



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102128894 A

(43) 申请公布日 2011.07.20

(21) 申请号 201010611860.0

(22) 申请日 2010.12.29

(71) 申请人 北京华电云通电力技术有限公司

地址 100069 北京市丰台区右安门外大街 2  
号迦南大厦 23 层

(72) 发明人 梁轩伟 曹建 范竞敏 安晨光  
邢升

(74) 专利代理机构 北京中创阳光知识产权代理  
有限责任公司 11003

代理人 尹振启

(51) Int. Cl.

G01N 30/02 (2006.01)

G01N 30/24 (2006.01)

G01N 30/46 (2006.01)

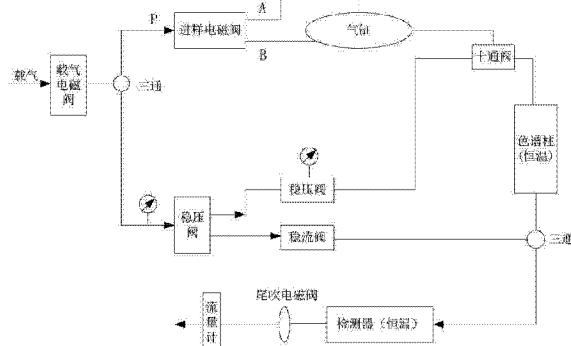
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 4 页

(54) 发明名称

在线绝缘油中气体分析色谱仪及色谱检测方  
法

(57) 摘要

本发明公开了一种在线绝缘油中气体分析色  
谱仪及色谱检测方法，采用双柱串联、一次自动进  
样，程控切换，单检测器分析的仪器系统及检测方  
法。本发明的技术方案符合国内电力行业对充油  
电气设备绝缘油气相色谱仪的色谱检测标准，对  
各组分气体尤其是 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 具有优异的灵敏度，在提  
高绝缘油气相色谱分析系统整体稳定性、检测数  
据的重复性和准确性的同时简化了硬件结构，提  
高了自动化水平，降低了系统成本，适合于智能电  
网项目中大规模的推广和应用。



1. 在线绝缘油中气体分析色谱仪,其特征在于,包括箱体,箱体内设置进样机构、样气分离机构和样气检测机构,进样机构、样气分离机构和样气检测机构之间依次通过气路管道相连,进样机构向样气分离机构中充入定量的绝缘油中气体,样气分离机构将绝缘油中 H<sub>2</sub> 、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 和 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 分离开,并按顺序进入样气检测机构,由该样气检测机构依次检测七种气体的含量。

2. 如权利要求 1 所述的在线绝缘油中气体分析色谱仪,其特征在于,所述进样机构输入端以及样气分离机构输出端还连接有载气管道,通过载气管道通入的载气将定量的绝缘油中气体送入样气分离机构以及将样气分离机构分离出的七种气体送入所述样气检测机构。

3. 如权利要求 2 所述的在线绝缘油中气体分析色谱仪,其特征在于,所述进样机构包括定量管、十通阀和气路切换气缸,定量管连接在十通阀两接口,通过十通阀向定量管中输入定量的样本气体;气路切换气缸用于驱动十通阀旋转使其处于进气位置或检测位置。

4. 如权利要求 3 所述的在线绝缘油中气体分析色谱仪,其特征在于,所述样气分离机构包括两根色谱柱和加热铝锭,两根色谱柱绕成螺旋状,盘在加热铝锭上,两根色谱柱之间首尾串行连接,一根色谱柱用于将 H<sub>2</sub> 、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub> 气体组与 C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 和 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 分离开,另一根色谱柱用于进一步将 H<sub>2</sub> 、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub> 气体组中的各气体分离开。

5. 如权利要求 4 所述的在线绝缘油中气体分析色谱仪,其特征在于,所述样气检测机构包括锆管、热电偶、石英管和电阻丝,锆管和热电偶设置在石英管内,样气检测机构的进样口与锆管相连,用于向锆管内通入样气;电阻丝缠绕在石英管上用于对其中的锆管加热,热电偶与锆管底部相对设置,用于检测锆管的温度,并由电阻丝控制锆管的温度始终在工作温度;石英管外还设置有保温棉。

