

气相色谱洗脱柱法分析变压器油中溶解气

1 引言

变压器的某些故障会产生一些气体，这些气体溶解于变压器的液体中。如果这种情况未得到及时的解决，变压器油和绝缘材料将退化，对变压器功能产生不利影响，继续下去可能使变压器彻底损坏。

变压器油中气体的定性和定量可以早期表征变压器故障。ASTM D3612 方法 B 介绍了气相色谱洗脱柱对电器绝缘油中溶解气体分析的方法。变压器油气体分析通常被称为 TOGA，基本遵循了这一分析方法，但采用反吹方法将油和不需要分析的组分放空。

2 实验部分

2.1 仪器配置

SCION 456-GC

双通道洗脱柱柱温箱

全 EFC 控制双通道气体进样阀系统

通道 1：CP-PoraPLOT™ U，25m×0.53mm (pn：CP7584)

通道 2：CP-Molsieve™ 5A 15m×0.53mm (pn：CP7543)

检测器：全 EFC 控制的火焰离子化检测器 (FID) 和热导检测器 (TCD)

SCION Compass CDS 数据处理及控制软件

TOGA 计算软件

TOGA 注射泵工具箱

2.2 样品准备

为便于操作系统配置鲁尔锁接头，该方法被广泛应用于 TOGA 分析领域。TOGA 采用进样器注射泵将油样注入分析仪中。

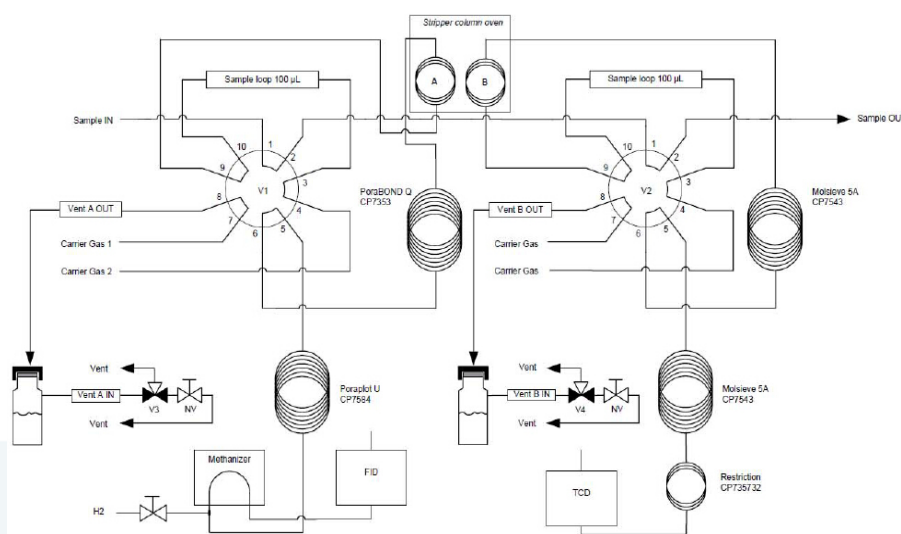


图 1 TOGA 流程图

2.3 分析条件

载气：氦气 35.5psi ; Ar 10.4psi

甲烷转化炉：400°C

检测器：TCD 120°C ; FID 200°C

洗脱柱柱温箱条件

	温度 (°C)	升温速度 (°C)	维持时间 (min)	总时间 (min)
起始	90		9	9
	120	20	9	19.5

柱温箱设定

	温度 (°C)	升温速度 (°C)	维持时间 (min)	总时间 (min)
起始	25		0.1	0.1
	30	2	0.5	3.1
	150	20	8.4	17.5

