



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103940888 A

(43) 申请公布日 2014. 07. 23

(21) 申请号 201410054661. 2

(22) 申请日 2014. 02. 18

(71) 申请人 广西电网公司电力科学研究院

地址 530023 广西壮族自治区南宁市兴宁区
民主路 6-2 号

申请人 长沙理工大学

(72) 发明人 黄云光 朱志平 刘陈瑶 于卫卫

唐彬 张龙飞

(74) 专利代理机构 广西南宁公平专利事务所有

限责任公司 45104

代理人 王素娥

(51) Int. Cl.

G01N 27/48 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

利用线性扫描伏安法检测变压器油中抗氧化剂含量的方法

(57) 摘要

本发明公开了利用线性扫描伏安法检测变压器油中抗氧化剂含量的方法,该方法是将一定量待测变压器油超声溶解于一定体积的支持电解质中,得到待测样,然后以直径 6mm 的石墨电极为工作电极,利用电化学工作站采用线性扫描伏安法,在特定的条件下,对待测样进行电化学检测,根据所得线性扫描伏安曲线图,在 T501 抗氧化剂特征峰的峰电流与其在变压器油中浓度成正比关系的基础上,建立起了利用线性扫描伏安法检测变压器油中 T501 抗氧化剂含量的方法。与现有技术相比,本发明不仅成本低廉、操作简单、测量迅速、准确度高,而且可实现对样品的现场分析,对于变压器油中 T501 抗氧化剂含量的快速准确测定,具有非常大的意义。

1. 利用线性扫描伏安法检测变压器油抗氧化剂含量的方法,其特征在于:包括以下步骤:

1) 工作电极的预处理:运用 $0.3\ \mu\text{m}$ 氧化铝抛光粉打磨直径 6mm 的石墨电极,然后用去离子水冲洗,并在无水乙醇中超声 3min ;

2) 待测样品的配制:将变压器油超声溶解于支持电解质中,变压器油与支持电解质的体积比为 $1 \sim 1.5 : 50$,所述支持电解质为 $0.1 \sim 0.3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的氢氧化钾乙醇溶液;

3) 电化学检测:以直径 6mm 的石墨电极为工作电极,饱和甘汞电极为参比电极,213 型铂电极为辅助电极,组成三电极体系,利用电化学工作站采用线性扫描伏安法对待测样品进行电化学测试;

线性扫描伏安法的测定条件有两种,两种情况下所得线性扫描伏安图谱完全不同,均可得到 T501 抗氧化剂特征峰的峰电流与其在变压器油中浓度的正比线性关系,而且在所得线性扫描伏安曲线图中, T501 抗氧化剂特征峰灵敏度都非常高、峰型平滑:

测定条件一:初始电位 0V ,终止电位 -0.4V ,电位增量 $0.1\text{V} \cdot \text{s}^{-1}$,采样间隔 0.001V ,静置时间 2s ;

测定条件二:初始电位 -0.4V ,终止电位 $+0.4\text{V}$,电位增量 $0.1\text{V} \cdot \text{s}^{-1}$,采样间隔 0.001V ,静置时间 2s ;

4) T501 含量标准曲线的绘制:按照待测样品的配制步骤,分别依次将 T501 含量为 0.01% 、 0.02% 、 0.03% 、 0.04% 、 0.05% 、 0.1% 、 0.2% 、 0.3% 、 0.4% 、 0.5% 的标准变压器油样,配制为标准样品,然后利用线性扫描伏安法,按照电化学检测步骤,分别依次对所得的十种标准样品进行电化学测试,在所得线性扫描伏安曲线图对应的 TXT 文本中,分别读取 T501 抗氧化剂特征峰的峰电流,以 T501 含量为横坐标,以峰电流为纵坐标,绘制出 T501 含量的标准曲线;

