

通过顶空气体采样分析变压器油中气（ASTM D3612）

应用文摘 AN0030

引言

用于变压器中的绝缘流体通常是矿物油。在正常温和的条件下很少有降解发生。但是偶尔的局部或者油加热发生然后就形成了降解物。如果这些气体的浓度到了临界点，变压器失效的可能性就会大大增加。ASTM D3612 详细地描述了 3 种不同的变压器油中气的分析路径。

真空取气法是通过真空抽取装置将油中气提取出来用气相色谱法分析。洗脱柱提取法是把油放在内部高比表面小球的洗脱柱然后用载气鼓泡将油中气置换出来再进到气相色谱仪进行分析。最后是顶空取样法。就是将油样放进顶空用氩气鼓泡密封的容器中。结果是一部分溶解在油中的气体转移到顶空进样器中。这篇应用文摘描述了最后的方法：顶空采样法。

实验

SCION 变压器油中气体分析仪（简称 TOGA）由一台 SCION 456 配有 FID 和 TCD 的气相色谱仪和一台顶空进样器组成。顶空进样器处于定量管模式。图 1 详细描述了 TOGA 的原理总览图。

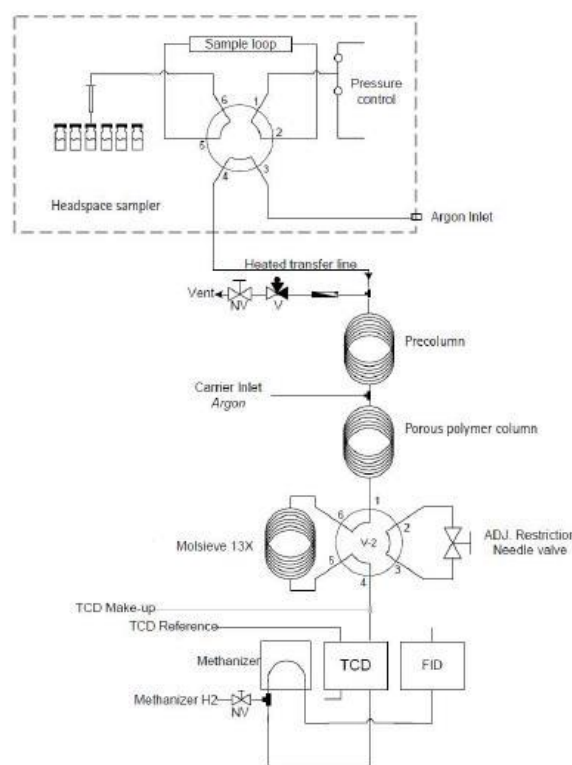


图 1. TOGA 的运行原理图

表 1 详细列出了从商业油标样进样得到的感兴趣的成分

表 1. 商用油标样成分

成分	浓度 (ppm)
氢气	88
氧气	11163
氮气	40368
甲烷	96
一氧化碳	89
二氧化碳	123
乙烯	90
乙烷	92
乙炔	84

小心地将校正标样转移到顶空瓶里。油中气被顶空自动进样器提取出来然后进到一根短的填有多孔高分子聚合物的预柱中再引入一根碳分子筛小球微填充色谱柱中。含有 H₂, O₂, N₂, CO 和 CH₄ 的部分将直接进入 SCION 分子筛填充柱。H₂, O₂, N₂ 被 TCD 检测。CO 和 CH₄ 经过甲烷化炉之后被 FID 检测。当分子筛柱旁路时, CO₂ 和 C₂-C₃ 异构体从多孔高分子小球柱流出被 FID 检测 (通过甲烷化炉之后)。C₃ 完全流出后开始反吹。C₄+被反吹。表 2a 和 2b 列出了这个文摘中所使用的方法参数。

表 2a。 GC 分析条件

条件	
柱箱	50°C (5 mins), 10°C/min to 75°C, 20°C/min to 220°C
TCD	200°C, Filament 254°C, Air 10mL/min, Carrier N ₂ / Ar
FID	300°C, Ar makeup 20mL/min, H ₂ 10mL/min, Air 300mL/min
甲烷化炉	400°C

