

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC
480

Première édition
First edition
1974

Guide relatif au contrôle de l'hexafluorure
de soufre (SF_6) prélevé sur
le matériel électrique

Guide to the checking of
sulphur hexafluoride (SF_6)
taken from electrical equipment



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 480: 1974

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles auprès du Bureau Central de la CEI.

Les renseignements relatifs à ces révisions, à l'établissement des éditions révisées et aux amendements peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et dans les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement

Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 50: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI), qui se présente sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande. Voir également le dictionnaire multilingue de la CEI.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit tirés du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera:

- la CEI 27: *Symboles littéraux à utiliser en électro-technique;*
- la CEI 417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles;*
- la CEI 617: *Symboles graphiques pour schémas;*

et pour les appareils électromédicaux,

- la CEI 878: *Symboles graphiques pour équipements électriques en pratique médicale.*

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit tirés de la CEI 27, de la CEI 417, de la CEI 617 et/ou de la CEI 878, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Publications de la CEI établies par le même comité d'études

L'attention du lecteur est attirée sur les listes figurant à la fin de cette publication, qui énumèrent les publications de la CEI préparées par le comité d'études qui a établi la présente publication.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available from the IEC Central Office.

Information on the revision work, the issue of revised editions and amendments may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
Published yearly
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates

Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC 50: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field. Full details of the IEV will be supplied on request. See also the IEC Multilingual Dictionary.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV or have been specifically approved for the purpose of this publication.

Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications:

- IEC 27: *Letter symbols to be used in electrical technology;*
- IEC 417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets;*
- IEC 617: *Graphical symbols for diagrams;*

and for medical electrical equipment,

- IEC 878: *Graphical symbols for electromedical equipment in medical practice.*

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC 27, IEC 417, IEC 617 and/or IEC 878, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

IEC publications prepared by the same technical committee

The attention of readers is drawn to the end pages of this publication which list the IEC publications issued by the technical committee which has prepared the present publication.

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC
480

Première édition
First edition
1974

Guide relatif au contrôle de l'hexafluorure
de soufre (SF_6) prélevé sur
le matériel électrique

Guide to the checking of
sulphur hexafluoride (SF_6)
taken from electrical equipment

© CEI 1974 Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni
utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun pro-
cédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et
les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in
any form or by any means, electronic or mechanical,
including photocopying and microfilm, without permission
in writing from the publisher.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembe Genève, Suisse



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

S

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

	Page
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
Articles	
SECTION UN — DOMAINE D'APPLICATION	
1. Domaine d'application	6
2. Position de ce guide par rapport à la recommandation relative à l'hexafluorure de soufre neuf	6
SECTION DEUX — PROPRIÉTÉS GÉNÉRALES DE L'HEXAFLUORURE DE SOUFRE	
3. Propriétés physiques	6
SECTION TROIS — LES TYPES D'IMPURETÉS ET LEURS EFFETS	
4. Types d'impuretés	6
5. Effets des impuretés	8
6. Taux maximal admissible des impuretés	8
7. Impuretés toxiques	8
SECTION QUATRE — TECHNIQUE D'ÉCHANTILLONNAGE	
8. Généralités	10
9. Bouteille de prélèvement intermédiaire	10
10. Conduite d'échantillonnage et connexions	10
SECTION CINQ — IDENTIFICATION DU GAZ	
11. Généralités	12
12. Appareillage	12
13. Mode opératoire	12
SECTION SIX — DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN OXYGÈNE	
14. Raison de l'essai	12
15. Principes de la méthode de susceptibilité magnétique	12
16. Méthode chromatographique en phase gazeuse	14
SECTION SEPT — DÉTERMINATION DES PRODUITS CONDENSABLES	
17. Principe de la méthode	14
18. Appareils pour la détermination du point de rosée	14
19. Appareillage	16
20. Mode opératoire	16
21. Calcul du résultat	20
22. Calcul du point de rosée à des pressions autres que celle de l'atmosphère	20
23. Compte rendu	20
SECTION HUIT — DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ	
24. Principe de la méthode	22
25. Définition	22
26. Description de l'appareillage	22
27. Précautions	22
28. Préparation des réactifs	24
29. Mode opératoire	24
30. Calcul de l'acidité	24
SECTION NEUF — DÉTERMINATION DES FLUORURES HYDROLYSABLES	
31. Généralités	26
32. Hydrolyse et absorption des fluorures hydrolysables	26
33. Dosage de l'ion fluor	28
ANNEXE A	34
FIGURES	36

