

TOGA 分析仪顶空进样法分析变压器油中溶解气

1 引言

绝缘液体，一般为矿物油，被应用于变压器中。温和条件下降解非常少，然而，被局部或一般加热后会有降解产物产生。如果这些气体的浓度达到临界值，变压器发生灾难性破坏可能性将增大。ASTM D3612 详细描述了变压器油气体分析的三种方法。

A . 真空提取

油中气体通过真空装置被提取后通过气相色谱分析。

B . 洗脱柱提取

通过载气将油样喷射到含很大表面积颗粒的洗脱柱中提取其中的溶解气体，然后将气体冲洗到气相色谱中进行分析。

C . 顶空进样

油样加入到一个含顶空的并用氦气吹扫的密闭容器中，这样部分油样中的溶解气体被传递到顶空中。该应用案例主要介绍方法 C。

2 实验部分

2.1 仪器配置

SCION TOGA 分析仪

SCION 456-GC 气相色谱仪

配备定量环模式的顶空进样器

Compass CDS 数据处理及控制软件

2.2 材料与试剂

市购油标样中气体含量：

H2	O2	N2	CH4	CO	CO2
88ppm	11163ppm	40368ppm	96ppm	89ppm	123ppm

2.3 样品准备

天美(中国)科学仪器有限公司
北京市朝阳区天畅园7号楼(100107)

t 010-64010651
f 010-64060202
e techcomp@techcomp.cn
w www.techcomp.cn

校准物质被轻轻传送到顶空瓶中，通过自动顶空进样器提取油样中的气体，并被注入到一根很短的多孔聚合物预柱上，进而传送到微填充分子筛柱。

组分中含有 H₂、O₂、N₂、CO 和甲烷直接被冲洗到 SCION CP-Molsieve 微填充柱中。H₂、O₂ 和 N₂ 被 TCD 检测，CO 和 CH₄ 经过转化炉后被 FID 检测。当 CP-Molsieve 色谱柱作为旁路后，从分子筛柱流出的 CO₂、C₂-C₃ 异构体经过转化炉后被 FID 检测。反吹时间需要完全反吹 C₃ 异构体、C₄ 及更高碳数组分。

