

电力工业部科学技术委员会

**用气相色谱法
检测充油电气设备内部
故障的试验导则**

(试行)

水利电力出版社

电力工业部科学技术委员会

关于颁发《用气相色谱法检测充油电气设备内部故障的试验导则》（试行）的通知

（80）技电字第51号

用气相色谱法检测充油电气设备内部故障的试验研究工作，已获得成功。这一方法在电力系统中得到广泛的应用，对防止变压器内部故障的发展，起着十分显著的作用。

为了总结提高这一测试技术，1977年我委委托电科院编写《用气相色谱法检测充油电气设备内部故障的试验导则》（讨论稿），经过一年多的现场实践，在广泛征集意见的基础上，又召集电科院以及各有关单位的专业人员进行了讨论和修改，制定《用气相色谱法检测充油电气设备内部故障的试验导则》（试行）及编制说明，现颁发试行。

各单位在执行过程中如发现有不妥和需要补充之处，希随时报部科技委。

一九八〇年五月二十日

目 录

第一章	总则	1
第二章	取样	2
第三章	从油中脱出溶解气体	6
第四章	气体分析方法	8
第五章	试验结果的判断	14
附录 1	判断故障性质的三比值法	20
附录 2	平衡判据	22
附录 3	产气速率的参考规定值	23

第一章 总 则

1-1 基 本 原 理

正常情况下充油电气设备内的绝缘油及有机绝缘材料，在热和电的作用下，会逐渐老化和分解，产生少量的各种低分子烃类及二氧化碳、一氧化碳等。这些气体大部分溶解在油中。当存在潜伏性过热或放电故障时，就会加快这些气体的产生速度。随着故障发展，分解出的气体形成的气泡在油里经对流、扩散，不断溶解在油中。例如在变压器里，当产气量大于溶解量时，便有一部分气体进入气体继电器。故障气体的组成和含量与故障的类型和故障的严重程度有密切关系。因此，在设备运行过程中定期分析溶解于油中的气体就能尽早发现设备内部存在的潜伏性故障并随时掌握故障的发展情况。

当变压器的气体继电器内出现气体时，分析其中的气体，同样有助于对设备的情况作出判断。

1-2 适 用 范 围

本导则原则上适用于充油电气设备。其中包括变压器、电抗器、电流互感器、电压互感器、充油套管和充油电缆等。

1-3 检测周期

对运行中电压等级为35千伏及以上、容量为1000千伏安及以上的电力变压器，每年至少进行一次检测。对于电压等级较高、容量较大或比较重要的变压器应缩短检测周期。对于35千伏以下的变压器可自行规定。

运行中的电抗器的检测周期应与电力变压器相同。

对运行中的电压等级在66千伏及以上的电压互感器、电流互感器可每2~3年检测一次。但全密封的互感器不做。

新设备及大修后的设备投运前应作一次检测。在投运后的一段时期内应作多次检测，以判断该设备投运是否正常。

在设备出现异常情况时，应根据检测出的气体含量的情况，适当缩短检测周期。

1-4 检测误差

本试验方法从取样到取得分析结果之间操作环节较多，应力求减少每个操作环节可能带来的误差。

对分析结果的精确度的要求是：两个平行试验的结果相差一般不应大于大者的20%。

第二章 取 样

2-1 从气体继电器放气嘴取气样

2-1-1 取气样的必要性

当气体继电器内有气体聚集时仅根据气体的颜色、气味

以及是否能点燃等作为判断故障的依据是不够准确的。分析这些气体的组成和含量是判断故障性质的重要依据之一。为减少各组分有选择性的回溶，必须在尽可能短的时间内取出气样，并尽快进行色谱分析。

在取气样时必须同时从设备本体取样阀取油样。以便在分析气体继电器中自由气体样品的同时，分析油中溶解气体的组分和含量，并把两个结果进行比较，作为平衡判据（见附录2）。