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
SECTION ONE — SCOPE	
1. Scope	7
2. Position of this guide compared with the recommendation concerning new SF ₆	7
SECTION TWO — GENERAL PROPERTIES OF SF ₆	
3. Physical properties	7
SECTION THREE — KINDS OF IMPURITIES AND THEIR EFFECTS	
4. Kinds of impurities	7
5. Effects of impurities	9
6. Maximum acceptable level of impurities	9
7. Toxic impurities	9
SECTION FOUR — SAMPLING TECHNIQUE	
8. General	11
9. Intermediate sampling cylinder	11
10. Sampling line and connections	11
SECTION FIVE — IDENTIFICATION OF GAS	
11. General	13
12. Thermal conductivity apparatus	13
13. Method of use	13
SECTION SIX — DETERMINATION OF THE OXYGEN CONTENT	
14. Reason for test	13
15. Magnetic susceptibility method	13
16. Gas chromatographic method	15
SECTION SEVEN — DETERMINATION OF CONDENSABLE MATERIALS	
17. Principle of method	15
18. Dew-point instruments	15
19. Apparatus	17
20. Method	17
21. Calculation of result	21
22. Calculation of dew point at pressures other than atmospheric	21
23. Reporting of result	21
SECTION EIGHT — DETERMINATION OF ACIDITY	
24. Principle of method	23
25. Definition	23
26. Apparatus	23
27. Precautions	23
28. Preparation of reagents	25
29. Measuring procedure	25
30. Calculation	25
SECTION NINE — DETERMINATION OF HYDROLYSABLE FLUORIDES	
31. General	27
32. Hydrolysis and absorption of hydrolysable fluorides	27
33. Fluoride ion determination	29
APPENDIX A	34
FIGURES	36

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**GUIDE RELATIF AU CONTRÔLE DE L'HEXAFLUORURE DE SOUFRE (SF₆)
PRÉLEVÉ SUR LE MATÉRIEL ÉLECTRIQUE**

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente recommandation a été établie par le Sous-Comité 10C: Diélectriques gazeux, du Comité d'Etudes N° 10 de la CEI: Diélectriques liquides et gazeux.

Des projets furent discutés lors des réunions tenues à Téhéran en 1969 et à Bruxelles en 1970. A la suite de cette dernière réunion, un projet, document 10C(Bureau Central)7, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en septembre 1971.

Une révision de l'article 7 et de la section neuf, document 10C(Bureau Central)12, fut diffusée successivement en janvier 1973 suivant la Procédure des Deux Mois.

Un projet concernant la section sept fut discuté à la réunion tenue à Ljubljana en mai 1972. A la suite de cette réunion un projet fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Afrique du Sud (République d')	France	Royaume-Uni
Allemagne	Israël	Suède
Australie	Italie	Suisse
Belgique	Japon	Tchécoslovaquie
Canada	Pays-Bas	Turquie
Danemark	Portugal	Union des Républiques
Egypte	Roumanie	Socialistes Soviétiques

L'Allemagne n'a pas approuvé la section sept.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**GUIDE TO THE CHECKING OF SULPHUR HEXAFLUORIDE (SF₆)
TAKEN FROM ELECTRICAL EQUIPMENT**

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This recommendation has been prepared by Sub-Committee 10C, Gaseous Insulants, of IEC Technical Committee No.10, Liquid and Gaseous Dielectrics.

Drafts were discussed at the meetings held in Tehran in 1969 and in Brussels in 1970. Following this latter meeting, a draft, document 10C(Central Office)7, was submitted to National Committees for approval under the Six Months' Rule in September 1971.

A revised version of Clause 7 and of Section Nine was circulated as document 10C(Central Office)12 in January 1973 under the Two Months' Procedure.

A draft of Section Seven was discussed at the meeting held in Ljubljana in May 1972. Following this meeting, a draft was circulated to National Committees for approval under the Six Months' Rule.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia
Belgium
Canada
Czechoslovakia
Denmark
Egypt
France

Germany
Israel
Italy
Japan
Netherlands
Portugal
Romania

South Africa (Republic of)
Sweden
Switzerland
Turkey
Union of Soviet
Socialist Republics
United Kingdom

Germany did not accept Section Seven.

