



中华人民共和国国家标准

GB/T 7598—2008
代替 GB/T 7598—1987

运行中变压器油水溶性酸测定法

Determination of water-soluble acid in transformer oils in service

2008-09-24 发布

2009-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法概要	1
4 试剂和材料	1
5 准备工作	2
6 试验步骤	3
7 精密度	3
附录 A (资料性附录) 水溶性酸测定法(酸度计法)	4
附录 B (资料性附录) 水溶性酸测定法(海立奇比色计法)	6

前 言

本标准代替 GB/T 7598—1987《运行中变压器油、汽轮机油水溶性酸测定法(比色法)》。

本标准与 GB/T 7598—1987 的主要技术差异为：

- 将本标准的名称修订为《运行中变压器油水溶性酸测定法》。
- 修改了本标准的适用范围。
- 对原标准中的 pH 标准缓冲溶液、pH 标准比色溶液和指示剂增加了有效使用期。
- 对原标准中的指示剂做了修订。
- 对原标准增加了 pH 标准比色溶液的配制步骤。
- 对原标准中的比色步骤做修订。
- 对比色法的精密度进行了修订。
- 将原标准内容进行了适当的重新编排。
- 在附录中增加了酸度计法和该方法的精密度。

本标准附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国电力企业联合会提出并归口。

本标准起草单位：西安热工研究院有限公司。

本标准主要起草人：冯丽萍、肖秀媛、孟玉婵。

本标准所代替标准历次版本发布情况为：

- GB/T 7598—1987。

运行中变压器油水溶性酸测定法

1 范围

本标准规定了运行中变压器油的水溶性酸的测定方法。

本方法适用于运行中变压器油,其他矿物油的水溶性酸的测定可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

3 方法概要

在试验条件下,试验油样与等体积蒸馏水混合后,取其水抽出液部分,通过比色,测定油中水溶性酸。结果用 pH 值表示。同理,可采用酸度计法,参见附录 A;海利奇比色,参见附录 B。

4 试剂和材料

4.1 除盐水或二次蒸馏水,煮沸后,pH 为 6.0~7.0,电导率小于 $3 \mu\text{s}/\text{cm}(25 \text{ }^\circ\text{C})$ 。

4.2 邻苯二甲酸氢钾:基准试剂。

4.3 磷酸二氢钾:基准试剂。

4.4 氢氧化钠:分析纯。

4.5 盐酸:分析纯,相对密度为 1.19。

4.6 无水磷酸氢二钠:优级纯。

4.7 pH 指示剂:溴甲酚绿,溴甲酚紫。其配制方法及变色范围见表 1。

表 1 指示剂的配制

指示剂名称	变色范围	配制方法
溴甲酚绿	3.8~5.4 黄~蓝	将 0.1 g 溴甲酚绿与 7.5 mL 0.02 mol/L 氢氧化钠一起研匀,用除盐水稀释至 250 mL,再用 0.1 mol/L 氢氧化钠或盐酸调整 pH 值为 4.5~5.4
溴甲酚紫	5.2~6.8 黄~紫	将 0.1 g 溴甲酚紫溶于 9.25 mL 0.02 mol/L 氢氧化钠中,用除盐水稀释至 250 mL。再用 0.1 mol/L 氢氧化钠或盐酸调整 pH 值为 6.0

4.8 比色管:具塞,直径为 15 mm,容量 10 mL。

4.9 锥形瓶:250 mL。

4.10 分液漏斗:250 mL。

4.11 量筒:50 mL。

4.12 温度计:0 $^\circ\text{C}$ ~100 $^\circ\text{C}$ 。

4.13 水浴。

4.14 比色盒:参见图 1。

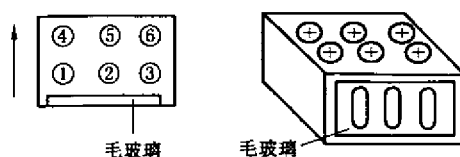


图 1 比色盒示意图

5 准备工作

5.1 配制缓冲溶液

5.1.1 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾溶液

准确称取预先在 100 ℃~110 ℃干燥过的邻苯二甲酸氢钾(4.2)40.846 g,溶于适量水(4.1)中,移入 1 000 mL 容量瓶,再稀释至刻度,并摇匀。

5.1.2 0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液

准确称取预先在 100 ℃~110 ℃干燥过的磷酸二氢钾(4.3)7.218 g,溶于适量水(4.1)中,移入 1 000 mL 容量瓶,再稀释至刻度,并摇匀。pH 为 3.8~7.0,间隔为 0.2。

5.1.3 0.1 mol/L 盐酸溶液

量取 17 mL 浓盐酸(4.5)注入 1 000 mL 容量瓶,用水(4.1)稀释至刻度(此溶液浓度约为 0.2 mol/L),再用依据 GB/T 601 制备的标准碱溶液进行标定,配制成 0.1 mol/L 的盐酸溶液。