2-1-2 取气样的方法

可用玻璃注射器取气样。取气样时先在气体继电器的放气嘴上套一段乳胶管，乳胶管的另一头夹上弹簧夹（或止血钳）。打开放气嘴及弹簧夹使一定量的气体置换乳胶管内的空气，然后关闭弹簧夹。将注射器的针头刺入乳胶管，抽取少量的气体后，拔出针头排空，此步骤应重复二次。再插入乳胶管取10~20毫升气体，拔下针头用小胶头密封。

取气时应注意不要让油进入注射器。

气样应避光保存，以免气体各组分在光的作用下发生变化。在运输过程中应防止注射器震破。

2-2 从充油电气设备中取油样

2-2-1 取油样的部位

取样部位应注意所取的油样能代表油箱本体的油。一般在设备下部的取样阀门取油样，在某些特殊情况下，可由不同的取样点取样，以便从分析结果的差异来推测故障的位置。

取样量，对大油量的变压器、电抗器等可为100~250毫

升，对少油量的设备要尽量少取，以够用为限（主要取决于脱气装置的型式）。

2-2-2 取油样的容器

1. 注射器。一般用 100 毫升全玻璃注射器。用注射器取样由于芯子可以自由活动，不仅能补偿油样随温度变化的膨胀或收缩，而且还能使从取样至脱气的整个过程中油样不接触空气。对少油量的设备用注射器取样更合适。

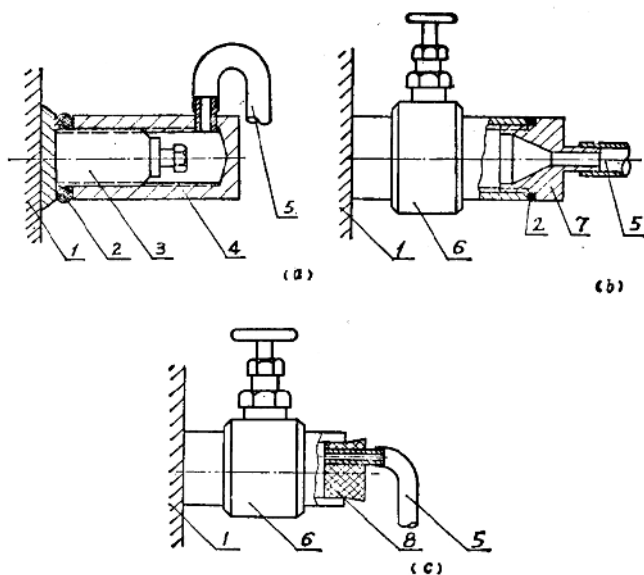


图 2-1 取油样的连接方式

- (a) 取样帽；(b) 取样堵头；(c) 橡胶塞
 1—本体；2—胶垫；3—取样口；4—取样帽；
 5—胶管；6—阀门；7—堵头；8—橡胶塞

2.小口瓶（例如250毫升带塑料塞和螺旋帽的棕色玻璃试剂瓶）。用小口瓶取样方法简单，运输方便，适合常规分析使用。

不管哪种容器都要求在取样前洗净，烘干。并注意在取样和运输过程中不漏气，不漏油。

2-2-3 取油样的方法

一般应在设备运行时取油样。在取样过程中应尽量不让油样与空气接触。

设备的取样阀门应配上带有小嘴的螺旋帽或胶塞堵头（见图2-1），在小嘴上接软管。取样前应排除取样管路中的空气及取样阀门内的“死油”，同时用设备本体的油冲洗管路（少油量设备可不进行此步骤）。取油样时油流应平缓。

用注射器取样时，最好在注射器和软管之间接一金属小三通，先使死油经三通排掉，然后转动三通使少量油进入注射器，再转动三通并压注射器芯，排除注射器内的空气和油。再转动三通使油样在静压力作用下自动进入注射器（见图2-2）。不应拉注射器芯子，以免吸入空气或对油样脱气。取到足够的油样时，关闭三通和取样阀，取下注射器，用小胶头封闭注射器（尽可能排尽小胶头内的空气）。整个操作过程应特别注意保持注射器芯子的干净，以免卡涩。