GUIDE RELATIF AU CONTRÔLE DE L'HEXAFLUORURE DE SOUFRE (SF₆) PRÉLEVÉ SUR LE MATÉRIEL ÉLECTRIQUE

SECTION UN — DOMAINE D'APPLICATION

1. Domaine d'application

Cette recommandation est rédigée pour servir de guide au personnel d'exploitation et de maintenance en ce qui concerne les essais requis pour contrôler l'état de l'hexafluorure de soufre dans le matériel électrique et pour permettre d'utiliser autant que possible une méthode d'analyse unifiée.

Il est entendu que cette recommandation ne peut donner que des conseils généraux et que pour des équipements spécifiques les quantités maximales d'impuretés acceptables dans l'hexafluorure de soufre ainsi que l'intervalle entre deux contrôles seront définis par accord mutuel entre le fabricant du matériel électrique et l'utilisateur.

Les spécifications décrites dans ce guide s'appliquent à un gaz qui, à l'origine, satisfait aux spécifications du SF₆ neuf.

2. Position de ce guide par rapport à la recommandation relative à l'hexafluorure de soufre neuf

Afin que ces essais puissent être effectués sans trop de difficultés et, dans la mesure du possible sur les lieux mêmes d'utilisation du matériel, les méthodes spécifiées dans cette recommandation sont assez simples, de façon à éviter l'emploi d'un équipement compliqué ainsi que le recours à un personnel hautement qualifié.

La plupart des méthodes d'essai données dans ce guide ne sont pas aussi précises que celles données dans la recommandation concernant le SF₆ neuf (Publication 376 de la CEI: Spécifications et réception de l'hexafluorure de soufre neuf), mais dans la majorité des cas le niveau de précision sera tout à fait acceptable.

SECTION DEUX — PROPRIÉTÉS GÉNÉRALES DE L'HEXAFLUORURE DE SOUFRE

3. Propriétés physiques

L'hexafluorure de soufre est un composé ayant pour formule SF₆. Aux températures ambiantes et pressions normales, il est gazeux et sa masse volumique (à 20 °C et 1 bar) est 6,08 g/l (environ cinq fois plus dense que l'air). Comme sa température critique est de 45,6 °C, il peut être liquéfié par compression à température ambiante; il est normalement transporté à l'état liquide dans des bouteilles; la courbe de pression de vapeur saturante est donnée à la figure 1, page 36.

Le gaz pur est incolore, inodore, non toxique et inflammable.

SECTION TROIS — LES TYPES D'IMPURETÉS ET LEURS EFFETS

4. Types d'impuretés

L'hexafluorure de soufre prélevé sur le matériel électrique en service contient divers types d'impuretés; certaines d'entre elles étaient déjà présentes dans le gaz neuf, étant dues au processus de fabrication du gaz. La nature de ces impuretés et les quantités acceptables sont exposées dans la recommandation concernant l'hexafluorure de soufre neuf (voir Publication 376 de la CEI).

Il se peut que d'autres impuretés aient été produites sous l'influence de décharges lors du fonctionnement du matériel. L'importance de ces impuretés varie dans une grande mesure avec le type de matériel et les mesures prises par le fabricant pour les éliminer.

Des produits résiduels et de désorption peuvent accroître la proportion d'air et d'eau au-delà des valeurs initiales pour le gaz neuf. Les décharges électriques pourront décomposer de l'hexafluorure de soufre et des produits de décomposition primaires et secondaires pourront apparaître sous forme solide et gazeuse.

GUIDE TO THE CHECKING OF SULPHUR HEXAFLUORIDE (SF₆) TAKEN FROM ELECTRICAL EQUIPMENT

SECTION ONE — SCOPE

1. Scope

This recommendation is intended to give guidance to operational and maintenance personnel as to the tests required to check the condition of sulphur hexafluoride gas in electrical equipment and to enable a unified method of analysis to be used whenever possible.

It should be understood that this recommendation can only give general guidance and that for specific items of equipment the maximum acceptable levels of impurity in the sulphur hexafluoride and the period between checking should be agreed between the manufacturer of the electrical equipment and the user.

This guide applies to a gas which originally satisfied the specification for new SF₆.

2. Position of this guide compared with the recommendation concerning new SF₆

In order that these tests may be carried out without too much difficulty and if possible at the site of the installation, the operating methods set forth in this recommendation are fairly simple, to avoid the use of elaborate equipment and highly trained personnel.