5.1.4 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液

迅速称取 8 g 氢氧化钠(4.4)放入小烧杯中,加入 50 mL~60 mL 蒸馏水(4.1)使其溶解,移入 1 000 mL 容量瓶,再加 2 mL~3 mL 10% 的氯化钡溶液以沉淀碳酸盐,稀释至刻度,静置澄清。取上层清液(此溶液浓度约为 0.2 mol/L),用 GB/T 601 制备的标准酸溶液进行标定,配制成 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液。

5.1.5 pH 标准缓冲溶液

按表 2 的要求配制 pH 标准缓冲溶液。

表 2 pH 标准缓冲溶液的配制

pH	0.1 mol/L 盐酸/mL	0.2 mol/L 苯二甲酸氢钾/mL	0.1 mol/L 氢氧化钠/mL	0.2 mol/L 磷酸二甲氢钾/mL	稀释至体积/mL
3.6	6.3	25			100
3.8	2.9	25			100
4.0	0.1	25			100
4.2		25	3.0		100
4.4		25	6.6		100
4.6		25	11.1		100
4.8		25	16.5		100
5.0		25	22.6		100
5.2		25	28.8		100
5.4		25	3.1		100
5.6		25	38.8		100
5.8		25	42.3		100

表 2 (续)

pH	0.1 mol/L 盐酸/mL	0.2 mol/L 苯二甲 酸氢钾/mL	0.1 mol/L 氢氧 化钠/mL	0.2 mol/L 磷酸二甲 氢钾/mL	稀释至体积/mL
6.0			5.6	25	100
6.2			8.1	25	100
6.4			11.6	25	100
6.6			16.4	25	100
6.8			22.4	25	100
7.0			29.1	25	100

5.2 配制 pH 标准比色液

5.2.1 pH 为 3.6~pH5.4 标准比色液的配制:按表 2 分别取 pH3.6~pH5.4 标准缓冲溶液 10 mL 于 10 mL 具塞比色管中,各加入 0.25 mL 溴甲酚绿指示剂,并摇匀备用。

5.2.2 pH 为 5.6~pH7.0 标准比色液的配制:按表 2 分别取 pH5.6~pH7.0 标准缓冲溶液 10 mL 于 10 mL 具塞比色管中,各加入 0.25 mL 溴甲酚紫指示剂,并摇匀备用。

注: pH 标准比色液的有效期为 3 个月,每次配置时,必须采用新配制的 pH 标准缓冲溶液和新配制的指示剂。

6 试验步骤

6.1 量取 50 mL 油样于 250 mL 锥形瓶内,加入刚煮沸过的蒸馏水 50 mL,加热,在 70℃~80℃ 下摇动 5 min。

6.2 将锥形瓶中的液体倒入分液漏斗内,待分层并冷至室温后,取 10 mL 水抽出液加入具塞比色管,同时加入 0.25 mL 溴甲酚紫指示剂(4.7),当呈现浅紫色或紫色时,放入比色盒与 pH 标准比色液(5.2.2)进行比色,记录其 pH 值;当呈现黄色时另取 10 mL 水抽出液加入比色管,同时加入 0.25 mL 溴甲酚绿指示剂(4.7),放入比色盒与 pH 标准比色液(5.2.1)进行比色,记录其 pH 值。

7 精密度

7.1 重复性

同一操作者用相同仪器对同一样品在相同条件下重复测定的两个结果之差不超过 0.1 pH。

7.2 再现性

不同实验室、不同操作者按本方法对同一样品测定的两个结果之差不应超过 0.8 pH。

附 录 A
(资料性附录)
水溶性酸测定法(酸度计法)

A.1 仪器

实验室用 pH 计, pH 电极、饱和或 3 mol/L 的氯化钾甘汞电极; 烧杯: 50 mL; 锥形瓶: 250 mL; 分液漏斗: 250 mL; 量筒: 50 mL; 温度计: 0 °C ~ 100 °C; 水浴。

A.2 准备工作

A.2.1 pH=4.0 的标准缓冲溶液的配制

准确称取预先在 100 °C ~ 110 °C 干燥过的邻苯二甲酸氢钾 10.21 g 溶解于少量的水(4.1)中, 并准确稀释至 1 L, 摇匀。

A.2.2 pH=6.86 的标准缓冲溶液的配制

准确称取预先在 100 °C ~ 110 °C 干燥过的磷酸二氢钾 3.390 g 以及无水磷酸氢二钠 3.55 g, 溶解于少量的水(4.1)中, 并准确稀释至 1 L, 摇匀。

