

T/CEC

中国电力企业联合会标准

T/CEC 125—2016

**矿物绝缘油中总腐蚀性
硫含量检测方法**

**Test methods for quantitative determination of total corrosive
sulfur in unused and used mineral insulating oils**

2016-10-21 发布

2017-01-01 实施

中国电力企业联合会 发布

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件	1
3 方法概要	1
4 仪器设备	1
5 试剂和材料	1
6 分析步骤	2
7 精密度	3
8 试验报告	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：国网湖南省电力公司电力科学研究院。

本标准参加单位：广东电网有限责任公司电力科学研究院。

本标准主要起草人：万涛，周舟，冯兵，钱晖，邱应军，钱艺华，龚尚昆，吴俊杰，李臻，刘赞。

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）。

矿物绝缘油中总腐蚀性硫含量检测方法

1 范围

本标准规定了矿物绝缘油中总腐蚀性硫含量的定量检测方法。

本标准适用于未添加金属钝化剂含有腐蚀性硫的矿物绝缘油的测定，包括未使用和已使用的矿物绝缘油。

本标准矿物绝缘油中腐蚀性硫含量的测定范围为：5mg/kg~1000mg/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 7597 电力用油（变压器油、汽轮机油）取样方法

3 方法概要

主要的检测方法为：将铜粉与待测油样在 150℃下反应 12h，使铜粉与腐蚀性硫化物充分反应生成硫化亚铜。然后取出铜粉，将铜粉表面绝缘油清洗干净。再用硝酸钾在 350℃将硫化亚铜氧化为硫酸铜，随后将硫酸铜溶解至水中，用等离子发射光谱检测溶液中的硫酸根含量。通过溶液中硫酸根浓度可计算绝缘油中总腐蚀性硫含量。

4 仪器设备

4.1 等离子体发射光谱仪

包含进样系统、RF发生器、分光系统的光谱仪。在仪器运行稳定后，能够达到下列标准者均可使用：

- a) 反射功率不大于 10W；
- b) 功率波动不大于 0.1%；
- c) 频率稳定性不大于 0.1%。

氦气吹扫 6h 以上，检测波长：181.972nm，每次检测样品前，需进行硫酸根标准工作曲线绘制。

4.2 油浴

具有加热搅拌功能，温度范围为室温至 200℃，误差±2℃，搅拌速度 0r/min~1000r/min。

4.3 高温炉

温度范围为室温至 1000℃，误差±5℃。

4.4 分析天平

感量 0.0001g。

5 试剂和材料

5.1 硫酸根标准水样：浓度 1000mg/L，国家二级标准物质。

T / CEC 125—2016

- 5.2 铜粉：纯度大于 99.9%，粉末粒径约 40 μ m。
- 5.3 硝酸钾：分析纯。
- 5.4 异辛烷：分析纯。
- 5.5 戊烷：分析纯。
- 5.6 纯水：依据 GB/T 6682 规定，一级。
- 5.7 反应瓶：20mL 硼硅酸盐玻璃瓶，带聚四氟乙烯上盖，能够承受 150℃ 的高温。
- 5.8 氩气：纯度 \geq 99.999%。

6 分析步骤

6.1 采样

应符合 GB/T 7597 的规定。

6.2 样品处理

6.2.1 称取 3g（准确至 0.1g）铜粉，取约 10g 试油，加入 20mL 硼硅酸盐玻璃小瓶中，放入磁子，充入氩气 5min，排出空气，旋紧盖子，称重确定试油质量。然后放入 150℃ 油浴中反应 12h，搅拌速度为 700r/min~800r/min。

6.2.2 开启瓶盖，将油放出，注意不可排出铜粉。加入 10mL 异辛烷至瓶中，700r/min~800r/min 搅拌约 5min，静置约 7min，排出溶剂，注意不要排出铜粉，铜粉用辛烷和戊烷各漂洗两次。然后在 40℃，速度为 350r/min 搅拌下干燥 60min，冷却后取出磁子。

