

	Anleitung für die Probenahme von Gasen und von Öl aus ölgefüllten elektrischen Betriebsmitteln und für die Analyse freier und gelöster Gase (IEC 567:1992) Deutsche Fassung EN 60567:1992	DIN EN 60567
VDE	Diese Norm ist zugleich eine VDE-Bestimmung im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Vorstand beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter nebenstehenden Nummern in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der etz Elektrotechnische Zeitschrift bekanntgegeben worden.	Klassifikation VDE 0370 Teil 9
Diese Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm IEC 567 ICS 29.040.20 Guide for the sampling of gases and of oil from oil-filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases (IEC 567:1992); German version EN 60567:1992 Guide d'échantillonnage de gaz ou d'huile dans les matériels électriques immergés, pour l'analyse des gaz libres ou dissous (CEI 567:1992); Version allemande EN 60567:1992 Die Europäische Norm EN 60567:1992 hat den Status einer Deutschen Norm. Beginn der Gültigkeit Die EN 60567 gilt seit dem 16. Juni 1992. Norm-Inhalt war veröffentlicht als Entwurf DIN VDE 0370 Teil 9/04.92. Fortsetzung Seite 2 und 34 Seiten EN Deutsche Elektrotechnische Kommission im DIN und VDE (DKE)		

Nationales Vorwort

Diese Norm enthält die Deutsche Fassung der EN 60567:1992, in der die Internationale Norm IEC 567:1992, 2. Ausgabe, Juli 1992, „Guide for the sampling of gases and of oil from oil filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases“ unverändert übernommen worden ist.

Für die vorliegende Norm ist in Deutschland das nationale Arbeitsgremium K 182 „Flüssigkeiten und Gase für elektrotechnische Anwendung“ der DKE zuständig.

Der Zusammenhang zwischen den in dieser Norm zitierten IEC-Publikationen und den entsprechenden Deutschen Normen ist nachstehend wiedergegeben:

IEC 296:1982	siehe DIN VDE 0370 Teil 1 ; die Deutsche Norm basiert allerdings noch auf dem Vorläufer dieser IEC
IEC 599:1978	siehe DIN VDE 0370 Teil 7
ISO 5725:1986	siehe DIN ISO 5725

Hinweis zum Umgang mit Chemikalien:

Der Umgang mit den in dieser Norm genannten Chemikalien muß mit entsprechender Sorgfalt erfolgen, und es sind in Deutschland bei der Entsorgung die diesbezüglichen Verordnungen zu beachten. Es wird daher in diesem Zusammenhang darauf hingewiesen, daß neben irgendwelchen Empfehlungen in anderen Internationalen Normen die jeweils relevanten national bzw. regional gültigen Rechtsvorschriften zu beachten sind.

Zitierte Normen

– in der Deutschen Fassung¹⁾

IEC 296:1982	Specification for unused mineral insulating oils for transformers and switchgear
IEC 599:1978	Interpretation of the analysis of gases in transformers and other oil-filled electrical equipment in service
ISO 5725:1986	Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests

– in nationalen Zusätzen

DIN VDE 0370 Teil 1	Isolieröle; Neue Isolieröle für Transformatoren, Wandler und Schaltgeräte
DIN IEC 599 (VDE 0370 Teil 7)	(z. Z. Entwurf) Isolieröle; Interpretation der Analyse von Gasen in Transformatoren und anderen ölgefüllten elektrischen Geräten, die sich in Betrieb befinden
DIN ISO 5725	Präzision von Meßverfahren; Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichspräzision von festgelegten Meßverfahren durch Ringversuche; Identisch mit ISO 5725, Ausgabe 1986

Internationale Patentklassifikation

C 10 M 101/02
C 10 N 040/16
G 05 D 023/00
G 01 N 033/26

1) Zu beziehen durch:

vde-verlag gmbh, Bismarckstraße 33, 10625 Berlin

ISO-Publikationen: Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

EN 60567

September 1992

DK 621.315.615.2:665.767:620.113:543.27

Deskriptoren: Elektrische Betriebsmittel, Gas, Öl, Probenahme, Probe, Gasanalyse, Extraktionsmethode, Gaschromatographie

Deutsche Fassung

Anleitung für die Probenahme von Gasen und von Öl aus ölgefüllten elektrischen Betriebsmitteln und für die Analyse freier und gelöster Gase

(IEC 567:1992)

Guide for the sampling of gases and of oil from oil-filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases
(IEC 567:1992)

Guide d'échantillonnage de gaz et d'huile dans les matériels électriques immergés, pour l'analyse des gaz libres et dissous
(CEI 567:1992)

Diese Europäische Norm wurde von CENELEC am 16.06.1992 angenommen.

Die CENELEC-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CENELEC-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CENELEC-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CENELEC-Mitglieder sind die nationalen elektrotechnischen Komitees von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und dem Vereinigten Königreich.

CENELEC

Europäisches Komitee für Elektrotechnische Normung
European Committee for Electrotechnical Standardization
Comité Européen de Normalisation Electrotechnique

Zentralsekretariat: rue de Stassart 35, B-1050 Brüssel

Vorwort

Der Text des Schriftstücks 10(CO)260, wie ausgearbeitet vom IEC Technical Committee N° 10: Fluids for electrotechnical applications, wurde im September 1991 in die IEC-CENELEC-Parallel-Abstimmung gegeben.

Das Referenzdokument wurde von CENELEC am 16. Juni 1992 als EN 60567 genehmigt.

