

Determination of Epoxy Resin in Transformer Oil by FTIR Method

Hao Ouyang¹, Yuyan Li², Qing Wang^{3*}

¹Affiliated High School of South China Normal University, Guangzhou Guangdong

²Zhixin High School, Guangzhou Guangdong

³Wuhan University, Wuhan Hubei

Email: sdytwangqing@163.com

Received: Jun. 7th, 2018; accepted: Jun. 21st, 2018; published: Jun. 28th, 2018

Abstract

It's of vital importance to determine epoxy resin in the monitoring of transformer oil. In this paper, a method for the measurement of epoxy resin in transformer oil was developed by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). Good linearity was obtained with correlation coefficient (R) equal to 0.999. Satisfied reliability and reproducibility were achieved by evaluation of relative ranging from 88.7% to 110.2%, and relative standard deviations (RSD) less than 8.42%. The method was further applied to analyze the epoxy resin in 8 running transformer oils. Particularly, the method is suitable for fast determination of the epoxy resin in transformer oils owing to its ease to use in sample treatment and analysis. The successful development of this method can also provide a reference for the establishment of epoxy resin quantification standard.

Keywords

Fourier Transform Infrared Spectroscopy, Epoxy Resin, Transformer Oil

红外光谱法定量分析变压器油中的环氧树脂

欧阳浩¹, 李语嫣², 王青^{3*}

¹华南师范大学附属中学, 广东 广州

²执信中学, 广东 广州

³武汉大学, 湖北 武汉

Email: sdytwangqing@163.com

收稿日期: 2018年6月7日; 录用日期: 2018年6月21日; 发布日期: 2018年6月28日

*通讯作者。

摘要

对环氧树脂含量的检测是变压器油绝缘性能监测中的重要环节。本文采用傅里叶红外光谱法,建立了定量检测变压器油中环氧树脂的方法。考察了该方法的线性、准确度和精密度,并进行了实际样品的分析。研究表明,该方法线性良好,线性相关系数为0.9990,检测环氧树脂的相对回收率在88.7%~110.2%之间,相对标准偏差低于8.42%,且样品处理简单,分析速度快,适用于快速定量检测变压器油中的环氧树脂。该方法的建立,也为我国制定变压器油中环氧树脂定量检测标准提供参考。

关键词

傅里叶红外光谱法, 环氧树脂, 变压器油

Copyright © 2018 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

变压器油箱内壁涂料是一类涂覆在油浸式卷铁心系列特种变压器油箱内表面并起一定绝缘作用的功能涂料[1]。近年来,国内外因变压器内壁涂料与变压器油不相容的问题导致变压器绝缘油介损增大,从而降低了变压器的绝缘,对电网的安全稳定运行造成了严重威胁。油箱内壁涂料包括酚醛涂料、聚氨酯涂料以及环氧涂料,其中以环氧涂料为主[2]。环氧涂料是以环氧树脂为主要成膜物质的涂料。环氧树脂是指分子内含有两个或两个以上环氧基,并以脂肪族、脂环族或芳香碳键为骨架并能通过环氧基团反应形成热固性树脂的低聚物[3]。已经有关于环氧树脂检测的相关报道[4][5][6],曹京宜等人采用傅里叶红外光谱技术对含有环氧、酚醛共混树脂的涂料进行定量分析,得到了各组分的相对含量[4]。但是,目前仍缺乏行之有效的环氧树脂测试标准方法,致使油品中的环氧树脂不能及时有效地被检测和发现,从而使变压器的绝缘性能逐渐下降,最后导致击穿的问题。

傅里叶红外光谱法对环氧树脂的检测,是利用环氧基在近红外区的特征吸收峰进行定性和定量分析环氧树脂环氧值的一种分析方法,可以简便地分析环氧树脂基体环氧基的含量[7]。本文通过试验获取具体数据,对环氧树脂的傅里叶红外光谱定量测试方法进行研究,有助于更直接和准确地测定变压器油中环氧树脂的含量,以保证电网的安全稳定运行,同时为我国制定变压器油中环氧树脂定量检测标准提供参考。

