

电气绝缘油中硫磷氯元素的 X 射线荧光筛选分析

EDX-036

摘要：国家标准《电工流体 变压器和开关用的未使用过的矿物绝缘油》(GB2536-2011) 对变压器油、超高压变压器油、低温开关油、断路器油等电气绝缘油中硫 (S)、多氯联苯 (PCB)、磷 (P) 等物质进行了一定的限制。而岛津 EDX-7000/8100 能量色散型 X 射线荧光光谱仪能够方便快捷地对电气绝缘油中硫 (S)、氯 (Cl)、磷 (P) 等元素的进行初步筛选分析，无需化学前处理。

关键词：岛津 EDX-7000/8100 能量色散型 X 射线荧光光谱仪 电气绝缘油荧光筛选分析

国家标准《电工流体 变压器和开关用的未使用过的矿物绝缘油》(GB2536-2011) 对变压器油、超高压变压器油、低温开关油、断路器油等电气绝缘油中硫 (S)、多氯联苯 (PCB)、等物质进行了限制，硫 (S) 小于 1500mg/kg (质量比)，多氯联苯 (PCB) 不得检出，有的行业如电力电网还对磷 (P) 进行限制。

不安定硫化物或游离状态的硫的存在会促使有害皂类的形成和油的酸性反应以及金属的腐蚀，故变压器油要求腐蚀性硫完全脱除；多氯联苯 (PCB) 因其电气性能好、可燃性低而在最初作为合成绝缘油得至

广泛使用，当发现 PCB 对环境会造成不利影响时，许多国家都禁止使用。

岛津 EDX-7000/8100 能量色散型 X 射线荧光光谱仪，采用新型硅漂移检测器 (SDD)，实现了高灵敏度、高分辨率的分析要求，能够快速无损进行电气绝缘油中硫 (S)、氯 (Cl)、磷 (P) 等元素的初步筛选分析，如果低于限定值（如多氯联苯 -PCB 也可通过分析 Cl 是否检出来进行初步筛查），就无须进行化学前处理及化学分析，操作简单，方便快捷。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7000/8100 能量色散型 X 射线
荧光光谱

1.2 分析条件

分析元素：S,P,Cl
氛围：氦气
电压 (kV)：15
电流 (uA)：自动
DT(%)：30
滤光片：无
分析时间 (s)：100



图 1 EDX-7000/8100

1.3 参考标样

表 1 参考标样 单位: mg/kg

编号	S	P	Cl	备注
M ₀	15000	3000	100	混标
M ₁	7500	1500	50	混标
M ₂	750	150	5	混标
Cl ₂	-	-	25	氯单标
Cl ₃	-	-	10	氯单标
S ₂	50	-	-	硫单标
S ₃	10	-	-	硫单标
S ₄	5	-	-	硫单标
P ₂	-	50	-	磷单标
P ₄	-	5	-	磷单标
空白	0	0	0	空白油

■ 样品前处理

样品直接装样品杯中进行分析，无须样品前处理。

■ 结果与讨论

3.1 使用参考标样制作元素的校准曲线

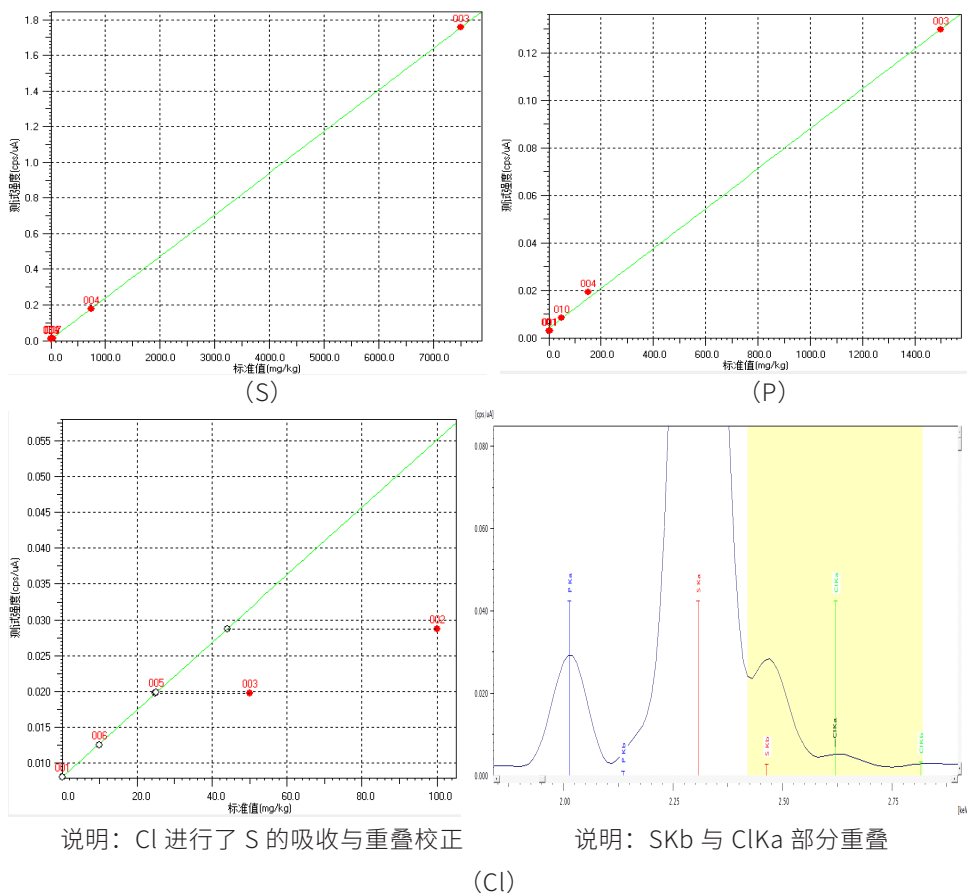


图 2 元素校准曲线

3.2 元素检出限

连续 10 次分析空白样品，空白样品的 3 倍标准偏差即为检出限。

元素	S	P	Cl
检出限	7.95	17.4	7.76

3.3. 复重性分析:

连续 10 次分析样品的复重性。

元素	S	P	Cl
10 次平均值	6693.4	1479.5	88.89
CV(%)	0.75	3.63	3.56

3.4. 实际样品对照分析

连续 3 次分析样品的平均值对照。

元素	S	P	Cl
样品 1 平均值	ND	ND	17.86
参考值	/	/	20.02
样品 2 平均值	17.60	1380.76	13.38
参考值	16.54	1405	11.5
样品 3 平均值	2604.85	994.39	ND
参考值	2500	1000	/

说明: 1) ND: 表示没有检测到; 2) /: 表示没有定值。

■ 结论

岛津 EDX-7000/8100 能量色散型 X 射线荧光光谱仪对电气绝缘油中的硫 (S)、氯 (Cl)、磷 (P) 元素的初步筛选快速分析，操作简单，无需化学前处理，是一种行之有效的快速分析方法。

参考文献

1. 《电工流体 变压器和开关用的未使用过的矿物绝缘油》(GB2536-2011)，2011 年 12 月 5 日发布，2012 年 6 月 1 日正式实施；
2. 《电力油（变压器油、汽轮机油）取样方法》(GB/T7597-2007)，2007 年 4 月 30 日发布，2008 年 1 月 1 日正式实施；
3. IEC60296-2003 标准《变压器和开关用的未使用过的矿物绝缘油规格》；
4. ASTM D3487-2009 标准《电器设备用矿物绝缘油规格》。

岛津应用云