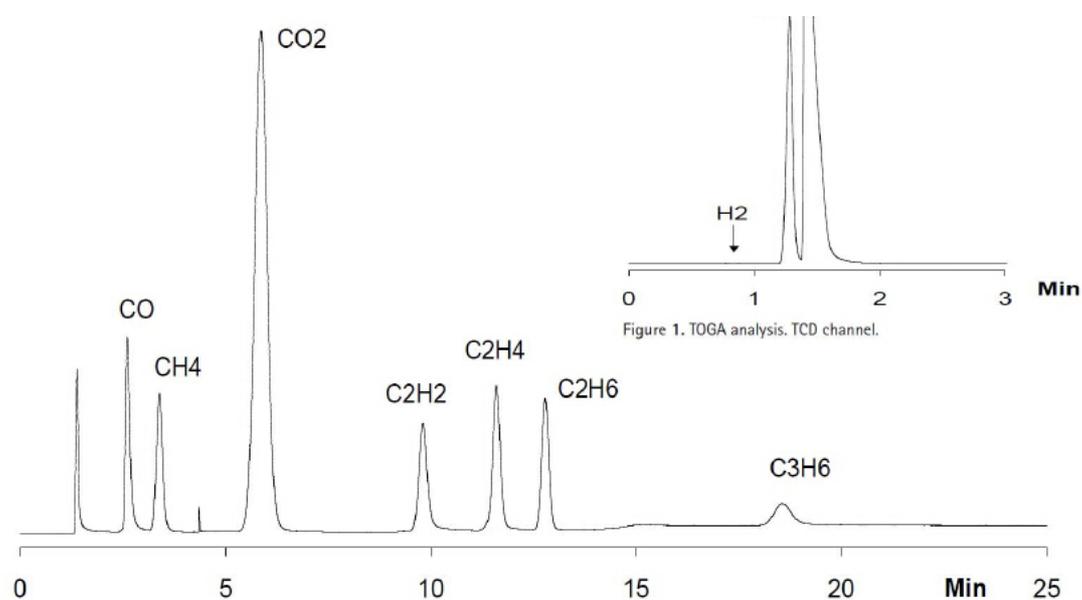


图 1 TOGA 分析，TCD (右上小图)、FID 通道色谱图

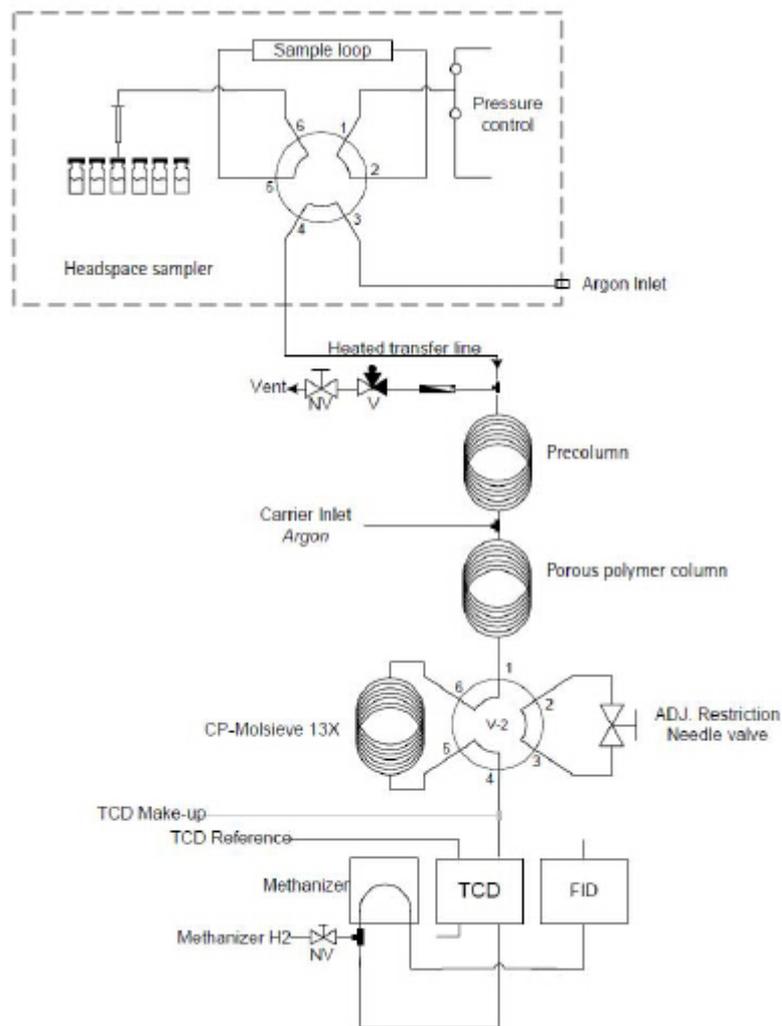


图 3 流程图

2.4 分析条件

表 1 柱温箱参数设定

升温速率 (°C/min)	阶梯温度 (°C)	时间 (min)
起始	50	5
10	75	0
20	220	10.25

表 2 TCD、FID 及甲烷转化炉设定

TCD	Ar 参比气	10ml/min
	温度	200℃
	电炉丝温度	254℃
	载气	N2/Ar
FID	温度	300℃
	氩气补偿气	20ml/min
	氢气流量	10ml/min
	空气流量	300ml/min
甲烷转化炉	温度	400℃

表 3 阀

时间 (min)	(1) 进样阀	(2) 串联/旁通	(3) 样品	(4) 事件 A
起始	充满	串联	关	关
3	充满	串联	关	开
4.2	充满	旁通	关	开

3 结果与讨论

图 1 和图 2 分别为 TCD 和 FID 通道的色谱图。重复性测试使用同表 4 中相同的复合标样测定。图 4 和图 5 为表征表 4 上述数据的曲线。

表 4 重复性数据

	N ₂	CH ₄	CO ₂
Run	Peak Area	Peak Area	Peak Area
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
n	7	7	7
Average	696249.9	593.0	370421.3
St. Dev.	18640	14.4	11414
RSD(%)	2.68	2.43	3.08

图 4 变压器油中 N2、CO2 重复性分析结果

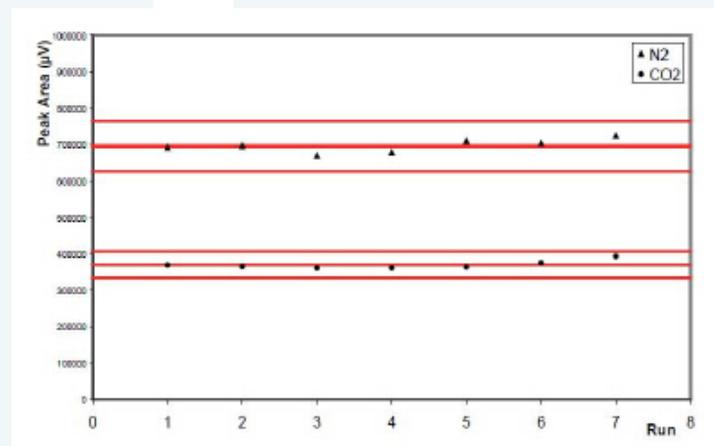
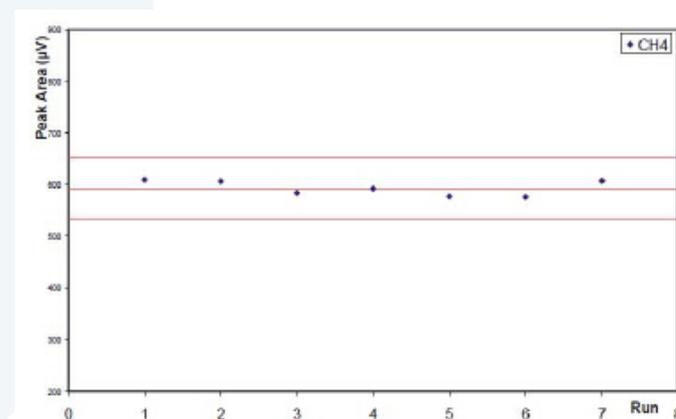


图 5 变压器油中 CH4 重复性分析结果



分析结果与 ASTM D3612 中限定的结果相一致。从表 4、图 4 和图 5 的数据清楚表明系统重复性良好并在 ASTM D3612 限定的范围以内。

4 结论

所有需要的组分都被完全分开，不但可以比较容易和可靠的定量，而且也使 SCION 变压器油分析仪具有较高的重复性。使用 SCION TOGA 加顶空进样结合 ASTM D3612，B 方法对变压器油气体进行分析，可以达到很好的效果。

5 参考资料

ASTM standard D 3612-02."Analysis of Gas Dissolved in Electrical Insultion Oil by Gas Chromatography.PART C",ASTMInternational,West Conshohocken, PA,www.astm.org.Duvekot,C.Analysis of Dissolved Gas in Transformer Oil by Gas Chromatography using a Stripper Column.scion Application Note SI-01298.