5) 待测油样中 T501 含量的测定:按照待测样品的配制步骤,取一定量的待测变压器油样超声溶解于一定体积的支持电解质中,配制得到待测样品,然后利用电化学工作站采用线性扫描伏安法,按照电化学检测步骤,在相同的条件下,分别依次对空白样品、待测样品进行电化学测试,在所得线性扫描伏安曲线图对应的 TXT 文本中,读取 T501 抗氧化剂特征峰的峰电流 P ,将 P 带入标准曲线,计算得出待测油样中 T501 抗氧化剂含量;

6) 采用线性扫描伏安法,在相同的条件下,依次对空白样品、待测样品进行电化学测定,得到线性扫描伏安法特征曲线,在线性扫描伏安法特征曲线所对应的 TXT 文本中,读取图 2 中 $-0.3\text{V} \sim -0.1\text{V}$ 区间内, T501 抗氧化剂特征氧化峰的高度值 P ,将 P 值带入相应标准曲线,计算 T501 抗氧化剂含量。

利用线性扫描伏安法检测变压器油中抗氧化剂含量的方法

技术领域

[0001] 本发明属于化学检测技术领域,具体是利用线性扫描伏安法检测变压器油抗氧化剂含量的方法。

背景技术

[0002] 为了有效地完成变压器油多方面的功能,变压器油本身必须具备良好的化学、物理和电气等方面的性能。变压器油在运行过程中不可避免的要发生氧化,生成大量的过氧化物及醇、醛、酮、酸等氧化产物,这些氧化产物对于电力系统设备的安全运行具有非常大的危害。

[0003] 变压器油在出厂时均添加有 T501 抗氧化剂,以改善油的氧化稳定性。但是过量的抗氧化剂会影响油品的电气性能,同时因净化器的投运、滤油机处理油中老化产物等因素的影响,油中抗氧化剂的含量会逐渐损耗。GB/T7595—2008《运行中变压器油质量标准》规定国产新油、再生油中 T501 质量分数不低于 0.3%~0.5%,运行中油不低于 0.15%,否则应进行补加。

[0004] 目前,常用的检测变压器油中 T501 抗氧化剂含量的方法有分光光度法、液相色谱法以及红外光谱法,但是每一种方法都存在很大的缺陷:分光光度法,样品预处理复杂,所用仪器和药品较多,重复性差;液相色谱法和红外光谱法,检测相对准确,但仪器设备非常昂贵,测定时间较长,不利于方法的大面积推广。

[0005] 显而易见,目前还没有一种比较成熟且简单易行的变压器油中 T501 抗氧化剂含量的测定方法。

[0006] 因此,开发出一种成本低廉、操作简单、测量迅速、准确度高的变压器油中 T501 抗氧化剂含量的测定方法,具有很大的意义。

发明内容

[0007] 本发明的目的是提供一种成本低廉、操作简单、测量迅速、准确度高的利用线性扫描伏安法检测变压器油抗氧化剂含量的方法,以克服现有技术所存在的缺陷和满足实际情况的需求。

[0008] 本发明解决上述技术问题的技术方案如下:

[0009] 利用线性扫描伏安法检测变压器油抗氧化剂含量的方法,包括以下步骤:

[0010] 1. 工作电极的预处理:运用 0.3 μm 氧化铝抛光粉打磨直径 6mm 的石墨电极,用去离子水冲洗,然后依次在去离子水、无水乙醇中分别超声 2-3min。

[0011] 2. 待测样品的配制:将变压器油超声溶解于支持电解质中,其中变压器油和支持电解质体积比例为 1~1.5:50,所述支持电解质为 0.1~0.3 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的氢氧化钾乙醇溶液。

[0012] 3. 电化学检测:以直径 6mm 的石墨电极为工作电极,饱和甘汞电极为参比电极,213 型铂电极为辅助电极,组成三电极体系,利用电化学工作站采用线性扫描伏安法对待测

样品进行电化学测试。

[0013] 线性扫描伏安法的测定条件有两种,两种情况下所得线性扫描伏安图谱完全不同,均可得到 T501 抗氧化剂特征峰的峰电流与其在变压器油中浓度的正比线性关系,而且在所得线性扫描伏安曲线图中,T501 抗氧化剂特征峰灵敏度都非常高、峰型平滑:

[0014] 测定条件一:初始电位 0V,终止电位 -0.4V,电位增量 $0.1\text{V}\cdot\text{s}^{-1}$,采样间隔 0.001V,静置时间 2s。

[0015] 测定条件二:初始电位 -0.4V,终止电位 +0.4V,电位增量 $0.1\text{V}\cdot\text{s}^{-1}$,采样间隔 0.001V,静置时间 2s。

[0016] 4. T501 含量标准曲线的绘制:按照步骤 2,分别依次将 T501 含量为 0.01%、0.02%、0.03%、0.04%、0.05%、0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、0.5% 的标准变压器油样,配制为标准样品,然后利用线性扫描伏安法,按照步骤 3,分别依次对所得的十种标准样品进行电化学测试,在所得线性扫描伏安曲线图对应的 TXT 文本中,分别读取 T501 抗氧化剂特征峰的峰电流,以 T501 含量为横坐标,以峰电流为纵坐标,绘制出 T501 含量的标准曲线。

[0017] 5. 待测油样中 T501 含量的测定:按照步骤 2,取一定量的待测变压器油样超声溶解于一定体积的支持电解质中,配制得到待测样品,然后利用电化学工作站采用线性扫描伏安法,在相同的条件下,分别依次对空白样品、待测样品进行电化学测试,在所得线性扫描伏安曲线图对应的 TXT 文本中,读取 T501 抗氧化剂特征峰的峰电流 P,将 P 带入标准曲线,计算得出待测油样中 T501 抗氧化剂含量。

[0018] 6. 采用线性扫描伏安法,在相同的条件下,依次对空白样品、待测样品进行电化学测定,得到线性扫描伏安法特征曲线,在线性扫描伏安法特征曲线所对应的 TXT 文本中,读取图 2 中 -0.3V ~ -0.1V 区间内,T501 抗氧化剂特征氧化峰的高度值 P,将 P 值带入相应标准曲线,计算 T501 抗氧化剂含量。

[0019] 本发明具有如下有益效果:

[0020] (1) 本发明方法不仅成本低廉、操作简单、测量迅速、准确度高,而且可实现对样品的现场分析、具有良好的稳定性和重现性,是对现行的电力用油抗氧化剂含量测量方法标准的一种强有力的补充,对于变压器油中 T501 抗氧化剂含量的快速准确测定,具有非常大的意义。

[0021] (2) 本发明所采用的线性扫描伏安法,测定条件一为:初始电位 0V,终止电位 -0.4V,电位增量 $0.1\text{V}\cdot\text{s}^{-1}$;测定条件二为:初始电位 -0.4V,终止电位 0.4V,电位增量 $0.1\text{V}\cdot\text{s}^{-1}$,采样间隔 0.001V,静置时间 2s。最大限度的优化了一种电化学测试方法最重要的三个方面:扫描方向、扫描范围以及扫描速度,大大提高了测量的灵敏度,降低了方法的测量下限。

[0022] (3) 本发明采用直径 6mm 的石墨电极做为工作电极,采用 $0.1\sim 0.3\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的氢氧化钾乙醇溶液做为支持电解质,采用的变压器油和支持电解质的溶解体积比例为 (1 ~ 1.5):50,最大限度的优化了变压器油中 T501 抗氧化剂含量的电化学测定条件,大大减小了测量误差,为实验所得结果的准确性提供了保证。

附图说明

[0023] 图 1 是本发明实施例 1 中在空白样品分析中所得的线性扫描伏安曲线图。

- [0024] 图 2 是本发明实施例 1 中在待测样品分析中所得的线性扫描伏安曲线图。
[0025] 图 3 是本发明实施例 2 中在空白样品分析中所得的线性扫描伏安曲线图。
[0026] 图 4 是本发明实施例 2 中在待测样品分析中所得的线性扫描伏安曲线图。

具体实施方式

[0027] 本发明的目的在于提供一种成本低廉、操作简单、测量迅速、准确度高的变压器油中 T501 抗氧化剂含量的测定方法,以克服现有技术所存在的缺陷和满足实际情况的需求。

