

---

ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО  
«ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЕТЕВАЯ КОМПАНИЯ  
ЕДИНОЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ»

---



**СТАНДАРТ ОРГАНИЗАЦИИ  
ОАО «ФСК ЕЭС»**

**СТО 56947007-  
29.180.010.094-2011**

---

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ  
ГАЗОВ, РАСТВОРЕННЫХ В ТРАНСФОРМАТОРНОМ МАСЛЕ**

Стандарт организации

Дата введения 02.06.2011

ОАО «ФСК ЕЭС»

2011

## **Предисловие**

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения стандарта организации - ГОСТ Р 1.4-2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организаций. Общие положения».

Настоящий стандарт организации (СТО) рассматривает методы определения содержания газов, растворённых в масле.

Применение интерпретаций, заключений по результатам анализа растворённых газов (далее - АРГ) разрабатываются в рамках отдельного документа, в состав которого входят:

- критерии диагностики развивающихся дефектов (критерий ключевых газов, критерии граничных концентраций, критерии отношений пар газов для определения вида и характера дефекта, критерий скорости нарастания газов в масле);
- эксплуатационные факторы, влияющие на результаты АРГ;
- дефекты, обнаруживаемые в трансформаторах и его конструктивных элементах по результатам АРГ.

## **Сведения о стандарте**

**РАЗРАБОТАН:** ОАО «НТЦ электроэнергетики»

**ВНЕСЕН:** Департаментом технологического развития и инноваций ОАО «ФСК ЕЭС»

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ:**

приказом ОАО «ФСК ЕЭС» от 02.06.2011 № 321

**ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

Замечания и предложения по стандарту организации следует направлять в ОАО «ФСК ЕЭС» по адресу 117630, Москва, ул. Ак. Челомея, д. 5А, электронной почтой по адресу: [vaga-na@fsk-ees.ru](mailto:vaga-na@fsk-ees.ru); [linniksp@fsk-ees.ru](mailto:linniksp@fsk-ees.ru).

Настоящий стандарт организации не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения ОАО «ФСК ЕЭС».

## Содержание

1 Область применения	4
2. Нормативные ссылки	4
3 Термины и определения, обозначения и сокращения	4
4 Общие положения	6
4.1 Предел обнаружения определяемых в масле газов	7
4.2 Градуировка хроматографических установок	7
4.3 Суммарная погрешность выполнения измерений содержания газов в масле	8
4.4 Сходимость результатов измерений содержания газов в масле	8
5 Отбор, транспортировка и хранение проб масла	8
5.1 Пробоотборники	8
5.2 Проверка пробоотборников на герметичность	9
5.3 Отбор проб масла	9
5.4 Маркировка пробоотборников	11
5.5 Транспортировка проб масла	12
5.6 Хранение отобранных проб масла	12
6 Проведение измерений растворённых в масле водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода, азота	12
6.1 Аппаратура для проведения измерения содержания газов в масле	12
6.2 Хроматографические колонки	12
6.3 Определение предела обнаружения концентраций газов, растворённых в трансформаторном масле	15
6.4 Градуировка хроматографического комплекса	16
6.5 Оперативный контроль точности выполняемых измерений содержания газов в масле	19
6.6 Извлечение водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота и масла	20
6.7 Выполнение измерений содержания газов в масле	22
6.8 Обработка результатов измерения содержания газов в масле	22
7 Расчёт суммарной погрешности содержания газов в масле	23
8 Требования к безопасности проведения работ	26
Приложение А (обязательное) Методика определения содержания газов, растворённых в трансформаторном масле при использовании стеклянных шприцев	27
Приложение Б (обязательное) Расчёт поправочного коэффициента $\alpha_i$ , учитывающего потерю газа в газовом пузырьке	33
Приложение В (обязательное) Протокол результатов измерений содержания газов	34
Библиография	35

## 1 Область применения

Настоящий стандарт (далее - СТО) разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта МЭК IEC 60567 «Oil-filled electrical equipment- Sampling of gases and oil for analysis of free and dissolved gases- Guidance» («Маслонаполненное электрическое оборудование - подготовка газов и масла для анализа свободного и растворенного газов - Руководство по отбору проб масла, выделений газов из масла) и предназначен для определения содержания растворенных в трансформаторном масле водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода, азота.

СТО применим к трансформаторным маслам любой марки отечественным и импортным, а также смесевым маслам с любым сроком эксплуатации.

СТО обязан применяться эксплуатационным персоналом электрических сетей, а также персоналом ремонтных предприятий, наладочных и других организаций применительно к объектам ОАО «ФСК ЕЭС».

## 2 Нормативные ссылки

ГОСТ Р 1.4-2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организаций. Общие положения»

ГОСТ Р 1.5–2002. «Государственная система стандартизации Российской Федерации. Стандарты. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению»

ГОСТ 8.207-76. «Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения»

ГОСТ 8.563-96 «Методики выполнения измерений»

ГОСТ 17567-81. «Хроматография газовая. Термины и определения»

## 3 Термины и определения, обозначения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены термины и определения по ГОСТ 17567.

3.2 Обозначения и сокращения

$A_i^{cp}$  - среднее значение концентрации  $i$ -того газа в трансформаторном масле, ppm (% об.).

$A_i^r$  - концентрация  $i$ -того газа в градуировочной газовой смеси, ppm (% об.). Приведена в паспорте на газовую смесь;

$\bar{A}_i$  - среднее значение концентрации  $i$ -того газа при градуировке в пересчете на трансформаторное масло, ppm (% об.);

$A_i^{an}$  - концентрация  $i$ -того газа в трансформаторном масле, полученная при анализе, ppm (% об.);

$A_i^M$  - измеренная концентрация  $i$ -того газа в анализируемом образце трансформаторного масла, ppm (% об.);

$A_i^{M(П)}$  - концентрация  $i$ -того газа в анализируемом образце трансформаторного масла с учетом газового пузырька, ppm (% об.);

$A_i^{ГК}$  - расчетная концентрация  $i$ -того газа в градуировочной газовой смеси при оперативном контроле, ppm (% об.);

$b_i$  - градуировочный коэффициент для определения  $i$ -того компонента;

$V_i$  - коэффициент растворимости Оствальда газов в трансформаторном масле при температуре 20°C и давлении  $1 \times 10^4$  Па (760 мм. рт.ст.);

СО - оксид углерода;

СО<sub>2</sub> - диоксид углерода;

СН<sub>4</sub> - метан;

С<sub>2</sub>Н<sub>2</sub> - ацетилен;

С<sub>2</sub>Н<sub>4</sub> - этилен;

С<sub>2</sub>Н<sub>6</sub> - этан;

$s$  - больший (продольный) размер газового пузырька, см;

$d_{кол}$  - внутренний диаметр колонки, см;

$d_{част.}$  - размер частиц сорбента, см;

$d$  - меньший (поперечный) размер газового пузырька, см;

$h_i$  - высота пика  $i$ -того газа на хроматограмме градуировочной смеси, см;

$h_{шум}$  - значение шума хроматографа;

$h_2$  - высота пика 2-го газа на хроматограмме, см;

$h_{3,4}$  - высоты пиков 3-го и 4-го газов на хроматограмме, см;

$h_5$  - высота пика 5-го газа на хроматограмме, см;

Н<sub>2</sub> - водород;

$K$  - суммарный коэффициент;

$L$  - число параллельных анализов образцов трансформаторного масла (измерения);

$l$  - число точек при градуировке (2 точки);

$m$  - число параллельных измерений в каждой точке при градуировке (5 измерений);

$n$  - число измерений при градуировке;

Н<sub>2</sub> - азот;

О<sub>2</sub> - кислород;

$S_5$  - площадь пика 5-го газа на хроматограмме, см<sup>2</sup>;

$S_2$  - площадь пика 2-го газа на хроматограмме, см<sup>2</sup>;

$S_{3,4}$  - площади пиков 3-го и 4-го газов на хроматограмме, см<sup>2</sup>;

$S_{A_i^m}$  - среднее квадратическое отклонение за счет случайной погрешности измерения концентрации  $i$ -того газа в трансформаторном масле;

$S_{i_0}$  - значение среднего квадратического отклонения для  $i$ -того газа при градуировке;

$S$  - суммарное среднее квадратическое отклонение  $i$ -того результата измерения;

$S_i$  - площадь пика  $i$ -того газа на хроматограмме градуировочной газовой смеси;

$t_{отн.}$  - относительное время удерживания;

$t_x$  - время удерживания компонента  $x$ , с;

$t_{ст}$  - время удерживания компонента, выбранного за стандарт, с;

$V_{г}$  - объем газовой фазы в шприце при извлечении  $i$ -того газа из масла,  $см^3$  ( $10 см^3$ );

$V_{м}$  - объем масла в шприце при извлечении  $i$ -того газа из масла,  $см^3$  ( $10 см^3$ );

$V_{г}$  - объем газовой фазы в шприце при извлечении газов из трансформаторного масла,  $см^3$  ( $10 см^3$ );

$V_{м}^{ш}$  - объем масла в шприце, мл;

$V_{п}^г$  - объем газового пузырька, мл;

$\Delta$  - суммарная погрешность измерения;

$\alpha_i$  - поправочный коэффициент, учитывающий потерю  $i$ -го газа в газовом пузырьке;

$\Delta_{отн.}$  - относительное отклонение концентрации  $i$ -того газа в градуировочной смеси при ее контрольном анализе от паспортного значения, % отн.;

$\Theta_{i(отн.)}$  - относительная не исключенная систематическая погрешность;

$\Theta_{i(абс.)}$  - абсолютная не исключенная систематическая погрешность;

$\mu_{0,5}^5$  - ширина пика 5-го газа на половине его высоты, см;

$\mu_{0,5}^2$  - ширина пика 2-го газа на половине его высоты, см;

ДИП - пламенно-ионизационный детектор;

ДТП - детектор по теплопроводности;

ДТХ - детектор термохимический;

МУ - методические указания;

ПО - предел обнаружения.