6. 如权利要求 1-5 任一项所述色谱仪的色谱检测方法,1)将定量的绝缘油中气体一次通入色谱仪的进样机构;2)通过样气分离机构将样气以 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 顺序分离;3)依次检测 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 的含量。

7. 如权利要求 6 所述的色谱检测方法,其特征在于,步骤 1) 具体为:控制进样机构的十通阀在进气位置,向进样机构的定量管中充入绝缘油中气体,同时向样气分离机构的两根色谱柱中通入载气。

8. 如权利要求 7 所述的色谱检测方法,其特征在于,步骤 2) 具体为:控制进样机构的十通阀在检测位置,定量管中的样气随载气送入两根色谱柱中,首先通过第一色谱柱将 H<sub>2</sub> 、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub> 气体组与 C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 和 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 分离开,经过第二色谱柱将 H<sub>2</sub> 、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub> 气体组中的各气体分离开,气体按 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 顺序随载气通入样气检测机构。

9. 如权利要求 8 所述的色谱检测方法,其特征在于,所述第一色谱柱中填料为 80-100 目的 5A 分子筛,所述第二色谱柱中填料为 60-80 目 Propak-N。

10. 如权利要求 9 所述的色谱检测方法,其特征在于,步骤 3) 具体为:控制样气检测机构的加热温度,使依次通入的七种气体在样气检测机构的锆管中反应,以测量出七种气体的含量。

## 在线绝缘油中气体分析色谱仪及色谱检测方法

[0001]

### 技术领域

[0002] 本发明涉及一种气相色谱检测设备和检测技术类,尤指一种用于高电压等级充油电气设备绝缘油中溶解气体分析的气相色谱检测方法及气体分析色谱仪。

[0003]

### 背景技术

[0004] 目前,国内电力系统对充油电气设备进行检测和维护时,需要对绝缘油中溶解气体进行分析,应用最广的是离线实验室色谱分析,同时也是检测部门采用的仲裁手段。现阶段国内电力充油设备专用气相色谱仪普遍采用手动进样、双柱并连,一次分流,三检测器同时检测的分析技术系统。三个检测器一般为1个热导+两个氢离子火焰检测器。

[0005] 上述分析系统在离线应用中获得了较大的成功,但鉴于电力系统的发展趋势是在线监测、状态检修、智能化变电站等,发展适于在线应用的色谱技术是电力系统发展的必然趋向。然而,如果将上述手动进样、双柱并连,一次分流,三检测器同时检测的分析技术进行在线化,则存在诸多问题,如进样方面,由于进样采用手工操作,难以在线化。且由于自动化程度不高,操作步骤繁琐,引入误差的因素多,故对操作人员有很高的要求。检测技术方面,上述分析系统采用三个检测器(1个热导+两个氢离子火焰检测器)同时检测的技术,其中氢离子检测器需要H<sub>2</sub>点火,H<sub>2</sub>属于危险气体,不能应用在变电站现场。而热导检测器仅对H<sub>2</sub>组分具有较好的灵敏度,对其他组分气体(CO,CO<sub>2</sub>,烃类)的灵敏度极差,不满足在线应用的要求。另外,由于上述系统采样三检测器技术,大大增加了系统的复杂度和硬件成本,不利于在线应用中的大规模推广。

[0006] 综上所述,如何在简化系统结构、降低硬件成本的基础上提出一种重复性、准确性和灵敏度符合中国国家标准和电力行业标准,满足在线应用要求,适合于大规模推广的气相色谱检测方法就成为电力科研工作者的一个课题。

[0007]

### 发明内容

[0008] 针对现有技术存在的问题,本发明的目的在于提供一种单一载气、自动进样、单检测器分析的完成绝缘油中溶解气体分析的气相色谱检测方法。

[0009] 本发明的另一目的在于提供一种能够安全可靠的运行在变电站现场,以提高绝缘油色谱分析的效率,提高分析结果准确性的在线绝缘油中溶解气体分析色谱仪。

[0010] 本发明的在线绝缘油中气体分析色谱仪,包括箱体,箱体内设置进样机构、样气分离机构和样气检测机构,进样机构、样气分离机构和样气检测机构之间依次通过气路管道相连,进样机构向样气分离机构中充入定量的绝缘油中气体,样气分离机构将绝缘油中H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>和C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>分离开,并按顺序进入样气检测机构,由该样气检测机构依次