用小口瓶取样时应将取样软管直插瓶底。使油样平缓地由下而上直至溢出瓶口，在溢流过程中，慢慢拔出软管，关闭取样阀，盖上瓶盖。应注意在瓶口留有1~2毫米高的空隙。

2-2-4 油样的保存和运输

取得油样后应尽快进行分析。用小口瓶取样时，从取样

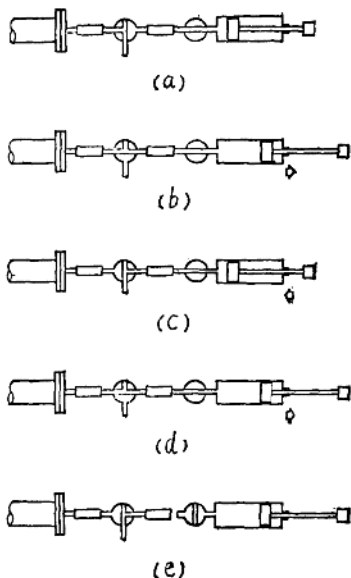


图 2-2 用注射器取样

(a)冲洗连接, (b)湿润和冲洗注射器, (c)排空注射器, (d)取油样, (e)取下注射器
间, 取样部位, 取样时设备的负荷和油温。

到分析最好不超过四天。因路途远不能达到上述要求时, 最好采用注射器取样。在运输过程中及分析前的搁置时间内, 必须保证注射器芯子有可能自由滑动。

油样在储存过程中必须避光。

油样在运输过程中应尽量避免剧烈震荡。尽可能避免空运。

2-3 样品标签

油和气体取样容器应贴有标签, 标签的内容应有: 设备的名称, 型号, 取样时

第三章 从油中脱出溶解气体

3-1 脱气方法

目前普遍采用的是使油在真空中释放出溶解气体的方

法。依产生真空的方式不同,主要分为用金属壳兽用注射器和真空泵脱气装置两种类型。真空泵脱气装置又有用饱和食盐水和用橡胶薄膜恢复正压的两种。用真空泵抽气可以获得较大的真空空间,脱气效率较高。目前普遍使用的这两种类型的脱气方法都是不完全的脱气方法。在油中溶解度越大的气体脱出率越低。不同的装置和真空度的差异将造成分析结果的差异;同一装置操作方法不同时,也会造成分析结果的差异。这一操作步骤是油中溶解气体分析结果差异的主要来源。故要达到本导则第1-4节所要求的平行试验的一致性必须首先保证脱气结果的重复性。

3-2 脱气装置的密封性

脱气装置应保证良好的密封性,真空泵抽气装置应接入真空规以监视脱气前真空系统的残压(一般残压不应高于0.3毫米汞柱),要求真空系统在泵不继续抽气的情况下,在两倍脱气所需的时间内残压无显著上升。用注射器的脱气装置检查密封性的方法是将注射器芯子拉出,停放相应的时间,再恢复原位,应无明显的气泡排出。

3-3 脱气率

由于目前所使用的脱气方法都是不完全的脱气方法,应测出或计算出所使用的脱气装置对每种被测气体的脱气率,并用脱气率将分析结果换算到油中溶解的各种气体的真实含量。各组分脱气率 η_i 的定义是:

$$\eta_i = \frac{U_{gi}}{U_{oi}}$$

式中 U_{oi} ——脱出气体中某组分的含量，毫升；
 U_{oi} ——油样中原有某组分的含量，毫升。

3-4 其它注意事项

因脱气装置的结构不同，容量不同，故用油量不作统一规定。但同一装置的每次试验应尽可能使用同样的油量。必须测出使用油样的体积和脱出气体的体积。精确到两位有效数字。

脱气装置应尽可能与取样容器连接方便可靠，防止进油时带入空气。

气体自油中脱出后应尽快转移到储气瓶或储气针筒中去，以免气体与脱过气的油接触时，因各组分有选择回溶而改变成分。

要注意排净前一个油样的残油或残气，以免可燃气体含量较高的样品对下一个油样有污染，用注射器脱气时尤其要注意这点。同样，用真空泵饱和食盐水脱气时，要注意先对食盐水进行脱气，必要时更换食盐水。

