

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION
IEC STANDARD

Publication 567
Première édition — First edition
1977

**Guide pour le prélèvement des gaz et de l'huile dans le matériel électrique
rempli d'huile et pour l'analyse des gaz libres et dissous**

**Guide for the sampling of gases and of oil from oil-filled electrical
equipment and for the analysis of free and dissolved gases**



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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

Révision de la présente publication

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

Les renseignements relatifs à ce travail de révision, à l'établissement des éditions révisées et aux mises à jour peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et en consultant les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Rapport d'activité de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement

Terminologie utilisée dans la présente publication

Seuls sont définis ici les termes spéciaux se rapportant à la présente publication.

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la Publication 50 de la CEI: Vocabulaire Electrotechnique International (V.E.I.), qui est établie sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini, l'Index général étant publié séparément. Des détails complets sur le V.E.I. peuvent être obtenus sur demande.

Symboles graphiques et littéraux

Seuls les symboles graphiques et littéraux spéciaux sont inclus dans la présente publication.

Le recueil complet des symboles graphiques approuvés par la CEI fait l'objet de la Publication 117 de la CEI.

Les symboles littéraux et autres signes approuvés par la CEI font l'objet de la Publication 27 de la CEI.

Autres publications de la CEI établies par le même Comité d'Etudes

L'attention du lecteur est attirée sur la page 3 de la couverture, qui énumère les autres publications de la CEI préparées par le Comité d'Etudes qui a établi la présente publication.

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

- **IEC Bulletin**
- **Report on IEC Activities**
Published yearly
- **Catalogue of IEC Publications**
Published yearly

Terminology used in this publication

Only special terms required for the purpose of this publication are defined herein.

For general terminology, readers are referred to IEC Publication 50: International Electrotechnical Vocabulary (I.E.V.), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field, the General Index being published as a separate booklet. Full details of the I.E.V. will be supplied on request.

Graphical and letter symbols

Only special graphical and letter symbols are included in this publication.

The complete series of graphical symbols approved by the IEC is given in IEC Publication 117.

Letter symbols and other signs approved by the IEC are contained in IEC Publication 27.

Other IEC publications prepared by the same Technical Committee

The attention of readers is drawn to the inside of the back cover, which lists other IEC publications issued by the Technical Committee which has prepared the present publication.

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION
IEC STANDARD

Publication 567
Première édition — First edition
1977

**Guide pour le prélèvement des gaz et de l'huile dans le matériel électrique
rempli d'huile et pour l'analyse des gaz libres et dissous**

**Guide for the sampling of gases and of oil from oil-filled electrical
equipment and for the analysis of free and dissolved gases**



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 procédé, 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

1, rue de Varembe
Genève, Suisse

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
Articles	
1. Introduction	6
2. Domaine d'application	6
3. Prélèvement	8
4. Etiquetage des échantillons	12
5. Préparation des échantillons pour l'analyse	14
6. Analyse du gaz par chromatographie gaz-solide	16
7. Sensibilité et précision	20
ANNEXE A — Prélèvement des gaz	22
ANNEXE B — Prélèvement de l'huile	26
ANNEXE C — Préparation des échantillons d'huile pour l'analyse	30
ANNEXE D — Analyse des gaz	40
FIGURES	43

Withdrawing

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
1. Introduction	7
2. Scope	7
3. Sampling	9
4. Labelling of samples	13
5. Preparation of samples for analysis	15
6. Gas analysis by gas-solid chromatography	17
7. Sensitivity and precision	21
APPENDIX A — Sampling of gases	23
APPENDIX B — Sampling of oil	27
APPENDIX C — Preparation of oil samples for analysis	31
APPENDIX D — Gas analysis	41
FIGURES	43

Withholding

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

GUIDE POUR LE PRÉLÈVEMENT DES GAZ ET DE L'HUILE DANS LE MATÉRIEL ÉLECTRIQUE REMPLI D'HUILE ET POUR L'ANALYSE DES GAZ LIBRES ET DISSOUS

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 norme a été établie par le Sous-Comité 10A: Huiles isolantes à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes N° 10 de la CEI: Diélectriques liquides et gazeux.