Most of the test methods given in the guide are not as precise as those given in the recommendation for new SF₆ (IEC Publication 376, Specifications and Acceptance of New Sulphur Hexafluoride), but in the majority of cases the level of accuracy will be quite acceptable.

SECTION TWO — GENERAL PROPERTIES OF SF₆

3. Physical properties

Sulphur hexafluoride is a compound having the formula SF₆. At normal room temperatures and pressures it is gaseous and has a density (at 20°C and 1 bar) of 6.08 g/l (about five times denser than air). Since its critical temperature is 45.6°C, it can be liquefied by compression at normal temperature; it is normally transported as a liquid in cylinders. The saturated vapour pressure curve is shown in Figure 1, page 36.

The pure gas is colourless, it has no smell, it is non-toxic and non-flammable.

SECTION THREE — KINDS OF IMPURITIES AND THEIR EFFECTS

4. Kinds of impurities

SF₆ taken from electrical equipment in operation contains several kinds of impurities. Some of them were already present in the new gas, as a result of the manufacturing process. The nature of these impurities and the quantities admissible are set forth in the recommendation concerning new SF₆ (see IEC Publication 376).

Others may have been generated by the action of discharges during operation of the equipment. Their importance varies considerably depending upon the nature of the equipment concerned and the measures taken by the manufacturer of the equipment to deal with them.

Residuals and diffusion may increase the values of air and water contents above the corresponding initial values for new gas. Electrical discharges decompose some sulphur hexafluoride and primary and secondary gaseous and solid decomposition products may result.

5. Effets des impuretés

Certains types d'impuretés, tels que l'azote, ont pour seule conséquence de diluer le produit; ce phénomène est généralement sans importance quand le pourcentage d'impuretés est faible. Dans certains cas, cette dilution peut même être intentionnelle.

D'autres types d'impuretés doivent être limités à des quantités telles que, seules ou combinées, elles ne présentent pas de risque pour le fonctionnement du matériel dans lequel le gaz est utilisé. Par exemple, l'eau, les impuretés acides et l'oxygène (surtout s'ils sont combinés) peuvent engendrer une corrosion du matériel, entraînant un fonctionnement mécanique défectueux; l'eau en présence d'impuretés acides peut se condenser à des températures de fonctionnement basses et à des pressions élevées avec le danger que cela comporte pour la sécurité électrique du matériel. Aussi doit-on maintenir faible le taux de ces impuretés de manière à rendre négligeable la corrosion ou la condensation.

6. Taux maximal admissible des impuretés

Il n'existe pas de règles précises concernant les limites acceptables relatives à l'emploi d'un gaz impur car ces limites dépendent dans une grande mesure de la conception et de l'emplacement du matériel: distance minimale de contournement, longueur de la ligne de fuite, présence d'arcs à l'intérieur de l'enveloppe, nature des éléments en contact avec le gaz, systèmes d'absorption, etc. Le fabricant doit indiquer clairement, pour chaque cas particulier, quelle est la teneur maximale en impuretés avant qu'il soit procédé au traitement ou au remplacement du gaz.

Cependant, il faut souligner qu'en général on ne doit pas utiliser du SF₆ qui contienne une proportion d'impuretés condensables correspondant à un point de rosée, à la pression d'utilisation du matériel, supérieur à la plus basse température de fonctionnement du matériel.

7. Impuretés toxiques

Le SF₆ neuf est incolore, inodore, et non toxique. Cependant, bien qu'il ne soit pas toxique, il n'entretient pas la vie; aussi ne doit-on pas entrer dans un matériel contenant de l'hexafluorure de soufre sans une ventilation adéquate. De même, comme le gaz est très dense, en l'absence de ventilation, il peut s'accumuler dans les tranchées, enceintes closes, etc., et le personnel doit être rendu conscient du danger d'asphyxie dans ces emplacements.

Note. — En cas de doute, la concentration de SF₆ dans l'air peut être déterminée au moyen d'analyseurs étalonnés qui utilisent le principe de la conductivité thermique, selon la méthode de la section cinq.

Quand l'hexafluorure de soufre est utilisé dans un équipement électrique, il peut être soumis à l'action d'un arc, soit lors d'un défaut, soit au cours des conditions normales d'interruption des arcs, et produire des fluorures inférieurs à l'état gazeux ou des fluorures métalliques en poudre.

