,然后用清洁干燥的取样管取样。

2.1.1.3 从整批油桶内取样时,取样的桶数应能足够代表该批油的质量,具体规定见下表。

序 号	总 油 桶 数	取 样 桶 数
a	1	1
b	2~5	2
c	6~20	3
d	21~50	4
e	51~100	7
f	101~200	10
g	201~400	15
h	>401	20

2.1.1.4 每次试验应按上表规定取数个单一油样,并再用它们均匀混合成一个混合油样。

a. 单一油样就是从某一个容器底部取的油样。

b. 混合油样就是取有代表性的数个容器底部的油样再混合均匀的油样。

2.1.2 油罐或槽车中取样

2.1.2.1 油样应从污染最严重的油罐底部取出,必要时可抽查上部油样。

2.1.2.2 从油缶或槽车中取样前,应排去取样工具内存油,然后取样。

2.1.3 电气设备中取样

2.1.3.1 对于变压器、油开关或其它充油电气设备,应从下部阀门处取样。取样前油阀门需先用干净甲级棉纱或布擦净,再放油冲洗干净。

2.1.3.2 对需要取样的套管,在停电检修时,从取样孔取样。

2.1.3.3 没有放油管或取样阀门的充油电气设备,可在停电或检修时设法取样。进口全密封无取样阀的设备,按制造厂规定取样。

2.1.4 汽轮机(或水轮机、调相机、大型汽动给水泵)油系统中取样。

2.1.4.1 正常监督试验由冷油器取样。

2.1.4.2 检查油的脏污及水份时,自油箱底部取样。

注:①在取样时应严格遵守用油设备的现场安全规程。

②基建或进口设备的油样除一部分进行试验外,另一部分尚应保存适当时间,以备考查。

③对有特殊要求的项目,应按试验方法要求进行取样。

2.2 变压器油中水份和油中溶解气体分析取样

2.2.1 取样方法

2.2.1.1 取样的要求

a. 油样应能代表设备本体油, 应避免在油循环不够充分的死角处取样。一般应从设备底部的取样阀取样, 在特殊情况下可在不同取样部位取样。

b. 取样要求全密封, 即取样连接方式可靠, 既不能让油中溶解水份及气体逸散, 也不能混入空气(必须排净取样接头内残存的空气), 操作时油中不得产生气泡。

c. 取样应在晴天进行。取样后要求注射器芯子能自由活动, 以避免形成负压空腔。

d. 油样应避光保存。

2.2.1.2 取样操作

取样操作如图5.1.1.3所示:

a 取下设备放油阀处的防尘罩, 旋开螺丝b让油徐徐流出。

b. 将放油接头(见图5.1.1.3) 4安装于放油阀上, 并使放油胶管(耐油)置于放油接头的上部, 排除接头内的空气, 待油流出。

c. 将导管、三通、注射器依次接好后, 装于放油接头5处, 按箭头方向排除放油阀门的死油, 并冲洗连接导管。

d. 旋转三通, 利用油本身压力使油注入注射器, 以便湿润和冲洗注射器(注射器要冲洗2~3次)。

e. 旋转三通与设备本体隔绝, 推注射器芯子使其排空。

f. 旋转三通与大气隔绝, 借设备油的自然压力使油缓缓进入注射器中。

g. 当注射器中油样达到所需毫升数时, 立即旋转三通与本体隔绝, 从注射器上拔下三通, 在小胶头内的空气泡被油置换之后, 盖在注射器的头部, 将注射器置于专用油样盒内, 填好样品标签。

2.2.2 取样量

a. 进行油中水份含量测定用的油样, 可同时用于油中溶解气体分析, 不必单独取样。

b. 常规分析根据设备油量情况采取样品, 以够试验用为限。

c. 做溶解气体分析取样量为50~100mL。

d. 专用于测定油中水份含量的油样, 可取20ml。

2.2.3 样品标签

标签的内容有: 单位、设备名称、型号、取样日期、取样部位、取样天气、取样油温、运行负荷、油牌号及油量。

3 油样的运输和保存

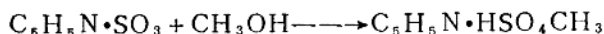
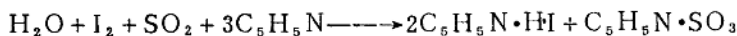
油样应尽快进行分析, 做油中溶解气体分析的油样不得超过四天, 做油中水份含量的油不得超过十天。油样在运输中应尽量避免剧烈震动, 防止容器破碎, 尽可能避免空运。油样运输和保存期间, 必须避光, 并保证注射器芯能自由滑动。