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

25	20	1	24.75
----	----	---	-------

3 结果与讨论

3.1 校正

混合标准气体（低浓度）用于校正系统

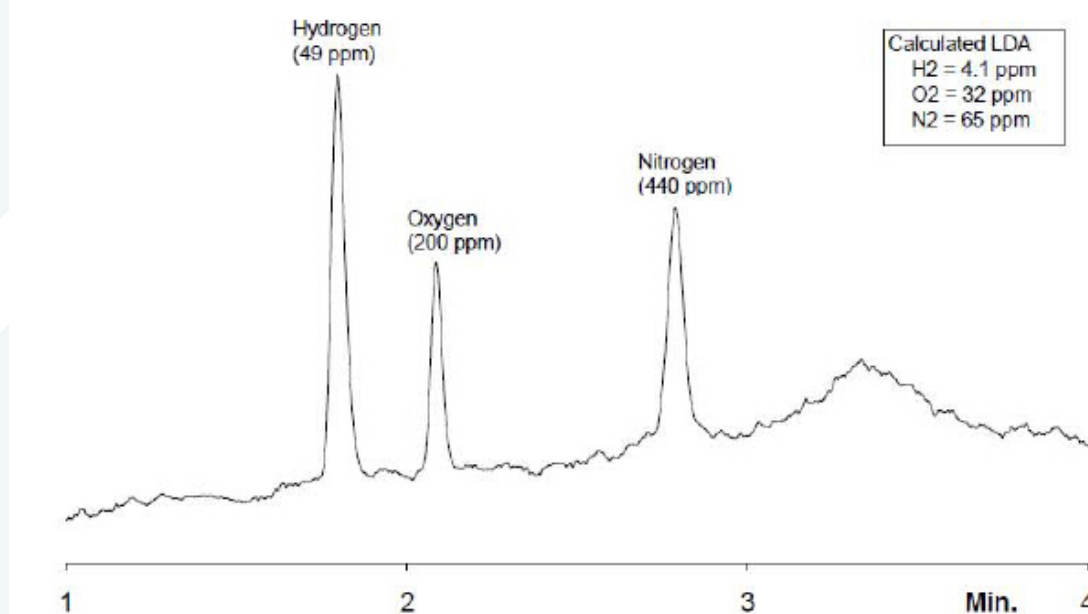


图 2 LDA 检测

最低检出限通常被称为 LDA，图 2 测定氢气、氧气和氮气的最低检出限。测定结果与 ASTM 方法相一致。

3.2 分析方法

通过注射泵将油样注入到两个分别配有定量环并连接洗脱柱的十通阀中。每根洗脱柱提取油中溶解的气体并将气体传送到两个通道中进行分析。其中一个通道使用 Ar 作为载气，配置两根 CP-MolsieveTM 5A 色谱柱。这些优化后的色谱柱主要用于分析诸如氢气、氧气和氮气等轻质气体。另一个通道配置 CP-PoraBOND Q 和 CP-PoraPOLT Q 色谱柱，采用氦气作为载气，该通道主要用于分离一氧化碳和二氧化碳在内的含碳气体。