#### 4 Общие положения

Оценка технического состояния маслонаполненного электрооборудования в процессе его эксплуатации проводится с учетом результатов измерений концентраций газов, растворенных в трансформаторном масле, полученных согласно настоящему СТО и [1,2].

При определении концентраций газов, растворенных в трансформаторном масле, должны выполняться требования к:

- пределу обнаружения концентраций газов, растворенных в масле;
- градуировке хроматографических установок;
- суммарной погрешности выполнения измерений содержания газов в масле;
- сходимости результатов измерений содержания газов в масле.

#### **4.1 Предел обнаружения определяемых в масле газов**

4.1.1 Предел обнаружения (ПО) определяемых в масле газов должен быть не выше:

- |                                  |                          |
|----------------------------------|--------------------------|
| - для водорода                   | - 5 ppm (0,0005% об.)    |
| - для метана, этилена, этана     | - 1 ppm (0,0001% об.)    |
| - для ацетилена                  | - 0,5 ppm (0,00005% об.) |
| - для оксида и диоксида углерода | - 20 ppm (0,002% об.)    |
| - для кислорода и азота          | - 500 ppm ( 0,05% об.)   |

4.1.2 Для обеспечения необходимого ПО по всем анализируемым компонентам в хроматографических установках можно использовать:

а) пламенно-ионизационный детектор (ДИП):

- для определения метана, ацетилена, этилена, этана;
- для определения оксида и диоксида углерода в виде метана при их анализе на хроматографических установках, имеющих в своем составе устройства, превращающих их в метан (метанаторы) с использованием газа-носителя гелия или аргона;

б) детектор по теплопроводности (ДТП):

- для определения водорода, кислорода и азота с использованием газа-носителя аргона;
- для определения оксида и диоксида углерода, кислорода, азота с использованием газа-носителя гелия;

в) детектор термохимический (ДТХ):

- для определения водорода и оксида углерода с использованием газа-носителя гелия.

#### **4.2 Градуировка хроматографических установок**

Градуировка осуществляется с применением баллонов с метрологически аттестованной газовой смесью.

### 4.3 Суммарная погрешность выполнения измерений содержания газов в масле

Погрешности при определении концентраций газов, растворенных в трансформаторном масле, должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1

Область измеряемых концентраций, ppm (% об.)	Суммарная погрешность измерения, % отн.
CH <sub>4</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> , H <sub>2</sub> , CO, CO <sub>2</sub> ,	
менее 10 (0,001)	более 50
10 - 50 (0,001 - 0,005)	не более 50
50 - 500 (0,005 - 0,05)	не более 20
более 500 (0,05)	не более 10
N <sub>2</sub> , O <sub>2</sub>	
менее 1000 (0,1)	более 50
1000-100000 (0,1-10)	не более 10

### 4.4 Сходимость результатов измерений содержания газов в масле

Для CH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>, H<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub> сходимость результатов двух параллельных анализов одного и того же образца масла при концентрации анализируемого газа в нем выше 10 ppm (0,001 %) не должна превышать 10% относительно среднего значения.

Для N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> сходимость результатов двух параллельных анализов одного и того же образца масла при концентрации анализируемого газа в нем в диапазоне 1000-10000 ppm (0,1- 10%) не должна превышать 5% относительно среднего значения, при концентрациях менее 1000 ppm (0,1%) не должна превышать 25% относительно среднего значения.

## 5 Отбор, транспортировка и хранение проб масла

### 5.1 Пробоотборники

5.1.1 Отбор осуществляется в:

- пробоотборники, в частности «ELCHROM» по ТУ 3418-027-11703970-05 или аналогичные.

В ряде случаев отбор может осуществляться в стеклянные шприцы (Приложение А).



Отбор проб масла в пластмассовые шприцы недопустим.

## **5.2 Проверка пробоотборников на герметичность**

5.2.1 Набрать в шприц 20 мл чистого трансформаторного масла и затем слить его, обеспечив на стенках создание масляной пленки.

5.2.2 В испытуемом пробоотборнике подготовить масло, которое содержит растворенный водород с концентрацией 500 - 1000 ppm (0,05-0,1% об.).

5.2.3 Пробоотборник хранится в течение двух недель при комнатной температуре в темном месте.

5.2.4 Сравнить результаты 2-х анализов определения содержания водорода, полученных в начале и в конце хранения.

5.2.5 Допускаются к применению пробоотборники, в которых изменение содержания водорода в масле не превышает 5% отн.

5.2.6 Негерметичные пробоотборники отбраковываются.

## **5.3 Отбор проб масла**

5.3.1 Требования при отборе проб масла.

5.3.1.1 При отборе проб масла недопустимо попадание в него атмосферного воздуха:

- недопустим отбор проб масла из открытой струи;
- при заполнении пробоотборников допускается только самопроизвольное заполнение их под давлением масла из электрооборудования;
- не допускается оттягивание поршня рукой.

5.3.1.2 При отборе проб масла необходимо избегать высокой скорости истечения масла из маслоотборного устройства, чтобы исключить выделение газов из масла.

5.3.1.3 При появлении видимых пузырей и завихрений в струе масла необходимо уменьшить скорость его истечения.

5.3.2 Отбор трансформаторного масла в пробоотборник (рисунок 1).

5.3.2.1 Пробоотборник состоит из шприца (1) и трехходового крана (2).

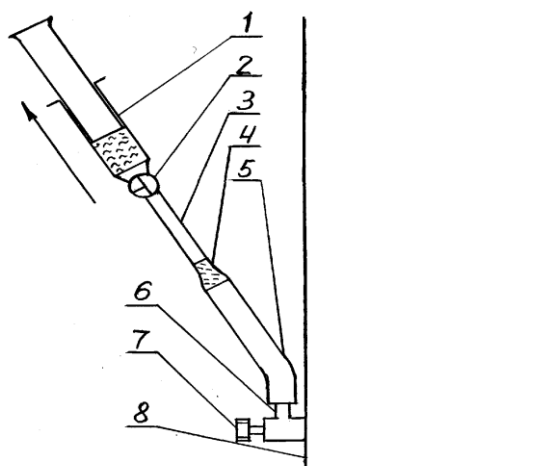


Рисунок 1 Отбор трансформаторного масла в пробоотборник

1. Шприц; 2. Трехходовой кран; 3. Резиновая трубка с внутренним диаметром 2-3мм; 4. Металлический или стеклянный переходник; 5. Резиновая трубка с внутренним диаметром 4-6мм; 6. Штуцер; 7. Вентиль;
8. Электрооборудование.

5.3.2.2 Провести отбор масла из штуцера (6) электрооборудования (8) с помощью герметичного маслоотборного устройства. Конструкция маслоотборного устройства включает в себя: вакуумную или обычную резиновую трубку (3) с внутренним диаметром 2-3мм, металлический или стеклянный переходник (4) и резиновую трубку с внутренним диаметром 4-6мм (5). Основным требованием к маслоотборному устройству является обеспечение герметичного соединения штуцера электрооборудования и шприца, поэтому один его конец должен быть плотно надет на штуцер, а другой - на один из свободных концов трехходового крана шприца.

5.3.3 Процедура заполнения пробоотборника маслом.

5.3.3.1 Перед отбором масла штуцер (6) очистить от загрязнений.

5.3.3.2 Слить влажное или загрязненное масло (2-10 л).

5.3.3.3 Подсоединить к штуцеру (6) маслоотборное устройство (3-5).

