

	DIN EN 60567 (VDE 0370-9)	DIN
	Diese Norm ist zugleich eine VDE-Bestimmung im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Präsidium beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter der oben angeführten Nummer in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der „etz Elektrotechnik + Automation“ bekannt gegeben worden.	VDE
ICS 29.040.10 Ersatz für DIN EN 60567 (VDE 0370-9):1994-06 Siehe jedoch Beginn der Gültigkeit Ölgefüllte elektrische Betriebsmittel – Probennahme von Gasen und von Öl für die Analyse freier und gelöster Gase – Anleitung (IEC 60567:2005); Deutsche Fassung EN 60567:2005 Oil-filled electrical equipment – Sampling of gases and of oil for analysis of free and dissolved gases – Guidance (IEC 60567:2005); German version EN 60567:2005 Matériels électriques immergés – Echantillonnage de gaz et d'huile pour analyse des gaz libres et dissous – Lignes directrices (CEI 60567:2005); Version allemande EN 60567:2005 Gesamtumfang 65 Seiten DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE		

Beginn der Gültigkeit

Die von CENELEC am 2005-09-01 angenommene EN 60567 gilt als DIN-Norm ab 2006-05-01.

Daneben darf **DIN EN 60567 (VDE 0370-9):1994-06** noch bis 2008-09-01 angewendet werden.

Nationales Vorwort

Vorausgegangener Norm-Entwurf: E DIN IEC 60567 (VDE 0370-9):2003-08.

Für die vorliegende Norm ist das nationale Arbeitsgremium K 182 „Flüssigkeiten und Gase für elektrotechnische Anwendung“ (AK 182.0.1 „Isoliergase“) der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE zuständig.

Die enthaltene IEC-Publikation wurde vom TC 10 „Fluids for electrotechnical applications“ erarbeitet.

Das IEC-Komitee hat entschieden, dass der Inhalt dieser Publikation bis zu dem auf der IEC-Website unter „<http://webstore.iec.ch>“ mit den Daten zu dieser Publikation angegebenen Datum (maintenance result date) unverändert bleiben soll. Zu diesem Zeitpunkt wird entsprechend der Entscheidung des Komitees die Publikation

- bestätigt,
- zurückgezogen,
- durch eine Folgeausgabe ersetzt oder
- geändert.

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.

Änderungen

Gegenüber **DIN EN 60567 (VDE 0370-9):1994-06** wurden folgende Änderungen vorgenommen:

Seit der Veröffentlichung von EN 60567:1992 wurde eine Anzahl neuer Gasentnahmeverfahren entwickelt, die auch mittlerweile als marktüblich bezeichnet werden können, wie zum Beispiel quecksilberfreie Versionen des Töpler-Pumpen-Verfahrens und Partialentgasungsverfahrens, auf die in Anhang C dieser neuen Ausgabe hingewiesen wird. Das Headspace-Verfahren wurde basierend auf einem neuen Konzept zur Entnahme von Gasen aus Öl als vollwertiges Verfahren eingeführt. Auf eine vereinfachte Version des Headspace-Verfahrens, die Schütteltestmethode, wird in Anhang C hingewiesen. Chromatographische Verfahren mit höherer Empfindlichkeit wurden ebenfalls entwickelt und werden in dieser neuen Ausgabe der Norm vorgestellt.

Frühere Ausgaben

DIN EN 60567 (VDE 0370-9):1994-06

Nationaler Anhang NA (informativ)

Zusammenhang mit Europäischen und Internationalen Normen

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf eine Norm ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils neueste gültige Ausgabe der in Bezug genommenen Norm.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe der Norm.

Eine Information über den Zusammenhang der zitierten Normen mit den entsprechenden Deutschen Normen ist nachstehend wiedergegeben.

Tabelle NA.1

Europäische Norm	Internationale Norm	Deutsche Norm	Klassifikation im VDE-Vorschriftenwerk
EN 60296:2004 + Corr. 1:2004	IEC 60296:2003	DIN EN 60296 (VDE 0370-1):2005-01	VDE 0370-1
EN 60599:1999	IEC 60599:1999	DIN EN 60599 (VDE 0370-7):1999-12	VDE 0370-7
–	ISO/IEC 17025	–	–
–	Normen der Reihe: ISO 5725	Normen der Reihe: DIN ISO 5725	–

Nationaler Anhang NB (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 60296 (VDE 0370-1):2005-01, *Flüssigkeiten für elektrotechnische Anwendungen – Neue Isolieröle für Transformatoren und Schaltgeräte (IEC 60296:2003); Deutsche Fassung EN 60296:2004 + Corrigendum:2004.*

DIN EN 60599 (VDE 0370-7):1999-12, *In Betrieb befindliche, mit Mineralöl imprägnierte elektrische Geräte – Leitfaden zur Interpretation der Analyse gelöster und freier Gase (IEC 60599:1999); Deutsche Fassung EN 60599:1999.*

Normen der Reihe: DIN ISO 5725, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen.*

– Leerseite –

**Ölgefüllte elektrische Betriebsmittel –
Probennahme von Gasen und von Öl für die Analyse
freier und gelöster Gase –
Anleitung
(IEC 60567:2005)**

Oil-filled electrical equipment –
Sampling of gases and of oil for analysis of free
and dissolved gases –
Guidance
(IEC 60567:2005)

Matériels électriques immergés –
Echantillonnage de gaz et d'huile pour analyse
des gaz libres et dissous –
Lignes directrices
(CEI 60567:2005)

Diese Europäische Norm wurde von CENELEC am 2005-09-01 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

CENELEC

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

Zentralsekretariat: rue de Stassart 35, B-1050 Brüssel

© 2005 CENELEC – Alle Rechte der Verwertung, gleich in welcher Form und in welchem Verfahren, sind weltweit den Mitgliedern von CENELEC vorbehalten.

Ref. Nr. EN 60567:2005 D

Vorwort

Der Text des Schriftstücks 10/621/FDIS, zukünftige 3. Ausgabe von IEC 60567, ausgearbeitet von dem IEC TC 10 „Fluids for electrotechnical applications“, wurde der IEC-CENELEC Parallelen Abstimmung unterworfen und von CENELEC am 2005-09-01 als EN 60567 angenommen.

Diese Europäische Norm ersetzt EN 60567:1992.

Die wesentlichen Änderungen zu EN 60567:1992 sind unten angegeben.

Seit der Veröffentlichung von EN 60567:1992 wurde eine Anzahl neuer Gasentnahmeverfahren entwickelt, die auch mittlerweile als marktüblich bezeichnet werden können, wie zum Beispiel quecksilberfreie Versionen des Töpler-Pumpen-Verfahrens und Partialentgasungsverfahrens, auf die in Anhang C dieser neuen Ausgabe hingewiesen wird. Das Headspace-Verfahren wurde basierend auf einem neuen Konzept zur Entnahme von Gasen aus Öl als vollwertiges Verfahren eingeführt. Auf eine vereinfachte Version des Headspace-Verfahrens, die Schütteltestmethode, wird in Anhang C hingewiesen. Chromatographische Verfahren mit höherer Empfindlichkeit wurden ebenfalls entwickelt und werden in dieser neuen Ausgabe der Norm vorgestellt.