Nachstehende Daten wurden festgelegt:

- spätestes Datum der Veröffentlichung einer identischen nationalen Norm (dop): 1993-07-01
- spätestes Datum für die Zurückziehung entgegenstehender nationaler Normen (dow): 1993-07-01

Anhänge, die als „normativ“ bezeichnet sind, gehören zum Norm-Inhalt. In dieser Norm ist Anhang ZA normativ.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm IEC 567:1992 wurde von CENELEC als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Inhalt

	Seite
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	4
3 Probenahme von Gasen aus Gassammelrelais (Buchholzrelais)	4
4 Probenahme von Öl aus ölgefüllten Betriebsmitteln	5
5 Beschriftung der Proben	8
6 Herstellung von Gas-in-Öl-Standards	8
7 Extraktion von Gasen aus Öl	11
8 Gasanalyse mittels Gas-Fest-Chromatographie	14
9 Anforderungen an Nachweisempfindlichkeit und Präzision	17
Tabelle 1: Beispiele geeigneter Trennsäulenarrangements	20
Bilder	21
Anhang A (informativ) Berechnung der Korrektur bei unvollständiger Gasextraktion bei Anwendung der Teilentgasungsmethode	34
Anhang ZA (normativ) Andere in dieser Norm zitierte internationale Publikationen mit den Verweisungen der entsprechenden europäischen Publikationen	34

Einleitung

Gase können in ölgefüllten elektrischen Betriebsmitteln bei der natürlichen Alterung der Isolierstoffe und – in weitaus größerem Maße – bei fehlerhaftem Betrieb gebildet werden.

Ein fehlerhafter Betrieb kann ein Betriebsmittel schwer schädigen. Es ist deshalb nützlich, imstande zu sein, einen Fehler bereits in einem frühen Stadium der Entwicklung zu erkennen.

Bei leichten Fehlern gehen die sich bildenden Gase üblicherweise in Öl in Lösung, wobei eventuell Gas in kleinen Anteilen aus der Flüssigkeit heraus in die darüberstehende Gasphase diffundiert. Die Extraktion der gelösten Gase aus einer Ölprobe und die Bestimmung der Menge und der Zusammensetzung dieser Gase ist ein Mittel zur Erkennung solcher Fehler. Art und Schwere eines Fehlers können vielfach aus der Gaszusammensetzung und der Gasentwicklungsrate gefolgert werden.

Im Falle schwerer Fehler steigt Gas im Öl auf und sammelt sich im Gassammelrelais (Buchholzrelais), falls ein solches vorhanden ist; dieses Gas kann erforderlichenfalls analysiert werden, um die Bestimmung der Art des gaserzeugenden Fehlers zu stützen. Die Gaszusammensetzung in der Gasblase verändert sich auf ihrem Weg durch das Öl zum Gassammelrelais.

Dies kann deshalb nützlich sein, weil Hinweise auf die Gaserzeugungsrate häufig aus einem Vergleich der Zusammensetzung der freien gesammelten Gase mit den Konzentrationen der in der Flüssigkeit verbliebenen Gase abgeleitet werden können.

Die Interpretation der Gasanalyse ist Gegenstand von [IEC 599](#).

Diese Techniken sind für alle Lebensabschnitte eines ölgefüllten Betriebsmittels wertvoll. So kann bei Abnahmeprüfungen von Transformatoren beim Hersteller der Vergleich von Gas-in-Öl-Analysen vor, während und nach einem Warmlauf zeigen, ob ein Heißpunkt vorliegt; ähnliche Analysen nach elektrischen Prüfungen können zusätzliche Hinweise auf das Vorliegen von Teilentladungen oder energieschwachen Entladungen liefern. Während des Betriebes dient die periodische Entnahme von Ölproben und deren Analyse der Überwachung des Betriebszustandes von Transformatoren und anderer ölgefüllter Betriebsmittel.

Die Wichtigkeit dieser Techniken hat zur Bereitstellung dieser Anleitung geführt; sie beschreibt die Verfahren, die bei der Probenahme von Gasen und gasbeladenen Ölen aus ölgefüllten elektrischen Betriebsmitteln und bei der darauffolgenden Analyse zu verwenden sind.

ANMERKUNG: Die in dieser Anleitung beschriebenen Methoden gelten für Isolieröle auf Mineralölbasis, da praktische Erfahrungen bis heute fast ausschließlich nur mit Ölen diesen Typs vorliegen. Die Methoden können jedoch auch auf andere Isolierflüssigkeiten angewendet werden, wobei in manchen Fällen Modifikationen erforderlich sind.

1 Anwendungsbereich

Diese Anleitung beschreibt Techniken für die Probenahme freier Gase aus Gassammelrelais und für die Probenahme von Öl aus ölgefüllten Betriebsmitteln, wie für Leistungstransformatoren, Meßwandler, Drosselspulen, Durchführungen, Ölkabel und ölgefüllte Leistungskondensatoren. Es werden drei Methoden für die Probenahme freier Gase und drei Methoden für die Ölprobenahme beschrieben; die Wahl zwischen diesen verschiedenen Methoden hängt häufig vom verfügbaren Probenahmegerät und von der Ölmenge ab, die für die Analyse benötigt wird.

Bevor man die im Öl gelösten Gase analysieren kann, müssen sie zuerst aus dem Öl extrahiert werden. Es werden zwei grundsätzliche Methoden beschrieben; bei der einen wird die Extraktion mit Vakuum angewendet, bei der anderen das Strippen der gelösten Gase durch Durchsprudeln der Ölprobe mit Trägergas. Die extrahierten Gase werden mittels Gaschromatographie quantitativ analysiert; eine Analysenmethode ist beschrieben. Freie Gase aus Gassammelrelais werden ohne Vorbehandlung analysiert.