Un premier projet fut discuté lors de la réunion tenue à Ljubljana en 1972. Le projet suivant fut discuté à La Haye en 1974. A la suite de cette dernière réunion, un nouveau projet, document 10A(Bureau Central)26, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en février 1975.

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

Afrique du Sud (République d')	Hongrie
Allemagne	Israël
Australie	Italie
Autriche	Norvège
Belgique	Pays-Bas
Brésil	Pologne
Canada	Suède
Danemark	Suisse
Egypte	Tchécoslovaquie
Espagne	Turquie
Etats-Unis d'Amérique	Union des Républiques
France	Socialistes Soviétiques

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**GUIDE FOR THE SAMPLING
OF GASES AND OF OIL FROM OIL-FILLED ELECTRICAL EQUIPMENT
AND FOR THE ANALYSIS OF FREE AND DISSOLVED GASES**

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 standard has been prepared by Sub-Committee 10A, Hydrocarbon Insulating Oils, of IEC Technical Committee No. 10, Liquid and Gaseous Dielectrics.

A first draft was discussed at the meeting held in Ljubljana in 1972. The next draft was discussed in The Hague in 1974. As a result of this latter meeting, a new draft, Document 10A(Central Office)26, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in February 1975.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia	Italy
Austria	Netherlands
Belgium	Norway
Brazil	Poland
Canada	South Africa (Republic of)
Czechoslovakia	Spain
Denmark	Sweden
Egypt	Switzerland
France	Turkey
Germany	Union of Soviet
Hungary	Socialist Republics
Israel	United States of America

GUIDE POUR LE PRÉLÈVEMENT DES GAZ ET DE L'HUILE DANS LE MATÉRIEL ÉLECTRIQUE REMPLI D'HUILE ET POUR L'ANALYSE DES GAZ LIBRES ET DISSOUS

1. Introduction

Des gaz peuvent se former dans le matériel électrique rempli d'huile lors du processus de vieillissement naturel, mais surtout lors de défauts.

Toute utilisation en présence d'un défaut peut occasionner de sérieux dommages au matériel; il est utile de pouvoir détecter le défaut à un stade de développement précoce.

Dans le cas d'un défaut, sa nature et son importance peuvent souvent être précisées à partir de la composition des gaz et de la vitesse avec laquelle ils sont formés. Dans le cas d'un défaut naissant, les gaz formés se dissolvent partiellement dans le diélectrique liquide; les gaz libres ne se rencontrent que dans des cas spéciaux. Les gaz dissous se répartiront par diffusion dans les phases liquide et gazeuse. La diffusion et la saturation complète requièrent chacune un temps assez long, durant lequel des dégâts sérieux peuvent se produire et ne pas être détectés.

Des analyses périodiques qualitatives et quantitatives de gaz dissous constituent un moyen de détection de défauts.

L'importance croissante de l'analyse des gaz d'échantillons prélevés sur du matériel électrique a amené à préparer ce guide qui contient les procédures à utiliser pour le prélèvement, dans le matériel électrique rempli d'huile, du gaz et de l'huile contenant les gaz et pour leur analyse ultérieure.

La rédaction d'un guide pour l'interprétation des résultats de l'analyse des gaz fera l'objet d'un travail ultérieur.

2. Domaine d'application

Ce guide traite des méthodes de prélèvement et d'analyse de gaz libres et de gaz dissous dans l'huile, dans du matériel rempli d'huile comme les transformateurs de puissance et de mesure, et les câbles à huile fluide.

Ce guide suppose une certaine compétence dans la technique de la chromatographie en phase gazeuse et omet, par concision, de nombreux détails que l'on peut trouver dans les manuels pratiques traitant de ces techniques.

Les méthodes décrites dans la partie principale de ce guide conviennent à tous les échantillons et tiennent compte des problèmes inhérents aux transports d'échantillons par fret aérien non pressurisé et aussi de l'éventualité de différences de température ambiante considérables entre le site et le laboratoire d'analyse.