检测七种气体的含量。

[0011] 进一步，所述进样机构输入端以及样气分离机构输出端还连接有载气管道，通过载气管道通入的载气将定量的绝缘油中气体送入样气分离机构以及将样气分离机构分离出的七种气体送入所述样气检测机构。

[0012] 进一步，所述进样机构包括定量管、十通阀和气路切换气缸，定量管连接在十通阀两接口，通过十通阀向定量管中输入定量的样本气体；气路切换气缸用于驱动十通阀旋转使其处于进气位置或检测位置。

[0013] 进一步，所述样气分离机构包括两根色谱柱和加热铝锭，两根色谱柱绕成螺旋状，盘在加热铝锭上，两根色谱柱之间首尾串行连接，一根色谱柱用于将 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub> 气体组与 C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 和 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 分离开，另一根色谱柱用于进一步将 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub> 气体组中的各气体分离开。

[0014] 进一步，所述样气检测机构包括锆管、热电偶、石英管和电阻丝，锆管和热电偶设置在石英管内，样气检测机构的进样口与锆管相连，用于向锆管内通入样气；电阻丝缠绕在石英管上用于对其中的锆管加热，热电偶与锆管底部相对设置，用于检测锆管的温度，并由电阻丝控制锆管的温度始终在工作温度；石英管外还设置有保温棉。

[0015] 本发明的上述色谱仪的色谱检测方法，1) 将定量的绝缘油中气体一次通入色谱仪的进样机构；2) 通过样气分离机构将样气以 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 顺序分离；3) 依次检测 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 的含量。

[0016] 进一步，步骤 1) 具体为：控制进样机构的十通阀在进气位置，向进样机构的定量管中充入绝缘油中气体，同时向样气分离机构的两根色谱柱中通入载气。

[0017] 进一步，步骤 2) 具体为：控制进样机构的十通阀在检测位置，定量管中的样气随载气送入两根色谱柱中，首先通过第一色谱柱将 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub> 气体组与 C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 和 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 分离开，经过第二色谱柱将 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub> 气体组中的各气体分离开，气体按 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 顺序随载气通入样气检测机构。

[0018] 进一步，所述第一色谱柱中填料为 80-100 目的 5A 分子筛，所述第二色谱柱中填料为 60-80 目 Propak-N。

[0019] 进一步，步骤 3) 具体为：控制样气检测机构的加热温度，使依次通入的七种气体在样气检测机构的锆管中反应，以测量出七种气体的含量。

[0020] 本发明的在线绝缘油中气体分析色谱仪及色谱检测方法与现有的设备及检测方法相比具有以下优点。

[0021] 其一，采样新型燃料电池检测器技术。国内离线色谱仪检测中应用较多的是“1TCD + 2FID”的检测器组合方式，由背景技术的叙述可知，基于上述检测器组合技术方式的气相色谱仪存在着硬件结构复杂、自动化程度低、难以在线化等缺点，尤其是 FID 检测器由于需要 H<sub>2</sub> 点火的特性决定了上述三检测器技术几乎不可能在在线应用中大规模推广。本发明采用特制的检测器，单检测器即可检测 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 油中七组分气体，并对各组分气体具有优异的灵敏度，对关键特征气体 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 的灵敏度为 0.1uL/L。相对于传统的三检测器分析方法，本发明大大简化了硬件结构，降低了硬件成本，提高了系统的可靠性，有利于在线应用中大规模推广。

[0022] 其二，采用串联自动进样方式。传统的离线绝缘油中溶解气体分析方法由于采用

三检测器结构，气体进样方式一般为“手动、并联分流”进样，上述进样方法步骤繁多，对操作人员有较高的要求，并且由于不同人员的操作手法不同，当其对进行对同一台仪器进行实验时，可能会因“分流比”不同而导致测量结果存在差异。本发明采用十通阀自动进样，进样方式为串联进样，十通阀的进样动作由嵌入式系统的计算机程序进行控制，大大提高了仪器的自动化水平，保证了进样的重复性。

[0023] 其三，采用色谱柱切换方式进行气体分离。由于有七种特征组分需要分离，一根色谱柱不能满足分离要求。本发明采用两根色谱柱串联切换的方式，切换功能由十通阀实现。

[0024]