5.3.3.4 Присоединить пробоотборник (1) трехходовым краном (2) к резиновой трубке (3). Трехходовой кран (2) установить в положение, соединяющее оборудование с атмосферой.

5.3.3.5 Открыть вентиль (7) на оборудовании (8) и слить из него масло в емкость объемом равным 5 объемам шланга.

5.3.3.5 Не закрывая вентиль на оборудовании, повернуть трехходовой кран на пробоотборнике в положение, соединяющее оборудование с пробоотборником и изолирующее их от атмосферы.

5.3.3.6 Пробоотборник заполнить маслом, а затем трехходовой кран повернуть в положение, соединяющее шприц с атмосферой и масло из шприца выдавить. При заполнении шприца маслом придерживать поршень шприца для того, чтобы он самопроизвольно не выпал из цилиндра.

5.3.3.7 Трехходовой кран перевести в положение, соединяющее оборудование со шприцем.

Заполнение пробоотборника, удаление из него масла (промывка) повторяют 3 раза.

5.3.3.8 Заполнить пробоотборник маслом до метки 20 см<sup>3</sup>, трехходовой кран повернуть в положение, изолирующее шприц от атмосферы.

5.3.3.9 Закрывать вентиль на маслonaполненном электрооборудовании и удалить пробоотборник из маслоотборного устройства.

5.3.3.10 Если в пробоотборнике есть пузырек воздуха, поднять пробоотборник канюлей вверх.

5.3.3.11 Трехходовой кран повернуть в положение, соединяющее шприц с атмосферой.

5.3.3.12 Удалить пузырек воздуха из шприца.

5.3.3.13 Трехходовой кран повернуть в положение, изолирующее шприц от атмосферы.

#### **5.4 Маркировка пробоотборников**

Пробоотборники должны быть снабжены сопроводительной документацией, в которой указывают:

- номер пробоотборника;
- название объекта;
- диспетчерское обозначение оборудования;
- тип (например, АОДЦТН 167000/500/220/35-У1-85);
- завод-изготовитель;
- заводской номер;
- дату изготовления;
- фазу;
- дату ввода в эксплуатацию;
- марку масла;
- температуру масла при отборе;
- вид защиты масла;
- причину отбора;
- точку отбора масла

(например, для трансформатора:

- маслоотборное устройство;
- бак переключателя;
- газовое реле;

для ввода с бумажно-масляной изоляцией:

- ввод (собственно ввод);
- маслоотборное устройство внизу;
- бак давления);
  - дату отбора;
  - фамилию и должность лица, проводившего отбор.

## **5.5 Транспортировка проб масла**

5.5.1 Пробы трансформаторного масла, отобранные из оборудования в пробоотборники, транспортируют к месту анализа в контейнерах, которые должны обеспечить:

- целостность пробоотборников;
- защиту от попадания света;
- защиту от вибрации;
- защиту от тряски.

5.5.2 Пробоотборники располагаются либо горизонтально, либо вертикально.

При вертикальной транспортировке пробоотборники должны располагаться трехходовым краном вниз.

## **5.6 Хранение отобранных проб масла**

5.6.1 Пробы масла должны храниться:

- при комнатной температуре;
- в защищенном от света месте;
- в герметично закрытых пробоотборниках.

5.6.2 Срок хранения пробоотборников до двух недель со дня отбора масла.

**6 Проведение измерений растворенных в масле водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана кислорода, азота**

### **6.1 Аппаратура для проведения измерения содержания газов в масле**

6.1.1 Специализированные газовые хроматографы.

6.1.2 Персональный компьютер, обеспечивающий управление хроматографом, обработку результатов хроматографического анализа, их хранение.

### **6.2 Хроматографические колонки**

6.2.1 Хроматографическая колонка из нержавеющей стали с внутренним диаметром 2мм или 3мм (длина колонки определяется видом анализируемых газов).

6.2.2 Применяемые сорбенты: цеолит СаА, NaX, пористый полимер Порapak N или аналогичные, сорбент ПАУ-1.

6.2.3 Используют либо готовые сорбенты с необходимым размером частиц, либо размельченные и рассеянные на ситах. Размер частиц сорбента выбирается таким образом, что  $d_{\text{кол.}}/d_{\text{част.}}$  составляет не менее 8-10. Для колонок с внутренним диаметром 2мм размер частиц составляет 0,1-0,25 мм.

#### 6.2.4 Оценка хроматографических характеристик колонок.

6.2.5 Проверка разделяющей способности хроматографической колонки проводится по тестовым газовым смесям.

6.2.5.1. Для проведения оценки работоспособности хроматографической колонки необходимо:

- газовый кран-дозатор хроматографа установить в положение ОТБОР;
- баллон подключить к газовому крану-дозатору хроматографа с помощью трубки из нержавеющей стали или фторопласта;
- установить расход градуировочной смеси через дозирующую петлю равный 25-30 см<sup>3</sup>/мин;
- продуть дозирующую петлю при первом анализе не менее 5 мин, а при каждом последующем - не менее 2 мин;
- баллон закрыть и перевести ручку газового крана-дозатора в положение АНАЛИЗ;
- определить времена удерживания каждого компонента тестовой газовой смеси.

6.2.5.2 Хроматографическая колонка считается работоспособной в случае полного разделения компонентов смеси при рабочих температурах и расходах газа-носителя и вспомогательных газов.

6.2.6 Для длительно работающих колонок ухудшение работоспособности выражается в изменении времён удерживания и формы пиков компонентов тестовой смеси при неизменной температуре колонки и расходе газа-носителя.

6.2.7 В этом случае следует провести кондиционирование колонки в соответствии с п 6.2.11.

6.2.8 Если кондиционирование не дало результатов, необходимо изменить режимные параметры (температура термостата колонок, расход газа-носителя) так, чтобы получить удовлетворительное разделение тестовой смеси.

При изменении режимных параметров следует учитывать, что увеличение расхода газа-носителя и/или температуры термостата колонок приводит к уменьшению времен удерживания анализируемых колонок, а их уменьшение - к увеличению времен удерживания.

6.2.9 Если изменение режимных параметров не дало результатов, необходимо заменить колонку на новую.

6.2.10 Одним из критериев необходимости замены колонки на новую является изменение относительного времени удерживания более чем на 30% хотя бы одного компонента тестовой смеси.

Относительное время удерживания определяется по формуле:

$$t_{\text{отн.}} = t_x / t_{\text{ст.}}, \quad (1)$$

где  $t_{\text{отн.}}$  - относительное время удерживания;

$t_x$  - время удерживания компонента  $x$ , с;

$t_{\text{ст}}$  - время удерживания компонента, выбранного за стандарт, с.

В качестве стандартного газа выбирается один из газов тестовой смеси и относительно его времени удерживания считаются времена удерживания всех компонентов тестовой смеси на хроматограмме.

#### 6.2.11 Кондиционирование хроматографических колонок.

6.2.11.1 Кондиционирование колонок проводить обязательно для вновь наполненных колонок.

Кондиционирование следует проводить также после длительной работы колонок, если ухудшились ее характеристики (п. 6.2.6).

6.2.11.2 Для удаления веществ, сорбированных в колонке, и стабилизации ее хроматографических характеристик, колонку подвергнуть термообработке в токе газа-носителя.

6.2.11.3 Запрещается использовать водород в качестве газа-носителя.

6.2.11.4 Конец колонки, подключенный к испарителю, оставить на месте. Другой конец колонки (подключенный к детектору) отсоединить от детектора на все время кондиционирования.

6.2.11.5 Расход газа - носителя через колонку 20-30 мл/мин.

6.2.11.6 Провести нагрев колонки от 50°C до оптимальной температуры кондиционирования сорбента в токе газа - носителя в режиме:

- программирования температуры со скоростью 1-2°C /мин;
- ступенчатого подъема температуры с дискретным ее изменением на 50°C через каждые 30 мин.

Оптимальной температурой кондиционирования для рекомендованных в настоящих МУ сорбентов является:

Порапак N	160°C
ПАУ-1	320°C
NaX, CaA	330°C

Для регенерации ПАУ-1 рекомендуется использовать ступенчатый подъем температуры.

6.2.11.7. При проведении кондиционирования колонки с цеолитом предварительно удалить из термостата хроматографа колонки с полимерным сорбентом. Ток ДТП отключить.

6.2.11.8 Для всех рекомендованных сорбентов продолжительность кондиционирования составляет 6-8 часов, включая время подъема температуры.

### **6.3 Определение предела обнаружения концентраций газов, растворенных в трансформаторном масле**

6.3.1 Определение предела обнаружения хроматографа проводится с использованием градуировочных смесей.

6.3.2 Порядок проведения определения предела обнаружения концентраций газов, растворенных в трансформаторном масле.

6.3.2.1 Определение предела обнаружения хроматографа проводится по градуировочным смесям.