Die bevorzugte Methode zur Sicherung der Leistungsfähigkeit der Gasextraktion und der Analysengeräte – die man als ein zusammengehöriges System betrachtet – beruht darauf, Ölproben, die im Laboratorium mit Gasen bekannter Konzentration beaufschlagt wurden („Gas-in-Öl-Standards“) zu entgasen und die extrahierten Gase quantitativ zu analysieren. Zwei Präparationsmethoden für Gas-in-Öl-Standards werden beschrieben.

Für die täglichen Kalibrierläufe des Gaschromatographen ist es vorteilhaft, ein Standardgasgemisch zu verwenden, das geeignete bekannte Mengen eines jeden der zu analysierenden Gase in Stickstoff oder Trägergas enthält.

Die beschriebenen Techniken berücksichtigen einerseits die Probleme, die speziell mit Analysen bei Abnahmeprüfungen beim Hersteller verbunden sind, bei denen die Gasgehalte der Öle im allgemeinen sehr gering sind; sie berücksichtigen zum anderen die Probleme, die bei der Überwachung im Betrieb befindlicher Betriebsmittel auftreten; dazu gehört, daß der Transport von Proben möglicherweise in nicht druckkompensierten Luftfrachträumen erfolgt und erhebliche Unterschiede in der Umgebungstemperatur zwischen dem Aufstellungsort und dem Prüflaboratorium vorliegen können.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Norm gelten die angegebenen Ausgaben. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung, und Anwender dieser Norm werden gebeten, die jeweils neueste Ausgabe der im folgenden genannten Normen anzuwenden. Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gültigen Internationalen Normen.

IEC 296:1982	Specification for unused mineral insulating oils for transformers and switchgear
IEC 599:1978	Interpretation of the analysis of gases in transformers and other oil-filled electrical equipment in service
ISO 5725:1986	Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests

3 Probenahme von Gasen aus Gassammelrelais (Buchholzrelais)

3.1 Allgemeine Bemerkungen

Gasproben aus Relais sollten, nachdem die Gasansammlung signalisiert wurde, so schnell wie möglich aus dem Betriebsmittel gezogen werden. Wenn freie Gase in Kontakt mit Öl bleiben, kann sich die Gaszusammensetzung infolge selektiver Reabsorption einzelner Gaskomponenten ändern.

Bei der Probenahme von Gasen sind bestimmte Vorsichtsmaßnahmen zu beachten. Die Verbindung zwischen der Probenahmeeinrichtung und dem Probenbehälter muß so beschaffen sein, daß das Eindringen von Luft vermieden wird. Provisorische Verbindungen sollten so kurz wie möglich sein. Jeder der verwendeten Gummi- oder Kunststoffschläuche sollte auf Gasundurchlässigkeit überprüft worden sein.

Gasproben sollten in geeigneter Weise beschriftet sein (siehe [Abschnitt 5](#)); sie sollten ohne Verzögerung analysiert werden, um Wasserstoffverlust gering zu halten (vorzugsweise innerhalb eines Zeitraumes von höchstens einer Woche).

Enthält das Gas Sauerstoff, kann dieser mit Öl, das mit der Probe gezogen wurde, reagieren. Diese Reaktion wird verzögert, wenn die Probe vor Licht geschützt wird, zum Beispiel durch Umhüllen des Probenbehälters mit Aluminiumfolie oder geeignetem lichtundurchlässigem Material.

Von den drei unten beschriebenen Methoden wird die Spritzenmethode zumeist bevorzugt.

Die Probenahme in einem Gassammelrohr mittels Flüssigkeitsverdrängung – unter Verwendung von Transformatoröl als Trennflüssigkeit – ist zwar einfach; ist die Gasmenge jedoch nur so groß, daß noch Öl im Gassammelrohr verbleibt, so muß die unterschiedliche Löslichkeit der einzelnen Gaskomponenten im Öl berücksichtigt werden.

Die Vakuummethode erfordert Geschick; man muß vermeiden, daß die Probe durch Luft verunreinigt wird, die durch Undichtigkeiten in das System eindringen kann. Das gilt insbesondere dann, wenn der Druck des zu entnehmenden Gases unterhalb des Atmosphärendruckes liegen kann (zum Beispiel bei Transformatoren geschlossener Bauart).

3.2 Probenahme freier Gase mit der Spritze

3.2.1 Probenahmegerät (siehe [Bild 1](#))

- 1) Gasundurchlässiger, ölbeständiger Kunststoff- oder Gummischlauch (3), ausgerüstet mit einem Verbindungsstück, das den Anschluß an ein geeignetes Probenahmeventil des Gassammelrelais ermöglicht.
- 2) Gasdichte Spritzen geeigneten Volumens (1) (25 ml bis 250 ml). Geeignet sind Glasspritzen für human- oder veterinärmedizinische Zwecke mit eingeschlifften Kolben; Spritzen mit ölbeständigen Dichtringen können auch verwendet werden. Die Spritze sollte mit einem Hahn ausgerüstet sein, mit dem sie hermetisch verschlossen werden kann. Es ist oftmals praktisch, die gleichen Spritzen sowohl für die Gas- als auch für die Ölprobenahme zu verwenden (siehe [Absatz 2](#), [Abschnitt 4.2.1](#)). Die Gasdichtheit einer Spritze kann geprüft werden, indem man eine Ölprobe mit bekanntem Wasserstoffgehalt aufzieht und aliquote Probenmengen zu Beginn und am Ende einer zweiwöchigen Lagerungsperiode auf Wasserstoff untersucht. Eine Spritze ist geeignet, wenn sie weniger als 2,5 % des Wasserstoffanteiles je Woche verliert. Nach aller Erfahrung sind Ganzglasspritzen dichter als Spritzen mit Kunststoffdichtungen. Die Gasdichtheit kann durch Verwendung eines Schmiermittels, wie zum Beispiel leichtes Schmierfett oder Transformatoröl, verbessert werden.
- 3) Transportbehälter, die so beschaffen sein sollten, daß sie die Spritze während des Transportes sicher und unbeweglich verwahren, den Spritzenkolben jedoch frei beweglich lassen.