Nachstehende Daten wurden festgelegt:

- spätestes Datum, zu dem die EN auf nationaler Ebene durch Veröffentlichung einer identischen nationalen Norm oder durch Anerkennung übernommen werden muss (dop): 2006-06-01
- spätestes Datum, zu dem nationale Normen, die der EN entgegenstehen, zurückgezogen werden müssen (dow): 2008-09-01

Der Anhang ZA wurde von CENELEC hinzugefügt.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm IEC 60567:2005 wurde von CENELEC ohne irgendeine Abänderung als Europäische Norm angenommen.

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Probennahme von Gasen aus Gassammelrelais (Buchholz-Relais)	7
3.1 Allgemeine Hinweise	7
3.2 Probennahme von freien Gasen durch Spritze	7
3.3 Probennahme von freien Gasen durch Ölverdrängung	8
3.4 Probennahme von freien Gasen durch Vakuum	8
4 Probennahme von Öl aus ölgefüllten Betriebsmitteln	9
4.1 Allgemeine Hinweise	9
4.2 Ölprobennahme durch Spritze	10
4.3 Ölprobennahme durch Probenzylinder	11
4.4 Ölprobennahme mit Flaschen	12
4.5 Entsorgung des gebrauchten Öls	12
5 Kennzeichnung der Proben	12
6 Herstellung der Gas-in-Öl-Standards	13
6.1 Erste Methode: Herstellung eines großen Volumens eines Gas-in-Öl-Standards	13
6.2 Zweite Methode: Herstellung eines Gas-in-Öl-Standards in einer Spritze oder einem Probenfläschchen	15
7 Extraktion von Gasen aus Öl	16
7.1 Allgemeine Hinweise	16
7.2 Mehrperiodische Vakuumextraktion mittels Töppler-Pumpe	17
7.3 Vakuumextraktion durch Methode der Partialentgasung	19
7.4 Stripping-Extraktionsmethode	20
7.5 Headspace-Methode	21
8 Gasanalyse mittels Gas-Fest-Chromatographie	32
8.1 Allgemeine Hinweise	32
8.2 Grundzüge geeigneter Methoden durch Verwendung der Tabelle 3	33
8.3 Apparatur	33
8.4 Vorbereitung der Apparatur	35
8.5 Analyse	35
8.6 Kalibrierung des Chromatographen	36
8.7 Berechnungen	36
9 Qualitätskontrolle	37
9.1 Verifizierung des gesamten analytischen Systems	37
9.2 Grenzen des Nachweises und der Quantifizierung	37
9.3 Wiederholbarkeit, Vergleichbarkeit und Genauigkeit	38

	Seite
10 Ergebnisbericht.....	40
Anhang A (informativ) Durchführung des Tests zur Unversehrtheit der Spritze vor der Befüllung mit Öl (siehe Bild 4)	57
Anhang B (informativ) Korrektur durch Rechnung bei unvollständiger Gasextraktion bei der Partialentgasungsmethode.....	58
Anhang C (informativ) Quecksilberfreie und Schüttel-Test-Versionen der Standard-Extraktionsmethoden.....	59
Anhang D (informativ) Herstellung luftgesättigter Ölstandards	60
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen	61
Bild 1 – Gasprobennahme durch Spritze.....	41
Bild 2 – Probennahme freier Gase durch Ölverdrängung	42
Bild 3 – Probennahme freier Gase durch Vakuum.....	43
Bild 4 – Ölprobennahme mit Spritze	44
Bild 5 – Ölprobennahme mit Probenzylinder	45
Bild 6 – Ölprobennahme mit Flasche.....	46
Bild 7 – Erste Methode zur Herstellung von Gas-in-Öl-Standards	47
Bild 8 – Zweite Methode zur Herstellung von Gas-in-Öl-Standards.....	48
Bild 9 – Beispiel einer Extraktionsapparatur mit Töpler-Pumpe	49
Bild 10 – Arten von Glas-Strippern	50
Bild 11 – Edelstahl-Stripper	51
Bild 12 – Schematische Anordnung für den Anschluss eines Ölstrippers an einen Gaschromatographen.....	52
Bild 13 – Schematische Darstellung des Headspace-Samplers	53
Bild 14 – Probenfläschchen gefüllt mit Wasser	53
Bild 15 – Drehteller	54
Bild 16 – Schematische Anordnung für die Gaschromatographie.....	55
Bild 17 – Schematische Darstellung der Methoden aus Anhang C.....	56
Tabelle 1 – Beispiele von Headspace-Betriebsbedingungen.....	26
Tabelle 2 – Headspace-Verteilungskoeffizienten	32
Tabelle 3 – Beispiele für Betriebsbedingungen für die Gaschromatographie	34
Tabelle 5 – Geforderte Nachweisgrenzen im Öl.....	38
Tabelle 6 – Beispiele für Genauigkeiten von Extraktionsmethoden	40
Tabelle B.1 – Beispiele von Löslichkeitskoeffizienten	58

Einleitung

Gase können in ölgefüllten elektrischen Betriebsmitteln durch natürliche Alterung, aber auch in viel größerem Umfang als Folge von Störfällen gebildet werden.

Ein fehlerhafter Betrieb kann das Betriebsmittel schwer schädigen. Es ist wertvoll in der Lage zu sein, den Fehler in einem frühen Entwicklungsstadium zu erkennen.

Dort, wo ein Fehler nicht schwerwiegend ist, lösen sich die gebildeten Gase normalerweise im Öl, wobei eventuell eine kleine Menge aus der Flüssigkeit in irgendeine Gasphase darüber ausdiffundiert. 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 eines genügend schweren Fehlers steigt das freie Gas im Öl auf und sammelt sich im Gassammelrelais (Buchholz-Relais), sofern solches angebaut ist. Falls notwendig, kann dann dieses Gas analysiert werden, um die Bestimmung des Fehlers, der das Gas verursacht hat, zu unterstützen. Die Zusammensetzung der Gase in den Gasblasen verändert sich, sobald sich diese durch das Öl in Richtung Gassammelrelais bewegen.

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

Die Interpretation der Gas-Analyse ist Gegenstand der [IEC 60599](#).

Diese Techniken sind für alle Lebensabschnitte eines ölgefüllten Betriebsmittels wertvoll. So kann bei Abnahmeprüfungen eines Transformators beim Hersteller der Vergleich von Gas-in-Öl-Analysen vor, während und nach einem Warmlauf zeigen, ob irgendwelche Heißpunkte vorliegen. Ähnliche Analysen nach elektrischen Prüfungen können zusätzliche Hinweise auf das Vorliegen von Teilentladungen oder Sprühentladungen liefern. Während des Betriebes dient die periodische Entnahme von Ölproben und deren Analyse der Überwachung des Betriebszustandes von Transformatoren und von anderen ölgefüllten Betriebsmitteln.

Die Wichtigkeit dieser Techniken hat zur Erstellung dieses Standards geführt. Es werden die Verfahren beschrieben, die bei der Probennahme von Gasen aus ölgefüllten elektrischen Betriebsmitteln und von Ölen, die Gase enthalten, und bei der darauffolgenden Analyse, verwendet werden.

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

Allgemeine Vorsichtsmaßnahmen, Gesundheits-, Sicherheits- und Umweltschutz

Dieser Internationale Standard beabsichtigt nicht alle mit seinem Gebrauch verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Standards passende Gesundheits- und Sicherheitsmaßnahmen festzulegen und vor dem Gebrauch die gesetzlichen Grenzen der Anwendbarkeit zu bestimmen.