L'expérience actuelle montre que la présence d'une quantité même faible de produits de décomposition est indiquée par des phénomènes très nets tels qu'une odeur âcre ou désagréable ou (et) une irritation du nez, de la bouche et des yeux. Ces phénomènes se produiront en l'espace de quelques secondes et bien avant qu'une réaction toxique quelconque puisse avoir lieu. Si une odeur âcre ou désagréable est décelée, le personnel doit rapidement aller à l'air libre. Dans des conditions normales, un traitement sous vide est prévu d'ordinaire pour éliminer tout le gaz. Cependant si une odeur âcre ou désagréable subsiste encore après cette aspiration et qu'il soit nécessaire de travailler à l'intérieur de l'appareil, il est recommandé d'utiliser un autorespirateur.

Des filtres spéciaux sont adaptés à certains équipements pour absorber les produits gazeux de décomposition. Avant d'essayer de retirer tout type de filtre à gaz, l'opérateur devrait être familiarisé avec les instructions du fabricant et avec celles concernant le mode opératoire pour éliminer le produit filtrant usagé, nettoyer le récipient et le recharger avec du produit neuf.

En général, l'expérience montre qu'un masque ou d'autres dispositifs de protection ne sont pas nécessaires lorsqu'il n'existe ni poussières ni odeur. Cependant, au cours de l'inspection initiale des parties internes des appareils, le personnel devrait prendre des précautions pour éviter l'exposition aux produits de décomposition et des dispositifs de protection appropriés devraient être mis à disposition. Par exemple il est recommandé qu'un masque (comprenant de préférence à la fois un filtre à poussière et un filtre à charbon actif) soit mis à disposition lorsqu'une quantité de poussière appréciable est décelée. Les yeux devraient être protégés au moyen de lunettes de protection de type industriel (on notera que cette poussière peut quelquefois attaquer également le verre des lunettes).

L'irritation de la peau peut être évitée en portant des gants de caoutchouc.

Des règles de sûreté appropriées devraient être établies à la suite d'un accord entre le constructeur du matériel et l'acheteur.

5. Effects of impurities

Certain impurities such as nitrogen only result in the dilution of the product, which generally is unimportant when the percentage is low. In some instances, this dilution may even be intentional.

Other categories of impurities must be limited to quantities such that either separately or in combination they will not present a hazard to the operation of the equipment in which the gas is to be used. For example: water, acidic impurities and oxygen (especially in combination) may promote corrosion leading to faulty mechanical operation; water in combination with any acidic impurities may condense at low operating temperature and high operating pressure with danger to the electrical safety of the equipment; therefore the quantities of such impurities must be small so that corrosion or condensation is insignificant.

6. Maximum acceptable level of impurities

There are no precise rules concerning the acceptable limits for use of impure gas, as they depend to a considerable extent on the design and location of the equipment: minimum flashover distance, length of the leakage path, the presence of arcs within the enclosure, the nature of elements having contact with the gas, absorbing devices, etc.; the manufacturer must make it clear in each individual case what the maximum level of impurities is before the gas must be treated or replaced.

However, it must be emphasized that in general SF_6 must not be used when its content of condensable impurities corresponds to a dew point at the operating pressure of the equipment higher than the lowest operating temperature.

7. Toxic impurities

Unused SF_6 is non-toxic, colourless and has no smell. However, although it is non-toxic, it will not support life, and equipment containing sulphur hexafluoride must not be entered without adequate ventilation. Since the gas is very heavy, in the absence of ventilation, trenches, enclosed chambers and so forth may remain full of the gas and personnel must be made aware of the danger of asphyxiation in such places.

Note. — In case of doubt, the content of SF_6 in the air can be determined with a suitably calibrated instrument using the thermal conductivity method according to Section Five.

When sulphur hexafluoride is used in electrical equipment it can break down, either under fault conditions or during normal arc interruption conditions, to produce sulphur-fluorine gases and metallic fluoride powders.

Present experience shows that exposure to even minor amounts of gaseous breakdown products causes definite warning indications such as a pungent or unpleasant odour and/or irritation of the nose, mouth and eyes. These reactions will occur within seconds and well before any significant toxic reaction can take place. If a pungent or unpleasant odour appears, personnel must quickly get into fresh air. Under normal circumstances, vacuum treatment is provided to remove all the gas. However, if a pungent or unpleasant odour still persists after the evacuation and it is necessary to work on the equipment, breathing apparatus should be worn.