[0028] 下面结合具体实施例对本发明作进一步说明:

[0029] 实施例 1

[0030] 利用线性扫描伏安法检测变压器油抗氧化剂含量的方法

[0031] 检测步骤:

[0032] (1) 配制 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钾乙醇溶液。

[0033] (2) 工作电极的预处理:运用 $0.3\mu\text{m}$ 氧化铝抛光粉打磨直径 6mm 的石墨电极,然后用去离子水冲洗,并在无水乙醇中超声 3min。

[0034] (3) 待测样品的配制:移取 50ml $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钾乙醇溶液做为空白样品。移取 1.5ml 含有 T501 抗氧化剂质量分数为 0.5% 的标准变压器油,超声溶解于 50ml $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钾乙醇溶液中,做为待测样品。

[0035] (4) 选择线性扫描伏安法的测定条件为:初始电位 0V,终止电位 -0.4V,电位增量 $0.1\text{V} \cdot \text{s}^{-1}$,采样间隔 0.001V,静置时间 2s。

[0036] (5) T501 含量标准曲线的绘制:按照待测样品的配制步骤,分别依次将 T501 含量为 0.01%、0.02%、0.03%、0.04%、0.05%、0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、0.5% 的标准变压器油样,配制为标准样品,然后利用线性扫描伏安法,按照电化学检测步骤,分别依次对所得的十种标准样品进行电化学测试,在所得线性扫描伏安曲线图对应的 TXT 文本中,分别读取 T501 抗氧化剂特征峰的峰电流,以 T501 含量为横坐标,以峰电流为纵坐标,绘制出 T501 含量的标准曲线。

[0037] (6) 采用线性扫描伏安法,在相同的条件下,依次对空白样品、待测样品进行电化学测定,测定条件为:初始电位 0V,终止电位 -0.4V,电位增量 $0.1\text{V} \cdot \text{s}^{-1}$,采样间隔 0.001V,静置时间 2s,得到线性扫描伏安法特征曲线(图 1 和图 2)。在线性扫描伏安法特征曲线所对应的 TXT 文本中,读取图 2 中 -0.3V ~ -0.1V 区间内, T501 抗氧化剂特征氧化峰的高度值 P, $P=1.979\text{e}-5\text{A}$ 。将 P 值带入相应标准曲线,计算 T501 抗氧化剂含量 X, $X=0.497\%$ 。

[0038] 实施例 2

[0039] 利用线性扫描伏安法检测变压器油抗氧化剂含量的方法

[0040] 检测步骤:

[0041] 在实施例 2 中,步骤同实施例 1,区别仅在于线性扫描伏安法测定条件改为:初始电位 -0.4V,终止电位 +0.4V,电位增量 $0.1\text{V} \cdot \text{s}^{-1}$,采样间隔 0.001V,静置时间 2s,在该条件下,依次对空白样品、待测样品进行电化学测定,得到线性扫描伏安法特征曲线(图 3 和图 4)。

[0042] 在线性扫描伏安法特征曲线所对应的 TXT 文本中,读取图 4 中 -0.3V ~ -0.1V 区间内, T501 抗氧化剂特征氧化峰的高度值 P, $P=-2.776\text{e}-5\text{A}$ 。将 P 值带入相应标准曲线,计