2. 实验部分

2.1. 仪器设备及药品

- 1) 布鲁克红外光谱仪 Tensor 27 (图 1)。选择 0.2 mm 光程的液体池,光谱仪包括光源、干涉腔体、外光路出口、样品腔、探测器腔和电源腔,OPUSTM 软件可完全控制 Tensor。
- 2) DTLC 全自动油介损测试仪。检测方法依照 GB/T 5654-2007。
- 3) 试剂。乙酸乙酯:色谱纯,从广州化学试剂厂家购买。标准物质:环氧树脂:从中国石化集团资产经营管理有限公司巴陵石化分公司购买。25#变压器空白油:不含环氧树脂。

2.2. 实验

1) 储备液配制

称取标准物质环氧树脂 0.8 g，加入乙酸乙酯至 40.000 g，在 50℃ 条件下加热搅拌 20 min，使之全部溶解，得到环氧树脂浓度(质量分数)为 2% 的储备液。将储备液储存于 100 mL 的棕色磨口瓶中并置于阴暗处保存。

2) 标准样品配制

用乙酸乙酯将储备液分别稀释 10 倍得到 0.2% 的标准样品，然后用乙酸乙酯将 0.2% 的标准样品稀释 2 倍得到 0.1% 的样品，同理，依次配制 0.05%、0.01%、和 0.001% 的标准样品，储存于棕色磨口瓶中并置于阴暗处。注意密闭保存，同时注意在配制过程中动作需快速，避免因乙酸乙酯挥发影响浓度的准确性。

3) 标准曲线的绘制

将标准样品处理后，设定红外光谱测量参数，波数范围设置为 1530~1490 cm^{-1} 。测量时，首先向液体池中注入乙酸乙酯，点击“测量背景单通道”，然后注入 0.001% 的标准溶液，点击“测量样品单通道”，测量完毕，清洗液体池，依次测量 0.01%，0.05%，0.1% 和 0.2% 的标准溶液。

如图 2，得到标准溶液的一系列谱图，选用苯基的特征吸收峰 1508 cm^{-1} 作为分析波数，纵坐标为吸



Figure 1. Bruker Fourier transform spectrometer Tensor 27
图 1. 布鲁克傅里叶红外光谱仪 Tensor 27

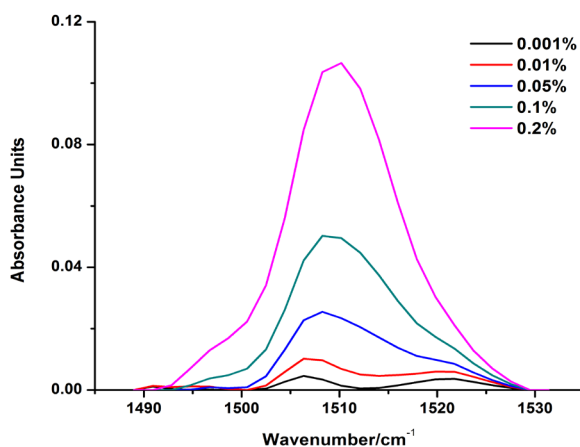


Figure 2. FTIR spectra of different concentrations of epoxy resin
图 2. 不同浓度的环氧树脂溶液的傅里叶红外光谱图

光度, 用 0.001%~0.2% 5 个浓度标准样品与其吸光度做出标准曲线(图 3)。

环氧树脂的标准曲线的线性方程为 $y = -0.010027 + 3.5846x$, 线性相关性系数是 0.9990。

4) 运行油样品测定

按照标准样品的处理方法对样品进行处理, 并按照与标准样品测定相同的条件进行测定, 以 25# 变压器空白油为背景用同一厚度的液体池测定未知样品。按照 $y = -0.010027 + 3.5846x$ 线性方程进行计算, 即可得出环氧树脂定量分析结果。