3.2.2 Probenahmeverfahren

Das Probenahmegerät wird miteinander verbunden, wie in [Bild 1](#) gezeigt. Die Verbindungen sollten so kurz wie möglich und zu Beginn der Probenahme mit Öl gefüllt sein.

Das Probenahmeventil (5) wird geöffnet. Wenn die Probenahme aus einem Gassammelrelais an einem Transformator mit Ölausdehnungsgefäß erfolgt, wird Überdruck vorliegen; der Dreiweghahn (4) wird vorsichtig in Stellung A

gedreht, so daß das Öl im Verbindungsschlauch (3) in den Ölablaß (7) fließen kann. Sobald Gas den Dreiweghahn (4) erreicht, wird dieser in Stellung B gedreht und mit der vorgefetteten Spritze (1) verbunden. Dann wird Hahn (2) geöffnet und die Spritze unter dem Druck der Ölsäule gefüllt; hierbei ist darauf zu achten, daß der Spritzenkolben nicht ausgestoßen wird. Wenn man eine ausreichende Gasmenge gezogen hat, werden Hahn (2) und das Probenahmeventil (5) geschlossen und das Gerät abgenommen.

Das gesamte in der Spritze verbliebene Öl wird abgelassen, indem man sie auf den Kopf stellt und leicht auf den Spritzenkolben drückt.

Beschrifte dann sorgfältig die Probe (siehe [Abschnitt 5](#)).

3.3 Probenahme freier Gase durch Ölverdrängung

Diese Methode ist nur dann anwendbar, wenn das zu entnehmende Gas Atmosphärendruck oder einen höheren Druck aufweist. Das Probenahmegerät ist in [Bild 2](#) dargestellt.

Das Gassammelrohr (28), Inhalt zumeist 100 ml, ist vorzugsweise aus Glas, damit der Probenehmer während der Probenahme sehen kann, wieviel Öl noch in ihm enthalten ist. Das Gassammelrohr wird am Standort mit Öl aus dem Transformator gefüllt. Bevor es, wie unten beschrieben, verwendet wird, sollte auch der Verbindungsschlauch (3) mit Öl gefüllt sein.

Das offene Ende des Verbindungsschlauches (3) wird an das Gasprobenahmeventil (5) angeschlossen. Dann werden das Probenahmeventil und der Einlaßhahn des Gassammelrohres geöffnet. Das Gassammelrohr wird so geneigt, daß sein geschlossenes Ende soweit als möglich nach unten zeigt. Daraufhin wird der Auslaßhahn des Gassammelrohres geöffnet, so daß die Ölfüllung in den Verbindungsschläuchen und im Gassammelrohr in den Ölablaß (7) ausfließen kann und hierbei das Gas aus dem Relais in das Gassammelrohr einzieht.

Die Probenahme ist beendet, wenn das Gassammelrelais vollständig mit Öl gefüllt ist oder wenn nahezu alles Öl aus dem Gassammelrohr ausgelaufen ist.

Dann werden die beiden Hähne (2) am Gassammelrohr und das Probenahmeventil (5) geschlossen und die Anschlüsse getrennt.

3.4 Probenahme freier Gase mit Vakuum

Das Probenahmegerät wird miteinander verbunden, wie in [Bild 3](#) gezeigt. Bei geschlossenem Probenahmeventil (5), offenen Hähnen (1), (2) und (10) und dem Dreiweghahn (4) in Stellung A werden die Verbindungsschläuche, die Ölfalle und der Probenbehälter mittels der Vakuumpumpe (12) evakuiert.

Ein ausreichendes Vakuum ist dann erreicht, wenn der angezeigte Druck unter 100 Pa liegt. Das System sollte auf Undichtigkeiten geprüft werden, indem man Hahn (10) auf der Saugseite der Pumpe schließt und dann beobachtet, daß keine merkliche Druckänderung eintritt. Während einer, der Probenahme entsprechenden Zeitspanne sollte der Druck um nicht mehr als 100 Pa ansteigen. In gleicher Weise sollte überprüft werden, daß Hahn (1) am Probenrohr über mehrere Wochen vakuumdicht ist.

Wenn der Verbindungsschlauch zwischen dem Probenahmeventil (5) und dem Gassammelrelais mit Öl gefüllt ist, wird der Dreiweghahn (4) in Stellung B gedreht. Dann wird das Probenahmeventil (5) vorsichtig geöffnet und das Öl in die Ölfalle abgelassen. Sobald beobachtet wird, daß das Ende des Ölstromes den Dreiweghahn (4) erreicht, wird dieser in Stellung C gedreht und evakuiert. Daraufhin wird Hahn (4) in Stellung D gedreht. Wenn die Probenahme vollzogen ist, wird zuerst Hahn (1), dann das Probenahmeventil (5) geschlossen und schließlich das Probenahmegerät abgenommen.

Falls der Verbindungsschlauch zwischen dem Gassammelrelais und dem Probenahmeventil ölfrei ist, wird der Vorgang des Ölablassens weggelassen und der Dreiweghahn (4) nach der Evakuierung und Überprüfung der Apparatur auf Dichtheit in Stellung C gedreht.

4 Probenahme von Öl aus ölgefüllten Betriebsmitteln

4.1 Allgemeine Bemerkungen

Achtung: Bei einer Ölprobenahme sind alle Vorkehrungen dafür zu treffen, daß ein plötzlicher Ölaustritt beherrscht wird.