注: 标准缓冲溶液也可用相应的商品 pH 标准物质直接配制。

A.3 试验步骤

A.3.1 仪器校正

仪器开启稳定 30 min 后, 按仪器说明书的规定进行调零、温度补偿以及满刻度校正。

A.3.2 pH 定位

在 pH 定位前先用水(4.1)冲洗电极及测试烧杯 2 次以上, 然后用干净滤纸将电极底部残留的水滴轻轻吸干。将 pH=6.86 的标准缓冲溶液倒入测试杯内, 浸入电极, 进行定位, 重复 1~2 次, 直至误差在允许范围内。

A.3.3 复定位

复定位就是将上述定位后的 pH 计对另一 pH 值的标准缓冲溶液进行测定, 如所测结果与复定位缓冲溶液的 pH 相差 ±0.05 pH 以内时, 即可认为仪器和电极均属正常。本方法中采用 pH=4.0 的标准缓冲溶液进行复定位。

A.3.4 试样准备

量取 50 mL 试样于 250 mL 锥形瓶内, 加入刚煮沸过的蒸馏水 50 mL, 加热(禁止明火)至 70 °C ~ 80 °C, 并在此温度下摇动 5 min。

A.3.5 测试

将锥形瓶中的液体倒入分液漏斗内, 待分层并冷却至室温, 下层为待测的水溶液。将复定位后的电极和测试烧杯反复用水(4.1)冲洗 2 次以上, 再用待测的下层水溶液冲洗 2 次以上, 然后取适量待测水溶液于测试烧杯中, 立即将电极浸入测试烧杯中水溶液内进行测试, 读取仪表指示的 pH 值, 并记录。

测试完毕后, 应将电极用水(4.1)反复冲洗干净, 最后将 pH 电极浸泡在蒸馏水中备用。

A.4 精密度

A.4.1 重复性

同一操作者用相同仪器对同一样品在相同条件下重复测定的两个结果之差不超过 0.31。

A.4.2 再现性

不同实验室、不同操作者按本方法对同一样品测定的两个结果之差不应超过 1.22。

A.5 报告

取重复测定两个结果的算术平均值作为测定结果。

附录 B

(资料性附录)

水溶性酸测定法(海立奇比色计法)

B.1 仪器

B.1.1 海立奇比色计:见图 B.1。

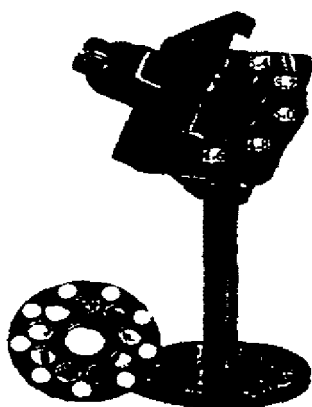


图 B.1 海立奇比色计

B.1.2 比色盘

pH3.8~pH5.4(溴甲酚绿),pH6.0~pH7.6(溴百里香酚蓝),间隔为 0.2。

B.1.3 比色管:容量 8 mL。

B.1.4 温度计:0℃~100℃。

B.1.5 水浴。

B.2 试剂

B.2.1 pH 指示剂

指示剂的配制方法及变色范围见表 B.1。指示剂应存放在严密的棕色试剂瓶内,保存于阴暗处。

表 B.1 指示剂的配制

指示剂名称	变色范围	配置方法
溴甲酚绿	3.8~5.4 黄~蓝	称取 0.1 g 溴甲酚绿与 7.5 mL 0.02 mol/L 氢氧化钠一起研匀,用除盐水稀释至 250 mL。再调整 pH 值为 5.4
溴百里香酚蓝 (BTB)	6.0~7.6 黄~蓝	将 0.1 g 溴百里香酚蓝与 8.0 mL 0.02 mol/L 氢氧化钠一起研匀,用除盐水稀释至 250 mL。再调整 pH 值为 7.0

B.2.2 试验用水

除盐水或二次蒸馏水,煮沸后 pH 为 6.0~7.0,电导率小于 3 $\mu\text{s}/\text{cm}$ (25℃)。

B.3 试验步骤

B.3.1 量取 50 mL 试油于 250 mL 锥形瓶内,加入等体积刚煮沸的水(B2.2),加热(禁用明火)至 70℃~80℃,并在此温度下,摇动 5 min。

B.3.2 将锥形瓶中的液体倒入分液漏斗内,待分层并冷至室温后,取 5 mL 水抽出液,加入比色管里,

同时加入 0.3 mL 溴甲酚绿指示剂,摇匀后放入海立奇比色计的比色槽里与比色盘进行比色,记录其 pH 值。

注:当试油的 pH 值大于 5.4,可用溴百里香酚蓝。

B.4 精密度

B.4.1 两次平行试验结果的 pH 差值不超过 ± 0.1 。

B.4.2 取两次平行试验结果的平均值为测定值。