3. 结果与讨论

3.1. 方法准确度与精密度

为了考察该检测方法的准确度与精密度, 进行了相对回收率与重复性的实验。在不含环氧树脂的乙酸乙酯中添加一定浓度(0.003%、0.01%和 0.08%)的环氧树脂, 每个样品平行测定 5 次, 试验结果如表 1 所示。分析表 1 可知, 环氧树脂在 3 种浓度下的相对回收率在 88.7%~110.2%之间, 具有较好的准确度。不同浓度的相对标准偏差均不大于 8.42%, 说明本方法重复性较好, 精密度满足检测要求。

3.2. 运行油样品测定

分析表 2 可知, 环氧树脂在本实验所选择的运行变压器油中的含量较高, 一般在 0.05%左右, 个别样品中的含量达到 0.14%以上, 但在 6 号运行变压器油中未检测到环氧树脂, 说明该变压器内壁漆与变压器油有良好的相容性。

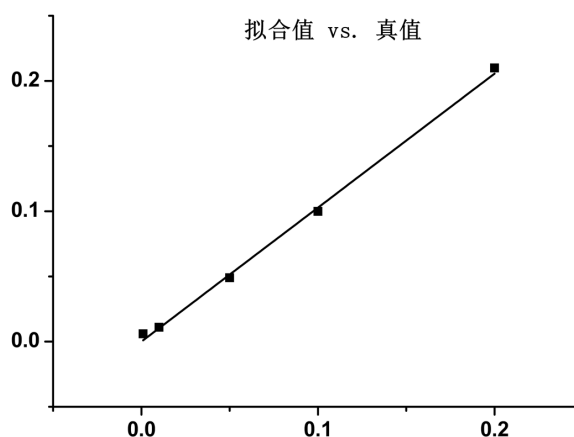


Figure 3. Standard curve of epoxy resin
图 3. 环氧树脂的标准曲线

Table 1. Relative recovery and reproducibility test results (n = 5)

表 1. 相对回收率与重复性试验结果(n = 5)

分析物	加标值/%	平均回收值/%	标准偏差/%	平均回收率/%	相对标准偏差 RSD/%
环氧树脂	0.003	0.0033	0.021	110.2	6.73
	0.01	0.011	0.071	108.3	6.73
	0.08	0.071	0.636	88.7	8.42

Table 2. Contents of epoxy resin in different running transformer oils
表 2. 不同运行变压器油中环氧树脂含量

运行变压器油编号	环氧树脂/%
1	0.031
2	0.029
3	0.101
4	0.106
5	0.055
6	0
7	0.145
8	0.052

4. 结论

研究表明：在本文制定的样品处理以及选择的试验条件下，采用傅里叶红外光谱法对变压器油中的环氧树脂进行定量分析是可行的。该方法操作简单，分析速度快，准确度与精密度高，适用于快速定量检测变压器油的环氧树脂含量。本方法可为我国制定变压器油中环氧树脂定量检测标准提供参考。

参考文献

- [1] 唐明月. 变压器涂料的施工应用[J]. 变压器, 1992, 29(5): 22-25.
- [2] 曾凡辉, 姜其斌, 陈宪宏. 变压器油箱内壁涂料的研制[J]. 现代涂料与涂装, 2006, 9(12): 7-8.
- [3] 陈治良, 刘渝萍, 刘菊英. 现代涂装手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2010.
- [4] 曹京宜, 付大海, 郭铭, 等. 红外光谱法定量分析涂料中的混合成膜树脂[J]. 仪器仪表学报, 2001, 22(z1): 15-16.
- [5] Dannenberg, H. and Harp, W.R. (1956) Determination of Cure and Analysis of Cured Epoxy Resins. *Analytical Chemistry*, **28**, 86-90. <https://doi.org/10.1021/ac60109a028>
- [6] Dannenberg, H. (1963) Determination of Functional Groups in Epoxy Resins by Near-Infrared Spectroscopy. *Polymer Engineering & Science*, **3**, 78-88. <https://doi.org/10.1002/pen.760030117>
- [7] 左洋, 李秀杰, 孙书, 等. 环氧树脂的红外光谱法快速检测技术[J]. 失效分析与预防, 2017, 12(1): 28-32.

知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2333-5394, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>
期刊邮箱: jee@hanspub.org