算 T501 抗氧化剂含量 X, $X=0.498\%$ 。

[0043] 以上仅为本发明的具体实施例,并不以此限定本发明的保护范围;在不违反本发明构思的基础上所作的任何替换与改进,均属本发明的保护范围。

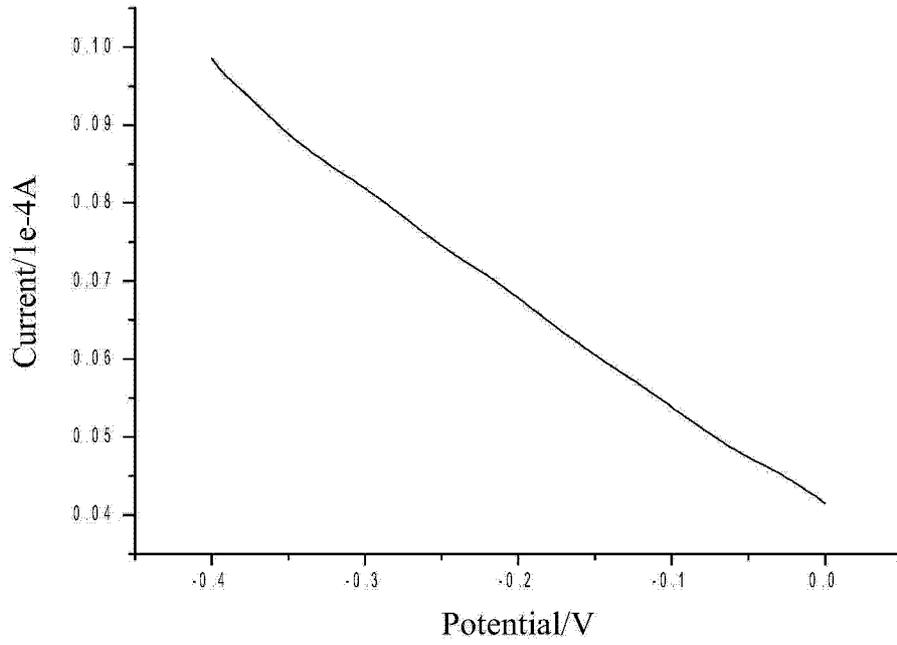