D'autres méthodes de prélèvement peuvent être utilisées et sont décrites dans les annexes A et B. Les annexes C et D décrivent d'autres méthodes pour la préparation des échantillons d'huile en vue de l'analyse des gaz dissous et pour l'analyse elle-même.

Dans le cas où, par accord entre fabricant et utilisateur, une analyse des gaz dissous doit être faite pendant les essais ou au tout début de la vie du matériel, un niveau donné de reproductibilité entre les résultats des différents laboratoires doit être obtenu, et il sera nécessaire pour les deux parties de se mettre d'accord très précisément sur la méthode à utiliser.

GUIDE FOR THE SAMPLING OF GASES AND OF OIL FROM OIL-FILLED ELECTRICAL EQUIPMENT AND FOR THE ANALYSIS OF FREE AND DISSOLVED GASES

1. Introduction

Gases may be formed in oil-filled electrical equipment due to natural ageing, but also to a much greater extent as a result of faults.

Operation with a fault may seriously damage the equipment and it is valuable to be able to detect the fault at an early stage of development.

In the case of a fault, its type and its severity may often be inferred from the composition of the gases and the rate at which they are formed. In the case of an incipient fault, the gases formed remain partly dissolved in the liquid insulation; free gases will be found only in special cases. The dissolved gases will divide between the gaseous and liquid phases by diffusion. Diffusion and achievement of saturation both take time, during which serious damage to the equipment can occur undetected.

Periodic analyses of oil samples for the amount and composition of dissolved gases form a means of detecting faults.

The growing importance of gas analysis of samples drawn from electrical equipment has led to the preparation of this guide to the procedures to be used for the sampling from oil-filled electrical equipment of gases and oils containing gases and for their subsequent analysis.

The provision of a guide for the evaluation of the results of gas analysis will be the aim of future work.

2. Scope

This guide deals with the methods for sampling and analysis of free gases and for sampling and analysis of gases dissolved in oil, from oil-filled equipment such as power and instrument transformers, and oil-filled cables.

This guide assumes a measure of competence in the technique of gas chromatography and omits, for brevity, many details which may be found in practical manuals on these techniques.

The methods described in the main part of this guide are suitable for all samples and take into account the problems imposed by the transport of samples by unpressurized air freight, and where considerable differences in ambient temperature exist between the plant and the examining laboratory.

Alternative methods of sampling may be used and are given in Appendices A and B. Appendices C and D describe alternative methods applicable for the preparation of oil samples for the analysis of their dissolved gases and for the analysis itself.

Where, by agreement between manufacturer and user, dissolved gas analysis is required during the testing or early life of the equipment, an agreed standard of reproducibility of results between different laboratories shall be obtained, and it will be necessary for both parties to agree upon the details of the method to be used.

L'interprétation et la signification d'une analyse seront améliorées si l'on utilise le même matériel et les mêmes techniques durant toute l'investigation. Cela est particulièrement important lorsqu'il s'agit d'apprécier l'évolution de la formation de gaz dans le matériel par analyses d'échantillons prélevés à intervalles successifs.

3. Prélèvement

3.1 Prélèvement de gaz dans les matelas gazeux et dans les relais collecteurs de gaz (Buchholz)

3.1.1 Remarques générales

Les échantillons de gaz des relais devraient être prélevés sur le matériel aussi rapidement que possible. Des variations de composition dues à des réabsorptions sélectives de constituants peuvent se produire si le gaz libre séjourne en présence d'huile.

Certaines précautions sont nécessaires lors du prélèvement des gaz. La liaison entre le dispositif de prélèvement et le récipient d'échantillonnage doit être conçue pour éviter l'entrée d'air. Les liaisons provisoires seront aussi courtes que possible. L'imperméabilité aux gaz de tous les raccords en caoutchouc ou en plastique utilisés devra avoir été démontrée.

Les échantillons de gaz seront soigneusement étiquetés (voir l'article 4) et analysés sans délai, de préférence dans les deux semaines.