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

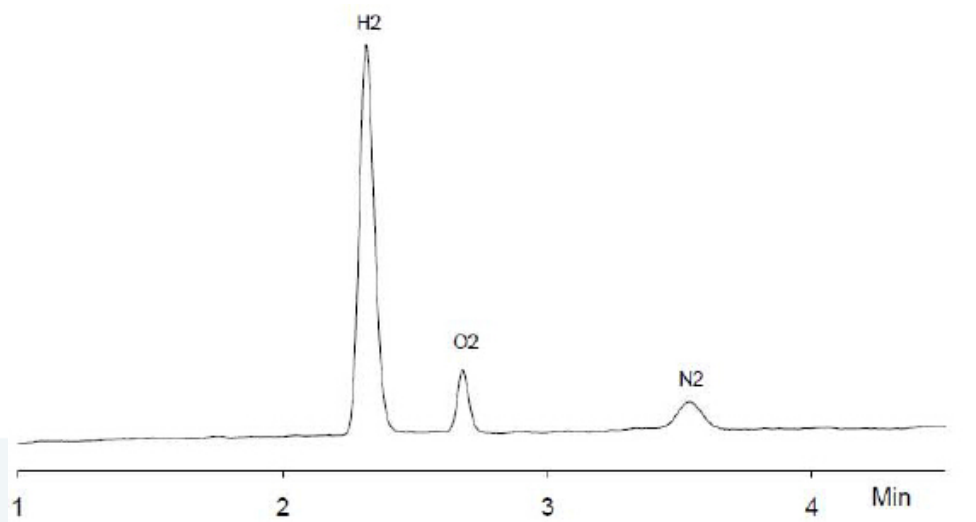


图 3 气体样品 TCD 通道

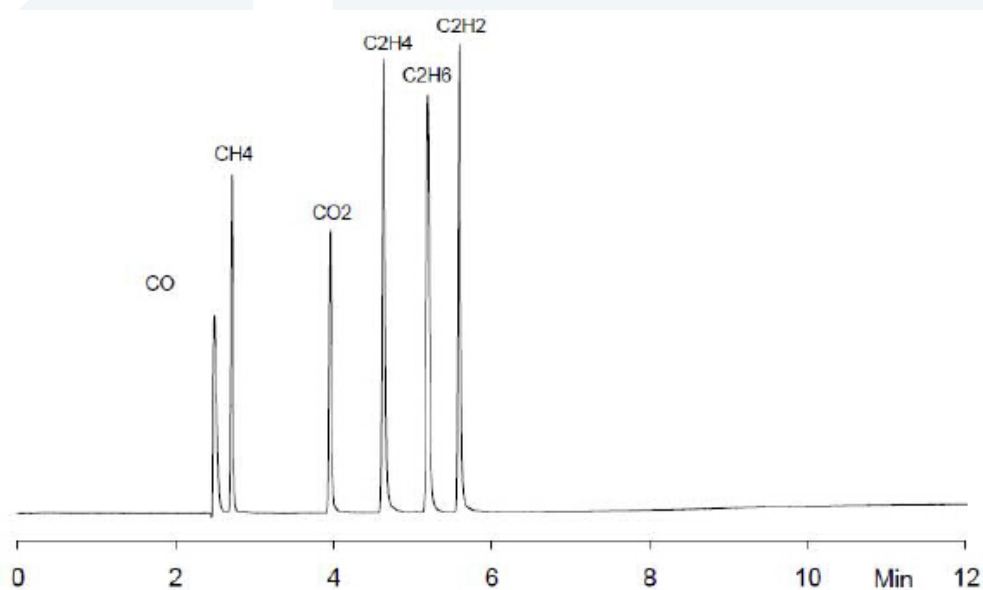


图 4 气体样品 FID 通道

特殊催化床（甲烷转化炉）与 FID 结合使用，将含碳气体转化为碳氢化合物，使其在较低低浓度（ppm）下被检测到。采用 Ar 作为载气不但可以保证氢气的良好分析，同时氧气和氮气也可以得到很好的检测。一旦油被提取后，所有气体中不需要的组分被反吹并防空。被提取的代表性气体主要有氢气、氧气、氮气、一氧化碳、二氧化碳、甲烷、乙烷、乙炔、丙烷、丙烯。图 5 和图 6 为两个通道代表性色谱图。