Von den drei unten beschriebenen Methoden ist die Probenahme mit der Spritze die zweckentsprechendste; sie ist für jede Art des Probentransportes geeignet.

Die Probenahme in Probenzylindern aus Glas ist auch geeignet, vorausgesetzt, daß diese mit Gummischläuchen ausreichender Länge ausgerüstet sind, die als Ausdehnungsvorrichtung dienen.

Ventilbestückte Probenzylinder aus nichtrostendem Stahl sind sehr robust; sie werden selbst durch große Temperaturänderungen nicht beeinflusst und können ohne Ausdehnungsvorrichtung verwendet werden.

Auch die Probenahme in Glasflaschen ist anwendbar, vorausgesetzt, daß die Flaschen mit Kappen ausgerüstet sind, die eine Ölausdehnung ermöglichen. Die Probenahme in Flaschen ist einfach, erfordert wenig Geschick und reicht für viele Zwecke aus, wie für die in größerem Umfang vorzunehmende Routineprobenahme aus Betriebsmitteln an deren Standort. Die Verwendung von Flaschen (Inhalt 0,5 l bis 2,5 l) empfiehlt sich, wenn verhältnismäßig

große Ölproben erforderlich sind. Falls die Probenahmemethode mit Glasflaschen angewendet wird, sollte darauf geachtet werden, daß die Probe möglichst wenig Luftkontakt hat.

Die beschriebenen Methoden sind für großvolumige Betriebsmittel geeignet, beispielsweise für Leistungstransformatoren. Bei Betriebsmitteln mit kleinem Ölvolumen ist es wichtig, sicherzustellen, daß die Ölentnahme nicht die Funktionstüchtigkeit des Betriebsmittels gefährdet.

Die Wahl der Probenahmestellen sollte wohlüberlegt sein. Üblicherweise sollte die Probe an einer Stelle gezogen werden, an der sie für die Ölfüllung des Betriebsmittels repräsentativ ist. Manchmal hingegen wird es erforderlich sein, mit Absicht Proben dort zu ziehen, wo man nicht erwarten kann, daß sie repräsentativ sind (zum Beispiel dann, wenn man versucht, eine Fehlerstelle zu orten).

Die Probenahme sollte dann erfolgen, wenn das Betriebsmittel unter normalen Betriebsbedingungen steht. Dies ist besonders dann wichtig, wenn man die Gasentwicklungsrate verfolgen will.

Ein Anteil des im Öl gelösten Sauerstoffs kann durch Oxidation verbraucht werden. Diese Reaktion kann zwar durch Lichtabschluß verzögert werden (zum Beispiel Umhüllen eines Probenbehälters aus Klarglas mit einem lichtundurchlässigen Material), jedoch sollte in jedem Fall die Analyse so rasch wie möglich nach der Probenahme geführt werden.

4.2 Probenahme von Öl mit der Spritze

4.2.1 Probenahmegerät

- 1) Ein undurchlässiger, ölbeständiger Kunststoff- oder Gummischlauch für die Verbindung des Betriebsmittels mit der Spritze. Er sollte so kurz wie möglich sein. In den Schlauch sollte ein Dreiweghahn eingesetzt sein.

Der Anschluß des Schlauches an das Betriebsmittel hängt von dessen Konstruktion ab. Ist kein Probenahmeventil vorhanden, das für den Anschluß eines Schlauches geeignet ist, so kann es erforderlich werden, unter Verwendung eines durchlochten Flansches oder eines durchbohrten, ölbeständigen Gummistopfens an einer Ablass- oder Füllöffnung zu improvisieren.

- 2) Gasdichte Spritze einer zur Aufnahme eines angemessenen Ölvolumens (20 bis 250 ml) geeigneten Größe; sie muß mit einem Hahn oder einer Schlauchklemme ausgerüstet sein, damit sie hermetisch verschlossen werden kann. Hinsichtlich der Prüfung der Spritze auf Gasdichtheit siehe [Absatz 2, Abschnitt 3.2.1](#).

Die erforderliche Probenmenge hängt von der wahrscheinlichen Gaskonzentration der Probe, der Analysetechnik und der geforderten Nachweisempfindlichkeit ab.

- 3) Transportbehälter, die so beschaffen sein sollten, daß sie die Spritze während des Transportes sicher und unbeweglich verwahren, den Spritzenkolben jedoch frei beweglich lassen.

4.2.2 Probenahmeverfahren (siehe [Bild 4](#))

- 1) Der Blindflansch oder die Abdeckkappe (11) des Probenahmeventils wird entfernt und der Ölauslaß mit einem nicht fasernden Tuch von jedem sichtbaren Schmutz gesäubert. Das Probenahmegerät ist dann zusammenzufügen, wie in [Bild 4 a](#)) angegeben, und das Probenahmeventil (5) zu öffnen.

- 2) Der Dreiweghahn (4) wird so eingestellt (Stellung A), daß 1 bis 2 l Öl in den Ölablaß (7) fließen (siehe Anmerkung).

- 3) Dann wird der Dreiweghahn (4) so eingestellt (Stellung B), daß das Öl langsam in die Spritze einfließen kann ([Bild 4 b](#))). Am Kolben sollte nicht gezogen werden; er sollte sich unter der Wirkung des Öldruckes allein zurückbewegen.

- 4) Daraufhin wird der Dreiweghahn (4) wieder so eingestellt (Stellung C), daß das Öl in der Spritze in den Ölablaß auslaufen kann, und der Kolben gedrückt, um die Spritze zu entleeren. Um sicherzugehen, daß alle Luft aus der Spritze ausgestoßen wird, sollte diese, wie in [Bild 4 c](#)) gezeigt, nahezu senkrecht gehalten werden, die Spritzenöffnung nach oben. Man vergewissere sich, daß die Innenflächen der Spritze und der Kolben vollständig mit Öl benetzt sind.