L'oxygène, s'il est présent dans le gaz, peut réagir avec toute huile entraînée avec l'échantillon. L'oxydation est retardée si l'on maintient l'échantillon à l'abri de la lumière, par exemple en enveloppant la seringue dans une feuille d'aluminium. Le transport des échantillons est facilité si l'on utilise des conteneurs spéciaux permettant de les maintenir fermement en place durant le transport.

Les méthodes données dans l'annexe A peuvent être utilisées comme alternatives à la méthode décrite ci-dessous.

Des modifications dans la composition des gaz formés lors d'un défaut se produisent toujours pendant la migration du gaz vers le relais collecteur. L'information sur la durée du défaut peut souvent être déduite d'une comparaison entre la composition des gaz libres avec ceux qui restent dissous dans l'huile et, puisqu'une réabsorption sélective des composants peut également se produire dans l'huile restant à l'intérieur du relais, un délai excessif avant le prélèvement peut masquer des réalités intéressantes.

3.1.2 Matériel de prélèvement

- a) Un tube étanche en plastique résistant à l'huile ou un tube en caoutchouc muni d'un raccord peut être adapté à l'orifice de prélèvement du relais ou du matelas à gaz.
- b) Une seringue étanche aux gaz, de dimensions appropriées (25 cm³ à 250 cm³). Des seringues en verre du type médical ou vétérinaire avec piston en verre rodé sont utilisables. D'autres types avec joints étanches à l'huile peuvent être utilisés (voir le point b) du paragraphe 3.2.2).
- c) Conteneurs pour le transport. Ceux-ci seront réalisés de façon que la seringue soit bien maintenue en place durant le transport.

3.1.3 Méthode de prélèvement

Le dispositif est raccordé comme indiqué à la figure 1, page 43. Les raccords devront être aussi courts que possible et remplis d'huile au début du prélèvement.

La vanne de prélèvement ⑤ est ouverte. S'il y a une surpression dans le relais, le robinet à trois voies ④ est ouvert avec précaution et l'huile qui s'écoule est rejetée. Lorsque le gaz

Interpretation and judgement of the significance of the results will be improved if the same apparatus and techniques are used throughout an investigation. This is particularly important in assessing the rate of gas formation in equipment by analysis of samples drawn at successive times.

3. Sampling

3.1 *Sampling of gases from gas cushions and gas-collecting (Buchholz) relays*

3.1.1 *General remarks*

Gas samples from relays should be taken from the equipment with the minimum delay. Changes in composition caused by the selective reabsorption of components may occur if free gases are left in contact with oil.

Certain precautions are necessary in the taking of gas samples. The connection between the sampling device and the sampling vessel must avoid the ingress of air. Temporary connections should be as short as possible. Any rubber or plastic tubing used should have been proved to be impermeable to gases.

Gas samples should be properly labelled (see Clause 4) and analysed without delay, preferably within a maximum period of two weeks.

Oxygen, if present in the gas, may react with any oil drawn out with the sample. Oxidation is delayed by excluding light from the sample, for example by wrapping the syringe in aluminium foil. The transport of samples is facilitated by the use of special containers which hold the samples firmly in place during transport.

The methods given in Appendix A may be used as alternatives to the method given below.

Changes in the composition of gases generated by a fault always occur during their movement to the gas collecting relay. Information on the duration of a fault may often be inferred by comparing the composition of free gases with those remaining dissolved in the oil and, since selective reabsorption of components can also occur in the oil remaining within the relay, undue delay in sampling may conceal valuable evidence.

3.1.2 *Sampling equipment*

- a) An impermeable oil-resistant plastic or rubber tube provided with a connector to fit onto a suitable sampling connection of the relay or gas cushion.
- b) A gas-tight syringe of suitable size (25 cm³ to 250 cm³). Medical or veterinary quality glass syringes with ground-in plungers may be suitable; alternatively, syringes with oil-proof seals may be used (see Item b) of Sub-clause 3.2.2).
- c) Transport containers. These should be designed to hold the syringe firmly in place during transport.