5.1.2 运行中变压器油水分含量测定法（库仑法）

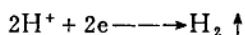
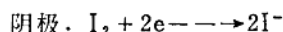
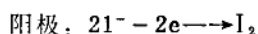
(GB7600—87)

本方法适用于测定运行变压器油中的水分含量。

其原理系基于有水时，碘被二氧化硫还原，在吡啶和甲醇存在的情况下，生成氢碘酸吡啶和甲基硫酸氢吡啶。反应式如下：



在电解过程中，电极反应如下：



产生的碘又与试油中的水分反应生成氢碘酸，直至全部水分反应完毕为止，反应终点用一对铂电极所组成的检测单元指示。在整个过程中，二氧化硫有所消耗，其消耗量与水的克分子数相等。

依据法拉第电解定律，电解一克分子碘、需要二倍的96493库仑电量，即电解1毫克当量水需要电量为96493毫库仑。样品中的水分含量按下式计算：

$$\frac{W \times 10^{-6}}{18} = \frac{Q \times 10^{-3}}{2 \times 96493} \quad \text{即 } W = \frac{Q}{10.72}$$

式中：W—样品中的水分含量，μg；

Q—电解电量，mC；

18—水的分子量。

图 5.1.2.1 Ys—2A 型微库仑仪分析系统原理方框图

1 仪 器

1.1 微库仑分析仪：

系统原理见图 5.1.2.1

1.2 注射器：0.5、50
μl, 1、2、5、2.5、50ml

1.3 分液漏斗：250
ml

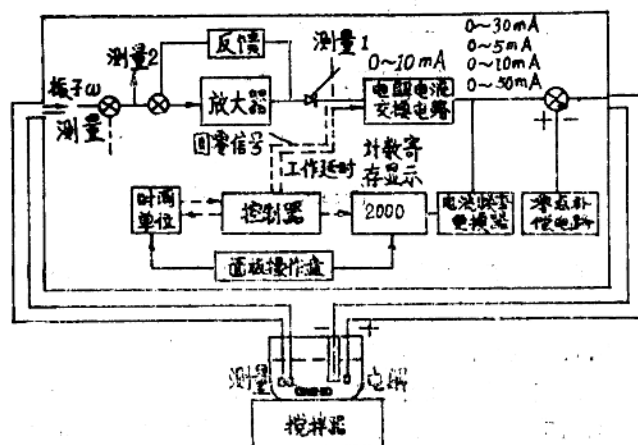
1.4 抽滤瓶 250ml

1.5 洗气瓶：250~
300ml

1.6 保温瓶：大口矮
型

2 试 剂

2.1 无水甲醇 分析纯



电阻率，Ω·cm

图 5.1.2.1 Ys—2A 型微库仑仪分析系统原理方框图

2.2 吡啶——分析纯；

2.3 碘——分析纯；

2.4 氯仿——分析纯；

2.5 四氯化碳——分析纯；

2.6 乙二醇——分析纯；

2.7 高真空硅脂；

2.8 变色硅胶

2.9 二氧化硫：用钢瓶装或用亚硫酸氢钠和硫酸反应生成二氧化硫，使用前均需进行干燥脱水。

3 准备工作

3.1 卡尔费休试剂的配制

3.1.1 量取140ml吡啶注入250ml干燥的洗气瓶内，洗气瓶的进出口用乳胶管或塑料管连接，并用夹子夹紧，玻璃磨口接头处涂少许润滑脂

3.1.2 称量装有吡啶的洗气瓶，并记录其重量。

3.1.3 将装有吡啶的洗气瓶放入装有碎冰和食盐的保温瓶内，将洗气瓶进气口与

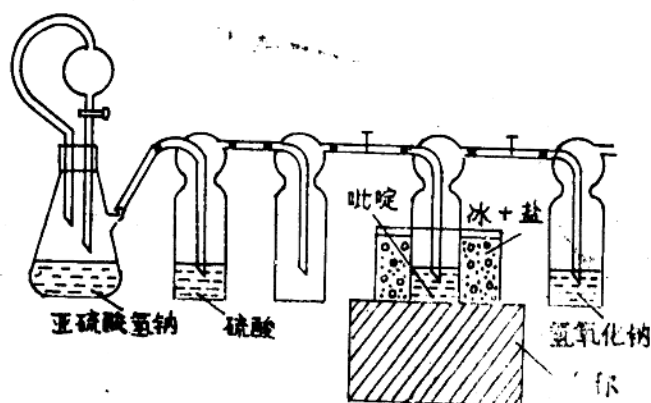


图5-12-2 制备二氧化硫系统