6.3.2.2 Определить значение шума хроматографа. Для этого в течение 10 минут прописывают нулевую линию хроматографа. На мониторе компьютера получают ее отображение и значение шума хроматографа.

6.3.2.3 Газовый кран-дозатор хроматографа установить в положение ОТБОР.

6.3.2.4 Баллон подключить к газовому крану-дозатору хроматографа с помощью трубки из нержавеющей стали или фторопласта.

6.3.2.5 Установить расход градуировочной смеси через дозирующую петлю равный 25-30 см<sup>3</sup>/мин.

6.3.2.6 Продуть дозирующую петлю в течение 5 минут.

6.3.2.7 Закрыть баллон.

6.3.2.8 Перевести ручку газового крана-дозатора в положение АНАЛИЗ.

6.3.2.9 Хроматограммы водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота, значения концентраций и значение ПО для анализируемых газов регистрируются с помощью компьютера.

6.3.2.10 При несоответствии полученных значений ПО п 4.1.1 устранить возможные причины этого несоответствия и снова провести определение ПО.

6.3.2.11 При соответствии полученных значений ПО п 4.1.1 приступить к градуировке хроматографа.

6.3.3 Метод расчета ПО для водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота.

Провести расчет по формуле:

$$\text{ПО} = \frac{2 \times h_{\text{шум}} \times A_i^r}{h_i} \times (B_i + V_r / V_M) \quad (2)$$

где  $A_i^r$  - концентрация  $i$ -того газа в градуировочной смеси, ppm (% об.).

Приведена в паспорте на газовую смесь;

$h_i$  - высота пика  $i$ -того газа на хроматограмме градуировочной смеси, см;

$B_i$  - коэффициент растворимости  $i$ -того газа в трансформаторном масле (таблица 2);

$V_r$  - объем газовой фазы в шприце при извлечении  $i$ -того газа из масла, см<sup>3</sup>;

$V_M$  - объем масла в шприце при извлечении  $i$ -того газа из масла, см<sup>3</sup>;

$h_{\text{шум}}$  - значение шума хроматографа;

Таблица 2 Коэффициенты растворимости  $B_i$  газов в масле при  $t = 20-25$  °С.

Газ	Коэффициент растворимости Оствальда газов в трансформаторном масле при температуре 20°С и давлении $1 \times 10^4$ Па (760 мм. рт.ст.) $B_i$
Водород (H <sub>2</sub> )	0,05
Оксид углерода (CO)	0,12
Диоксид углерода (CO <sub>2</sub> )	1,08
Метан (CH <sub>4</sub> )	0,40
Ацетилен (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> )	1,20
Этилен (C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> )	1,75
Этан (C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> )	2,78
Кислород (O <sub>2</sub> )	0,15
Азот (N <sub>2</sub> )	0,09

## 6.4 Градуировка хроматографического комплекса

6.4.1. Градуировка хроматографического комплекса должна проводиться при вводе его в эксплуатацию или в случае, когда результаты оперативного контроля точности выполняемых измерений не попадают в пределы значений контрольных параметров.

6.4.2 Для градуировки должны использоваться метрологически аттестованные газовые смеси всех анализируемых газов, приготовленных в газе-носителе, имеющие два уровня концентраций. Рекомендуемые уровни концентраций приведены в таблице 3.



6.4.3 Уровни концентраций соответствующих компонентов смесей 1 и 2 должны отличаться друг от друга не менее чем в 5 раз. При этом концентрации могут отличаться от приведенных в таблице 3 в 1,2-1,5 раза.

Таблица 3

Уровень концентраций	Газ и его концентрация в смеси, ppm (% об.)								
	O <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	CO	CO <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>
1	2000 (0,2)	2000 (0,2)	100 (0,01)	200 (0,02)	500 (0,05)	50 (0,005)	20 (0,002)	50 (0,005)	50 (0,005)
2	30000 (3,0)	30000 (3,0)	1000 (0,1)	1000 (0,1)	10000 (1,0)	1000 (0,1)	1000 (0,1)	1000 (0,1)	1000 (0,1)

6.4.4 Градуировка должна проводиться по двум разным концентрациям каждого газа при не менее чем 5-ти параллельных измерениях для каждого значения концентраций.

6.4.5 Градуировка комплекса по п 6.4.4 заключается в установлении градуировочного коэффициента  $b_i$ .

6.4.6 Порядок проведения градуировки:

- газовый кран-дозатор хроматографа установить в положение ОТБОР;
- баллон подключить к газовому крану-дозатору хроматографа;
- установить расход градуировочной смеси через дозирующую петлю равный 25-30 см<sup>3</sup>/мин;
- продуть дозирующую петлю при первом анализе не менее 5 минут, а при каждом последующем - не менее 2 минут;
- баллон закрыть и перевести ручку газового крана-дозатора в положение АНАЛИЗ;
- значение градуировочного коэффициента  $b_i$  регистрируется с помощью компьютера;
- определить среднее арифметическое значение  $b_i$  для каждого газа.

6.4.7 Метод расчета градуировочного коэффициента  $b_i$ .

6.4.7.1 Проводится идентификация пиков водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота на хроматограмме, а также расчет площадей пиков, соответствующих этим газам.

6.4.7.2 Градуировочные коэффициенты  $b_i$  для определения каждого газа рассчитываются по формуле:

$$b_i = A_i^r \times (B_i + V_r / V_M) / S_i, \quad (3)$$

где  $b_i$  - градуировочный коэффициент для определения  $i$  –того компонента;

$S_i$  - площадь пика  $i$ -того компонента на хроматограмме градуировочной газовой смеси;

$A_i^r$  - концентрация  $i$ -того компонента в градуировочной газовой смеси, ppm (% об.) . Приведена в паспорте на газовую смесь;

$B_i$  - коэффициент растворимости  $i$ -того компонента в трансформаторном масле (таблица 2);

$V_2$  - объем газовой фазы в шприце при извлечении газов из трансформаторного масла, см<sup>3</sup> (10 см<sup>3</sup>);

$V_m$  - объем масла в шприце при извлечении газов из трансформаторного масла, см<sup>3</sup> (10 см<sup>3</sup>).

#### 6.4.7.3 Метод расчета площади пика $S_i$ .

6.4.7.4 Хроматограмма представляет собой набор пиков по форме, как правило, близких к треугольнику (рисунок 2).

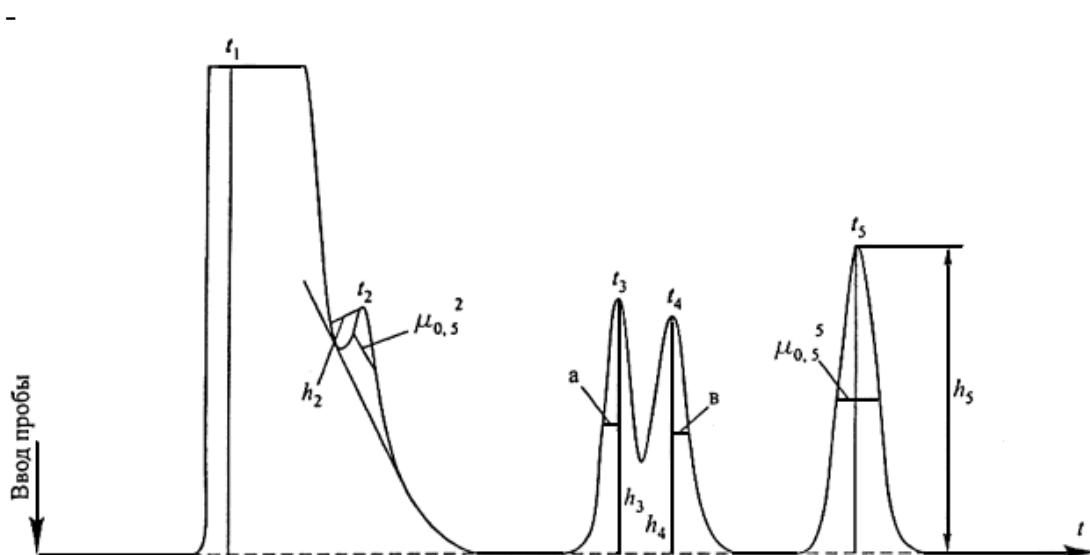


Рисунок 2 Хроматограмма газовой смеси.

6.4.7.5 В случае полного разделения пиков на хроматограмме (рисунок 2, пик 5) расчет площадей пиков проводится по методу треугольника:

$$S_5 = h_5 \mu_{0,5}^5, \quad (4)$$

где  $S_5$  - площадь пика 5-го газа на хроматограмме, см<sup>2</sup>;

$h_5$  - высота пика 5-го газа на хроматограмме, см;

$\mu_{0,5}^5$  - ширина пика 5-го газа на половине его высоты, см.