3.1.3 *Sampling procedure*

The apparatus is connected as shown in Figure 1, page 43. The connections should be as short as possible and filled with oil at the start of sampling.

Sampling valve ⑤ is opened. If a positive pressure exists, the three-way cock ④ is carefully opened and any oil present allowed to flow to waste. When gas reaches the three-way cock ④,

atteint le robinet à trois voies ④ celui-ci est orienté de façon à fermer la purge et raccorder la seringue. Le robinet ② est ensuite ouvert et, sous la pression du gaz, la seringue se remplit librement. On veillera à ce que le piston ne soit pas éjecté. Lorsqu'un échantillon suffisant a été prélevé, on ferme le robinet ② et on déconnecte le dispositif de prélèvement.

Toute huile dans la seringue est chassée en retournant la seringue et en appliquant une légère pression au piston.

En l'absence de surpression dans le matériel, on raccorde une pompe à air supplémentaire entre l'extrémité du dispositif de prélèvement et le robinet ② et on utilise la pompe pour aspirer le gaz.

On prendra soin de bien fermer la vanne de prélèvement du matériel ⑤ après le prélèvement.

3.2 Prélèvement d'huile dans le matériel rempli d'huile

3.2.1 Remarques générales

La méthode de prélèvement par seringue (décrite ci-dessous) convient quel que soit le mode de transport des échantillons. D'autres méthodes, décrites dans l'annexe B, peuvent être utilisées s'il n'y a pas de changements significatifs de pression et de température durant le transport. Pour des prélèvements de routine sur une grande échelle, il peut être plus économique d'utiliser des bouteilles ou des ampoules à la place des seringues. Les méthodes décrites conviennent pour des équipements contenant de grands volumes d'huile, tels que des transformateurs de puissance. Pour des appareils à petit volume d'huile, il faudra veiller à ce que le volume total d'huile soutiré ne perturbe pas le bon fonctionnement de l'appareil.

La sélection des points de prélèvement des échantillons doit faire l'objet d'un soin particulier. Normalement, l'échantillon sera prélevé en un point où il est représentatif de l'ensemble de l'huile du matériel et en dehors des points où des modifications de composition, comme celles qui sont dues à la cavitation de la pompe, peuvent exister. Toutefois, il sera parfois nécessaire de prélever délibérément des échantillons là où l'on ne s'attend pas à ce qu'ils soient représentatifs, par exemple pour localiser un défaut.

Les échantillons seront prélevés lorsque le matériel est en condition normale de fonctionnement. Cela est important si l'on veut suivre l'évolution de la formation de gaz.

Une partie de l'oxygène dissous dans l'huile de l'échantillon peut être consommée par oxydation. Cette réaction peut être ralentie si l'échantillon est maintenu à l'abri de la lumière, en enveloppant le récipient d'échantillonnage dans une feuille d'aluminium par exemple.

Les échantillons seront soigneusement étiquetés (voir l'article 4).

3.2.2 Matériel de prélèvement

- a) Un tube étanche en plastique résistant à l'huile ou en caoutchouc pour raccorder la seringue au matériel. Ce tube sera aussi court que possible. Un robinet à trois voies sera intercalé dans le tube.

Le raccord entre le tube et le matériel sera choisi en fonction de sa conception. En l'absence d'une vanne de prélèvement permettant l'adaptation directe d'un tube, il peut être nécessaire d'improviser en utilisant une bride ou un bouchon percé en caoutchouc résistant à l'huile sur le dispositif de vidange ou de remplissage.

- b) *Seringue étanche au gaz*

Celle-ci pourra être toute en verre ou être munie de joints en plastique ou caoutchouc inertes à l'huile et d'un piston en verre ou en plastique. Son volume peut être compris

the latter is turned to disconnect the waste and connect the syringe. Cock ② is then opened and the syringe allowed to fill under the hydrostatic pressure, taking care that its plunger is not expelled. When a sufficient sample has been taken, cock ② is closed and the apparatus is disconnected.