二氧化硫发生器出口的缓冲瓶相接。出口管与一个装有10%氢氧化钠的吸收瓶相联，整个装置应放在通风橱里。

3.1.4 打开洗气瓶进出口管夹子，缓慢地通入二氧化硫使之在吡啶中鼓泡，大约30分钟，直至洗气瓶增重 30 ± 1 g为止，此溶液为吡啶——二氧化硫溶液。

3.1.5 关闭进气管口的夹子和二氧化硫发生器的截门，最后关闭出气管的夹子，取下洗气瓶。

3.1.6 在500ml干燥的棕色瓶中加入157ml无水甲醇和15.1g碘，充分摇动使其完全溶解。此溶液为甲醇——碘溶液。

3.2 电解液的配制

3.2.1 阳极液（按体积百分数计）

将氯仿34%，四氯化碳3%，甲醇——碘溶液22%，吡啶——二氧化硫溶液21%，乙二醇20%注入干燥的棕色瓶内，充分混合摇匀，封好瓶口，标明配制日期，放入干燥器内，稳定24小时后使用。

3.2.2 阴极液（按体积百分数计）

甲醇——碘溶液35%，四氯化碳26%，吡啶——二氧化硫溶液13%，乙二醇26%注入干燥棕色瓶内，充分混摇均匀，封好瓶口，标明配制日期，放入干燥器内，稳定24小时后使用。

3.3 电解池的安装

3.3.1 将预先清洗干燥的电解池阳极室放入搅拌子，并加入70ml阳极电解液；在阴极室内加入2ml阴极电解液，其液面与阳极室溶液在同一水平面或稍微低些。

3.3.2 安放电极时，要注意电极方向与电解液的搅拌方向成切线。

3.3.3 干燥管内装入变色硅胶，然后盖好所有的塞子，并在玻璃磨口处涂上高真空硅脂。

4 试验步骤

4.1 按仪器说明书连接仪器电源线，调试仪器。

4.2 将电极引线接到库仑分析仪指定位置。开动电磁搅拌器，开始电解所存在的残余水分。若电解液过碘，注入适量含水甲醇或纯水，此时电解液颜色变浅，最后呈黄色进行电解。

4.3 当电解液达到终点，选择合适的延迟时间（一般放在50秒档），按下启动钮，用0.5μl注射器量取0.1μl蒸馏水或除盐水（或用已知含水量的标样），通过电解池上新的进样口注入电解池，进行校正，仪器显示毫库仑数与理论值的相对误差不应超过±50%（即1072±50）超出此范围，应调整电流补偿器。当连续三次进0.1μl水均达要求值，才能认为仪器调整完毕。

4.4 仪器调整平衡后，用注射器取试油，再排掉，冲洗三次最后准确量取1ml试油（若试油含水量低，可以增加进油量）。

4.5 按启动钮，试油通过电解池上部的进样口注入电解池。此时自动电解至终点，记下显示数字。同一试验至少重复二次以上，取平均值。

油中水分含量按下式计算：

$$X = \frac{Q \times 10^3}{D \times V \times 10722}$$

式中：X——水分含量，ppm；

Q——试油消耗的电量，mC；

D——试油的视密度，g/ml；

V——试油的体积，ml。

6 精 密 度

6.1 二次平行测试结果的差值不得超过下列数值:

样品含水范围 (ppm)	允许差 (ppm)
10以下	2.9
10~15	3.1
16~20	3.3
21~25	3.5
26~30	3.8
31~40	4.2

6.2 取二次平行试验结果的算术平均值为测定值。

5.1.3 运行中变压器油水分含量测定法 (气相色谱法) (GB7601—87)

本方法适用于测定运行变压器油中的水份,

变压器油中的水份被气化后,以高分子多孔微球为固定相进行分离,用热传导检测器检测,采用工作曲线法定量。

1 仪 器

1.1 气相色谱仪

其进样器应能排放残油或采用反吹气路。

1.2 检测器——热传导检测器

1.2.1 桥流: 90~180mA,

1.2.2 最小检测浓度: 小于0.5ppm (体积)。

1.3 色谱柱

1.3.1 不锈钢柱: 内径3mm, 长1m; 填充高分子多孔微球GDX-103 (60~80目)。

1.3.2 分离度: 变压器油中水峰与其前相邻峰的分度R大于或等于1。

2 试 剂

正庚烷——分析纯。

使用前应进行水洗处理:

将分析纯正庚烷用不低于15℃的等体积去离子水(或二次蒸馏水)在分液漏斗内至少洗涤三次。每次洗涤,其振荡时间不少于1分钟,静置时间5分钟。洗毕,将其移入25ml具塞比色管或小口试剂瓶内,并加入四分之一正庚烷体积的去离子水(或二次蒸馏水),在室温下(最好有保温措施)至少恒定两小时,做为标样备用。

3 试验条件

- 3.1 层析室温度: 130~140℃;
3.2 气化室温度: 160~180℃;
3.3 载气流速: N_2 (或Ar), 30~40mL/min;
3.4 进样量: 10 μ L。

4 试验步骤

4.1 绘制工作曲线

4.1.1 用10 μ L微量注射器注入不同体积 (V_i) 正庚烷标样, 记录相应的水峰高度 (h_i)。

4.1.2 测量微量注射器针头死体积内正庚烷标样中的水峰高度 (h_0)。

4.1.3 计算不同进样体积正庚烷标样的真实水峰高度 (h)。

$$h = h_i - h_0$$

4.1.4 根据试验时的室温由表1查出正庚烷标样的饱和含水值 (W)。

表 1

正庚烷中饱和水值

温 度 (°C)	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
含水值(ppm)	31.5	34.0	36.1	38.9	41.1	43.9	46.4	49.2	52.0	55.1	58.3	61.7	65.0
温 度 (°C)	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35
含水值(ppm)	68.4	72.1	76.0	80.3	85.0	89.3	94.1	99.2	104.8	110.5	116.5	122.5	128.9

* 采用中国科学院“正庚烷中饱和水值”换算成了体积ppm。

4.1.5 按下式计算正庚烷标样不同进样体积的含水值。

$$W_i = W \cdot V_i$$

式中: W_i ——正庚烷标样不同进样体积的含水量;

W ——室温正庚烷饱和含水值ppm (体积)。

V_i ——标准正庚烷进样体积, μ l;

4.1.6 按下式计算折合变压器油含水值 (W_Y)。

$$W_Y = \frac{W_i}{V_Y}$$

式中: W_Y ——折合变压器油含水值, ppm (体积);

W_i ——正庚烷标样不同进样体积含水量;

V_Y ——试油进样体积, μ l。

4.1.7 绘制 $h \sim W_Y$ 关系曲线

4.2 样品分析

4.2.1 在与绘制工作曲线相同的操作条件下注入 $10\mu\text{l}$ 变压器油样品,测定其水峰高度(h_v)。

4.2.2 由工作曲线查出与 h_v 相对应的水值。

5 试验要求

5.1 微量注射器必须洁净、干燥;进样前必须用样品冲洗。

5.2 做工作曲线时,应至少取五种不同体积的正庚烷标样分别进行平行试验,平行试验测定结果的峰高相对偏差不得超过3%。

5.3 每次开机试验时,应先对工作曲线进行校核,若误差超过5%,应重新做工作曲线。

6 精密度

6.1 两次平行试验结果的差值不超过4.2ppm。

6.2 取两次平行试验结果的算术平均值为测定值。

5.1.4 运行中汽轮机油破乳化度测定法

(GB7605—87)