6.4.7.6 Если пики на хроматограмме разделяются неполностью, то при выходе пика на дрейфе нулевой линии или на хвосте большого пика (рисунок 2, пик 2) расчет его площади ведется по формуле:

$$S_2 = h_2 \mu_{0,5}^2, \quad (5)$$

где  $S_2$  - площадь пика 2-го газа на хроматограмме, см<sup>2</sup>;

$h_2$  - высота пика 2-го газа на хроматограмме, см;

$\mu_{0,5}^2$  - ширина пика 2-го газа на половине его высоты, см.

При неполном разделении достаточно симметричных пиков (рисунок 2, пики 3 и 4) расчет их площадей ведется по формулам:

$$S_3 = 2h_3 \text{ и } S_4 = 2h_4, \quad (6)$$

где  $S_{3,4}$  - площади пиков 3-го и 4-го газов на хроматограмме, см<sup>2</sup>;

$h_{3,4}$  - высоты пиков 3-го и 4-го газов на хроматограмме, см.

6.4.8 Для масел неизвестного состава или после длительной эксплуатации масла градуировка хроматографа может осуществляться с помощью раствора газов, приготовленного в испытуемом масле, методом равновесного распределения газа между газовой фазой и маслом.

## **6.5 Оперативный контроль точности выполняемых измерений содержания газов в масле**

6.5.1 Оперативный контроль точности выполняемых измерений осуществляется каждый раз перед началом рабочих измерений для подтверждения стабильности градуировочных коэффициентов  $b_i$  для каждого газа.

6.5.2 Допустимо проведение оперативного контроля точности выполняемых измерений по одному уровню концентраций газов.

6.5.3 Порядок проведения оперативного контроля точности измерений:

- газовый кран-дозатор хроматографа установить в положение ОТБОР;
- баллон подключить к газовому крану-дозатору хроматографа;
- установить расход градуировочной смеси через дозирующую петлю равный 25-30 см<sup>3</sup>/мин;
- продуть дозирующую петлю в течение 5 минут;
- баллон закрыть и перевести ручку газового крана-дозатора в положение АНАЛИЗ.

6.5.3.1 Проводится идентификация пиков водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилен, этилена, этана, кислорода и азота, полученных на хроматограмме.

6.5.3.2 Используя значения полученных при градуировке

градуировочных коэффициентов проводится расчет соответствующих им концентраций газов в градуировочных смесях по формуле:

$$A_i^{ГК} = b_i \times S_i / (B_i + V_G / V_M), \quad (7)$$

где  $A_i^{ГК}$  - расчетная концентрация  $i$ -того газа в градуировочной газовой смеси при оперативном контроле, ppm (% об.);

$b_i$  - градуировочный коэффициент для определения  $i$ -того газа;

$S_i$  - площадь пика  $i$ -того газа на хроматограмме градуировочной газовой смеси;

$B_i$  - коэффициент растворимости  $i$ -того газа в трансформаторном масле (таблица 2);

$V_G$  - объем газовой фазы в шприце при извлечении газов из трансформаторного масла, см<sup>3</sup> (10 см<sup>3</sup>);

$V_M$  - объем масла в шприце при извлечении газов из трансформаторного масла, см<sup>3</sup> (10 см<sup>3</sup>).

6.5.3.3 Полученные значения  $A_i^{ГК}$  сравниваются с приведенными в паспортах на газовые смеси. Относительное отклонение этих величин друг от друга рассчитывается по формуле:

$$\Delta_{отн} = (A_i^{ГК} - A_i^Г) \times 100 / A_i^Г, \quad (8)$$

где  $\Delta_{отн}$  - относительное отклонение концентрации  $i$ -того газа в градуировочной смеси при ее контрольном анализе от паспортного значения, ppm (% об.);

$A_i^{ГК}$  - расчетная концентрация  $i$ -того газа в градуировочной газовой смеси, полученная при оперативном контроле, ppm (% об.);

$A_i^Г$  - концентрация  $i$ -того газа в градуировочной газовой смеси, ppm (% об.). Приведена в паспорте на газовую смесь.

6.5.4 При превышении погрешности необходимо проверить режимные параметры, скорректировать их и провести новую градуировку хроматографа.

## 6.6 Извлечение водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота из масла

6.6.1 Используется метод равновесного извлечения газов в изолированное от атмосферы газовое пространство. Метод заключается в извлечении инертным газом растворенных в масле газов до их равновесного распределения между жидкой (масло) и газовой фазами. Равновесное извлечение водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота из масла проводят в пробоотборниках.

Перед проведением процедуры выделения газов из масла доставленные пробоотборники должны быть выдержаны в условиях лаборатории не менее двух часов. Температура окружающей воздуха в рабочем помещении должна быть в пределах от 20°C до 25 °C при относительной влажности воздуха 50-

80%.

6.6.2. Если в отобранной пробе масла имеется пузырек газа, образовавшийся при транспортировке и/или хранении пробы масла, перед проведением процедуры выделения газов из масла необходимо определить его размеры, а затем удалить из пробоотборника. Учет влияния пузырька газа проверить по пп. 6.6.2.1, 6.6.2.2.

6.6.2.1 Если объем пузырька газа не превышает 0,25% объема масла, то потерю газов в нем можно не учитывать. Для объема масла 20 мл допустим пузырек газа, величина продольного диаметра которого не превышает 5 мм. Расчет содержания каждого газа в масле проводить по п. 6.8.1.

6.6.2.2 Если объем пузырька газа превышает 0,25% объема масла, то потерю газов в нем необходимо учитывать. Расчет содержания каждого газа в масле проводить по п. 6.8.2.

6.6.3 Равновесное извлечение водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота из масла.

6.6.3.1 Часть масла из пробоотборника удалить до объема  $V_m$ , который соответствует объему в выбранном соотношении  $V_g/V_m$ . Для этого одновременно надавить на поршень пробоотборника и трехходовой кран повернуть в положение, соединяющее его с атмосферой, удаляя масло из шприца.

6.6.3.2 Трехходовой кран повернуть в положение, изолирующее масло в пробоотборнике от атмосферы.

6.6.4.3 С помощью резинового шланга длиной 10-20 см с внутренним диаметром 2-3 мм трехходовой кран свободным концом подключить к устройству заполнения газом-носителем. Трехходовой кран должен находиться в положении, при котором масло в пробоотборнике отключено от атмосферы, а газ из устройства заполнения шприцев газом-носителем продувается через кран в атмосферу с расходом 25-30 см<sup>3</sup>/мин. Продувка крана длится не менее 5 минут.

6.6.3.4 После завершения продувки трехходовой кран перевести в положение, в котором происходит соединение линии заполнения шприцев газом-носителем с пробоотборником, и ввести в каждый пробоотборник с маслом газ, объем  $V_g$ , который соответствует объему в выбранном соотношении  $V_g/V_m$ .

6.6.3.5 При заполнении пробоотборника газом-носителем его следует располагать краном вверх, а шток поршня придерживать таким образом, чтобы исключить его самопроизвольное опускание и иметь возможность зафиксировать его на отметке шприца с соблюдением выбранного соотношения.

6.6.3.6 Трехходовой кран перевести в положение, изолирующее газомасляную смесь в пробоотборнике от линии заполнения шприцев газом-

носителем и атмосферы.

6.6.4 Пробоотборники, подготовленные по пп. 6.6.4.1- 6.6.4.6, установить в устройство для извлечения газов из масла. Пример исполнения такого устройства приведен на рисунке 2.

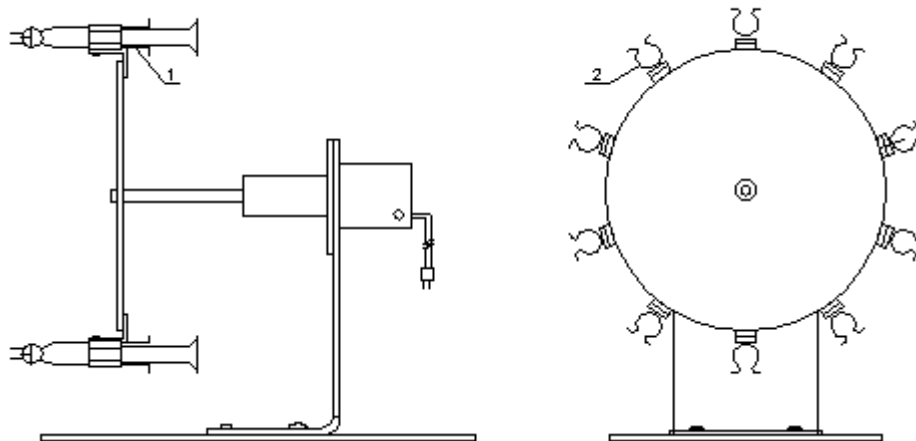


Рисунок 2 Устройство для извлечения водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота из трансформаторного масла.