Mit den mineralischen Isolierölen, die Gegenstand dieses Standards sind, muss unter dem Gesichtspunkt der persönlichen Hygiene umgegangen werden. Direkter Kontakt mit den Augen kann zu Beeinträchtigungen führen. Im Falle von Reizungen durch Augenkontakt sollten umfangreiche Spülungen mit klarem fließendem Wasser durchgeführt werden und ärztlicher Rat ist einzuholen. Einige der Prüfungen, die in diesem Standard beschrieben sind, beinhalten den Umgang mit Prozessen, die zu gefährlichen Situationen führen können. Den relevanten Standardrichtlinien muss Aufmerksamkeit gewidmet werden.

Quecksilber stellt eine Gefahr für Umwelt und Gesundheit dar. Jegliches Verschütten muss sofort beseitigt und entsprechend entsorgt werden. Lokale Regularien zum Gebrauch und Umgang sollen erfragt werden. Quecksilberfreie Methoden können in einigen Ländern gefordert sein.

Umwelt

Dieser Standard ist anwendbar für Mineralöle, Chemikalien und gebrauchte Probenbehälter.

Aufmerksamkeit muss der Tatsache gewidmet werden, dass zum Zeitpunkt der Erstellung dieses Standards viele Mineralöle, die im Einsatz sind, bekanntermaßen zu einem gewissen Grad mit PCBs verseucht sind. Falls dies der Fall ist, müssen Sicherheitsgegenmaßnahmen getroffen werden, um Risiken für Arbeiter, Öffentlichkeit und Umwelt während der Lebensdauer der Gerätschaft zu vermeiden, und zwar durch strenge Kontrolle von Verunreinigungen und Emissionen. Jegliche Vorsichtsmaßnahme muss ergriffen werden, um ein Freisetzen von Mineralöl in die Umwelt zu vermeiden.

1 Anwendungsbereich

Dieser Internationale Standard beschreibt Techniken für die Probennahme freier Gase aus Gassammelrelais und für die Probennahme von Öl aus ölgefüllten Betriebsmitteln, wie Leistungstransformatoren, Messwandlern, Drosselspulen, Durchführungen, ölgefüllten Kabeln und ölgefüllten Leistungskondensatoren. Es werden drei Methoden für die Probennahme freier Gase und drei Methoden für die Ölprobennahme beschrieben. Die Wahl zwischen diesen verschiedenen Methoden hängt häufig vom verfügbaren Gerät zur Probennahme und von der Ölmenge ab, die für die Analyse benötigt wird.

Bevor die im Öl gelösten Gase analysiert werden können, müssen sie zuerst aus dem Öl extrahiert werden. Drei grundsätzliche Methoden sind beschrieben: Eine verwendet die Extraktion durch Vakuum (Töpler-Pumpe und Partialentgasung), eine andere durch Verdrängung der gelösten Gase mittels Durchblubbern des Trägergases durch die Ölprobe (Stripping) und die letzte durch Verteilung der Gase zwischen Ölprobe und einem kleinen Volumen Trägergas (Headspace). Nach der Extraktion werden die Gase mittels Gaschromatographie quantitativ analysiert. Eine Analysenmethode ist beschrieben. Freie Gase aus dem Gassammelrelais werden ohne Vorbehandlung analysiert.

Die bevorzugte Methode zur Absicherung der Wirksamkeit der Gasextraktion und des Analysengerätes, die als ein einziges System betrachtet werden, beruht darauf, dass man Ölproben, hergestellt im Labor, die bekannte Konzentrationen von Gasen („Gas-in-Öl-Standards“) enthalten, entgast und die extrahierten Gase quantitativ analysiert. Zwei Methoden zur Herstellung von Gas-in-Öl-Standards sind beschrieben.

Für die täglichen Kalibrierläufe des Gaschromatographen ist es vorteilhaft ein Standardgasgemisch zu verwenden, das passende Mengen jeder Gaskomponente enthält, und zwar in ähnlichen Verhältnissen wie die gewöhnlichen Verhältnisse der aus Transformatorenölen extrahierten Gase.

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 aber auch die Probleme, die bei der Überwachung im Betrieb befindlicher Betriebsmittel auftreten. Dazu gehört, dass der Transport der 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 zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

IEC 60296, *Fluids for Electrotechnical applications – Unused mineral insulating oils for transformers and switchgear*

IEC 60599, *Mineral oil-impregnated electrical equipment in service – Guide to the interpretation of dissolved and free gases analysis*

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

ISO 5725 (all parts), *Accuracy, trueness and precision of measurement methods and results*

3 Probennahme von Gasen aus Gassammelrelais (Buchholz-Relais)

3.1 Allgemeine Hinweise

Es ist wichtig daran zu denken, dass das Ziehen einer qualitativen und repräsentativen Probe höchst bedeutungsvoll ist, um eine zuverlässige Diagnose des elektrischen Betriebsmittels zu erhalten. Selbst die besten Extraktions- und Diagnosemethoden können keine fehlerhaften Proben ersetzen.

Gasproben aus Relais sollten, nachdem die Gasansammlung signalisiert wurde, so schnell wie möglich aus dem Betriebsmittel gezogen werden. Änderungen in der Zusammensetzung der Gase, hervorgerufen durch selektive Reabsorption von Komponenten, können eintreten, wenn freie Gase in Kontakt mit Öl bleiben.

Bestimmte Vorsichtsmaßnahmen sind notwendig, wenn Gasproben genommen werden. Die Verbindung zwischen Gerät zur Probennahme und dem Probenbehälter muss so beschaffen sein, dass das Eindringen von Luft vermieden wird. Nicht dauerhafte Verbindungen sollten so kurz wie möglich sein. Jegliche der verwendeten Gummi- oder Plastikschräuche sollten auf Gasundurchlässigkeit überprüft worden sein.

Gasproben sollten in geeigneter Weise gekennzeichnet sein (siehe [Abschnitt 5](#)) und ohne unnötigen Verzug analysiert werden, um den Verlust an Wasserstoff zu minimieren (z. B. innerhalb eines maximalen Zeitraumes von einer Woche).

Falls Sauerstoff im Gas ist, kann er mit dem Öl, das mit der Probe gezogen wurde, reagieren. Diese Reaktion wird verzögert, wenn Licht von der Probe ausgeschlossen wird, z. B. durch Einwickeln der Probenbehälter in Aluminiumfolie oder geeignetem, lichtundurchlässigem Material.

Von den drei unten beschriebenen Methoden wird die Spritzenmethode empfohlen. Die beiden anderen Methoden sind Alternativen, die ausschließlich bei ernsthaften Nachteilen verwendet werden sollten.

Die Probennahme in ein Gassammelrohr mittels Flüssigkeitsverdrängung unter Verwendung von Transformatoröl als Trennflüssigkeit ist zwar einfach, aber die unterschiedliche Löslichkeit der Gaskomponenten im Öl muss berücksichtigt werden, wenn die Gasmenge so groß ist, dass etwas Öl im Gassammelrohr zurückbleibt.

Die Vakuummethode erfordert Geschick um zu 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 könnte (z. B. bei einigen Transformatoren mit geschlossener Bauweise).

3.2 Probennahme von freien Gasen durch Spritze

3.2.1 Gerät zur Probennahme

Siehe [Bild 1](#).