Special filters are fitted in certain equipment to absorb gaseous breakdown products. Before attempting to remove any gas filters, the operator should be familiar with the manufacturer's instructions for doing this, together with his instructions for the procedure for disposing of the used filter material, cleaning the container and recharging it with fresh material.

In general, experience shows that a mask or other protective measures are not necessary when no appreciable amounts of dust and no odour exist. However, during the initial inspection of the interior of apparatus, personnel should take precautions to avoid exposure to the breakdown products and suitable protective equipment should be available for their use. For example, it is recommended that a mask (preferably incorporating both a dust filter and an activated charcoal filter) should be available if there is an appreciable quantity of dust. The eyes should be protected by industrial type goggles (note that this dust can sometimes attack the glass of goggles, spectacles, etc.).

Skin irritation can be avoided by wearing rubber gloves.

A relevant safety code of practice should be agreed upon between the manufacturer of the equipment and the purchaser.

SECTION QUATRE — TECHNIQUE D'ÉCHANTILLONNAGE

8. Généralités

L'échantillonnage doit avoir pour but d'obtenir un échantillon représentatif de la plus grande partie des corps contenus dans le matériel. Dans de nombreux cas, l'hexafluorure de soufre sera présent à l'état gazeux et, par conséquent, il faudra prélever un échantillon gazeux. Toutefois, dans certains cas, une grande proportion, ou même la plus grande partie de l'hexafluorure de soufre sera à l'état liquide; il faudra donc utiliser un échantillon liquide, en prenant les précautions qui s'imposent pour s'assurer que du SF_6 liquide ne reste pas inclus entre deux vannes fermées.

D'autres points à contrôler consistent, par exemple, à éviter qu'un échantillon de gaz soit prélevé au travers de filtres qui peuvent être montés sur le matériel, et à s'assurer qu'une quantité suffisante de gaz pour fournir un échantillon représentatif a circulé ou passé.

Lorsqu'il est nécessaire de prélever un échantillon pendant la vérification du matériel, ce qui implique que ce dernier doit être totalement vidé, on peut prélever l'échantillon dans le récipient qui contient provisoirement le gaz susceptible d'être remis dans le matériel.

9. Bouteille de prélèvement intermédiaire

Bien qu'il soit souhaitable que les échantillons passent directement du matériel contrôlé à l'appareil d'analyse, il n'est pas possible dans tous les cas d'effectuer les essais à côté des installations. Il est alors nécessaire d'utiliser une bouteille de prélèvement intermédiaire, en matériau inattaquable par le SF_6 et ses produits de décomposition. On a trouvé l'acier inoxydable satisfaisant.

Lorsque l'échantillon de gaz est prélevé à l'état liquide, les bouteilles d'échantillonnage doivent supporter une pression d'essai de 70 bar et ne doivent pas être complètement remplies. Dans les zones tempérées, un taux de remplissage de 1 kg de SF_6 par litre ne devrait pas être dépassé. Il est recommandé de peser la bouteille juste avant et immédiatement après le remplissage.

La capacité de la bouteille d'échantillonnage doit être proportionnée à la quantité de SF_6 à l'état gazeux nécessaire pour les essais à effectuer. A titre indicatif, une quantité de 80 à 100 l environ (sous conditions normales) de SF_6 gazeux peut être nécessaire pour l'exécution d'une série d'essais complète sur le gaz afin de vérifier le point de rosée, le taux d'oxygène, l'acidité et les fluorures hydrolysables.

On notera que les impuretés présentes dans la bouteille intermédiaire s'ajoutent à celles déjà existantes dans le matériel soumis au contrôle. De ce fait, les bouteilles de prélèvement ne doivent pas être utilisées pour des substances autres que l'hexafluorure de soufre. Après l'usage, elles doivent être purgées de toute contamination en les chauffant à 100°C, le robinet étant ouvert, et en les vidangeant avec une pompe à vide à palette. Une petite quantité de SF_6 neuf est ensuite introduite et après quelques minutes on laisse échapper le gaz. Cette opération de nettoyage est répétée au moins deux fois. Avant utilisation, la bouteille de prélèvement doit être stockée, remplie de SF_6 neuf en légère surpression.

