

红外光谱法在变压器油和汽轮机油中T501抗氧化剂含量测定上的应用

摘要:

抗氧化剂T501有延长变压器和汽轮机运行寿命的作用，因此对它的测定有利于充油高压电力设备的安全运行和维护。目前检测变压器油和汽轮机油中T501抗氧化剂含量的方法主要有分光光度法、液相色谱法和红外光谱法。从所用仪器设备和试剂材料方面来比较，分光光度法和液相色谱法所用的仪器设备和试剂材料等远远多于红外光谱法，且其中甲醇溶剂有剧毒，不利于检验人员的人身安全；从样品前处理方面来比较，分光光度法和液相色谱法需要对待测油样和标准油样进行复杂的样品前处理，而且实验步骤繁多，使用的玻璃仪器较多，实验往往一次很难成功。

本文参考国标GB/T 7602.3-2008《变压器油、汽轮机油中T501抗氧化剂含量测定法 第3部分：红外光谱法》提供的方法，应用港东FTIR-650型红外光谱仪测定变压器油和汽轮机油中T501抗氧化剂含量，具有操作简单、精密度高、分析检测需要时间短、试剂耗费低，大大提高了工作效率，提高经济效益等优点。

关键词：红外光谱法，变压器油，汽轮机油，抗氧化剂，定量分析

一、原理

变压器油和汽轮机油中由于添加了抗氧化剂T501在红外光谱 3650 cm^{-1} ($2.74\text{ }\mu\text{m}$)波数处出现酚羟基伸缩振动吸收峰，该吸收峰的吸光度与抗氧化剂T501浓度成正比关系，通过绘制标准曲线，从而求出油样中T501抗氧化剂的质量百分含量。

二、实验条件

1、仪器及附件:

FTIR 傅里叶变换红外光谱仪650；固定液体池。

2、分析条件:

分辨率 4 cm^{-1} ；扫描次数64次；扫描范围 $4000\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 。

3、药品：

除另有规定外，所有试剂均为分析纯；四氯化碳，基础变压器油（客户提供，可自行配制，配制方法参考国标GB/T 7602.3-2008变压器油、汽轮机油中T501 抗氧化剂含量测定），T501 抗氧化剂。

4、其它：

分析天平（精度0.0001g），吸耳球，移液枪（20-200 μ D）。

三、标准品与样品制备及测试

1、标准油的制配

称取T501抗氧化剂0.5g（精确称取至0.0001g），加热至不高于70℃条件下，溶于99.5g基础油中，制成含0.50%T501的标准油。此油避光保存于棕色瓶中，可以使用三个月。再称取此油2.0g、4.0g、8.0g、12.0g、16.0g，分别溶于16.0g、12.0g、8.0g、4.0g、2.0g基础油中，得到T501含量分别为0.05%、0.10%、0.20%、0.30%、0.40%的标准油。

2、标准曲线的绘制

（1）用移液枪（20-200 μ D）抽取0.50%T501的标准油，缓慢地注满液体吸收池。

（2）将注满标准油样的液体吸收池放在傅里叶红外光谱仪的吸收池架上，记录3800 cm^{-1} ~3500 cm^{-1} 段的红外光谱图，重复扫描三次。若三次扫描示值计算得到的吸光度A的最高值和最低值之差大于0.010时，则需要重新测定，否则取三次测定结果的算数平均值作为测定结果。

（3）按照上述方法分别测定含有0.05%、0.10%、0.20%、0.30%、0.40%T501的标准油的红外光谱谱图。

（4）读取在3650 cm^{-1} 处吸收峰的最大吸光度值A（精确到0.001）。

3、油样的测定

（1）用移液枪（20-200 μ D）抽取标准油样，缓慢地注入与绘制标准曲线所用的同一个液体吸收池中。

（2）在与绘制标准曲线完全相同的仪器条件下，按照上述方法测定油样的吸光度，计算出油样的吸光度值。

（3）用得到的A值在标准曲线上查得T501的重量百分比含量。

四、测试结果

1、标准曲线的绘制

参照国标GB/T 7602.3-2008变压器油、汽轮机油中T501抗氧化剂含量测定法建立抗氧化剂标准曲线，分别得到基础油中T501抗氧化剂含量分别为0%、0.05%、0.10%、0.20%、0.30%、0.40%、0.50%的红外光谱图，记录 $3800\text{cm}^{-1}\sim 3500\text{cm}^{-1}$ 段的红外光谱图，如下图所示，并且重复扫描三次，取三次测定的算数平均值作为测定结果。