第四章 气体分析方法

4-1 概 述

从气体继电器所取的气样及从油中得到的溶解气体的气样，均用色谱仪进行组分和含量的分析。分析对象为：

氢 (H_2)，

甲烷 (CH_4)，乙烷 (C_2H_6)，乙烯 (C_2H_4)，乙炔 (C_2H_2)；

一氧化碳 (CO)，二氧化碳 (CO_2)。

一般对丙烷 (C_3H_8)，丙烯 (C_3H_6)，丙炔 (C_3H_4) (以上三者统称 C_3) 不要求做分析，在计算总烃含量时，不计 C_3 的含量。如果已经分析出结果来，为积累数据也可做记录。

4-2 对色谱仪的要求

关于色谱仪的一般使用方法和色谱分析方法，在有关的色谱分析专著或手册中已有专门阐述，在此不再详细叙述。

在本试验中，色谱仪应满足以下要求：

1. 色谱柱对所检测的组分分离度应满足定量分析的要求。

2. 仪器的灵敏度应达到对乙炔的最小检知浓度不大于1 ppm；对氢的最小检知浓度不大于10 ppm。

适于上述分析对象的色谱仪的流程很多，仅选几例列在表4-1中，供参考。

4-3 气体分析步骤

4-3-1 进样

通常使用注射器进样。应选择气密性较好并经校准的注射器。以保证良好的进样重复性，对同一气样的多次进样结果应在其平均值的 $\pm 2.5\%$ 以内。

表 4-1 色 谱 流 程 图 举 例

序 号	流 程 图	检 测 气 体	说 明
1		<p>进样 I FID上测烃类气体</p> <p>进样II FID上测CO、CO₂</p> <p>TCD上测H₂、O₂</p>	<p>需测定的几种气体都能做到比较满意分离</p>
2		<p>进样 I FID上测CO、CO₂</p> <p>进样II FID上测烃类气体</p> <p>TCD上测H₂、O₂</p>	<p>用分离烃类的柱 II 同时分离 H₂ 有时不够满意</p>

3		<p>进样 I FID上测CO、CO₂</p> <p>TCD上测H₂、O₂、N₂</p> <p>进样II FID上测烃类气体</p>	<p>实际样品中CO₂含量较高，有时施尾要影响后面的峰</p> <p>串联流程柱前压较高，能测O₂和N₂</p>
4		<p>一次进样 FID上测CO、CO₂及烃类气体</p> <p>TCD上测H₂、O₂</p>	<p>H₂的分离，CO和空气的分离，CO₂和它后面的微量烃类气体的分离不易达到满意效果。一次进样操作简单</p>
5		<p>进样 I 测H₂</p> <p>进样II 测O₂、N₂、CO、CH₄</p> <p>进样III 测CO₂及烃类气体</p>	<p>仪器简单，灵敏度不及有FID的高</p>

注 TCD——热导鉴定器；FID——氢火焰离子化鉴定器；Ni——甲烷转化炉。

4-3-2 仪器的标定

测定每个组分的保留时间，分别对各组分定性。影响色谱仪灵敏度的因素很多，原则上应每天用外标气样作定量标定。外标气样可以用已知浓度的“纯”气样自行配制。配标准气样可以用特制的大容量配气瓶或100毫升医用玻璃注射器。以载气为底气，注入定量的“纯”气，混合均匀后即可使用。配气用的所有容器及注射器的真实容积都必须用蒸馏水称重法精确校准。配好的气样一般不宜在配气容器中长时间储存，以免因气体扩散而影响标定的准确性。