- 5) Das in den Punkten 3) und 4) dieses Abschnittes beschriebene Verfahren wird so oft wiederholt, bis keine Gasblasen mehr vorhanden sind. Daraufhin wird der Dreiweghahn (4) in Stellung B gedreht und die Spritze mit Öl gefüllt ([Bild 4 d](#))).

- 6) Sodann werden Hahn (2) an der Spritze und das Probenahmeventil (5) geschlossen.

- 7) Zuletzt werden der Dreiweghahn (4) in Stellung C gedreht und die Spritze abgenommen ([Bild 4 e](#))).

Die Probe ist sorgfältig zu beschriften (siehe [Abschnitt 5](#)).

ANMERKUNG: Im Fall eines Betriebsmittels mit kleinem Ölvolumen ist das in Punkt 2 dieses Absatzes beschriebene Verfahren nicht anwendbar; die Anleitungen des Betriebsmittelherstellers sind zu beachten.

4.3 Probenahme von Öl mit dem Probenzylinder

4.3.1 Probenahmegerät

1) Ein undurchlässiger, ölbeständiger Kunststoff- oder Gummischlauch für die Verbindung des Betriebsmittels mit dem Probenzylinder. Er sollte so kurz wie möglich sein.

Der Anschluß des Schlauches an das Betriebsmittel hängt von dessen Konstruktion ab. Ist kein Probenahmeventil vorhanden, das für den Anschluß eines Schlauches geeignet ist, so kann es erforderlich werden, unter Verwendung eines durchlochten Flansches oder eines durchbohrten, ölbeständigen Gummistopfens an einer Ablaß- oder Füllöffnung zu improvisieren.

2) Probenzylinder aus Glas oder Metall, Inhalt 250 ml bis 1 l, der entweder durch Hähne oder durch Quetschhähne an undurchlässigen, ölbeständigen Schläuchen oder durch Ventile verschlossen werden kann. Ein Probenzylinder und sein Verschluß sind geeignet, wenn er weniger als 2,5 % des Wasserstoffanteils in einer Woche verliert.

Die erforderliche Probenmenge hängt von der wahrscheinlichen Gaskonzentration der Probe, der Analysetechnik und der geforderten Nachweisempfindlichkeit ab.

3) Transportbehälter, die so beschaffen sein sollten, daß sie die Probenzylinder während des Transportes sicher und unbeweglich verwahren.

4.3.2 Probenahmeverfahren (siehe Bild 5)

1) Der Blindflansch oder die Abdeckkappe (11) des Probenahmeventils wird entfernt und der Ölauslaß mit einem nicht fasernden Tuch von jedem sichtbaren Schmutz gesäubert. Das Probenahmegerät wird dann zusammengefügt, wie in Bild 5 angegeben.

2) Zuerst werden die Hähne (2) am Probenzylinder (28), dann wird das Probenahmeventil (5) vorsichtig geöffnet, so daß das Öl durch den Probenzylinder in den Ölablaß (7) fließt.

3) Nachdem der Probenzylinder (28) vollständig mit Öl gefüllt worden ist, läßt man noch weitere 1 bis 2 l in den Ölablaß (7) ausfließen (siehe Anmerkung 2).

4) Der Ölfluß wird sodann angehalten, indem man zuerst den äußeren (2), dann den inneren (2) Hahn und zuletzt das Probenahmeventil (5) schließt.

5) Der Probenzylinder (28) wird daraufhin abgenommen und die Probe sorgfältig beschriftet (siehe Abschnitt 5).

ANMERKUNG 1: Bei Verwendung eines Glasprobenzylinders mit angeschmolzenen Glashähnen ist es vorteilhaft, vor dem Rücktransport in das Laboratorium 1 ml oder 2 ml Öl abzulassen, um zu verhindern, daß der Zylinder, wenn er einer ansteigenden Umgebungstemperatur ausgesetzt wird, platzt. Dies ist auf dem Etikett zu vermerken.

ANMERKUNG 2: Im Fall eines Betriebsmittels mit kleinem Ölvolumen ist das in Punkt 3 dieses Absatzes beschriebene Verfahren nicht anwendbar; die Anleitungen des Betriebsmittelherstellers sind zu beachten.

4.4 Probenahme von Öl mit der Flasche

4.4.1 Probenahmegerät

1) Ein undurchlässiger, ölbeständiger Kunststoff- oder Gummischlauch für die Verbindung des Betriebsmittels mit der Flasche. Er sollte so kurz wie möglich sein.

Der Anschluß des Schlauches an das Betriebsmittel hängt von dessen Konstruktion ab. Ist kein Probenahmeventil vorhanden, das für den Anschluß eines Schlauches geeignet ist, so kann es erforderlich werden, unter Verwendung eines durchlochten Flansches oder eines durchbohrten, ölbeständigen Gummistopfens an einer Ablaß- oder Füllöffnung zu improvisieren.

2) Gasdicht verschließbare Glas- oder Metallflaschen, Inhalt 0,5 l bis 2 l. Geeignete Flaschen tragen zum Beispiel Kunststoffschraubverschlüsse mit einer konischen Polyethyldichtung (siehe Bild 6 b)). Ein Flasche und ihr Verschluß ist geeignet, wenn sie weniger als 2,5 % des Wasserstoffanteiles in einer Woche verliert.

3) Transportbehälter, die so beschaffen sind, daß sie die Flasche während des Transportes sicher verwahren.