图 1

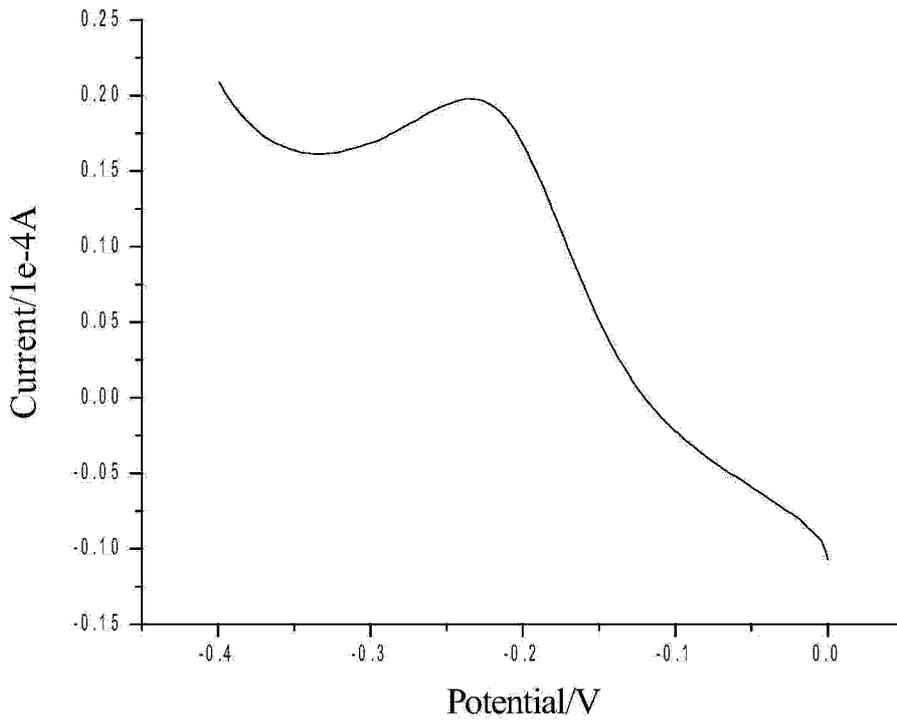


图 2

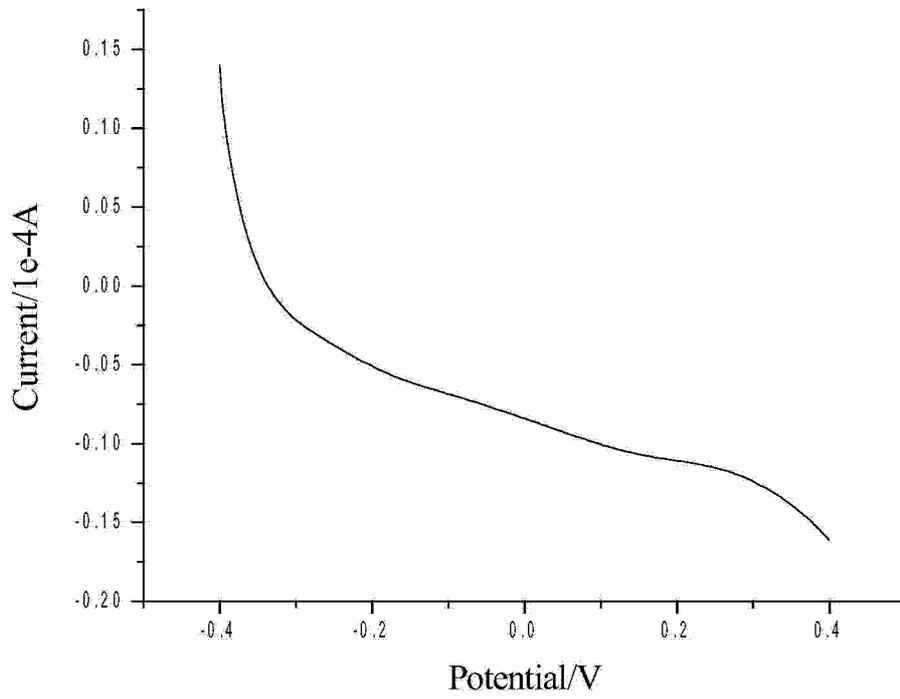


图 3

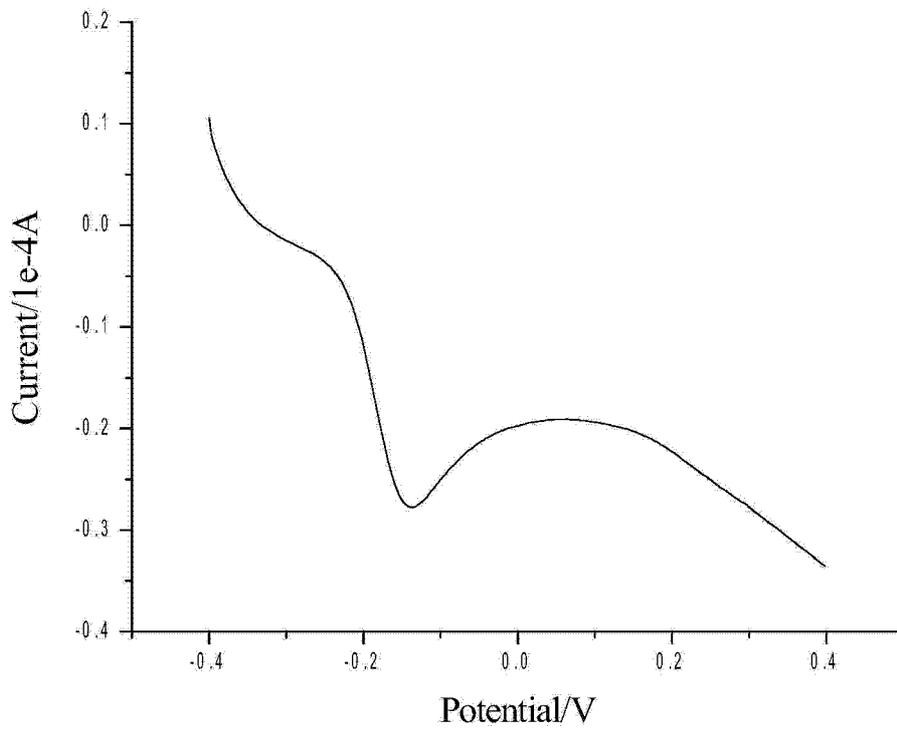


图 4