Any oil in the syringe is expelled by inverting the syringe and applying gentle pressure to the plunger.

In the absence of a positive pressure within the equipment, a supplementary air pump should be connected between the equipment sampling screw and cock ② and used to pump gas from the equipment.

The equipment sampling valve ⑤ must be closed at the end of sampling.

3.2 *Sampling oil from oil-filled equipment*

3.2.1 *General remarks*

The method of sampling with syringes (given below) is suitable irrespective of the mode of transportation of samples. Other methods, given in Appendix B, may be used if there are no significant changes of temperature and pressure during transportation. For routine sampling on a large scale, the use of bottles or sampling tubes, rather than syringes, may be the most economical method. The methods described are suitable for large oil-volume equipment such as power transformers. With small oil-volume equipment, it is essential to ensure that the total volume of oil drawn off does not endanger the operation of the equipment.

The selection of points from which samples are drawn should be made with care. Normally, the sample should be taken from a point where it is representative of the body of the oil in the equipment and where changes in composition such as those due to pump cavitation do not exist. It will sometimes be necessary, however, deliberately to draw samples where they are not expected to be representative, for example, in trying to locate the site of a fault.

Samples should be taken with the equipment in its normal working condition. This will be important in assessing the rate of gas production.

Some of the dissolved oxygen present in the oil sample may be consumed by oxidation. The reaction can be delayed by exclusion of light, e.g. by wrapping the sampling vessel in aluminium foil.

Samples should be carefully labelled (see Clause 4).

3.2.2 *Sampling equipment*

- a) An impermeable oil-proof plastic or rubber tube to connect the equipment to the syringe. This should be as short as possible. A three-way cock should be inserted in the tube.

The connection between the tube and the equipment will depend upon the design. If a sampling valve suitable for fitting to a tube has not been provided, it may be necessary to improvise by using a drilled flange, or a bored oil-proof rubber bung on a drain or filling connection.

- b) *Gas-tight syringe*

This may be all glass or have plastic or oil-proof rubber seals and a glass or plastic plunger. The size may be 25 cm³ to 250 cm³, largely depending on the sensitivity of the

entre 25 cm³ et 250 cm³, ce qui dépend, dans une large mesure, de la sensibilité du procédé d'analyse utilisé et du volume d'huile de l'appareil où s'effectue le prélèvement. La seringue sera munie d'un robinet permettant de la fermer hermétiquement.

L'étanchéité aux gaz d'un type de seringue peut être vérifiée en maintenant l'huile dans une seringue durant deux semaines et en déterminant les teneurs en hydrogène sur des échantillons prélevés au début et à la fin de cette période. Pour qu'une seringue soit conforme, les pertes en hydrogène ne peuvent être supérieures à 2,5% en une semaine.

c) Conteneurs pour le transport

Ils seront réalisés de façon que les seringues soient maintenues fermement en place pendant le transport, tout en permettant au piston de la seringue d'être libre.

3.2.3 Méthode de prélèvement

- 1) La bride ou le couvercle de la vanne de prélèvement est enlevé et l'orifice de sortie est nettoyé avec un chiffon non pelucheux afin d'éliminer toute saleté visible. Le dispositif est ensuite connecté comme indiqué à la figure 2, page 44, et la vanne principale de prélèvement ouverte.
- 2) Le robinet à trois voies est orienté de façon à purger 1 litre à 2 litres d'huile (voir la note).
- 3) Le robinet à trois voies est ensuite tourné pour permettre à l'huile de remplir la seringue. Le piston ne sera pas tiré, mais on le laissera reculer sous la pression de l'huile.
- 4) Le robinet à trois voies est ensuite tourné pour permettre l'évacuation de l'huile de la seringue et le piston est enfoncé pour vider la seringue. S'assurer que les surfaces intérieures de la seringue et du piston sont complètement huilées.
- 5) Répéter l'opération décrite au point 3) de ce paragraphe.
- 6) Le robinet de la seringue est ensuite fermé, de même que la vanne de prélèvement.
- 7) La seringue est déconnectée.

