

## Prüfung von Transformatorenöl

# Hermetische Bedingungen für die Gas-in-Öl-Analyse

Die Sicherung hermetischer Bedingungen für die Gas-in-Öl-Analyse ist als innovatives Verfahren der Probenahme mit integrierter Gasextraktion ausgeführt und mit einem aus der Onlineüberwachung abgeleiteten Kriterium kontrollierbar. Die Bedeutung besteht in der Nutzung aller Einzelgase für die Diagnostik und der Bestimmung der Genauigkeit von DGA-Ergebnissen sowie ihrer Laborkontrolle.

Die Analyse der im Öl gelösten Gase ist eines der am meisten genutzten diagnostischen Hilfsmittel zur Erkennung und Bewertung von Fehlern in isolierölgefüllten elektrischen Hochspannungsgeräten. Die Ergebnisse der Gas-in-Öl-Analyse (DGA) sind dann für die Diagnose geeignet, wenn deren Genauigkeit als Mittelwert aller Einzelgase  $\pm 15\%$  nicht überschreitet. Dieser Wert wurde als Durchschnittsergebnis von Ringversuchen mit externen Gas-in-Öl-Standards erhalten und schließt die Extraktion in allen Verfahrensvarianten sowie die gaschromatographische Analyse ein (DIN EN 60567 [1]), jedoch nicht die Probenahme.

Bei der Überwachung von Transformatoren wird diese Genauigkeit allgemein auf die Ergebnisse von Betriebsölproben übertragen, in der Annahme, dass die Probenahme aus elektrischen Betriebsmitteln nach DIN IEC 60475 [2] repräsentativ und hermetisch ist. Obwohl auf die Verluste von  $H_2$  und  $CO$  sowie das

Eindringen der Luftkomponenten in Ölproben als Folge nichthermetischer Bedingungen hingewiesen wird, bleibt die Probenahme, bestehend aus Entnahme, Transport und Lagerung, als Teil der DGA unkontrolliert.

Probleme der hermetischen Probenahme wurden bei der weltweit umfangreichsten DGA-Datenerhebung (Cigré TF15 [3]) in Erwägung gezogen. Ziel der Untersuchungen war es, die Genauigkeit von Onlinegasmonitoren durch den Vergleich mit Laboranalysen zu ermitteln. Dabei musste in Kauf genommen werden, dass ein Teil der DGA-Laboregebnisse nur beschränkt auswertbar war, weil im Vergleich zu den Onlinegasmonitoranzeigen niedrigere Wasserstoffkonzentrationen und höhere Konzentrationen der atmosphärischen Gase festgestellt wurden. Als Ursache sind nicht-hermetische Bedingungen bei der Probenahme vermutet worden.

Im Folgenden wird eine praxiserprobte, innovative Lösung für die Probenahme vorgestellt, bei deren Anwendung die hermetischen Bedingungen für die DGA gesichert werden können. Aus der Onlineüberwachung lässt sich ein Kontrollkriterium ableiten, mit dem die Bedeutung der Labor-DGA unterstrichen wird.

### Verfahren der Probenahme mit integrierter Gasextraktion

Am häufigsten werden Ölproben mit festen Metallflaschen entnommen. Dieses Verfahren birgt mit der Änderung des Ölvolumens bei Tem-

Gaskonzentration bei Abkühlung			
Gas		Konzentration im Öl bei der Probenahme (55 °C) in ppm	Konzentration im Öl im Labor (25 °C) in ppm
Wasserstoff	$H_2$	100	74
Sauerstoff	$O_2$	32000	29062
Stickstoff	$N_2$	64000	52903
Kohlenmonoxid	$CO$	1000	879
Kohlendioxid	$CO_2$	8000	8014
Methan	$CH_4$	100	97
Ethan	$C_2H_6$	100	101
Ethen	$C_2H_4$	100	101
Ethin	$C_2H_2$	100	100
Propan	$C_3H_8$	100	102
Propen	$C_3H_6$	100	102