应检验配气装置及操作方法的重复性，要求重复配气的结果在平均值的 $\pm 5\%$ 以内。

4-3-3 色谱峰面积的测量

以峰高和半峰宽的乘积作为峰面积的计算值。为保证半峰宽测量的准确性，应采用较快的记录纸速。测量很窄的半峰宽时最好采用读数放大镜（读数显微镜）。在仪器稳定的情况下，各组分半峰宽的数值变化不大，允许每天选取若干个样品进行测量，取其平均值。

4-3-4 分析结果的表示方法

分析结果用每升油中所含的各气体组分的微升数即ppm表示。

脱出气体的体积应换算到标准状况（压力为760毫米汞柱，温度为 20°C ）下的体积。换算公式为：

$$V_g = V'_g \cdot \frac{P}{760} \cdot \frac{293}{273+t}$$

式中 V_g ——脱出气体在标准状况下的体积，毫升；

V'_g ——脱出气体在压力为 P 温度为 $t^{\circ}\text{C}$ 下的体积，毫升；

P ——脱出气体压力，毫米汞柱；

t ——环境温度，℃。

根据本试验方法所能达到的精度，计算结果的有效位数一般只取两位，当测量原始数据只有一位有效数字时，计算结果也只能取一位有效数字。

4-3-5 计算

计算各组分含量时，采用下面的公式：

$$C_i = \frac{f_i}{\eta_i} \cdot A_i \cdot \frac{V_g}{V_o} \cdot \frac{C_s}{A_s}$$

式中 f_i ——组分 i 的相对校正因子；

η_i ——脱气装置对组分 i 的脱气率；

C_i ——组分 i 的浓度，ppm；

C_s ——外标物的浓度，ppm；

A_i ——组分 i 的峰面积，毫米²；

A_s ——外标物的峰面积，毫米²；

V_g ——标准状况下脱出气体的体积，毫升；

V_o ——被脱气的油样体积，毫升。

当使用氢火焰离子化鉴定器，以乙烯或乙炔为外标物时，各种气体的克分子相对校正因子 f_i 可采用表4-2的数值。

表 4-2 各种气体在氢火焰离子化鉴定器上的克分子相对校正因子 f_i

气体组分	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₂ H ₄	C ₂ H ₂	C ₃ H ₈	C ₃ H ₆
以C ₂ H ₄ 为外标物	1.84	0.98	1.00	1.03	0.66	0.69
以C ₂ H ₂ 为外标物	1.79	0.96	0.97	1.00	0.65	0.67

用转化法在氢火焰离子化鉴定器上测定一氧化碳、二氧化碳时，应对甲烷转化炉将一氧化碳、二氧化碳转化为甲烷

的转化率作考察，必要时应分别测定这两种气体的相对校正因子。

当使用热导鉴定器，以氢为载气，以乙烯或二氧化碳为外标物时，各种气体的克分子相对校正因子 f_i 可采用表4-3数值。

表 4-3 各种气体在热导鉴定器上的克分子相对校正因子 f_i

气体组分	CO	CO ₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₂ H ₄	C ₂ H ₂	C ₃ H ₈	C ₃ H ₆
以CO ₂ 或C ₂ H ₄ 为外标物	1.14	1.00	1.33	0.94	1.00	1.13	0.73	0.77

注 当使用热导鉴定器，以氩、氮等气体为载气时，不能用上表的数据作校正因子，必要时可以自行测定或查阅有关文献。

第五章 试验结果的判断

5-1 概 述

5-1-1 范围

本节所述的判断方法适用于以矿物绝缘油浸渍的，以纸和纸板为主要固体绝缘材料的各种类型的电力变压器及电抗器。原则上也适用于仪用变压器（电流互感器和电压互感器）。

5-1-2 变压器内产生的气体

变压器内的油纸绝缘材料会在电或热的作用下分解，产生各种气体。其中对判断故障有价值的气体有甲烷，乙烷，乙烯，乙炔，氢，一氧化碳，二氧化碳。在正常运行温度下油和固体绝缘正常老化过程中，产生的气体主要是一氧化碳和二氧化碳。在油纸绝缘中存在局部放电时，油裂解产生的