- a) Gasundurchlässiger, ölbeständiger Kunststoff- oder Gummischlauch (3), ausgestattet mit einem Verbindungsstück, das den Anschluss an ein geeignetes Probennahmeventil des Gassammelrelais ermöglicht. Um Kreuzkontamination zu vermeiden sollte der Schlauch nur einmal verwendet werden.
- b) Gasdichte Spritzen geeigneter Größe (1) (25 ml bis 250 ml). Glasspritzen für human- oder veterinärmedizinische Zwecke mit eingeschliffenem Kolben sind geeignet. 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 Ölprobennahme zu verwenden (siehe [Punkt b\) des Abschnitts 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 analysiert. Eine Spritze ist geeignet, wenn sie weniger als 2,5 % des Wasserstoffgehaltes pro Woche verliert. Nach aller Erfahrung sind komplette Glasspritzen dichter als Spritzen mit Kunststoffdichtungen. Die Gasdichtheit kann durch Verwendung eines Schmiermittels, wie z. B. leichtes Schmierfett oder Transformatorenöl, verbessert werden.

Es ist gute Sitte die Integrität des Systems Spritze/Hahn vor Probennahme zu testen. Eine empfohlene Vorgehensweise ist in [Anhang A](#) dargestellt.

- c) Transportbehälter sollten so beschaffen sein, dass sie die Spritze während des Transportes sicher und unbeweglich halten, aber den Spritzenkolben frei beweglich lassen und den Kontakt der Spitze mit dem Transportbehälter verhindern, wie auch immer die Position während des Transportes ist.

3.2.2 Durchführung der Probennahme

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

Das Probennahmeventil (5) wird geöffnet. Wenn die Probennahme aus einem Gassammelrelais an einem Transformator mit Ölausdehnungsgefäß erfolgt, wird Überdruck vorliegen. Der Dreiwegehahn (4) wird vorsichtig in Stellung A gedreht, so dass das Öl im Verbindungsschlauch (3) in den Ölablass (7) fließen kann. Sobald Gas den Dreiwegehahn 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 Probennahmeventil (5) geschlossen und das Gerät abgenommen.

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

Die Probe wird sorgfältig gekennzeichnet (siehe [Abschnitt 5](#)).

3.3 Probennahme von freien Gasen durch Ölverdrängung

Diese Methode ist nur dort zuverlässig, wo die Gasprobe auf oder über Atmosphärendruck ist. Das Gerät ist in [Bild 2](#) dargestellt.

Das Gassammelrohr (28), Inhalt zumeist 100 ml, ist vorzugsweise aus Glas, damit der Probennehmer während der Probennahme sehen kann, wie viel Öl noch darin enthalten ist. Das Gassammelrohr wird vor Ort 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 Gasprobenventil (5) angeschlossen. Dann werden das Probennahmeventil und der Einlasshahn des Gassammelrohres geöffnet. Das Gassammelrohr wird so geneigt, dass sein geschlossenes Ende so weit wie 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 strömt.

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

Beide Hähne (2) am Gassammelrohr und das Probennahmeventil (5) werden geschlossen und die Anschlüsse abgetrennt.

3.4 Probennahme von freien Gasen durch Vakuum

Das Gerät zur Probennahme wird miteinander verbunden wie in [Bild 3](#) dargestellt. Bei geschlossenem Probennahmeventil (5), offenen Hähnen (1), (2) und (10) und dem Dreiwegehahn (4) in Stellung A werden die Verbindungsschläuche, die Ölfalle und der Probenbehälter evakuiert.

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

Wenn der Verbindungsschlauch zwischen dem Probennahmeventil (5) und dem Gassammelrelais mit Öl gefüllt ist, wird der Dreiwegehahn (4) in Stellung B gedreht. Dann wird das Probennahmeventil (5) vorsichtig geöffnet und man lässt das Öl in die Ölfalle auslaufen. Sobald beobachtet wird, dass das Ende des Ölstromes den Dreiwegehahn (4) erreicht, wird dieser in Stellung D gedreht und es wird evakuiert. Daraufhin wird der Hahn (4) in Stellung C gedreht. Wenn die Probennahme vollzogen ist, wird zuerst Hahn (1), dann das Probennahmeventil (5) geschlossen und schließlich das Gerät zur Probennahme abgenommen.

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

4 Probennahme von Öl aus ölfüllten Betriebsmitteln

4.1 Allgemeine Hinweise

Es ist wichtig daran zu denken, dass das Ziehen einer qualitativen und repräsentativen Probe absolut bedeutsam für eine zuverlässige Diagnose des ölfüllten Betriebsmittels ist. Selbst die allerbesten Extraktions- und Diagnoseverfahren können fehlerhafte Proben nicht ausgleichen.

Warnhinweis: Bei einer Ölprobennahme sind alle Vorsichtsmaßnahmen dafür zu treffen, dass ein plötzlicher Ölaustritt beherrscht wird und somit eine Ölverschmutzung verhindert wird.

Von den drei unten beschriebenen Methoden wird die Probennahme mit der Spritze empfohlen. Die anderen beiden Methoden sind Alternativen, die im Falle von Schwierigkeiten verwendet werden sollten.

Die Probennahme in Probenzylinder aus Glas ist auch geeignet, vorausgesetzt, dass sie mit Gummischläuchen ausreichender Länge ausgestattet sind, die als Ausdehnungsvorrichtungen dienen.

Probenzylinder aus nichtrostendem Stahl, ausgestattet mit Ventilen, sind sehr robust und werden nicht durch große Temperaturschwankungen beeinflusst und können ohne Ausdehnungsvorrichtungen verwendet werden.

Probennahme in Glasflaschen ist auch geeignet, vorausgesetzt, dass die Flaschen mit passenden Kappen versehen sind, die eine Ölausdehnung gestatten. Die Probennahme in Flaschen ist einfach, erfordert wenig Geschick und reicht für viele Zwecke aus, wie z. B. für Routineprobennahme in größerem Umfang aus Betriebsmitteln an deren Standorten. Die Verwendung von Flaschen (0,5 l bis 2,5 l Inhalt) empfiehlt sich dort, wo verhältnismäßig große Ölproben erforderlich sind. Wenn die Methode der Ölprobennahme mit Glasflaschen verwendet wird, muss darauf geachtet werden, dass der Luftkontakt der Probe minimiert wird.

Die beschriebenen Methoden sind für Betriebsmittel mit großem Ölvolumen wie Leistungstransformatoren geeignet. Bei Betriebsmitteln mit kleinen Ölvolumen ist es notwendig sicherzustellen, dass das gesamte entnommene Ölvolumen nicht die Funktionsfähigkeit des Betriebsmittels gefährdet.

Die Wahl der Stellen, von wo die Proben genommen werden, muss mit Sorgfalt gemacht werden. Normalerweise sollte die Probe von einer Stelle gezogen werden, an der sie repräsentativ für die Ölfüllung des Betriebsmittels ist. Manchmal kann es jedoch notwendig sein, absichtlich Proben dort zu ziehen, wo man nicht erwarten kann, dass sie repräsentativ sind (z. B. wenn man versucht einen Fehlerort zu lokalisieren).

Die Probennahme muss dann erfolgen, wenn das Betriebsmittel unter seinen normalen Betriebsbedingungen steht. Dies ist dann besonders wichtig, wenn man die Gasbildungsrate bewerten will.

Ein Anteil des im Öl gelösten Sauerstoffes kann durch Oxidation verbraucht werden. Die Reaktion kann zwar durch Ausschluss von Licht verzögert werden (z. B. durch Umwickeln eines Probenbehälters aus Klarglas mit einem lichtundurchlässigen Material), aber die Analyse muss in jedem Fall so schnell wie möglich nach Probennahme erfolgen.