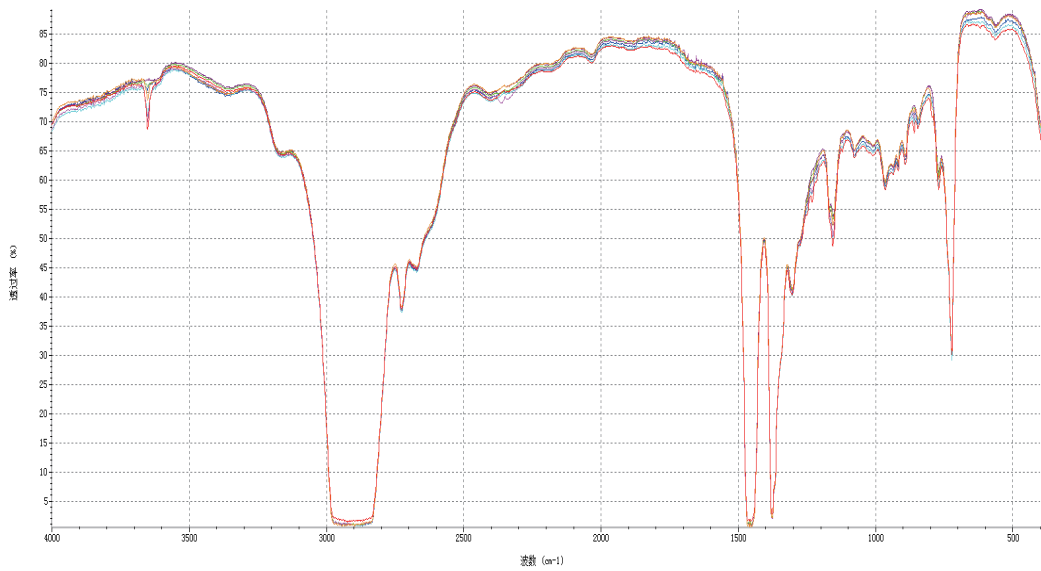


图1 紫色谱线、绿色谱线、深蓝色谱线、黄色谱线、亮蓝色谱线、粉紫色谱线、红色谱线分别对应0%、0.05%、0.10%、0.20%、0.30%、0.40%、0.50%T501抗氧化剂的基础油

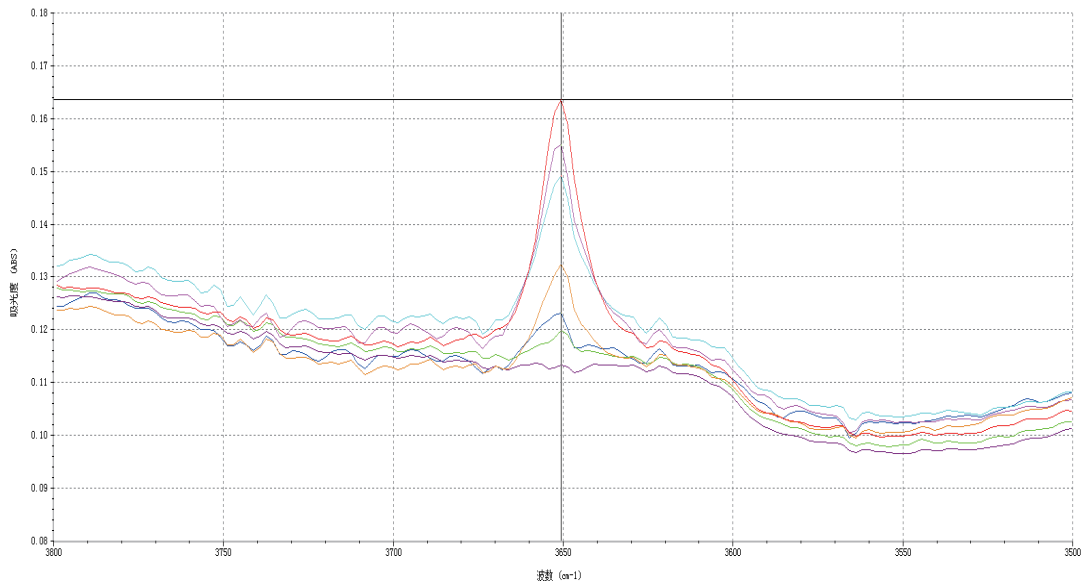


图2 将图1局部放大，截取其红外谱图的 $3800\text{cm}^{-1}\sim 3500\text{cm}^{-1}$

2、测试结果

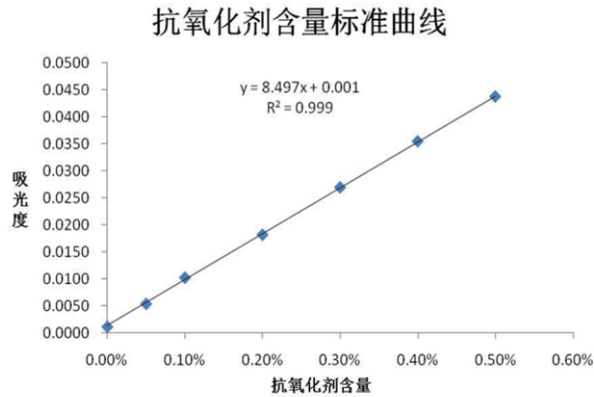


图3 T501抗氧化剂含量的标准曲线

3、计算含量

变压器油抗氧化剂含量标准曲线为 $y=8.497x+0.001$ ，所以油样中抗氧化剂含量约为0.0883%。

五、实验结论

采用红外光谱法测定变压器油中T501抗氧化剂的含量，方法准确、快速，工作曲线接近 $R^2=1$ ，完全满足定量测试要求。