Tafel 1. Änderung der Gaskonzentrationen im Öl bei Abkühlung (Bildung eines Gaspolsters)

Dr. rer. nat. **Eckhard Bräsel**, Geschäftsführer,  
Dr. rer. nat. **Olaf Bräsel**, Fertigungsleiter, Gatron GmbH Greifswald, und Dr. rer. nat. **Ute Sasum**, Forschungszentrum Sensorik Greifswald e. V., Greifswald.

peraturänderung eine Fehlerquelle, die nicht vermieden und unter Routinebedingungen nur schwer korrigiert werden kann. In *Tafel 1* sind die Konzentrationsänderungen der im Öl gelösten Gase beispielhaft dargestellt (Probenahmetemperatur 55 °C, Flasche voll gefüllt, Labortemperatur 25 °C, Gaspolster in der Flasche). Bei den gering löslichen Gasen Wasserstoff, Sauerstoff, Stickstoff und Kohlenmonoxid ergeben sich erhebliche Abweichungen.

Der Grundgedanke bei der Entwicklung der neuen, hermetischen Probenahmetechnik war, dass möglichst wenige Manipulationen an der Probe von der Ölprobenahme bis zur Dosierung des Gases in den Gaschromatographen (GC) nötig sind. Dadurch werden auch die potenziellen Fehlermöglichkeiten verringert. Außerdem sollte das Problem des Gasverlusts bei Ölabbkühlung in die Lösung einbezogen werden. Als Ergebnis der Entwicklung entstand der Extraktionsgassamplifier (EGS-Methode) [4]. Die neue Probenahmeflasche ist als Headspace-Gefäß ausgeführt. Dadurch kann sie auch als Extraktionsgefäß genutzt werden. In *Bild 1* ist eine Klarglasflasche mit Probenahmestutzen zu sehen. In der Praxis wird eine PE-beschichtete braune Glasflasche gleicher Form mit konstantem Gesamtvolumen genutzt. Der Füllstutzen ist so konstruiert, dass eine vollständige, blasenfreie Füllung möglich ist. Nach Beendigung des Füllvorgangs werden die Hähne geschlossen und der Stutzen aus der Flasche entfernt. Die Flasche wird mit einem Schraubdeckel mit Septumeinlage verschlossen. In *Bild 2* ist eine gefüllte und verschlossene Klarglasflasche abgebildet. Das Gasraumvolumen entspricht dem Volumen des Füllstutzens. In den Füllstutzen ist ein Thermometer integriert. Es ist so angeordnet, dass die angezeigte Temperatur nach Beendigung eines korrekten Füllvorgangs der mittleren Öltemperatur in der Flasche entspricht. Die definierte Zugabe von Umgebungsluft bei der Füllung wird durch die Messung der Lufttemperatur und des Luftdrucks genügend genau erfasst. Flasche und Septum erfüllen alle in den relevanten Normen festgelegten Anforderungen.

Nach dem Eingang der Probe im Labor kann anhand des Ori-



*Bild 1. Gefüllte Flasche mit Füllstutzen sowie Zu- und Ablaufschlauch*

ginalverschlusses die Unversehrtheit der Probe festgestellt werden. Die Extraktion der Gase geschieht durch maschinelles Schütteln der verschlossenen EGS-Flasche. Die Zeit wurde so bemessen, dass sich für alle Gase mit Sicherheit das Verteilungsgleichgewicht zwischen Ölphase und Gasphase eingestellt hat. Die Temperatur wird erfasst. Anschließend wird der Plastikdeckel so durchhörtert, dass das darunter befindliche Septum unversehrt bleibt. Der Gleichgewichtsdruck wird in der geschlossenen Flasche gemessen, indem eine Kanüle am Anschlussstück des Drucksensors durch das Septum eingeführt wird. Für manuelle GC-Messungen wird anschließend Argon mit einer Kanüle durch das Septum bis zum Erreichen eines Überdrucks zugeführt, mit einer GC-Spritze die Gasprobe entnommen und im GC analysiert. Es ist aber auch möglich, einen Autosampler mit dem GC zu koppeln (*Bild 3*) und den Vorgang automatisiert ablaufen zu lassen. Erst nach Abschluss der Untersuchungen wird die EGS-Flasche zur Ölentsorgung geöffnet. Die Konzentration der im Öl gelösten Gase aus den GC-Analysen wird auf Basis der gemessenen Temperatur-