ANMERKUNG 1 Bei Probennahme aus Durchführungen muss die Anleitung des Herstellers sorgfältig befolgt werden. Bei Missachtung kann dies zu ernststen Schäden und Durchführungsfehlern führen. Die Ölprobennahme muss an energiefreien Durchführungen erfolgen. Bei einer Ölprobennahme sind alle Vorsichtsmaßnahmen dafür zu treffen, dass

ein plötzlicher Ölaustritt beherrscht wird. Proben müssen bei abgeschaltetem Betriebsmittel unter seinen normalen Betriebsbedingungen genommen werden, um den Zustand der Durchführung richtig zu bewerten.

ANMERKUNG 2 Bei Transformatoren mit zwei Probennahmeverteilen muss das folgende Verfahren angewandt werden: zuerst Öffnung des äußeren Ventils, danach das zweite. Dies ist insbesondere wichtig, um zu vermeiden, dass Luft in den Transformator gelangt.

4.2 Ölprobennahme durch Spritze

4.2.1 Gerät zur Probennahme

- a) Ein undurchlässiger, ölbeständiger Kunststoff- oder Gummischlauch zur Verbindung des Betriebsmittels mit der Spritze. Dieser sollte so kurz wie möglich sein. Im Schlauch muss ein Dreiwegehahn eingebaut sein.

Die Verbindung des Schlauches mit dem Betriebsmittel hängt von der Beschaffenheit des Betriebsmittels ab. Ist kein Probennahmeverteil vorhanden, das für den Anschluss des Schlauches geeignet ist, so kann es erforderlich werden, einen gelochten Flansch oder einen durchbohrten, ölbeständigen Gummistopfen an einer Ablass- oder Füllöffnung zu verwenden.

ANMERKUNG Die Ölprobennahme durch Spritze ist das Verfahren, das von IEC SC 36A für Durchführungen empfohlen wird. Falls Durchführungen eine Probennahmestelle am Durchführungsflansch besitzen, kann das beschriebene Verfahren angewandt werden.

Falls Durchführungen keine Probennahmestelle am Durchführungsflansch besitzen, kann es möglich sein, eine Probe vom Kopf der Durchführung zu nehmen. Die Anweisungen der Hersteller müssen befolgt werden, um eine geeignete Stelle zu bestimmen. Von oben wird in die Durchführung ein Ende des Probennahmeschlauches eingeführt, das andere wird mit dem Dreiwegehahn an der Spritze mittels Kunststoffkupplung verbunden, danach erfolgt dann das gleiche Verfahren.

Falls die Durchführungen bei Umgebungstemperatur unter Druck stehen, kann das Verfahren nicht angewandt werden und es muss Bezug auf die Anweisungen des Geräteherstellers genommen werden.

- b) Graduierte, gasdichte Spritzen mit einer Größe, die geeignet ist ein passendes Ölprobenvolumen (20 ml bis 250 ml) aufzunehmen, ausgerüstet mit einem Hahn oder Schlauchklemme, damit sie hermetisch abgeschlossen werden können. Bezüglich der Prüfung der Spritze auf Gasdichtheit siehe [Punkt b\) von 3.2.1](#). Die erforderliche Probenmenge hängt von der wahrscheinlichen Gaskonzentration in der Probe, den Analysetechniken und der geforderten Nachweisempfindlichkeit ab.
- c) Transportbehälter sollten so beschaffen sein, dass sie die Spritze während des Transportes sicher und unbeweglich halten, aber den Spritzenkolben frei beweglich lassen und den Kontakt der Spitze mit dem Transportbehälter verhindern, wie auch immer die Position während des Transportes ist.

4.2.2 Durchführung der Probennahme

Siehe [Bild 4](#).

- a) Der Blindflansch oder die Abdeckkappe (11) des Probennahmeverteils wird entfernt und der Ölablass mit einem nichtfusselnden Tuch von jedem sichtbaren Schmutz gereinigt. Das Probennahmegerät wird dann, wie in [Bild 4 a\)](#) dargestellt, angeschlossen und das Probennahmeverteil (5) geöffnet.
- b) Der Dreiwegehahn (4) wird so eingestellt (Stellung A), dass 1 l bis 2 l Öl (oder weniger, siehe Anmerkung) in den Ölabfallbehälter (7) fließen können.
- c) Der Dreiwegehahn (4) wird dann so eingestellt (Stellung B), dass das Öl langsam in die Spritze fließen kann ([Bild 4 b\)](#)). Am Kolben sollte nicht gezogen werden, aber er sollte sich unter dem Öldruck zurückbewegen können.
- d) Der Dreiwegehahn (4) wird dann so eingestellt (Stellung C), dass das Öl in der Spritze in den Ölabfallbehälter (7) fließen kann, und der Kolben wird gedrückt, um die Spritze zu entleeren. Um sicherzustellen, dass alle Luft aus der Spritze gedrückt wurde, sollte diese wie in [Bild 4 c\)](#) gezeigt, nahezu senkrecht gehalten werden, wobei die Spritzenöffnung nach oben zeigt. Man vergewissere sich, dass die Innenflächen der Spritze und der Kolben vollständig mit Öl benetzt sind.
- e) Die in den Schritten c) und d) dieses Abschnitts beschriebene Durchführung wird so oft wiederholt, bis keine Gasblasen mehr vorhanden sind. Dann wird der Dreiwegehahn (4) in Stellung B gebracht und die Spritze mit Öl gefüllt ([Bild 4 d\)](#)).

- f) Danach werden der Hahn (2) an der Spritze und das Probennahmeventil (5) geschlossen.
- g) Der Dreiwegehahn (4) wird in Stellung C gebracht und die Spritze abgenommen (Bild 4 e)).

Die Probe ist sorgfältig zu kennzeichnen (siehe Abschnitt 5).

ANMERKUNG 1 Im Falle eines Betriebsmittels mit kleinem Ölvolumen ist das in Schritt b) dieses Abschnitts beschriebene Verfahren nicht anwendbar und kleinere Ölvolumen müssen genommen werden. Die Anleitungen des Betriebsmittelherstellers müssen beachtet werden.

ANMERKUNG 2 Es ist üblich, dass Verunreinigungen der äußeren Oberfläche des Kolbens und der inneren Oberflächen der Spritze mit Staub oder Sand vermieden werden. Jene Partikel können die Dichtheit der Spritze beeinflussen. Diese Art von Verunreinigungen kann von staubhaltigem Wind oder von der Handhabung der Spritze stammen.

ANMERKUNG 3 Falls Gasblasen direkt nach Probennahme bei hermetisch geschlossenen Transformatoren in der Spritze erscheinen, wird empfohlen die Probennahme zu wiederholen.

4.3 Ölprobennahme durch Probenzylinder

4.3.1 Gerät zur Probennahme

- a) Undurchlässiger, ölbeständiger Kunststoff- oder Gummischlauch zur Verbindung des Betriebsmittels mit dem Probenzylinder. Dieser sollte so kurz wie möglich sein.

Die Verbindung des Schlauches mit dem Betriebsmittel hängt von der Gegebenheit des Betriebsmittels ab. Falls kein Probennahmeventil, das für den Anschluss eines Schlauches geeignet ist, vorhanden ist, kann es erforderlich werden, unter Verwendung eines durchlochenden Flansches oder eines durchbohrten, ölbeständigen Gummistopfens an einer Ablass- oder Befüllöffnung zu improvisieren.