表 2b。 阀设定值

时间 (分钟)	GSV	串 旁路	样品	事件 A
开始	填充	串	关	关
3.0	填充	串	关	开
4.2	填充	串	关	开

结果

TCD 和 FID 的色谱图列在图 2 和 3 中。

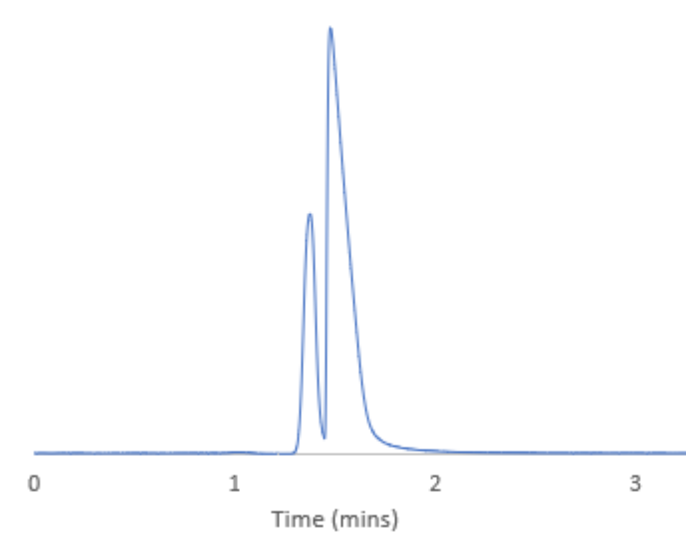


图 2. TOGA 分析。TCD 通道

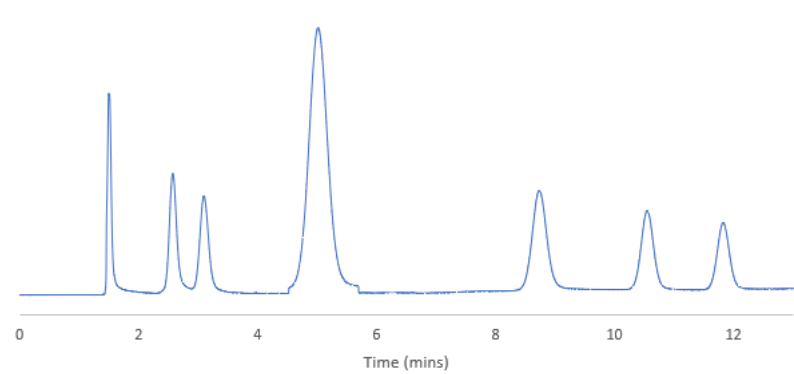


图 3. TOGA 分析。FID 通道

分析同样来源的多种样品完成重复性测试。表 3 是重复性数据而表 4 和 5 是 TOGA 的重复性图形表示。

表 3. 峰面积重复性值

Run	N ₂	CH ₄	CO ₂
1	692201	609	369764
2	696712	606	365757
3	669175	584	361535
4	678626	592	361783
5	709715	577	364403
6	702775	576	376105
7	724545	607	393602
Ave	696249.9	593	370421.3
RSD %	2.68	2.43	3.08

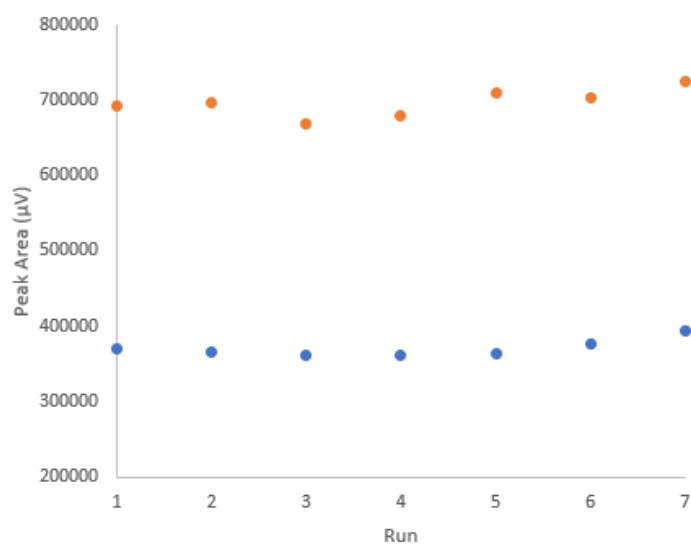


图 4. N₂ 和 CO₂ 的重复性数据

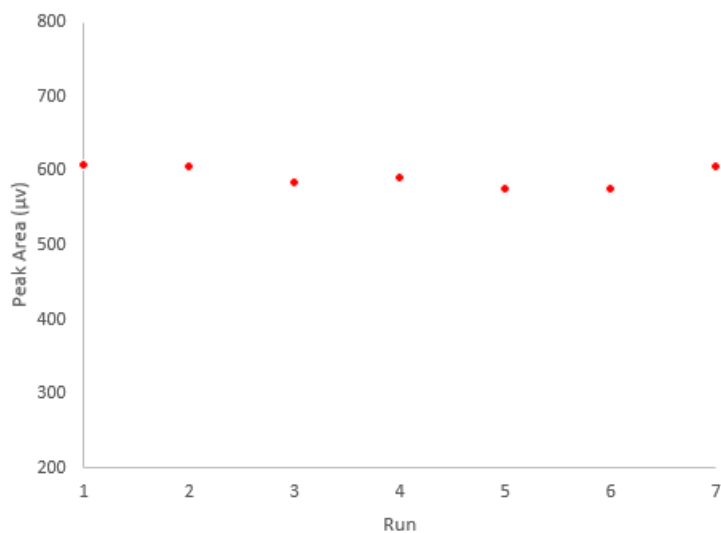


图 5. CH₄ 的重复性数据

上图显示的重复性数据都在 ASTM D3612 规定的范围之内 (N₂<5%, CO₂<4%, CH₄<4%)。

结论

所有感兴趣的组分都完全分离，容易取得的和可靠的定量结果都有很好的重复性，这就是 SCION 变压器油中气体分析仪。根据 ASTM D3612 方法 C，变压器油中溶解气体的分析可以完美地用带顶空进样器的 SCION TOGA 分析仪完成。