*Bild 2. Definierte Ölfüllung der Flasche mit Originalverschluss, Septum im Deckel*



Bild 3. Autosampler-GC-Kopplung mit EGS-Flaschen

ren und Drücken mit den bekannten physikalischen Gesetzen und Stoffkonstanten (Henry-Dalton'sches Gesetz, Ostwaldkoeffizienten, Ausdehnungskonstanten usw.) berechnet. Das bei der Füllung zugefügte Luftvolumen wird herausgerechnet, die Ölausdehnung korrigiert. Für die Bewertung der Analysen ist es vorteilhaft, nicht nur die Konzentrationen der einzelnen Gase und den Gesamtgasgehalt anzugeben, sondern auch den Lösungsdruck zu berechnen.

Wenn auch Probenahmefehler durch die Nutzung des Füllstutzens selten vorkommen, können sie nicht

ausgeschlossen werden. So führt das nicht vollständige Schließen des Hahns im Ölzulaufschlauch zu Volumenfehlern in der EGS-Flasche. Berechnungsfehler ergeben sich vor allem aus fehlerhaften Angaben der Fülltemperatur. Im Labor wird deshalb eine Plausibilitätskontrolle des Ölhöhenstands durchgeführt. Deutliche Fehler können nach Abschluss der Gasanalyse und Auslitern des in der EGS-Flasche enthaltenen Ölolumens rechnerisch korrigiert werden.

Alle Headspace-Verfahren führen nur dann zu Ergebnissen mit hoher Genauigkeit, wenn die Verteilungs-

koeffizienten genau bekannt sind. Für Routineanalysen wird häufig mit mittleren Verteilungskoeffizienten für verschiedene Öltypen gearbeitet. Ein großer Vorteil der EGS-Methode ist es, dass, wenn nötig, die Verteilungskoeffizienten der zu untersuchenden Probe direkt in der EGS-Flasche durch Standardaddition bestimmt werden können.

Hier wird der Vorteil der EGS-Methode deutlich: Die Integration der Gasextraktion in die Probenahme erfordert nicht mehr die Unterbrechung der hermetischen Bedingungen von der Probenahme bis zur Analyse.

Hermetische Bedingungen			
EGS-Analyse (N <sub>2</sub> /S based)		Konzentration in ppm vor der Entgasung	Konzentration in ppm Rückleitung des Entgasers
Wasserstoff	H <sub>2</sub>	52	< 10
Sauerstoff	O <sub>2</sub>	20569	< 500
Stickstoff	N <sub>2</sub>	68403	< 1000
Kohlenmonoxid	CO	725	5
Kohlendioxid	CO <sub>2</sub>	7439	62
Methan	CH <sub>4</sub>	79	< 1
Ethan	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	44	< 1
Ethen	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	318	< 1
Ethin	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	8	< 1
Propan	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	20	< 1
Propen	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	150	< 1
Lösungsdruck in mbar		984	< 15

Tafel 2. Nachweis der hermetischen Bedingungen bei der EGS-Methode

### Ergebnisse im Praxiseinsatz

Für die Probenahme von Betriebsölen aus Transformatoren stehen Probenahmekoffer verschiedener Größe zur Verfügung. Sie enthalten alle zur Probenahme notwendigen Geräte. Die Verbindungen vom Füllstutzen zum Transformator und Abfallölkanister werden über Schläuche mit absperrenden Schnellverschlüssen hergestellt. Das freie Überlaufen des Öls aus der Flasche in einen Abfallbehälter, wie bei der herkömmlichen Flaschenfüllung üblich, entfällt. Der Ölkontakt des Probenehmers wird minimiert. Beim Befolgen der den Entnahme-