4.4.2 Probenahmeverfahren (siehe Bild 6 a))

1) Der Blindflansch oder die Abdeckkappe (11) des Probenahmeventils wird entfernt und der Ölauslaß mit einem nicht fasernden Tuch von jedem sichtbaren Schmutz gesäubert.

2) Schließe den ölbeständigen Kunststoff- oder Gummischlauch (3) an das Betriebsmittel an.

3) Das Probenahmeventil (5) wird vorsichtig geöffnet und etwa 1 l bis 2 l Öl durch den Schlauch (3) in den Ölablaß (7) auslaufen gelassen; hierbei ist sicherzustellen, daß alle Gasblasen entfernt sind, bevor die Ölprobe gezogen wird (siehe Anmerkung am Ende dieses Unterabschnittes).

4) Stecke das Ende des Schlauches (3) bei fließendem Öl in die Flasche bis auf deren Boden und fülle sie langsam auf.

5) Lasse etwa den Inhalt einer Flasche in den Ölablaß (7) überlaufen und ziehe dann bei fließendem Öl langsam den Schlauch ab.

6) Schließe das Probenahmeventil (5) und ziehe den Schlauch (3) ab.

7) Neige die Flasche so, daß das Ölniveau einige mm unter den Flaschenrand fällt und so ein kleines Ölausdehnungsvolumen verbleibt. Setze den Flaschenverschluß fest auf und beschrifte die Probe (siehe Abschnitt 5).

ANMERKUNG: Im Fall eines Betriebsmittels mit kleinem Ölvolume ist das in den Punkten 3 und 5 dieses Absatzes beschriebene Verfahren nicht anwendbar; die Anleitungen des Betriebsmittelherstellers sind zu beachten.

5 Beschriftung der Proben

Öl- und Gasproben sollten vor dem Versand in das Laboratorium richtig beschriftet werden.

Die folgenden Angaben sind erforderlich:

- Betreiber oder Anlage;
- Kennzeichnung des Betriebsmittels;
- Ölinhalt des Betriebsmittels;
- Anlaß der Probenahme;
- Datum und Uhrzeit der Probenahme;
- Öltemperatur zum Zeitpunkt der Probenahme (nur im Fall von Ölprobenahmen);
- Probenahmestelle.

Die folgenden zusätzlichen Angaben sind erwünscht:

- Ölsorte (wenn bekannt);
- Belastung zum Zeitpunkt der Probenahme;
- andere sachdienliche Angaben: zum Beispiel Anzeige des Windungstemperaturindikators, Stufenschaltertyp (falls vorhanden) und Art der Ankopplung an den Kessel, Ölkonservierungssystem (Ausdehnungsgefäß, Stickstoffpolster usw.), Betriebszustand der Pumpen und irgendwelche Änderungen in den Betriebsbedingungen oder irgendwelche Instandhaltungsmaßnahmen seit der letzten Probenahme.

6 Herstellung von Gas-in-Öl-Standards

Die bevorzugte Methode zur Sicherstellung der Leistungsfähigkeit des gesamten Systems aus Gasextraktion und Analyse ist, wie in [Abschnitt 1](#) angemerkt, die Analyse von Ölen, die Gase in bekannten Konzentrationen enthalten (Gas-in-Öl-Standards).

Zwei Methoden zur Herstellung von Gas-in-Öl-Standards sind unten beschrieben, eine allgemeine und eine einfachere Methode. Die erste Methode hat den Vorzug, daß sie wesentlich größere Ölmengen liefert.

6.1 Erste Methode (siehe [Bild 7](#))

6.1.1 Gerät

- 1) Eine geeignete Gerätekonstruktion (siehe [Bild 7 a\), b\), c\)](#)) besteht aus:
 - einem Magnetrührer (12);
 - einem 5-Liter-Ölkolben (13) mit drei seitlichen Ansätzen, davon zwei ausgerüstet mit Hochvakuumhähnen (1) und (2) und einer mit einem Gummiseptum (16);
 - einem 6-Liter-Ölbehälter (14) mit einem Hochvakuumhahn (3), verbunden mit einem 75-ml-Sprühkolben (15) und einem Hochvakuumhahn (4);
 - einem Quecksilber-Verdrängungssystem (17), bestehend aus zwei 500-ml-Quecksilber-Glaskolben, die mit einem ölbeständigen, flexiblen Vakuumschlauch verbunden sind.
- 2) Das Gas-Injektionssystem ([Bild 7, e\) bis g\)](#)) besteht aus:
 - einem Satz gasdichter Spritzen geeigneten Volumens (18);
 - einem Standard-Dreiweghahn (7) aus Kunststoff, in der Weise durch Einführen von Röhrchen aus nicht-rostendem Stahl (etwa 0,4-mm-Innen- und 1,5-mm-Außendurchmesser) in die Hahnbohrungen modifiziert; daß das Totvolumen minimiert ist, mit einer angesetzten Gas-Injektionsnadel (10) (etwa 10 cm lang, 0,25 mm Außendurchmesser), die durch das Gummiseptum (16) in den Ölkolben eingeführt wird;
 - Gasflaschen mit Druckminderer und Ventil (20);

ANMERKUNG: Es können Gasflaschen verwendet werden, die die einzelnen, zu injizierenden Gase enthalten. Es können aber auch fertige Gemische dieser Gase von einigen Gaslieferanten bezogen werden.

- einem Stück ölbeständigen, flexiblen Schlauch für die Verbindung der Gasflasche mit dem Dreiweghahn (7), durch den eine Injektionsnadel gesteckt ist (etwa 0,3-mm-Innen- und 0,6-mm-Außendurchmesser); letztere dient als Ableitung zu einem Blasengeber (21), der eine Kontrolle auf Nichtvorhandensein einer Rückdiffusion ermöglicht.