- b) Probenzylinder aus Glas oder Metall mit einem typischen Volumen von 250 ml bis 1 l. Er sollte entweder durch Hähne oder durch Quetschhähne an undurchlässigen, ölbeständigen Schläuchen oder durch Ventile verschließbar sein.

Ein Probenzylinder und sein Verschlussdesign ist geeignet, wenn er weniger als 2,5 % seines Wasserstoffgehaltes pro Woche verliert.

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

- c) Transportbehälter, die so beschaffen sein sollten, dass sie die Probenzylinder während des Transportes fest und unbeweglich aufbewahren.

4.3.2 Durchführung der Probennahme

Siehe Bild 5.

- a) Der Blindflansch oder die Abdeckkappe (11) des Probennahmeventils wird entfernt und der Ölablass mit einem nicht fuselnden Tuch von jedem sichtbaren Schmutz gereinigt. Das Probennahmegerät wird dann, wie in Bild 5 dargestellt, angeschlossen.
- b) Die Hähne (2) am Probenzylinder (28) werden geöffnet und das Probennahmeventil am Betriebsmittel (5) wird vorsichtig geöffnet, so dass das Öl durch den Probenzylinder in den Ölabfallbehälter (7) fließt.
- c) Nachdem der Probenzylinder (28) vollständig mit Öl gefüllt ist, lässt man weitere 1 l bis 2 l in den Ölabfallbehälter (7) fließen (siehe Anmerkung 2).
- d) Der Ölfluss wird durch Schließen zuerst des äußeren Hahnes (2), danach des inneren (2) und schließlich des Probennahmeventils (5) beendet.
- e) Der Probenzylinder (28) wird abgetrennt und die Probe sorgfältig gekennzeichnet (siehe Abschnitt 5).

ANMERKUNG 1 Falls ein Glasprobenzylinder mit angeschmolzenen Glashähnen verwendet wird, ist es vorteilhaft, vor dem Rücktransport in das Labor 1 ml bis 2 ml Öl abzulassen, um ein Zerbrechen des Zylinders zu vermeiden, wenn er einem Temperaturanstieg zur Umgebungstemperatur ausgesetzt wird. Falls das durchgeführt wurde, sollte es auf der Probenbeschriftung mit vermerkt sein.

ANMERKUNG 2 Im Falle eines Betriebsmittels mit kleinem Ölvolumen ist das in [Schritt c\)](#) dieses Abschnitts beschriebene Verfahren nicht anwendbar. Die Anleitungen des Betriebsmittelherstellers müssen beachtet werden.

4.4 Ölprobennahme mit Flaschen

4.4.1 Gerät zur Probennahme

- a) Undurchlässiger, ölbeständiger Kunststoff- oder Gummischlauch zur Verbindung des Betriebsmittels mit der Flasche. Dieser sollte so kurz wie möglich sein.

Die Verbindung des Schlauches mit dem Betriebsmittel hängt von der Gegebenheit des Betriebsmittels ab. Falls kein Probennahmeventil, das für den Anschluss eines Schlauches geeignet ist, vorhanden ist, kann es erforderlich werden, unter Verwendung eines durchlochten Flansches oder eines durchbohrten, ölbeständigen Gummistopfens an einer Ablass- oder Befüllöffnung zu improvisieren.

- b) Gasdicht verschließbare Flaschen aus Glas oder Metall mit einem typischen Volumen von 0,5 l bis 2,5 l. Geeignete Flaschen haben z. B. Kunststoffschraubverschlüsse mit einer konischen Polyethyldichtung (siehe [Bild 6 b\)](#)). Eine Flasche und ihr Verschlussdesign ist geeignet, wenn sie weniger als 2,5 % ihres Wasserstoffgehaltes pro Woche verliert.
- c) Transportbehälter, die so beschaffen sind, dass sie die Flasche während des Transportes sicher aufbewahren.

4.4.2 Durchführung der Probennahme

Siehe Bild 6 a).

- a) Der Blindflansch oder die Abdeckkappe (11) des Probennahmeventils wird entfernt und der Ölablass mit einem nicht fuselnden Tuch von jedem sichtbaren Schmutz gereinigt.
- b) Der ölbeständige Kunststoff- oder Gummischlauch (3) wird an das Betriebsmittel angeschlossen.
- c) Das Probennahmeventil (5) wird vorsichtig geöffnet und ungefähr 1 l bis 2 l Öl werden in den Ölabfallbehälter (7) durch den Schlauch (3) auslaufen gelassen um sicherzustellen, dass alle Gasblasen vor Ziehen der Ölprobe entfernt sind (siehe Anmerkung am Ende dieses Abschnitts).
- d) Das Ende des Schlauches (3) wird bei fließendem Öl in die Flasche bis auf deren Boden gesteckt und die Flasche wird langsam gefüllt.
- e) Man lässt ungefähr das Volumen einer Flasche in den Ölabfallbehälter (7) überlaufen, danach wird der Schlauch (3) bei fließendem Öl langsam herausgezogen.
- f) Das Probennahmeventil (5) wird geschlossen und der Schlauch abgetrennt.
- g) Die Flasche wird so geneigt, dass das Ölniveau um einige Millimeter unter den Flaschenrand fällt, damit ein kleines Ölausdehnungsvolumen entsteht. Der Flaschenverschluss wird festgedreht und die Probe gekennzeichnet (siehe Abschnitt 5).

ANMERKUNG Im Falle eines Betriebsmittels mit kleinem Ölvolumen ist das in den Schritten c) und e) dieses Abschnitts beschriebene Verfahren nicht anwendbar. Die Anleitungen des Betriebsmittelherstellers müssen beachtet werden.

4.5 Entsorgung des gebrauchten Öls

Die Altölentsorgung muss nach den örtlichen Regelungen erfolgen.

5 Kennzeichnung der Proben

Die Öl- und Gasproben müssen vor dem Versand in das Labor richtig gekennzeichnet werden.

Die folgenden Angaben sind notwendig (sofern bekannt):

Transformator	Probe
– Betreiber	– Datum der Probennahme
– Anlage	– Ort der Probennahme
– Nummer des Transformators	– Name des Probennehmers
– Hersteller	– Grund für Analyse (Routine oder anderer)
– Typ allgemein (Leistungs- oder Industrietransformator, Messwandler)	– Transformator außer Betrieb, ohne Last oder mit Last
– Leistung in MVA	– Öltemperatur oben
– Betriebsspannung	– Öltemperatur unten
– Typ des Stufenschalters	Öl
– Datum der Inbetriebsetzung	– Produktbezeichnung
	– Ölvolumen
	– Datum der letzten Ölaufbereitung

Die folgenden, zusätzlichen Angaben sind wünschenswert:

- Umgebungstemperatur, Anzeige des Wicklungstemperaturanzeigers, Anzeige der MVA oder des Laststroms oder %-Last, Betriebszustand der Pumpen, Art der Kommunikation des Stufenschalters mit dem Hauptkessel, Ölkonservierungssystem (Ausdehner, Stickstoffpolster usw.) und jegliche Änderungen im Betriebszustand oder irgendwelche Wartungen, die seit der letzten Probennahme erfolgten.