L'échantillon doit être correctement étiqueté (voir l'article 4).

Note. — Dans le cas d'appareils à petit volume d'huile, la procédure décrite au point 2) de ce paragraphe ne doit pas être appliquée, il faut alors utiliser une seringue de petit volume.

4. Etiquetage des échantillons

Les échantillons d'huile et de gaz seront correctement étiquetés avant l'envoi au laboratoire et les indications suivantes sont souhaitables:

- Demandeur ou usine.
- Identification du matériel.
- But du prélèvement.
- Date du prélèvement.
- Charge au moment du prélèvement.
- Point de prélèvement.
- Type d'huile (s'il est connu).
- Volume d'huile dans le matériel.
- Température de l'échantillon au moment du prélèvement (dans le cas de l'huile).
- Autres informations utiles: type du régleur en charge s'il est présent, fonctionnement des pompes, type de protection d'huile, etc.

analytical procedure and the volume of oil of the system to be sampled. The syringe should be fitted with a cock enabling it to be sealed.

The gas tightness of a pattern of syringe may be tested by storing an oil sample in a syringe for two weeks and analysing aliquots for hydrogen at the beginning and at the end of this period. An acceptable syringe will permit losses of hydrogen of less than 2.5% each week.

c) Transport containers

These should be designed to hold the syringe firmly in place during transport but allow the syringe plunger to be free.

3.2.3 Sampling procedure

- 1) The blank flange or cover of the sampling valve is removed and the outlet cleaned with a lint-free cloth to remove all visible dirt. The apparatus is then connected as shown in Figure 2, page 44, and the main sampling valve opened.
- 2) The three-way cock is adjusted to allow 1 litre to 2 litres of oil to flow to waste (see note).
- 3) The three-way cock is then turned to allow oil to enter the syringe slowly. The plunger should not be withdrawn but allowed to move back under the pressure of the oil.
- 4) The three-way cock is then turned to allow the oil in the syringe to flow to waste and the plunger pushed to empty the syringe. Confirm that the inner surfaces of the syringe and plunger are completely oiled.
- 5) The procedure described in Item 3) of this sub-clause is then repeated.
- 6) The cock on the syringe is then closed and the sampling valve closed.
- 7) The syringe is then disconnected.

The sample should be carefully labelled (see Clause 4).

Note. — In the case of small oil-volume equipment, the procedure described in Item 2) of this sub-clause should be omitted and a small-volume syringe used.

4. Labelling of samples

Oil and gas samples should be properly labelled before dispatch to the laboratory and the following information is desirable:

- Customer or plant.
- Identification of equipment.
- Object of sampling.
- Date of sampling.
- Load at time of sampling.
- Point where sample is taken.
- Type of oil (if known).
- Volume of oil in equipment.
- Temperature of sample when drawn (in the case of oil).
- Other pertinent data: e.g. type of tap changer if fitted, operation of pumps, oil preservation system, etc.

5. Préparation des échantillons pour l'analyse

5.1 Echantillons de gaz

Les échantillons de gaz ne demandent aucune préparation particulière et doivent être analysés dans l'état où ils ont été reçus au laboratoire.

5.2 Echantillons d'huile

5.2.1 Remarques générales

Ces échantillons demandent un traitement préliminaire pour extraire les gaz dissous à analyser. Dans la méthode décrite au paragraphe 5.2.3, les gaz sont extraits de l'huile sous vide. La procédure décrite au paragraphe 5.2.3 peut convenir pour tout volume d'huile et est applicable à la fois pour les faibles et les fortes teneurs en gaz. Avec un dispositif convenable, le volume des gaz extraits peut être mesuré. L'extraction des gaz sera cependant incomplète, surtout en ce qui concerne les gaz les plus solubles; mais pour les gaz énumérés au paragraphe 6.1, il est normalement possible d'extraire 97% à 99% du total des gaz présents.