ANMERKUNG: Erneuere das Schlauchstück zwischen der Gasflasche und dem Dreiweghahn nach jedem Wechsel der Gasart.

3) Das Ölprobenahmesystem (Bild 7 h) bis k)) besteht aus:

- Glasspritzen (19) geeigneten Volumens, ausgerüstet mit zwei Dreiweghähnen (8) und (9) aus Kunststoff und einer Öl-Extraktionsnadel (11) (etwa 0,6-mm-Innen- und 1,0-mm-Außendurchmesser und 120 mm Länge).

6.1.2 Verfahren

ANMERKUNG: Alle Zahlen in Klammern beziehen sich auf Bild 7 a) bis k). Die Stellungen A bis D der Dreiweghähne (7), (8) und (9) sind in Bild 7 d) dargestellt.

6.1.2.1 Entgasung des Öles (Bild 7 a) bis c))

- 1) Reinige alle Glasgeräte vor dem Zusammensetzen gründlich.
- 2) Sichere das Gummiseptum und die flexiblen Verbindungen mit verdrehten Metalldrahtstücken.
- 3) Reinige, falls erforderlich, etwa 1 l Quecksilber mit Pentan, und filtere es durch ein feinporiges Papierfilter.
- 4) Setze den Ölbehälter (14), den Sprühkolben (15) und den Hahn (4) an den 5-Liter-Ölkolben (13) an. Verbinde dieses System mit der Vakuumpumpe (V) und evakuieren den Sprühkolben (15) und den 5-Liter-Ölkolben (3) durch Öffnen der Hähne (2) und (4).
- 5) Fülle den Ölbehälter (14) mit Isolieröl auf Mineralölbasis nach IEC 296 und lasse das Öl langsam durch den Hahn (3) in den 5-Liter-Kolben (13) einlaufen, bis dieser voll ist. Schließe dann den Hahn (2) und nimm den Ölbehälter (14) und den Sprühkolben (15) ab.

ANMERKUNG: Wenn dieser Arbeitsschritt sorgfältig ausgeführt wird (Füllzeitdauer etwa 4 h), so ist das Öl im Kolben praktisch gasfrei.

- 6) Bring den Ölkolben in die in Bild 7 c) gezeigte Stellung, lege ein nasses Tuch über ihn – um zu verhindern, daß seine Temperatur ansteigt – und setze das Quecksilber-Verdrängungssystem (17) am Hahn (1) an. Führe bei geschlossenem Hahn (6) 750 ml Quecksilber in das System ein.
- 7) Lege das System an Vakuum (V), öffne Hahn (5) und evakuieren den Bereich zwischen den Hähnen (1) und (6). Öffne Hahn (6), laß Quecksilber zu den Hähnen (1) und (5) aufsteigen und schließe dann Hahn (5). Hebe den linken Kolben des Systems (siehe Bild 7 c)) so weit an, daß das Quecksilberniveau über dem Ölkolben liegt. Öffne Hahn (1). Nimm das nasse Tuch ab und schalte den Magnetrührer (12) an.

6.1.2.2 Herstellung von Gas-in-Öl-Standards (Bild 7 c) bis g))

- 1) Setze für die Gasinjektion den modifizierten Dreiweghahn (7) in Stellung B an die Gas-Injektionsnadel (10) an. Stoße dann die Nadel durch das Gummiseptum (16) in das Öl. Drehe den Dreiweghahn in Stellung D, um die Nadel und den Hahn mit Öl zu spülen, dann in Stellung B. Setze an den Hahn (7) die Fassung einer genau kalibrierten, gasdichten Spritze (18) geeigneten Volumens an (Präzision innerhalb 1 %) und den Verbindungsschlauch zur Gasflasche (siehe Bild 7 e)). Laß dann Gas in mäßigem Fluß durch die Fassung fließen, drücke den Spritzenkolben langsam mehrmals herunter bis zur Fassung, zuletzt bis in Höhe des zu injizierenden Gasvolumens, und stelle sicher, daß eine ununterbrochene Blasenbildung aus dem Blasengeber (21) zu beobachten ist.
- 2) Schalte Hahn (7) in Injektionsstellung A, senke das Quecksilberniveau unter das Nadelende und drücke auf den Spritzenkolben, um das Gasvolumen in das Öl zu injizieren. Drehe Hahn (7) in Stellung B und hebe den linken Quecksilberkolben über den Ölkolben an.
- 3) Wiederhole die gleichen Arbeitsschritte mit jeder der zu lösenden Gasarten; entferne dann die Gasinjektionsnadel mit Hahn (7).

Wenn alle Gase gelöst sind, schalte den Magnetrührer (12) ab.

Notiere Atmosphärendruck und Temperatur.

ANMERKUNG: Anstatt die Gase einzeln zuzuführen, ist es bequemer, Standardgasgemische zu verwenden, vorteilhafterweise solche, die jedes der in 8.1 aufgeführten Gase in den Anteilen enthalten, die für das gezogene Öl repräsentativ sind.

6.1.2.3 Probennahme von Gas-in-Öl-Standards (Bild 7 h) bis k)).

- 1) Setze zur Entnahme von Ölproben aus dem 5-Liter-Kolben (13) zwei Dreiweghähne (8) und (9) in Stellung B, wie in Bild 7 h) gezeigt, an die Ölprobeentnahmenadel (11) an und stoße die Nadel durch das Gummiseptum (16). Drehe bei angehobenem Quecksilberniveau die Hähne (8) und (9) in die Aufnahmestellung D, um sie dann mit Öl zu spülen (siehe Bild 7 i)).