## 附图说明

[0025] 图 1 为本发明的色谱仪的结构示意图；

图 2 为本发明的样气分离机构的结构示意图；

图 3 为本发明的样气检测机构的结构示意图；

图 4 为本发明的色谱仪的气路示意图；

图 5 为十通阀进气位置的气路流程图；

图 6 为十通阀检测位置的气路流程图。

[0026]

## 具体实施方式

[0027] 如图 1-3 所示，本发明的在线绝缘油中气体分析色谱仪，包括箱体 1，箱体 1 内设置进样机构 2、样气分离机构 3 和样气检测机构 4，样气分离机构 3 包括柱箱 11，柱箱 11 内设置两根色谱柱 17 和加热铝锭 18，两根色谱柱 17 首尾串行连接绕成螺旋状，盘在加热铝锭 18 上，柱箱 11 内设有保温棉 16，色谱柱 17 通过加热铝锭 18 在保温棉 16 的作用下保持一定的温度；样气检测机构 4 包括外壳 41，外壳 41 上设置有进样口 42，进样口 42 通过进样管 43 将气体输入锆管 44 中，锆管 44 相对设置有热电偶 46，锆管 44 和热电偶 46 均装在石英管 45 中，石英管 45 四周设置有保温棉 47，保温棉 47 外围设置有加热板 48，加热板 48 也可以用电阻丝替代，只需将电阻丝缠绕在石英管 45 上，来保证锆管 44 所处环境的温度，热电偶 46 一直检测锆管 44 的温度，进而控制加热板 48 升温或降温，确保锆管 44 始终处于工作温度。

[0028] 如图 4 所示，进样机构 2 包括十通阀和气路切换气缸，载气管道输入端设置有载气电磁阀然后接一三通阀将载气分为两路，一路连接进样电磁阀、气路切换气缸和十通阀，另一路通过以三通阀接稳压阀和稳流阀送入十通阀和样气分离机构 3 的输出端的三通阀，十通阀输出连接在样气分离机构 3 的输入端，样气分离机构 3 的输出端接三通阀，该三通阀最后一接口与样气检测机构 4 的进样口 42 相连，样气检测机构 4 的输出连接尾吹电磁阀和流量计。

[0029] 如图 5 和 6 所示，十通阀上连接有定量管，在进行样气检测前，首先控制十通阀在进气位置（图 5 所示），此时将绝缘油中气体通过十通阀的口 2、3 送入到定量管中，并将载气自十通阀的口 10 送入经色谱柱 A 和色谱柱 B；其中载气为 99.999% 的高纯 N<sub>2</sub>，色谱柱 A 填料为 60-80 目 Propak-N，长度 4 米，色谱柱 B 填料为 80-100 目的 5A 分子筛，长度为 2 米。完

成气体进样后,控制十通阀切换到检测位置(图 6 所示),此时,通过载气将定量管中的样气输送到色谱柱 B,经色谱柱 B 对样气分离出 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub> 气体组与 C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 和 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>,上述气体再通过色谱柱 A 将 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub> 气体组中的各气体分离开,最终按 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 的顺序依次送入到样气检测机构 4 中,最终检测出七种气体的含量,从检测器出来的气体流过尾吹电磁阀和流量计,然后放空。

[0030] 根据以上技术方案的这种用于高电压等级充油电气设备绝缘油中溶解气体分析的气相色谱检测方法,符合国内电力行业对充油电气设备绝缘油气相色谱仪的色谱检测标准,对各组分气体尤其是 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 具有优异的灵敏度,在提高绝缘油气相色谱分析系统整体稳定性、检测数据的重复性和准确性的同时简化了硬件结构,提高了自动化水平,降低了系统成本,适合于智能电网项目中大规模的推广和应用。该检测方法不仅为电力行业的检测技术提供了有力的技术支持,同时也由于具有优良的性价比而为企业提高综合经济效益提供了技术保障。