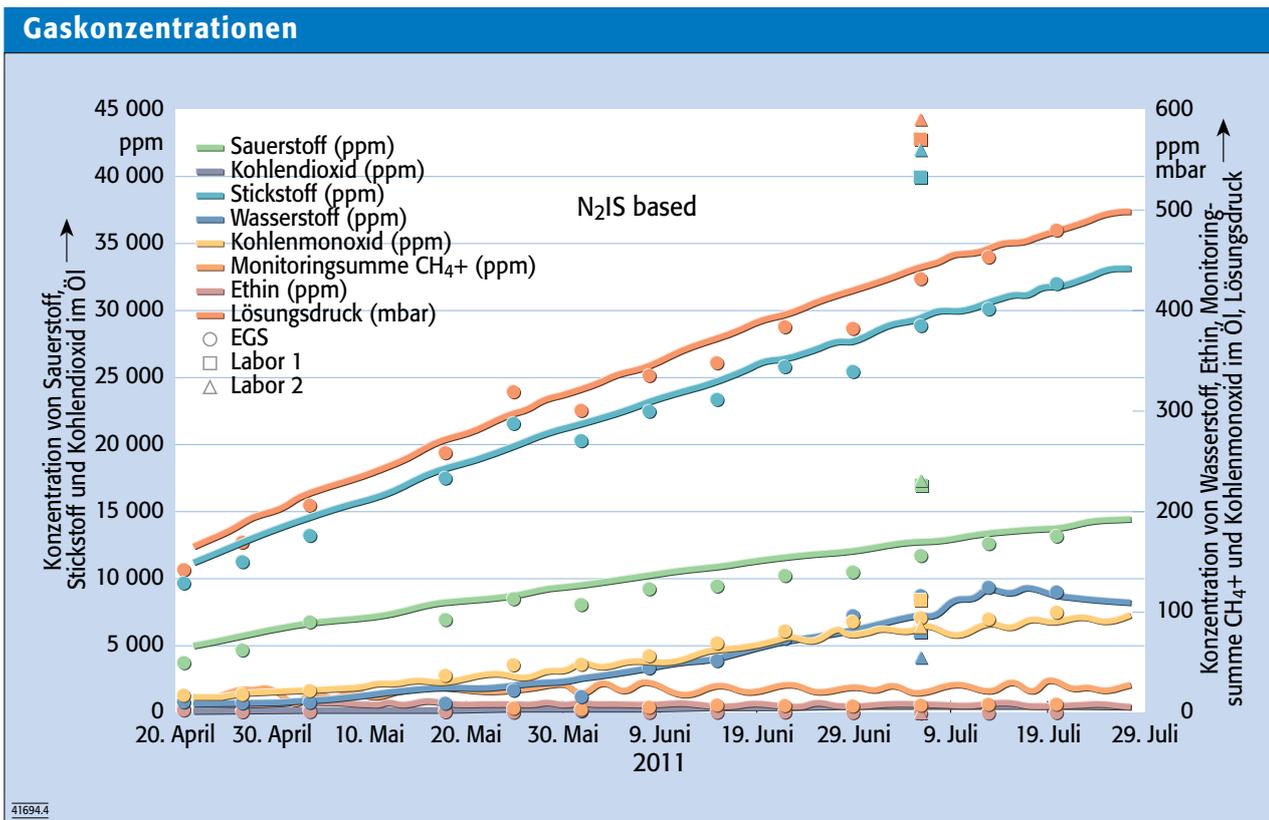


Bild 4. Ergebnisse des TGM im Vergleich zu Laboranalysen bei der Neuinbetriebnahme eines 25-MVA-Transformators

koffern beigefügt, mit Bildern versehenen Probenahmeanleitung kann auch weniger geübtes Personal Proben hermetisch entnehmen.