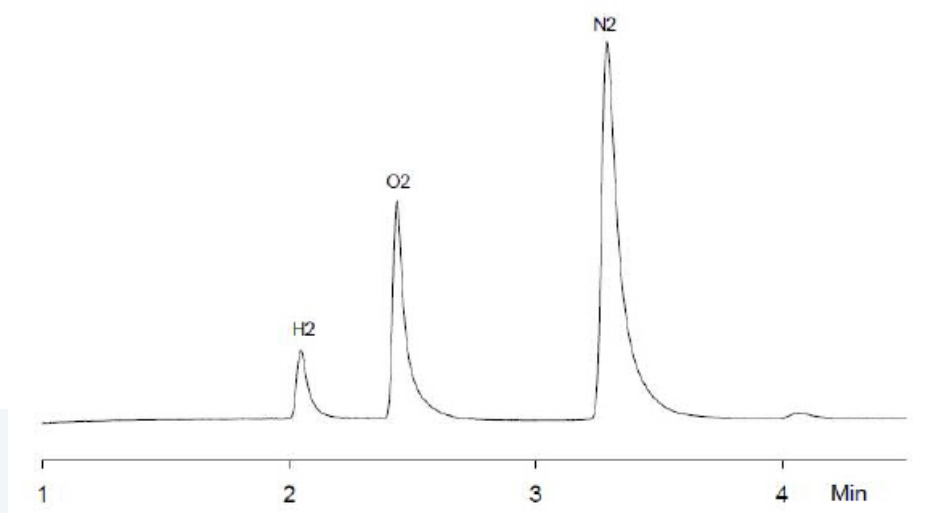


图 5 油样 TCD 通道

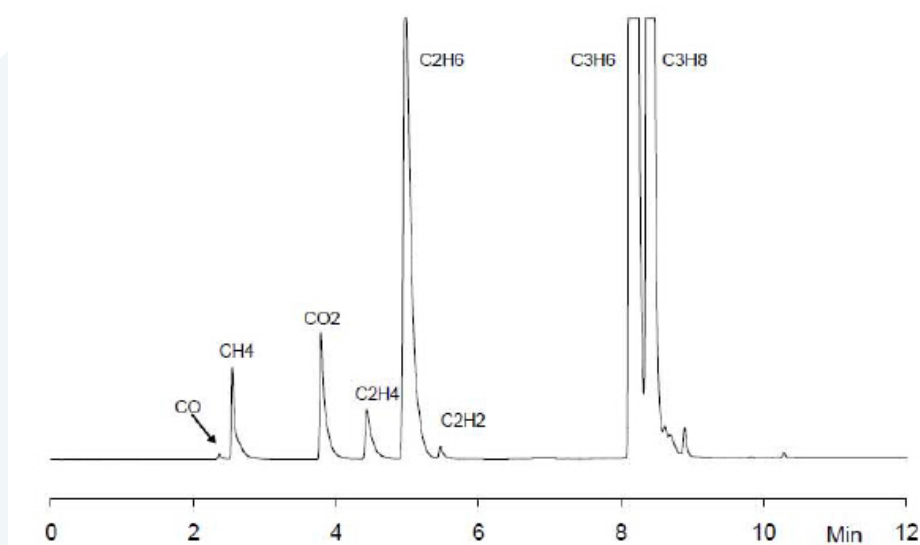


图 6 油样 FID 通道

3.3 分析结果

见表 1 给出了所分析物质的峰面积及每个成分对应的%浓度范围，数据表明检测重复性较好与 ASTM 方法相一致。需要着重说明的是采用洗脱方法后色谱峰型较气相色谱直接分析有明显改善。这主要取决于气体与色谱柱间的相互作用、气体挥发时间以及到达分析柱物质量。

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

表 1 油样分析重复性数据

Repeatability Report TOGA Oil Analysis									
Serial Nr 101542									
Area Report Run #	H ₂	O ₂	N ₂	CO	CH ₄	CO ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	C ₂ H ₂
1	36623	133420	327291	8731	161590	278065	140199	1590958	19245
2	36369	131356	328797	8387	158631	279063	140594	1590602	19643
3	36581	131691	328028	7431	155235	278398	140141	1587659	19829
n	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Mean	36524	132156	328039	8183	158485	278509	140311	1589740	19572
St. Dev.	136	1108	753	674	3180	508	247	1811	298
Re. St. Dev. (%)	0.37	0.84	0.23	8.23	2.01	0.18	0.18	0.11	1.52

4 参考资料

ASTM D3612-02 "Analysis of Gases Dissolved in Electrical Insultion Oil by Gas Chromatography.MethodB,Stripper Column Extraction,"ASTMInternational,West Conshohocken,PA,www.satm.org.