1. Шприц с газо-масляной смесью; 2. Зажим.

6.6.4.1. Поместить пробоотборники с газо-масляной смесью в зажимы (2).

6.6.4.2 Включить устройство и вращать закрепленные в нем пробоотборники со скоростью 60 об/мин в течение 15 минут.

6.6.4.3 Остановить устройство.

6.6.4.4 Извлечь пробоотборники из зажимов.

6.6.4.5 Подключать пробоотборники к крану-дозатору хроматографа последовательно по одному.

## 6.7 Выполнение измерений содержания газов в масле

6.7.1 Для проведения измерений содержания газов в масле применяется аппаратура, указанная в п. 6.1.

6.7.2 Измерение содержания газов в масле проводится на хроматографе в соответствии с инструкцией завода-изготовителя.

## 6.8 Обработка результатов измерения содержания газов в масле

6.8.1 Расчет концентраций водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота в анализируемом образце трансформаторного масла проводится по формуле:

$$A_i^M = b_i \times S_i, \quad (9)$$

где  $A_i^M$  - концентрация  $i$ -того газа в анализируемом образце трансформаторного масла, ppm (% об.);

$b_i$  - градуировочный коэффициент для определения  $i$ -того газа;

$S_i$  - площадь пика  $i$ -того газа на хроматограмме образца масла.

6.8.2 Расчет концентрации газа в анализируемом образце трансформаторного масла с учетом газового пузырька.

Расчет проводится по формуле:

$$A_{i(\Pi)}^M = A_i^M \times \alpha_i, \quad (10)$$

где  $A_{i(\Pi)}^M$  - концентрация  $i$ -того газа в анализируемом образце трансформаторного масла с учетом газового пузырька, ppm (% об.);

$A_i^M$  - концентрация  $i$ -того газа в анализируемом образце трансформаторного масла, ppm (% об.) (9);

$\alpha_i$  - поправочный коэффициент, учитывающий потерю  $i$ -го газа в газовом пузырьке.

Методика определения  $\alpha_i$  приведена в Приложении Б.

6.8.3 Использовать значения  $A_i^M$ ,  $A_{i(\Pi)}^M$  при расчете суммарной погрешности измерений и оформлении результатов анализов.

6.8.4 Результаты измерений оформляются протоколом. Протокол приведен в Приложении В.

## 7 Расчет суммарной погрешности содержания газов в масле

7.1 Контроль точности результатов измерения производится после проведения измерений.

7.2 Оценка суммарной погрешности измерений содержания водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота в масле.

7.2.1 Суммарная погрешность измерения определяется в соответствии с ГОСТ 8.207 с учетом случайной погрешности измерения и неисключенной систематической погрешности определения коэффициента растворимости  $V_i$  и погрешности установки объемов газа  $V_r$  и трансформаторного масла  $V_m$  в шприце.

7.2.2 Среднее квадратическое отклонение за счет случайной погрешности измерения  $A_i^M$  рассчитывается формуле:

$$S_{A_i^M} = \frac{S_{i_0}}{b_i} \times \sqrt{\frac{1}{L} + \frac{1}{l \times m} + \frac{l \times m \times (A_i^{an} - \bar{A}_i)^2}{(b_i)^2 \times \left[ m \sum S_i^2 - (\sum S_i)^2 \right]}}, \quad (11)$$

где  $S_{A_i^{an}}$  - среднее квадратическое отклонение за счет случайной погрешности измерения концентрации  $i$ -того газа в трансформаторном масле;

$S_{i_0}$  - значение среднего квадратического отклонения для  $i$ -того газа при градуировке;

$b_i$  - градуировочный коэффициент для определения  $i$ -того газа;

$L$  - число параллельных анализов образцов трансформаторного масла;

$l$  - число точек при градуировке (2 точки);

$m$  - число параллельных измерений в каждой точке при градуировке (5 измерений);

$A_i^{an}$  - концентрация  $i$ -того газа в трансформаторном масле, полученная при анализе, ppm (% об.);

$\bar{A}_i$  - среднее значение концентрации  $i$ -того газа при градуировке в пересчете на трансформаторное масло, ppm (% об.);

$S_i$  - площадь пика  $i$ -того газа на хроматограмме градуировочной газовой смеси.

7.2.3 Значение среднего квадратического отклонения для каждого газа при градуировке  $S_{i_0}$  вычисляется по формуле:

$$S_{i_0} = \sqrt{\frac{\sum [A_i^g \times (B_i + V_g / V_m)]^2 - b_i \times \sum [A_i^g \times (B_i + V_g / V_m)] \times S_i}{n - 1}}, \quad (12)$$

где  $A_i^g$  - концентрация  $i$ -того газа в градуировочной газовой смеси, ppm (% об.);

$b_i$  - градуировочный коэффициент  $i$ -того газа;

$S_i$  - площадь пика  $i$ -того газа на хроматограмме градуировочной газовой смеси.

$B_i$  - коэффициент растворимости  $i$ -того газа в трансформаторном масле;

$V_g$  - объем газовой фазы в шприце при извлечении газов из трансформаторного масла, см<sup>3</sup> (10 см<sup>3</sup>);

$V_m$  - объем масла в шприце при извлечении газов из трансформаторного масла, см<sup>3</sup> (10 см<sup>3</sup>);

$n = l \times m$  - число измерений при градуировке.

7.2.4 Среднее значение концентрации  $i$ -того газа при градуировке в пересчете на трансформаторное масло, вычисляют по формуле:

$$\bar{A}_i = \frac{\sum [A_i^g \times (B_i + V_g / V_m)]}{l}, \quad (13)$$

где  $A_i^g$  - концентрация  $i$ -того газа в градуировочной газовой смеси, ppm (% об.);

$B_i$  - коэффициент растворимости  $i$ -того газа для трансформаторного



масла при температуре 20°C;

$V_{\Gamma}$  - объем газовой фазы в шприце при извлечении  $i$ -того газа из трансформаторного масла, см<sup>3</sup> (10 см<sup>3</sup>);

$V_M$  - объем масла в шприце при извлечении  $i$ -того газа из трансформаторного масла, см<sup>3</sup> (10 см<sup>3</sup>);

$l$  - число точек при градуировке (2 точки).

7.2.5 Относительная не исключенная систематическая погрешность рассчитывается по формуле:

$$\Theta_{i(отн.)} = 1,1 \times \sqrt{\frac{\Delta B_i^2}{B_i^2} + \frac{\Delta V_{\Gamma}^2}{V_{\Gamma}^2} + \frac{\Delta V_M^2}{V_M^2}}, \quad (14)$$

где  $\Theta_{i(отн.)}$  - относительная не исключенная систематическая погрешность;

$\Delta B_i$ ,  $\Delta V_{\Gamma}$ ,  $\Delta V_M$  - погрешности измерения коэффициентов распределения  $i$ -того газа для трансформаторного масла, а также объемов газа и масла в шприце, соответственно;

$B_i$ ,  $V_{\Gamma}$ ,  $V_M$  - коэффициенты растворимости  $i$ -того газа для трансформаторного масла, а также объемы газа и масла в шприце при извлечении газов из трансформаторного масла, соответственно.

В практических расчетах принимаются следующие значения относительных погрешностей измерения коэффициентов растворимости и объемов газа и трансформаторного масла:

$$\frac{\Delta B_i}{B_i} = 0,05; \quad \frac{\Delta V_{\Gamma}}{V_{\Gamma}} = \frac{\Delta V_M}{V_M} = 0,03;$$

7.2.5 Абсолютная не исключенная систематическая погрешность рассчитывается по формуле:

$$\Theta_{i(абс.)} = A_i^M \times \Theta_{i(отн.)}, \quad (15)$$

где  $\Theta_{i(абс.)}$  - абсолютная не исключенная систематическая погрешность;

$A_i^M$  - измеренная концентрация  $i$ -того газа в трансформаторном масле, ppm (% об.);

7.2.6 Суммарную погрешность измерения  $\Delta$  рассчитывается в зависимости от величины соотношения  $\Theta_{i(абс.)} / S_{A_i^M}$ .

Если это отношение меньше 0,8, то суммарную погрешность измерения  $\Delta$  определяется по формуле (11). Если это отношение больше 8, то суммарную погрешность измерения  $\Delta$  определяется по формуле (15). Если это отношение попадает в интервал между 0,8 и 8, то суммарную погрешность определяется по формуле:

$$\Delta = K \times S, \quad (16)$$

где  $\Delta$  - суммарная погрешность измерения;

$K$  - коэффициент;

$S$  - суммарное среднее квадратическое отклонение результата измерения.