本标准适用于测定新汽轮机油和运行中汽轮机油的破乳化度(即油与水分离的能力)。

1 定 义

在规定试验条件下,同体积的试油与蒸馏水通过搅拌形成乳浊液,测定其达到分离(即油、水分界面乳浊液层的体积等于或小于3 mL时)所需要的时间。

2 仪器和试剂

2.1 破乳化时间测定器:

2.1.1 搅拌桨:不锈钢制,如图5.1.4.1。

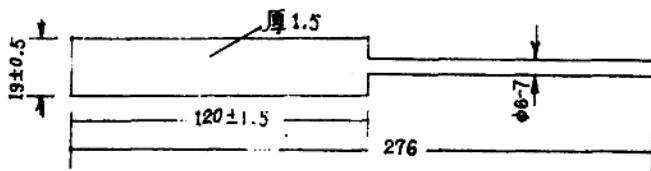


图 5.1.4.1 搅拌桨规格

2.1.2 搅拌马达: $1500 \pm 50 \text{ r/min}$

2.1.3 水浴缸:用耐热玻璃制做,底部有支撑板,上部有固定量筒夹具,其水面能浸到量筒的85mL刻度,附有搅拌。

2.1.4 控温器:控温范围 $0 \sim 100^\circ\text{C}$,控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

2.2 量筒：用耐热玻璃制做。容积100ml（在5~100ml范围内，分度为1.0mL）内径 28 ± 1.0 mm。

2.3 秒表

2.4 溶剂汽油（或石油醚）

2.5 铬酸洗液

3 准备工作

3.1 将破乳化时间测定器的加热水浴升温，并使之恒定在 $54 \pm 1^\circ\text{C}$

3.2 用洗涤剂洗净量筒上的油污后，再用铬酸洗液浸泡，清水冲洗，最后再用蒸馏水洗净（至器壁不挂水珠）。

3.3 用蘸有溶剂汽油（或石油醚）的脱脂棉擦净搅拌浆，吹干。

4 试验步骤：

4.1 在室温下向洁净的量筒内依次注入40mL蒸馏水和40mL试油，并将其置于已恒温至 $54 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水浴中。

搅拌浆垂直放入量筒内，并使浆端恰在量筒的5mL刻度处。

4.2 量筒恒温20分钟，即启动搅拌马达，同时开启秒表计时。搅拌5分钟，立即关停搅拌马达，迅速提起搅拌浆，并用玻璃棒将附着在浆上的乳浊液刮回量筒中。

4.3 仔细观察油、水分离情况，当油、水分界面的乳浊液层体积减至等于或小于3mL时（注1），即认为油、水分离，从停止搅拌到油、水分离所需的时间即为该油的破乳化时间。

注1：乳浊层或量筒壁上存有个别乳化泡，可以不考虑。

5 精密度

5.1 两次平行测定结果的差值，不应超过下列数值：

破乳化时间 (min)	重复性 (r) (min)
0~10	1.0
11~30	3.0
31~50	4.0
51~60	5.0

5.2 取两次平行测定结果的算术平均值作为试验结果。

5.1.5 运行中汽轮机油、变压器油T501抗氧化剂含量测定法 (分光光度计法) (GB7602—87)

本方法适用于新油及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 成钼兰铬合

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型或其它型。

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1kg, 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T501即可。

3.2 标准油的配制: 称取T501抗氧化剂1g (称准至0.0001g), 溶于199g基础油中, 此油T501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T501含量为0.1%、0.2%、0.3%、0.4%。溶解T501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的石油醚，摇匀后加入10ml35%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，于通风柜内在水浴加热蒸发掉石油醚，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，于通风柜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，使钼兰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，加热微沸至完全透明。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，读取吸收度值。

4.1.2 将测得的吸收度值和T501抗氧化剂mg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 用试油测得吸收度值，在标准曲线图上查得T501抗氧化剂含量的mg数。

5 结果计算

T501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T501抗氧化剂含量，mg；

G——试油重量，g。

6 允许差