[0031] 需要指出的是根据本发明的具体实施方式所做出的任何变形,均不脱离本发明的精神以及权利要求记载的范围。

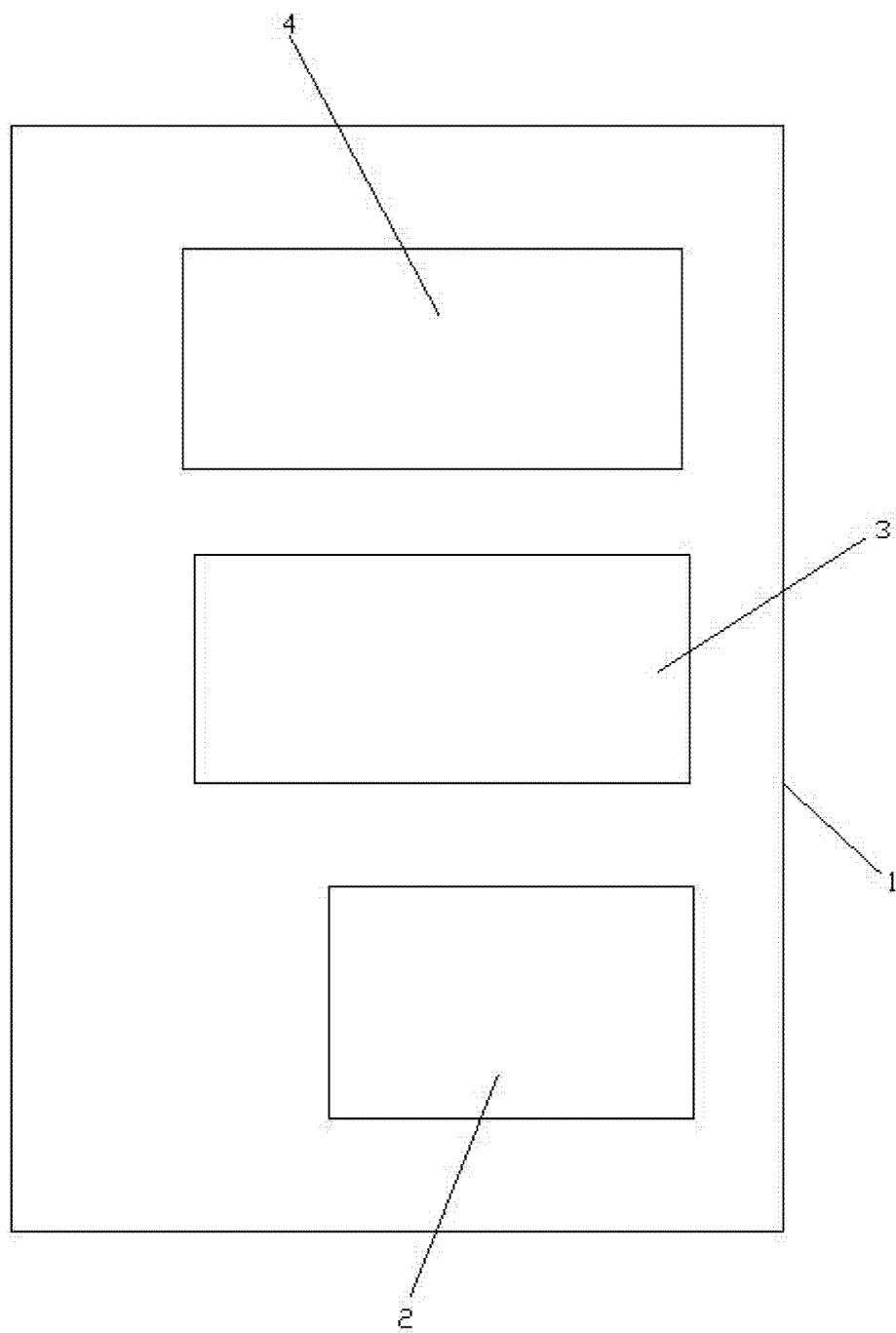


图 1