S рассчитывается по формуле:

$$S = \sqrt{\sum \frac{\Theta^2_{i(abc.)}}{3} + S_{A_i^M}^2} \quad (17)$$

K рассчитывается по формуле:

$$K = \frac{(t_{p,f} \times S_{A_i^M}) + \Theta_{i(abc.)}}{S_{A_i^M} + \sqrt{\sum \frac{\Theta^2_{i(abc.)}}{3}}} \quad (18)$$

Рассчитанная по формуле (16) суммарная погрешность используется при представлении результатов анализа водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота в трансформаторном масле в виде:

$$A_i^M \pm \Delta, \quad (19)$$

где  $A_i^M$  - концентрация i-того газа в анализируемом образце трансформаторного масла, ppm (% об.);

$\Delta$  - суммарная погрешность измерения.

Численное значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности  $\Delta$ .

## 8 Требования к безопасности проведения работ

К выполнению измерений содержания газов, растворенных в трансформаторном масле, допускаются лица, достигшие 18-ти летнего возраста, ознакомленные с инструкцией по работе на газовом хроматографе, прошедшие инструктаж, имеющие навык работы на газовом хроматографе и с сосудами под давлением (газовыми баллонами).

При проведении работ с баллонами со сжатыми газами должны выполняться «Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные постановлением Госгортехнадзора России от 11.06.2003 № 91.

**Методика определения содержания газов, растворенных в трансформаторном масле при использовании стеклянных шприцев**

**А.1 Шприцы.**

Стеклянные шприцы объемом 20 см<sup>3</sup> с металлическим нержавеющей или стеклянным поршнем, в частности, по ТУ 64-1-3776, ТУ 64-1-378.

**А.2 Проверка шприцев на герметичность.**

**А.2.1** Перед проверкой набрать в шприц 20 мл чистого трансформаторного масла и затем слить его, обеспечив на стенках создание масляной пленки.

**А.2.2** В испытуемом шприце подготовить масло, которое содержит растворенный водород с концентрацией 500 - 1000 ppm (0,05-0,1% об.).

**А.2.3** Шприц хранится в течение двух недель при комнатной температуре в темном месте.

**А.2.4** Сравнить результаты 2-х анализов определения содержания водорода, полученных в начале и в конце хранения.

**А.2.5** Допускаются к применению шприцы, в которых изменение содержания водорода в масле не превышает 5% отн.

**А.2.6** Негерметичные шприцы отбраковываются.

**А.3 Отбор проб масла.**

**А.3.1** Требования при отборе проб масла.

**А.3.1.1** При отборе проб масла недопустимо попадание в него атмосферного воздуха:

- недопустим отбор проб масла из открытой струи;
- при заполнении шприцев допускается только самопроизвольное заполнение их под давлением масла из электрооборудования;
- не допускается оттягивание поршня рукой.

**А.3.1.2** При отборе проб масла необходимо избегать высокой скорости истечения масла из маслоотборного устройства, чтобы исключить выделение газов из масла.

**А.3.1.3** При появлении видимых пузырей и завихрений в струе масла необходимо уменьшить скорость его истечения.

**А.3.2** Отбор трансформаторного масла в пробоотборник (рисунок А.1).

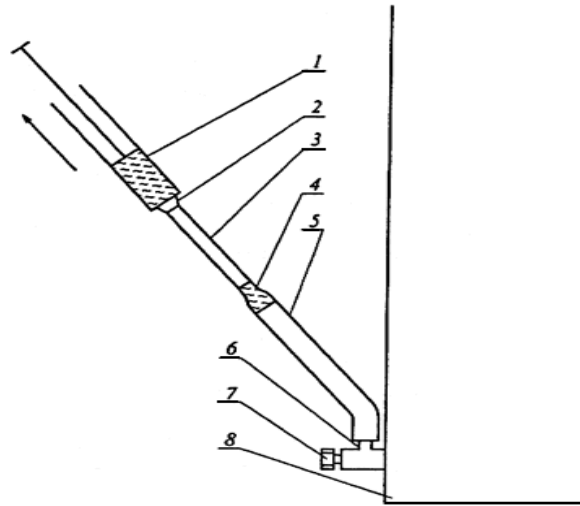


Рисунок А.1 Отбор проб масла из электрооборудования в стеклянные шприцы.

1. Стеклянный шприц; 2. Шлиф шприца; 3. Резиновая трубка с внутренним диаметром 2-3 мм; 4. Переходник; 5. Трубка с внутренним диаметром 4-6 мм; 6. Штуцер; 7. Вентиль; 8. Электрооборудование.

А.3.2.1 Провести отбор масла из штуцера (6) электрооборудования (8) с помощью герметичного маслоотборного устройства. Конструкция маслоотборного устройства включает в себя: вакуумную или обычную резиновую трубку (3) с внутренним диаметром 2-3мм, металлический или стеклянный переходник (4) и резиновую трубку с внутренним диаметром 4-6мм (5). Основным требованием к маслоотборному устройству является обеспечение герметичного соединения штуцера бака трансформатора и шприца, для этого один его конец должен быть плотно надет на штуцер (6), а другой - на шлиф (канюлю) шприца (2).

А.3.3 Процедура заполнения стеклянных шприцев маслом.

А.3.3.1 Перед отбором масла штуцер (6) очистить от загрязнений.

А.3.3.2 Слить влажное или загрязненное масло (2-10 л).

А.3.3.3 Подсоединить к штуцеру (6) маслоотборное устройство (3-5).

А.3.3.4 Открыть вентиль (7) на оборудовании (8) и слить из него в емкость масло объемом равным 5 объемам резиновой трубки (3):

Свободный конец маслоотборного устройства приподнять вверх для удаления из него пузырьков воздуха.

А.3.3.4 Перед заполнением маслом шприц промыть. Для этого ввести шприц канюлей в отверстие резиновой трубки (3) и заполнить его маслом. Отсоединить шприц от трубки (3). Масло из шприца слить. Процедуру промывки шприца повторить не менее 3 раз.

А.3.3.5 Ввести шприц канюлей в отверстие резиновой трубки (3) и заполнить его маслом.

А.3.3.6 Отсоединить шприц от трубки (3).

А.3.3.7 Повернуть шприц канюлей вертикально вверх.

А.3.3.8 Если в пробоотборнике есть пузырек воздуха, его необходимо удалить.

А.3.3.9 Установить на канюлю заглушку. При установке заглушки необходимо исключить попадание в шприц воздуха. Для этого устанавливая заглушку, нужно одновременно надавить на поршень шприца.

А.3.3.10 Отобрать из маслонаполненного электрооборудования не менее двух шприцев масла по пп. 3.3.4- 3.3.9.

А.3.3.11 Закрывать вентиль (7).

А.4 Маркировка шприцев.

Шприц должны быть снабжен сопроводительной документацией, в которой указывают:

- номер шприца;
- название объекта;
- диспетчерское обозначение оборудования;
- тип (например, АОДЦТН 167000/500/220/35-У1-85);
- завод-изготовитель;
- заводской номер;
- дату изготовления;
- фазу;
- дату ввода в эксплуатацию;
- марку масла;
- температуру масла при отборе;
- вид защиты масла;
- причину отбора;
- точку отбора масла:

(например, для трансформатора:

- маслоотборное устройство;
- бак переключателя;
- газовое реле;

для ввода с бумажно-масляной изоляцией:

- ввод (собственно ввод);
- маслоотборное устройство внизу;
- бак давления);

- дату отбора;
- фамилию и должность лица, проводившего отбор.

А.5 Транспортировка проб масла.

А.5.1 Пробы трансформаторного масла, отобранные из оборудования в

шприцы, транспортируют к месту анализа в контейнерах, которые должны обеспечить:

- целостность шприцев;
- защиту от попадания света;
- защиту от вибрации;
- защиту от тряски.

А.5.2 Шприцы располагаются либо горизонтально, либо вертикально.

При вертикальной транспортировке шприцы должны быть расположены заглушками вниз.

А.6 Хранение отобранных проб масла.

А.6.1 Пробы масла должны храниться:

- при комнатной температуре;
- в защищенном от света месте;
- в герметично закрытых шприцах.

А.6.2 Срок хранения шприцев до двух недель со дня отбора масла.

А.7 Извлечение водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота из масла.

А.7.1 Используется метод равновесного извлечения газов в изолированное от атмосферы газовое пространство.

Перед проведением процедуры выделения газов из масла доставленные шприцы с должны быть выдержаны в условиях лаборатории не менее двух часов. Температура окружающей воздуха в рабочем помещении должна быть в пределах от 20°C до 25°C при относительной влажности воздуха 50-80%.

А.7.2 Равновесное извлечение водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота из масла в шприцы.