Les échantillons d'huile peuvent libérer des bulles de gaz par contraction et modifier la composition des gaz dissous restants, ce qui peut être à l'origine d'une erreur d'analyse. L'importance de cette erreur dépendra du volume de la bulle par rapport au volume d'huile et de la solubilité des gaz.

La bulle pourra quelquefois être redissoute en chauffant soigneusement l'échantillon et en le maintenant quelque temps à la température de l'huile au prélèvement. Autrement, la totalité de l'échantillon, y compris la bulle, peut être introduite dans le dispositif d'extraction de gaz du laboratoire.

Quelques autres méthodes sont disponibles; elles sont surtout utilisées pour les essais de routine. Leur description est donnée dans l'annexe C.

5.2.2 Dispositif d'extraction

Un dispositif convenable est représenté à la figure 3, page 45.

Tout dispositif doit satisfaire aux exigences suivantes:

- a) Il doit permettre de dégazer l'huile sous une pression inférieure à 0,1 mbar.
- b) Il doit être étanche au vide. Le vide étant réalisé et la pression étant de 0,1 mbar dans l'appareil sans huile, cette pression doit se maintenir pendant au moins 3 h.
- c) Il faut vérifier son efficacité, et le nombre d'opérations nécessaires pour extraire au moins 97% des gaz dissous doit être établi par un essai préliminaire.

Cela peut être effectué par extraction de deux échantillons identiques, l'un par n manœuvres et l'autre par $2n$ manœuvres, et l'on établit une valeur de n telle qu'aucune autre différence significative n'apparaisse entre les deux résultats.

- d) Il doit permettre de mesurer le volume du gaz extrait à 0,05 cm³ près ou la pression correspondante et de s'assurer que le gaz extrait après quelques manœuvres est bien mélangé avant l'analyse.

Note. — L'attention est attirée sur les précautions adéquates à prendre lors de l'utilisation du mercure afin d'éviter tout danger pour la santé des opérateurs.

5. Preparation of samples for analysis

5.1 Gas samples

Gas samples require no special preparation and must be analysed in the condition in which they are received at the laboratory.

5.2 Oil samples

5.2.1 General remarks

These samples require preliminary treatment to remove the dissolved gases for analysis. In the method described in Sub-clause 5.2.3, the gases are extracted from the oil by vacuum. The procedure described in Sub-clause 5.2.3 can deal with any volume of oil and is suitable for both low and high gas contents. With a suitable apparatus, the volume of gases extracted can be measured. The extraction of gases will, however, be incomplete, particularly that of the more soluble components, but for the gases listed in Sub-clause 6.1, it will normally be possible to extract 97% to 99% of the total quantities present.

Oil samples may, on contraction, release bubbles of gas which change the composition of the gases which remain dissolved, and this may cause an error in the analysis. The magnitude of the error will depend on the size of bubble in relation to the volume of the oil sample and on the solubility of the gases.

The bubble may sometimes be redissolved by carefully warming the sample and holding it for some time at the temperature at which it was taken. Alternatively, the whole of the sample, including the bubble, can be introduced into the laboratory gas extraction apparatus.

Some other methods are available which are specially suitable for routine use. These are described in Appendix C.

5.2.2 Extraction apparatus

A suitable design of apparatus is shown in Figure 3, page 45.

The requirements of any apparatus used are as follows:

- a) It should be capable of subjecting the oil to a vacuum of below 0.1 mbar.
- b) It should be vacuum-tight. When subjected, when empty, to a vacuum of 0.1 mbar and left for 3 h, the vacuum should not have changed.
- c) It should be tested for efficiency, and the number of operations needed to extract at least 97% of the dissolved gases should be established by a preliminary test.

This may be done by extracting two identical samples, one for n strokes and another for $2n$ strokes, and establishing a value of n such that no significant difference between the two analyses can be found.

- d) It should permit the measurement of the extracted gas to be made to the nearest 0.05 cm^3 , or corresponding pressure and to ensure that the gas extracted from different strokes is well mixed before analysis.

Note. — Attention is drawn to the need for adequate precautions in the use of mercury to avoid danger to the health of operators.