Die in *Tafel 2* dargestellten Ergebnisse demonstrieren die hermetischen Bedingungen der EGS-Methode. Die Analyse einer EGS-Probe aus der Rückleitung einer Entgasungsanlage fand eine Woche nach der Probenahme statt. Es konnte innerhalb der Analysengenauigkeit keine Kontamination der Probe mit Luft festgestellt werden.

In Anlehnung an die Ziele der Cigré Working Group D1.01 (TF15) wurden über einen Zeitraum von drei Monaten die Ergebnisse eines Onlinegasmonitors TGM und die der EGS-Analysen verglichen. Eine Besonderheit des Onlinegasmonitors TGM ist seine Extraktionsmethode. Ein kontinuierlicher Ölfluss durch einen Gasraum bewirkt eine exakte Gleichgewichtseinstellung der Gase nach dem Henry-Dalton'schen Gesetz zwischen dem Kesselöl und dem Gasraum des TGM. Der Lösungsdruck ist die Summe der Partialdrücke aller im Öl gelösten Gase und wird hauptsächlich durch die Luftbestandteile Stickstoff und Sauerstoff

bestimmt. Er kann im Gasraum des TGM mit einer Genauigkeit  $< \pm 1\%$  gemessen werden [5]. Es besteht die Möglichkeit, die Dichtheit des Geräts und den Ölfluss während des Betriebs regelmäßig zu kontrollieren sowie die Temperatur- und Drucksensoren zu überprüfen. Im TGM können daher hermetische Probenahme- und Messbedingungen gesichert werden. Die eigentliche Analysetechnik des TGM besteht nicht aus einem Onlinegaschromatographen, sondern einem System von Einzelsensoren. TGM und EGS-Methode unterscheiden sich somit in allen drei Verfahrensschritten Probenzuführung, Extraktion und Messung. In *Bild 4* sind die Ergebnisse beider Methoden dargestellt. Der Transformator offener Bauart befand sich nach der Inbetriebnahme in der Rücksättigung mit Umgebungsluft. Der im TGM gemessene Lösungsdruck stimmt mit dem aus den EGS-Analysen berechneten Lösungsdrücken sehr gut überein. Wegen der hohen Genauigkeit des gemessenen Lösungsdrucks kann dieser als interner Standard im Öl betrachtet werden. Die Abweichungen der berechneten EGS-Werte

dürfen nur  $\pm 15\%$  betragen (Genauigkeiten der EGS-Methode und des Lösungsdrucks im TGM). Größere Abweichungen sind ein Hinweis auf nichthermetische Bedingungen. Die EGS-Methode erfüllte durchgängig die hermetischen Bedingungen im Messzeitraum. Kontrollmessungen zweier akkreditierter Laboratorien (Labor 1 und 2) ergaben dagegen größere Abweichungen ( $> \pm 15\%$ ). Aus den in *Bild 4* dargestellten Ergebnissen wird deutlich, dass über den Vergleich der Lösungsdrücke die Sicherung hermetischer Bedingungen bei der Anwendung von DGA-Techniken kontrolliert werden kann.

Die Gewährleistung hermetischer Bedingungen umfasst aber nicht nur die Vermeidung einer ungewollten Kontamination des Öls mit Luft, sondern auch die Verhinderung des Verlusts von Fehlergasen. Wie aus *Bild 4* hervorgeht, stimmen auch bei dem am stärksten flüchtigen Gas, dem Wasserstoff, die Ergebnisse beider Messmethoden gut überein. Dagegen zeigen die beiden Kontrollmessungen die im Report der Cigré Working Group D1.01 (TF15) beschriebenen Abweichungen: hö-

here Konzentrationen der atmosphärischen Gase und geringere Wasserstoffkonzentration. Auch in weiteren Untersuchungen wurden ähnliche Ergebnisse erhalten [6;7].