6 Herstellung von Gas-in-Öl-Standards

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

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

ANMERKUNG Falls Gas-in-Öl-Standards kommerziell verfügbar sind, dann können sie verwendet werden, vorausgesetzt, dass sie die Erfordernisse der Qualitätssicherung erfüllen.

6.1 Erste Methode: Herstellung eines großen Volumens eines Gas-in-Öl-Standards

6.1.1 Gerät

Eine geeignete Gerätekonstruktion (siehe [Bild 7a](#), [b](#)), [c](#)), bestehend aus:

- einem Magnetrührer (12);
- einem 5-l-Ölkolben (13) mit drei seitlichen Ansätzen, davon zwei ausgerüstet mit Hochvakuumhähnen (1) und (2) und einer mit einem Gummiseptum (16);
- einem 6-l-Reservoir (14), ausgerüstet mit einem Hochvakuumhahn (3), der mit einem 75-ml-Sprühkolben (15), der einen Hochvakuumhahn (4) enthält, verbunden ist;
- einem Quecksilber-Verdrängungssystem (17), bestehend aus zwei 500-ml-Quecksilber-Glaskolben, verbunden mit einem hochvakuum-, ölbeständigen, flexiblen Gummischlauch.

Das Gasinjektionssystem ([Bild 7 e](#)) bis [Bild 7g](#)) besteht aus:

- einem Satz gasdichter Spritzen mit geeigneten Volumina (18);

- einem Standard-Dreiwegehahn aus Kunststoff (7), so modifiziert durch Einführen von Röhrchen aus nichtrostendem Stahl (ungefähr 0,4 mm Innen- und 1,5 mm Außendurchmesser) in die Hahnbohrungen, dass das Totvolumen minimiert ist, und verbunden mit einer Gasinjektionsnadel (10) (ungefähr 10 cm lang, 0,25 mm Außendurchmesser), die durch das Gummiseptum in den Ölkolben (16) eingeführt wird;
- Gasflaschen, die mit Druckminderer und einem Ventil (20) ausgerüstet sind;

ANMERKUNG Gasflaschen, die die einzelnen, zu injizierenden Gase enthalten, können verwendet werden. Es können aber auch fertige Gemische von diesen Gasen von einigen Gasherstellern bezogen werden.

- einem Stück eines ölbeständigen, flexiblen Schlauches für die Verbindung der Gasflaschen mit dem Dreiwegehahn (7), durch den eine Injektionsnadel (ungefähr 0,3 mm Innen- und 0,6 mm Außendurchmesser) gesteckt ist. Die letztgenannte dient als Ableitung zu einem Wasserblasenbildner (21), der zur Kontrolle des Nichtvorhandenseins einer Rückdiffusion dient.

ANMERKUNG Das Schlauchstück zur Verbindung der Gasflasche mit dem Dreiwegehahn wird nach jedem Gaswechsel erneuert.

Das Ölprobennahmesystem (Bild 7 h) bis Bild 7 k) besteht aus Glasspritzen (19) geeigneter Kapazität, ausgerüstet mit zwei Dreiwegehähnen (8) und (9) aus Kunststoff und einer Ölextraktionsnadel (11) (ungefähr 0,6 mm Innen- und 1,0 mm Außendurchmesser, 120 mm lang).

6.1.2 Durchführung

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

6.1.2.1 Entgasung des Öles

- a) Alle Glasgeräte werden vor dem Zusammenbau gründlich gereinigt.
- b) Das Gummiseptum und die flexiblen Verbindungen werden mit verdrehten Metalldrahtstücken gesichert.
- c) Falls notwendig wird ungefähr 1 l Quecksilber mit Pentan gereinigt und durch feingelochtes Filterpapier gefiltert.
- d) Das Ölreservoir (14), der Sprühkolben (15) und der Hahn (4) werden auf den 5-l-Ölkolben aufgesetzt. Das System wird mit der Vakuumpumpe (V) verbunden und der Sprühkolben (15) und der 5-l-Ölkolben (13) durch Öffnen der Hähne (2) und (4) evakuiert.
- e) Das Ölreservoir (14) wird mit Isolieröl auf Mineralölbasis, das die Forderung der IEC 60296 erfüllt, gefüllt und danach lässt man das Öl langsam durch den Hahn (3) in den 5-l-Ölkolben fließen, bis er voll ist. Dann wird der Hahn (2) geschlossen und das Ölreservoir (14) und der Sprühkolben (15) entfernt.

ANMERKUNG Wenn die Durchführung sorgfältig ausgeführt wird (Füllzeit etwa 4 h), dann ist das Öl im Kolben praktisch gasfrei.

- f) Der Ölkolben wird so gedreht, dass er in die Stellung, wie in Bild 7 c) dargestellt, gebracht wird. Ein nasses Tuch wird über ihn gelegt, um einen Temperaturanstieg zu verhindern, und das Quecksilber-Verdrängungssystem (17) wird an Hahn (1) angebracht. 750 ml Quecksilber werden in das System bei geschlossenem Hahn (6) eingefüllt.
- g) Das System wird an Vakuum (V) angelegt, der Hahn (5) geöffnet und die Bereiche zwischen den Hähnen (1) und (6) evakuiert. Der Hahn (6) wird geöffnet, damit das Quecksilber bis zu den Hähnen (1) und (5) steigen kann. Danach wird der Hahn (5) geschlossen. Der linke Kolben des Systems (siehe Bild 7 c)) wird so gehoben, dass der Quecksilberpegel oberhalb des Ölkolbens ist. Der Hahn (1) wird geöffnet. Das nasse Tuch wird entfernt und der Magnetrührer (12) eingeschaltet.

6.1.2.2 Herstellung der Gas-in-Öl-Standards

Siehe Bild 7 c) bis Bild 7 g).

- a) Für die Gasinjektion wird der modifizierte Dreiwegehahn (7) in Stellung B an die Gasinjektionsnadel (10) angesetzt. Dann wird die Nadel durch das Gummiseptum (16) in das Öl gestoßen. Der Dreiwegehahn wird in Stellung D gedreht, damit die Nadel und der Hahn mit Öl gespült werden, danach wird er in Stellung B gedreht. Der Hahn (7) wird an die Fassung einer genau kalibrierten, gasdichten Spritze (18) mit geeignetem Volumen (Präzision innerhalb 1 %) und an den Verbindungsschlauch zur Gasflasche

angebracht. Man lässt dann Gas in mäßigem Fluss durch die Fassung fließen, drückt den Spritzenkolben langsam mehrmals bis zur Fassung herunter, schließlich bis zu dem Volumen, das injiziert werden soll, und stellt dann sicher, dass eine ununterbrochene Blasenbildung in der Leckagenadel (21) zu beobachten ist.

- b) Der Hahn (7) wird in Injektionsstellung A gedreht, der Quecksilberpegel unterhalb der Nadelspitze abgesenkt und der Spritzenkolben gedrückt, um das Gasvolumen in das Öl zu injizieren. Der Hahn (7) wird in Stellung B gedreht und der linke Quecksilberkolben über den Ölkolben angehoben.
- c) Die gleichen Arbeitsschritte werden für jedes Gas, das gelöst werden soll, wiederholt. Danach werden die Gasnadel und der Hahn (7) entfernt.

Wenn alle Gase gelöst sind, wird der Magnetrührer abgeschaltet. Atmosphärendruck und Temperatur werden aufgezeichnet.