6.2.3 在瓶中加入 2g 硝酸钾混匀，350℃ 反应 2h 直至铜粉变黑。冷却至室温，加入 10mL 去离子水，煮沸 15min~20min，冷却至室温。

6.2.4 将溶液和瓶底铜粉搅匀静置，然后将水溶液转移至 25mL 容量瓶中，用去离子水冲洗两次，冲洗的水同样转移至瓶中，定容。注意不要将固体倒出。

6.3 仪器准备

6.3.1 开机应按照仪器使用说明进行预热，并打开氩气吹扫光室，时间不少于 6h。

6.3.2 典型分析条件：

载气压力：0.55MPa~0.60MPa；

CID 温度： \leq -40℃，且稳定；

光室温度：38℃ \pm 0.2℃；

点火稳定：5min~10min；

进样管泵管应无堵塞，雾化器内水溶液应雾化完全。

6.3.3 典型仪器设置：

冲洗泵速：50mL/min~100mL/min；

分析泵速：40mL/min~60mL/min；

样品冲洗时间：30s；

RF 功率：1150kW；

辅助气体流量：1.0L/min；

雾化器气体流量：0.50L/min；

冷却器流量：12L/min。

6.4 样品测试

6.4.1 标准曲线绘制

将 1000mg/L 标准溶液按不同比例稀释配制不同浓度工作标准溶液，参照表 1。工作标准溶液的有效期为三个月。

表 1 硫酸根标准溶液的配制

序列	标准溶液浓度 mg/L	硫酸根标准溶液（1000mg/L）加入量 mL	纯水加入量 mL
1	1.00	0.10	99.90
2	10.00	1.00	99.00
3	100.00	10.00	90.00
4	500.00	50.00	50.00
5	1000.00	100.00	0.00

6.4.2 水溶液硫酸根含量检测

对样品溶液进行硫酸根含量检测，测定结果取两次平行测试的平均值，结果保留小数点后两位。

6.4.3 结果计算

总腐蚀性硫含量按下式计算：

$$TCS = [(C_{\text{sulfate}} \times 25 / M_{\text{sulfate}}) \times M_S] / m_{\text{oil}}$$

式中：

TCS ——总腐蚀性硫含量，mg/kg；

C_{sulfate} ——样品溶液中硫酸根浓度，mg/L；

25——样品溶液体积，mL；

M_{sulfate} ——硫酸根分子量，取值 96.06；

M_S ——硫原子量，取值 32.07；

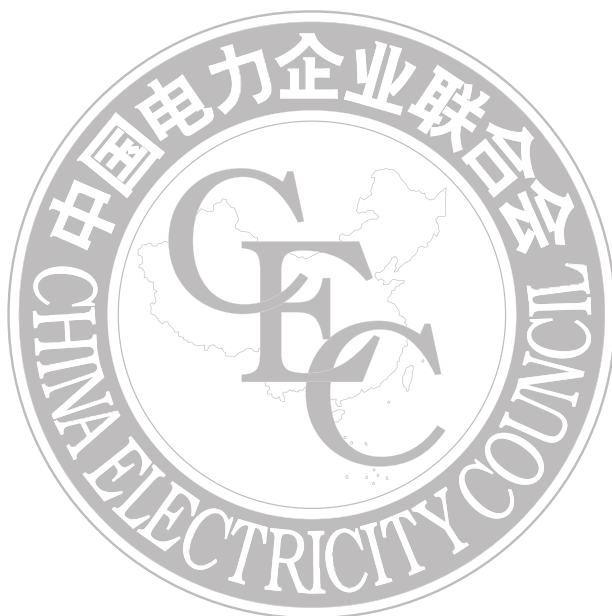
m_{oil} ——试油质量，g。

7 精密度

本标准在总腐蚀性硫含量为 5mg/kg~10mg/kg 的重复性限 (r) 应小于 3mg/kg，10mg/kg~100mg/kg 的重复性限 (r) 应小于 10mg/kg，100mg/kg~1000mg/kg 的重复性限 (r) 应小于 50mg/kg。

8 试验报告

测试报告取三次测试结果的平均值，单位为 mg/kg。



中国电力企业联合会标准
矿物绝缘油中总腐蚀性硫含量检测方法

T / CEC 125—2016

*

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>)

北京传奇佳彩印刷有限公司印刷

*

2016年10月第一版 2016年10月北京第一次印刷

880毫米×1230毫米 16开本 0.5印张 8千字

*

统一书号 155123·3351 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

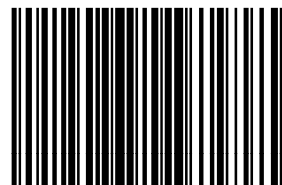
版权专有 翻印必究



中电联微信公众号



中国电力出版社官方微信



155123.3351