### Bedeutung hermetischer Bedingungen

Im Report der Cigré Working Group D1.01 (TF15) wird empfohlen, bei größeren Abweichungen der angezeigten Wasserstoffkonzentrationen der Onlinegasmonitore von den Ergebnissen der Labor-DGA die Diagnosen ohne Berücksichtigung von Wasserstoff (z. B. Duval-Dreieck) durchzuführen. Diese Empfehlung ist für Betriebsölüberwachungen wenig hilfreich, da keine Vergleiche, die diese Abweichungen quantifizieren können, zur Verfügung stehen. Es muss generell schnell entschieden werden, ob auf die Einbeziehung aller Gase in die Diagnose verzichtet werden kann oder nicht.

Bereits in der DIN IEC 60475 »Probenahmeverfahren von flüssigen Dielektrika« [2] wird darauf hingewiesen, dass den Verfahren zur Probenahme strikt zu folgen ist, um Verluste der leichten Gase H<sub>2</sub> und CO sowie die Aufnahme von Luft bei geringen Gesamtgasgehalten für die Gas-in-Öl-Analyse zu minimieren. Nur durch die Einhaltung hermetischer Bedingungen, wie im Konzept der EGS-Methode, deren messtechnischer Umsetzung sowie deren Praxiseinführung dargestellt, kann die komplette Diagnoseleistungsfähigkeit gesichert werden.

In den letzten Jahren wurden eine Reihe von Vorstellungen und Verfahren zum Gashaushalt von Transformatoren entwickelt, die zur Verbesserung der Diagnosemöglichkeiten beitragen können und die die gering öllöslichen Gase H<sub>2</sub>, CO, O<sub>2</sub> und N<sub>2</sub> nutzen. Diese erfüllen folgende Aufgaben:

- Bestimmung der Offenheit von Transformatoren über die Rücksättigung des Öls mit Stickstoff,
- Bestimmung der Sauerstoffverbrauchsrate zur Erstellung von Alterungsdiagnosen,
- Erstellung von Zustandsdiagnosen auf Basis der Gasemissionsraten von H<sub>2</sub> und CO [8],
- Zustandsdiagnosen mit dem CO<sub>2</sub>/CO-Quotienten [9;10],

- Kontrolle von Ölentgasungsmaßnahmen und der Dichtheit von Hermetiktransformatoren mit Messung der Stickstoff- und Sauerstoffkonzentration,
- Korrektur von Buchholzgasanalysen anhand des O<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>-Verhältnisses zur Fehlerdiagnose [11] sowie
- Zustandsdiagnosen mit H<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> und der Monitoringsumme der Kohlenwasserstoffe [12].

Die Bedeutung hermetischer Bedingungen besteht auch darin, dass das aus dem Report der Cigré Working Group D1.01 (TF15) in den Normentwurf DIN IEC 60567, Anhang E [13] übernommene Verfahren zum Vergleich von Gasmonitoranzeigen mit Laborergebnissen generell angewendet werden kann. Die Führungsrolle der Labor-DGA bei der Qualitätssicherung wird bestätigt. Wenn es auch wünschenswert wäre, Onlinegasmonitore ebenfalls mit externen Standards zu überprüfen, so lässt sich dieser Gedanke technisch nicht mit vertretbarem Aufwand realisieren.

Ein alternativer Weg der Qualitätssicherung besteht in der Anwendung des natürlichen inneren Standards (NIS, eingetragenes Markenzeichen [14]), wobei ebenfalls die Einhaltung hermetischer Bedingungen notwendig ist. Es konnte nachgewiesen werden, dass aus Vollanalysen nach unterschiedlichen Probenahme- und Extraktionstechniken nur dann vollzählig übereinstimmende Ergebnisse erhalten werden, wenn diese gleichzeitig auch den tatsächlichen Konzentrationen im Öl entsprechen (15 % Genauigkeit) [15]. Sollten bei der Anwendung die Abweichungen  $\pm 15\%$  überschreiten, ist ein Nachweis richtiger DGA-Ergebnisse erst möglich, wenn die Fehlereinflüsse einzeln geprüft und abgestellt werden. So kann es im Einzelfall sein, dass mit der EGS-Methode nicht-hermetisch gearbeitet wurde, unzutreffende Löslichkeitskoeffizienten angewendet wurden oder ein individuelles Problem im Labor aufgetreten ist.