ANMERKUNG Anstelle die Gase einzeln zuzufügen ist es bequemer Standard-Gasgemische zu verwenden, vorzugsweise solche, die alle der in 8.1 genannten Gase in den Anteilen enthalten, die repräsentativ sind, wie sie in der Ölprobe gefunden werden.

6.1.2.3 Probennahme von Gas-in-Öl-Standards

Siehe Bild 7 h) bis Bild 7 k).

- a) Um Ölproben aus dem 5-l-Ölkolben (13) zu entnehmen, werden die zwei Dreiwegehähne (8) und (9) nach Bild 7 b), gedreht in Stellung B, an die Flüssigkeitsentnahmenadel (11) angebracht und die Nadel durch das Gummiseptum (16) gestoßen. Bei angehobenem Quecksilberpegel werden die Hähne (8) und (9) in die Entnahmestellung D gedreht, um sie mit Öl zu spülen (siehe Bild 7 i)).
- b) Eine Spritze (19) wird angebracht und beide Hähne (8) und (9) werden in Stellung A gedreht. Ein passendes Ölvolume wird entnommen (siehe Bild 7 j)). Danach wird der Hahn (8) in Stellung C gedreht und Hahn (9) in Stellung B und die Spritze zusammen mit Hahn (8) entfernt (siehe Bild 7 k)).

Um mehr Öl zu entnehmen, muss zusätzliches Quecksilber dem Quecksilber-Verdrängungssystem zugefügt werden.

6.1.3 Berechnung

Die Konzentration jedes gelösten Gases „i“ wird wie folgt berechnet:

$$C_i = V_i / V \times 10^6$$

Dabei ist

C_i die Konzentration des Gases „i“, in $\mu\text{l/l}$;

V_i das Volumen des injizierten Gases „i“, korrigiert auf 20 °C und 101,3 kPa, in ml;

V das exakte Volumen des Öls im 5-l-Ölkolben, in ml.

6.2 Zweite Methode: Herstellung eines Gas-in-Öl-Standards in einer Spritze oder einem Probenfläschchen

Siehe Bild 8 a) bis Bild 8 g).

6.2.1 Gerätschaft

Die Gerätschaft besteht aus:

- einem Satz gasdichter Spritzen mit geeignetem Volumen (2);
- einem Satz Glasspritzen mit geeignetem Volumen (1);
- einem Satz Gasinjektionsnadeln (4);
- Dreiwegehähne aus Kunststoff (3);
- Gasflaschen mit Druckminderer und Ventil (20).

ANMERKUNG Gasflaschen, die die einzelnen, zu injizierenden Gase enthalten, können verwendet werden. Es können aber auch fertige Gemische von diesen Gasen von einigen Gasherstellern bezogen werden.

6.2.2 Durchführung

- Argon wird eine Stunde lang durch 1 l Öl geleitet, und zwar unter bewegter Ölmenge. Diese Ölbewegung wird dadurch erreicht, dass man den Argonfluss entsprechend einstellt mit dem Ziel alle anderen gelösten Gase durch Spülen zu entfernen. Dieses Argon gesättigte Öl wird unter Vakuum bis zu 1 Pa über einen 8-µm-Filter in einen 2-l-Ölkolben entgast (restliche Mengen von 500 µl/l Sauerstoff und 2 000 µl/l Stickstoff sind akzeptabel). Sobald das Öl komplett entgast ist, wird das Vakuum mit Argon auf 20 kPa angehoben.
- Eine 100-ml-Glasspritze, die 10 ml Glaskugeln enthält, wird ausgewogen. Die Spritze wird mit dem Boden des 2-l-Ölkolbens verbunden und zweimal mit 20 ml Öl gespült. Man vergewissere sich, dass Zylinder und Kolben komplett mit Öl benetzt sind. Die Spritze wird mit 90 ml entgastem Öl gefüllt.
- Eine gasdichte Spritze mit dem notwendigen Volumen und einer Nadel, die lang genug ist eine Gasmischung in den Zylinderteil der Spritze einzuführen (z. B. 115 mm lang), wird mit einer Gasflasche, die ein Standardgasgemisch enthält, verbunden. Sie wird 4 Mal mit dem Standardgasgemisch gespült. Die Spritze wird dann mit einem bekannten Volumen des Standardgases gefüllt. Die Nadel wird durch die Spitze der Ölspritze eingeführt und das Volumen des Standardgases in die Ölspritze überführt. Um das tatsächliche Ölvolume zu bestimmen, wird die Spritze erneut gewogen. Die Ölspritze wird in Aluminiumfolie eingewickelt, um Zersetzung durch Tageslicht zu vermeiden. Sie wird dann in einen 3-D-Laborschüttler eingespannt und eine Stunde geschüttelt, bis alle Gase gelöst sind.

ANMERKUNG 1 Jegliche andere Verfahren, die die Lösung der Gase im Öl unterstützen (z. B. Rühren mit einem Magnetrührer oder anderem), sind geeignet und können verwendet werden.

- Der Atmosphärendruck und die Temperatur werden aufgezeichnet, siehe dazu auch die [Anmerkung in 6.1.2.2](#). Die Konzentration des gelösten Gases wird aus dem Ölvolume, dem injizierten Kalibrier-gasvolume, Temperatur und Atmosphärendruck berechnet, und zwar nach [6.1.3](#). Die Mengen der injizierten Gase werden in µmol oder µl, umgerechnet auf Normalbedingungen (20 °C, 101,3 kPa), angegeben.
- Das Verfahren wird wiederholt, um mindestens 3 Gas-in-Öl-Standards zu bekommen (gilt nur für Head-space-Technik). Diese sollten Konzentrationen haben, die es erlauben eine Kalibrierkurve zu erstellen, die alle zu erwartenden Werte in den unbekannten Proben abdeckt.

ANMERKUNG 2 Falls eine vollständig gasgesättigte Mischung gewünscht wird, wird CO₂-freie Luft oder Stickstoff in die Spritze gezogen um mit den Gasen, die bereits injiziert sind, ein Gesamtvolumen von 8 % bis 10 % des Ölvolume gemäß den gewählten Gasen zu ergeben (siehe [Bild 8 f](#)).

Der Dreivegehahn (3) wird in Stellung A gedreht und die Spritze so lange geschüttelt, bis die Luft oder der Stickstoff gelöst ist. Das Kühlen der Spritze in einem Kühlschrank beschleunigt die Lösung des Gases im Öl.

ANMERKUNG 3 Ein Probenfläschchen kann anstelle einer Spritze verwendet werden. Das Probenfläschchen wird mit dem gleichen Volumen entgasten Öls gefüllt, das notwendig ist, wenn die normale Analyse durchgeführt wird. Das exakte Ölvolume wird über das Gewicht bestimmt. In das Probenfläschchen werden bekannte Mengen eines Kalibriergasgemisches eingeführt, und zwar so, dass die Konzentrationen im Öl in der gleichen Größenordnung sind wie in der unbekannten, echten Probe.

7 Extraktion von Gasen aus Öl

7.1 Allgemeine Hinweise

Das Herauslösen der gelösten Gase aus dem Öl zu Analysezwecken kann entweder durch Vakuumextraktion, Stripping oder Headspace-Technik erfolgen.

Die mehrperiodische Vakuumextraktion (Töpler-Methode) ist in [7.2](#) beschrieben.

Die einperiodische Vakuumextraktion (partielle Entgasung) ist in [7.3](#) beschrieben.

Die Stripping-Methode ist in [7.4](#) beschrieben.