Avant le prélèvement, la bouteille intermédiaire doit être vidangée à l'aide d'une pompe à vide à palette, de préférence à côté du matériel. Un nettoyage intermédiaire avec une petite quantité du SF_6 à analyser est recommandé chaque fois que possible.

10. Conduite d'échantillonnage et connexions

Il est nécessaire d'employer une conduite d'échantillonnage pour relier le matériel d'où l'échantillon est prélevé à l'appareil d'analyse ou bien à la bouteille de prélèvement. Pour cette connexion, on peut convenablement utiliser un tube en acier inoxydable de 1 à 2 m de longueur, ayant un diamètre intérieur variant entre 3 et 6 mm. Les joints devraient être des joints tout métal, par exemple joints à compression ou soudés. L'intérieur du tube devrait être propre, toute trace de graisse ou de fondant ayant été éliminée.

Le point où est effectué le prélèvement est préparé en retirant les couvercles de protection, bouchons ou autres dispositifs et toute trace visible d'eau est enlevée avec un chiffon sec. Un séchoir industriel à l'air chaud est disposé pour souffler sur le point de prélèvement pendant 10 à 15 min jusqu'à ce qu'il soit trop chaud pour être touché à la main. La conduite d'échantillonnage est ensuite connectée au point d'échantillonnage et les tubulures sont purgées en y faisant passer pendant quelques minutes avant le prélèvement un courant modéré d'hexafluorure de soufre. En variante, la conduite d'échantillonnage peut être purgée avec du SF_6 neuf en utilisant le montage de la figure 5, page 40.

SECTION FOUR — SAMPLING TECHNIQUE

8. General

Sampling must aim at obtaining a sample which is representative of the majority of the material present in the apparatus. In many cases, the SF_6 will be present in the gaseous state and consequently a gaseous sample should be taken. However, in some cases a large proportion or even the majority of the SF_6 may be liquid and a liquid sample may be used, taking suitable precautions to ensure that no liquid SF_6 is trapped between two closed valves.

Other points to be checked are, for example, that a gas sample is not drawn through filters that may be included in the equipment; and that sufficient gas is circulated or passed to give a representative sample.

When a sample is required at the same time that the equipment is overhauled, and it is necessary to empty the equipment completely, the sample may be taken from the container temporarily containing the gas which will eventually be replaced in the apparatus.

9. Intermediate sampling cylinder

Though it is desirable that the sample passes directly from the equipment being checked to the analysing device, it may not always be possible to carry out analysis at the site of installation. In these cases, it is necessary to use an intermediate sampling cylinder made of a non-reactive material. Stainless steel has been found suitable.

When the sample is taken in liquid form, the sampling cylinder must withstand a test pressure of 70 bar and must not be completely filled. A maximum filling ratio of 1 kg per litre is suggested in temperate climates. It is recommended that the cylinder be weighed just before and immediately after being filled.

The size of the sampling cylinder should be adequate for the volume of gaseous SF_6 required for the tests to be carried out. As an indication up to 80–100 l (at normal conditions) may be needed to make a complete series of tests on the gas to check dew point, oxygen content, acidity and hydrolysable fluorides.

It should be remembered that contamination in the intermediate cylinder will add to the impurities already present in the equipment being checked. Therefore, sampling cylinders must not be used for substances other than SF_6 ; after use they must be thoroughly purged from any contamination by heating to 100°C with their valve open and evacuating with an oil-sealed rotary pump. The cylinders are then flushed at least twice with new SF_6 by alternate filling and venting-off and finally stored for future use filled with new SF_6 at slightly above atmospheric pressure.

Before taking the sample, the intermediate cylinder must be evacuated by means of an oil-sealed rotary pump preferably at the plant location or, if facilities are not available, shortly in advance. Where practicable, an intermediate flushing with a portion of the gas to be sampled is recommended.

10. Sampling line and connections

A sampling line is necessary to connect the equipment from which the sample is taken to the analysis equipment or to the intermediate cylinder. This line may conveniently consist of 1 m to 2 m of 3 mm to 6 mm internal diameter stainless steel tubing. Joints should be of all-metal type, e.g. compression type or soldered. The tubing should be clean internally, all grease, flux, etc., being removed.