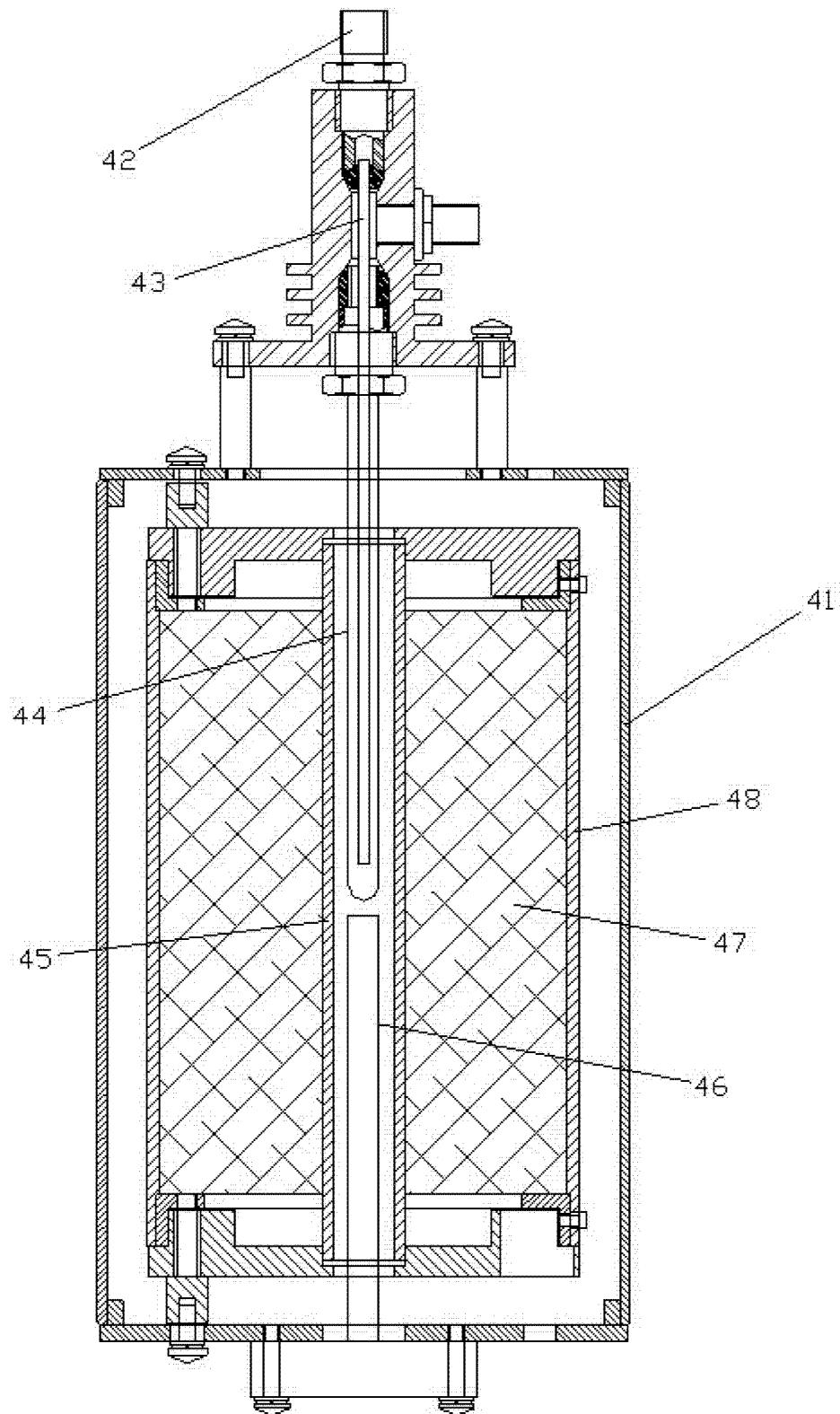


图 2

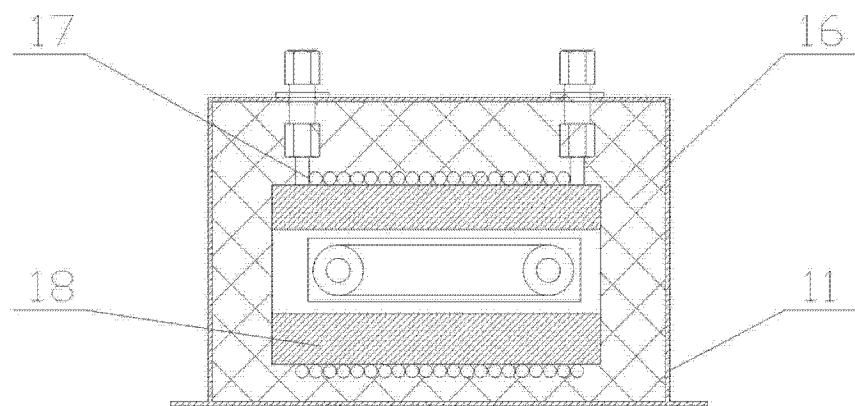


图 3

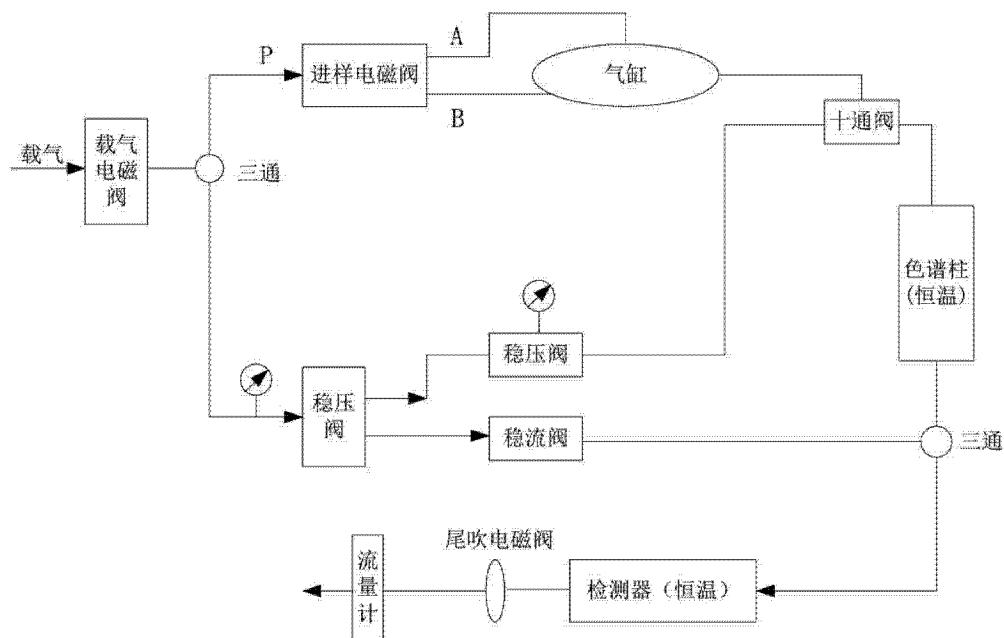