Das NIS-Kriterium ist geeignet, Ringversuche mit Probenahme direkt in Betriebsölen zu deklarieren. Die EGS-Methode kann zu Qualitätskontrollen sowohl von Laboranalysen als auch von Onlinegasmonitoren eingesetzt werden.

Mit dem Transformatorgasmonitor TGM und der Probenahmeintegrierten EGS-Methode können Genauigkeiten  $\pm 15\%$  erreicht werden. Die Einbeziehung der Probenahme in die Angabe der Genauigkeit ist eine wichtige Voraussetzung, um nach DIN EN 60599 zuverlässige Bewertungen von DGA-Ergebnissen vornehmen zu können.

### LITERATUR

- [1] DIN EN 60567, VDE 0370-9:2006-05: Ölgefüllte elektrische Betriebsmittel – Probenahme von Gasen und von Öl für die Analyse freier und gelöster Gase – Anleitung.
- [2] Entwurf DIN IEC 60475, VDE 0370-03: Probenahmeverfahren von flüssigen Dielektrika. 22.03.2010.
- [3] Cigré Working Group D1.01 (TF15): Report on Gas Monitors for Oil-Filled Electrical Equipment. Februar 2010.
- [4] EP 50 2005 002 121.5-08: Verfahren zur Bereitstellung der in Flüssigkeiten von Hochspannungsanlagen gelösten Gase für die externe Analyse und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.
- [5] Bräsel, E.; Sasum, U.: Neue Qualitätskriterien für Gas-in-Öl-Analysen. VGB Power Tech, Juli 2008, S. 85 – 90.
- [6] Bräsel, E.: Untersuchungen zur Verteilung von Gasen und Wasser im Kesselöl von Maschinentransformatoren. VGB Power Tech e. V., Projekt Nr. 291 (2008).
- [7] Steidtmir, J.: RWE Power Hauptlabor, Normgerechte Gas-in-Öl-Analyse. TLM-2011, 06. – 07.06.2011, Hannover.
- [8] Bräsel, E.; Bräsel, O.; Sasum, U.: Gashaushalt bei Transformatoren der offenen Bauart – neue Erkenntnisse. ew Jg. 109 (2010), H. 14-15, S. 56 – 59.
- [9] Atanasova-Höhlein, I.: Oxidationsstabilität von Isolierflüssigkeiten und deren Einfluss auf die Diagnostik. 5. Regensburger Transformatorensymposium, Regensburg, 07. – 09.12.2011.
- [10] Atanasova-Höhlein, I.; Hammer, Th.: Ein Buch mit sieben Siegeln? Teil 2. ew Jg. 110 (2011), H. 15-16, S. 34 – 39.
- [11] Bräsel, E.; Brunner, E.; Hartmann, E.: Neue Hilfsmittel zur Diagnoseeignung von Gasen aus dem Buchholzrelais. ew Jg. 98 (1999), H. 25, S. 16 – 24.
- [12] Bräsel, E.; Sasum, U.: Universelles Fehlergasdreieck für die Transformatoren-diagnostik. ew Jg. 108 (2009), H. 17-18, S. 70 – 75.
- [13] DIN IEC 60567:2010-04: Ölgefüllte elektrische Betriebsmittel – Probenahme von Gasen und von Öl für die Analyse freier und gelöster Gase – Anleitung.
- [14] Deutsches Patent- und Markenamt: Eintragung der Marke Nr. 307 71 365.
- [15] Bräsel, E.: Further Development of Transformer Gas Diagnostics on the Basis of IEC 60567/60599. Euro Tech Con 2008, Liverpool/Großbritannien.

(41694)

mail@gatron.de

www.gatron.de