The sampling point is prepared by the removal of covers, plugs, etc., as appropriate, and any visible water removed with a dry cloth. An industrial hot air drier is arranged to blow into the sampling point for 10 to 15 min, until the sampling point is too warm to touch comfortably. The sampling connection is then made to the sampling point and the sampling line is purged by a gentle flow of sulphur hexafluoride gas for several minutes before taking a sample. Alternatively, the sampling line may be purged with new SF_6 using the arrangement shown in Figure 5, page 40.

SECTION CINQ — IDENTIFICATION DU GAZ

11. Généralités

Si l'on doute que le gaz dans le matériel soit de l'hexafluorure de soufre pratiquement pur on peut confirmer l'identification par plusieurs méthodes, selon l'appareillage disponible sur les lieux mêmes d'utilisation du matériel ou dans le laboratoire. Par exemple, on peut simplement déterminer la masse volumique du gaz ou l'on peut examiner un prélèvement sous spectre d'absorption infrarouge en laboratoire. Toutefois la méthode d'identification la plus convenable à utiliser au lieu d'installation est basée sur la mesure de la conductivité thermique du gaz.

12. Appareillage

De nombreux constructeurs proposent des analyseurs portatifs convenables pour la détermination de la conductivité thermique d'échantillons gazeux et tout type de construction peut être utilisé. Une représentation schématique typique de l'appareillage est donnée à la figure 2, page 37.

L'élément de base de ces appareils est une cellule pour conductibilité thermique comportant un couple d'éléments détecteurs M et un couple d'éléments de référence V , qui sont connectés de manière à former un pont de Wheatstone et qui sont montés en opposition pour obtenir le signal décalé.

Après avoir équilibré le pont avec le même gaz de référence (généralement l'air atmosphérique) tant sur les éléments détecteurs que sur les éléments de référence, on fait passer le gaz à analyser sur les éléments détecteurs. La conductivité thermique différente du gaz inconnu cause une variation de la vitesse de refroidissement et, en conséquence, de la résistance des éléments détecteurs. Le déséquilibre du pont résultant est fonction de la différence de conductibilité thermique.

13. Mode opératoire

Les détails du mode opératoire varient pour les différents types d'appareils de mesure et il faut se rapporter aux instructions du constructeur. Avant l'usage, l'appareil doit être étalonné avec un gaz provenant d'une source reconnue être du SF_6 pratiquement pur. Il peut être également nécessaire de procéder à des corrections d'étalonnage par rapport à la température ambiante.

Notes 1. — Cet appareillage, préalablement étalonné avec des mélanges étalons de SF_6 et d'air, etc., peut aussi être employé pour obtenir une indication approximative de la composition de mélanges similaires provenant du matériel.

2. — La conductivité thermique du SF_6 est beaucoup plus faible que celle de l'air ou de l'azote et donc une différenciation satisfaisante entre le SF_6 et ces deux gaz est toujours possible. Toutefois, il faut noter que l'anhydride carbonique a une conductivité thermique qui est intermédiaire entre celle de l'air (ou de l'azote) d'un côté et du SF_6 de l'autre. Pour cette raison, d'autres méthodes d'identification doivent être employées s'il y a un risque de prendre un mélange air- SF_6 pour de l'anhydride carbonique; par exemple, l'identification de l'anhydride carbonique peut être obtenue à l'aide de tubes à essai du commerce contenant des réactifs chimiques appropriés.

SECTION SIX — DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN OXYGÈNE

14. Raison de l'essai

Ainsi qu'il a été indiqué à l'article 5, la teneur en oxygène doit être maintenue faible afin d'éviter la formation de composés acides dangereux. L'oxygène peut être admis accidentellement par suite d'une fuite d'air dans les pompes pendant le transfert du gaz au cours des opérations d'entretien ou peut avoir été laissé dans le matériel à la suite d'une procédure d'entretien erronée. Un contrôle de la teneur en oxygène du gaz contenu dans le matériel est par conséquent très désirable.

Deux méthodes peuvent être employées. Pour les essais au lieu d'installation, on peut utiliser un analyseur portatif mesurant la susceptibilité magnétique de l'échantillon gazeux, ou bien une méthode de chromatographie en phase gazeuse peut être utilisée en laboratoire.

15. Principes de la méthode de susceptibilité magnétique

Cette méthode est fondée sur le fait que l'oxygène est l'un des très rares gaz qui soient fortement paramagnétiques. Les autres gaz qui entrent dans cette catégorie sont l'oxyde azotique et le peroxyde d'azote. Tous les autres gaz sont faiblement diamagnétiques.