图 4

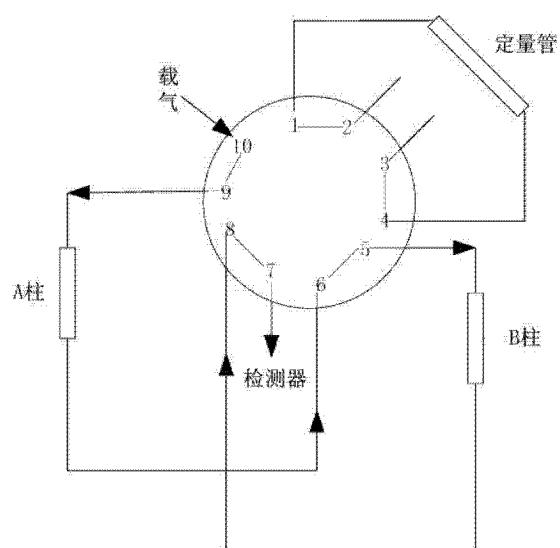


图 5

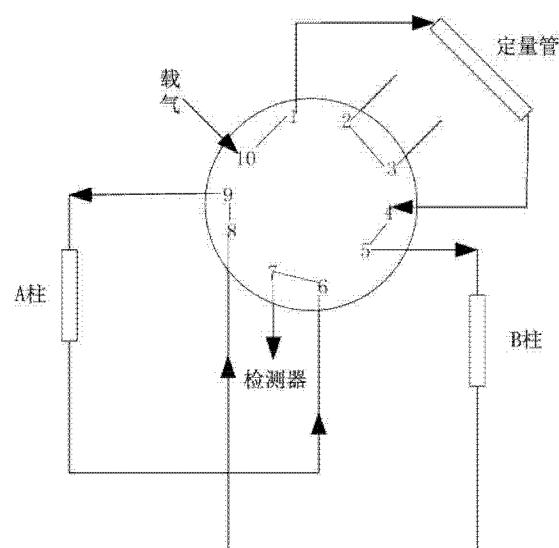


图 6