А.7.2.1 Часть масла удаляется из шприца так, чтобы в нем осталось масла объемом  $V_m$ , которое соответствует объему в выбранном соотношении  $V_T/V_m$ .

А.7.2.2 При заполнении шприца газом-носителем возможно применение устройства, принципиальная схема которого показанного на рисунке А.2.

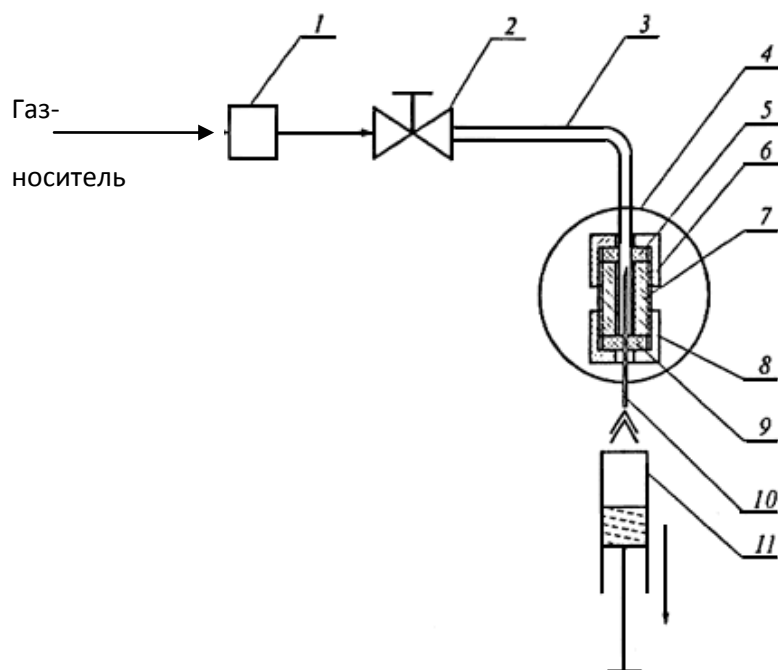


Рисунок А.2 Принципиальная схема устройства для заполнения шприца инертным газом.

1. Запорный клапан; 2. Вентиль тонкой регулировки; 3. Стальной капилляр с внутренним диаметром 1 мм; 4. Соединительный узел; 5, 9. Резиновая прокладка; 6, 8. Накладные гайки; 10. Медицинская игла; 11. Стеклоанный шприц.

А.7.2.3 Открыть вентиль (2), установить расход газа-носителя 20-30 мл/мин.

А.7.2.4 Продуть стальной капилляр (3), иглу (10) газом-носителем в течении 1 минуты.

А.7.2.5 Ввести шприц с пробой масла (11) в шлиф медицинской иглы (10).

А.7.2.6 Заполнить шприц газом-носителем до объема  $V_G$ , который соответствует объему в выбранном соотношении  $V_G/V_M$ . При заполнении шприца шток поршня придерживают, чтобы исключить его самопроизвольное опускание и иметь возможность зафиксировать его на отметке шприца с соблюдением выбранного соотношения.

А.7.2.7 Отсоединить шприц от шлифа иглы и изолировать при помощи заглушки. Отношение объемов газа и масла в шприце  $V_G/V_M$  выбирается так, чтобы объем анализируемой газовой фазы  $V_G$  обеспечивал продувку петли дозатора и линии, соединяющей шприц с дозатором 3-х кратным объемом газа.

А.7.3 Шприцы, подготовленные по пп А.7.2.1- А.7.2.7, установить в устройство для извлечения газов из масла. Пример исполнения такого устройства приведен на рисунке А.3.

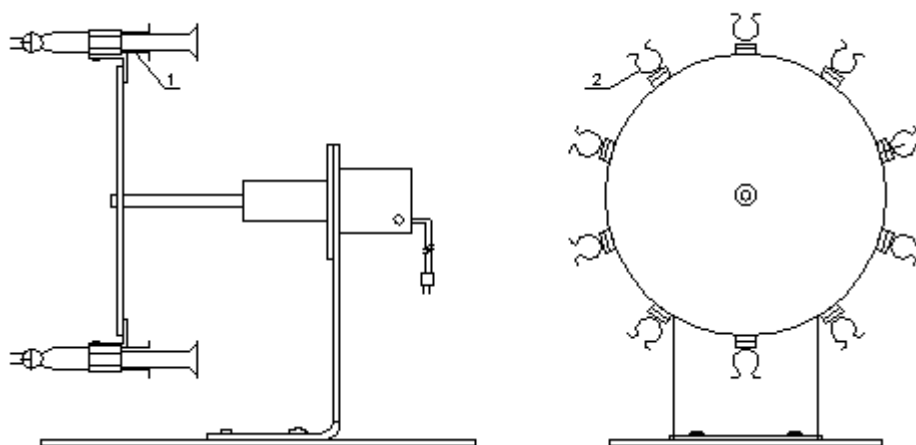


Рисунок А.3 Устройство для извлечения водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилена, этилена, этана, кислорода и азота из трансформаторного масла.

1. Шприц с газо-масляной смесью; 2. Зажим.

А.7.3.1 Поместить шприцы с газо-масляной смесью в зажимы (2).

А.7.3.2 Включить устройство и вращать закрепленные в нем шприцы со скоростью 60 об/мин в течение 15 минут.

А.7.3.3 Остановить устройство.

А.7.3.4 Извлечь шприцы из зажимов.

А.7.3.5 Подключить шприцы к крану-дозатору хроматографа последовательно по одному.

А.8 Выполнение измерений содержания газов в масле.

А.8.1 Для проведения измерений содержания газов  $H_2$ ,  $CH_4$ ,  $C_2H_6$ ,  $C_2H_4$ ,  $C_2H_2$ ,  $CO$ ,  $CO_2$  применяется аппаратура, указанная в п 6.1.

А.8.2 Измерение содержания газов в масле проводить на хроматографе в соответствии с инструкцией завода-изготовителя.



**Расчет поправочного коэффициента  $\alpha_i$ , учитывающего потерю газа в газовом пузырьке.**

Б.1 Поправочный коэффициент  $\alpha_i$ , рассчитывается по формуле:

$$\alpha_i = 1 + \frac{V_{\Gamma}^n}{V_M^{\text{ш}} \times B_i}, \quad (1)$$

где  $\alpha_i$  - поправочный коэффициент, учитывающий потерю  $i$ -го газа в газовом пузырьке;

$B_i$  - коэффициент растворимости  $i$ -го газа в масле;

$V_M^{\text{ш}}$  - объем масла в шприце, мл;

$V_{\Gamma}^n$  - объем газового пузырька, мл.

Б.2 Расчет объема газового пузырька.

Объема газового пузырька рассчитывается по формуле:

$$V_{\Gamma}^n = 0,52 \times c \times d^2, \quad (2)$$

где  $c$  - больший (продольный) размер газового пузырька, см;

$d$  - меньший (поперечный) размер газового пузырька, см;

$V_{\Gamma}^n$  - объем газового пузырька, мл.

**Протокол результатов измерений содержания газов**

**ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_**

результатов измерений содержания газов в образцах трансформаторного  
масла

- номер пробоотборника \_\_\_\_\_
- название объекта \_\_\_\_\_
- диспетчерское обозначение оборудования \_\_\_\_\_
- тип (например, АОДЦТН 167000/500/220/35-У1-85) \_\_\_\_\_
- завод-изготовитель \_\_\_\_\_
- заводской номер \_\_\_\_\_
- дата изготовления \_\_\_\_\_
- фаза \_\_\_\_\_
- дата ввода в эксплуатацию \_\_\_\_\_
- марка масла \_\_\_\_\_
- температура масла при отборе \_\_\_\_\_
- вид защиты масла \_\_\_\_\_
- причина отбора \_\_\_\_\_
- точка отбора масла \_\_\_\_\_

(например, для трансформатора:

- маслоотборное устройство;
- бак переключателя;
- газовое реле;

для ввода с бумажно-масляной изоляцией:

- ввод (собственно ввод);
- маслоотборное устройство внизу;
- бак давления); \_\_\_\_\_

- дата отбора \_\_\_\_\_
- фамилия и должность лица, проводившего отбор \_\_\_\_\_

№ шприца	Дата отбора масла	Дата проведения анализа	Содержание, ppm (% об.)									
			H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	C O	CO 2	O <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	

Анализ провел: \_\_\_\_\_ (Ф.И.О.)

Подпись

## **Библиография**

- [1] СО 34.45-51.300-97 Объем и нормы испытаний электрооборудования.
- [2] СО 34.46.302-00 Методические указания по диагностике развивающихся дефектов трансформаторного оборудования по результатам хроматографического анализа газов, растворенных в масле.