

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
567**

Deuxième édition
Second edition
1992-07

**Guide d'échantillonnage de gaz et d'huile dans
les matériels électriques immergés,
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**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 567: 1992

AVA Documents
Document Sharing Hub

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
567**

Deuxième édition
Second edition
1992-07

**Guide d'échantillonnage de gaz et d'huile dans
les matériels électriques immergés,
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**

© CEI 1992 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

W

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

AVA Documents
Document Sharing Hub

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
INTRODUCTION	6
Articles	
1 Domaine d'application	8
2 Références normatives	8
3 Echantillonnage des gaz aux relais de protection (Buchholz)	10
4 Echantillonnage de l'huile dans les matériels immergés	14
5 Identification des échantillons	22
6 Préparation d'étalons de gaz dissous dans l'huile	22
7 Extraction des gaz de l'huile	30
8 Analyse des gaz par chromatographie gaz-solide	42
9 Conditions requises de sensibilité et de fidélité	50
Tableau 1 Exemples d'assemblage approprié de colonnes	56
Figures	58
Annexe A Calcul de la correction due à l'extraction incomplète par la méthode de dégazage partiel	78

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
INTRODUCTION	7
Clause	
1 Scope	9
2 Normative reference	9
3 Sampling of gases from gas-collecting (Buchholz) relays	11
4 Sampling of oil from oil-filled equipment	15
5 Labelling of samples	23
6 Preparation of gas-in-oil standards	23
7 Extraction of gases from oil	31
8 Gas analysis by gas-solid chromatography	43
9 Sensitivity and precision requirements	51
Table 1 Examples of suitable column assembly	56
Figures	58
Annex A Correction for incomplete gas extraction in partial degassing method by calculation	79

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

GUIDE D'ÉCHANTILLONNAGE DE GAZ ET D'HUILE DANS LES MATÉRIELS ÉLECTRIQUES IMMERGÉS, POUR L'ANALYSE DE GAZ LIBRES ET DISSOUS

AVANT-PROPOS

- 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.

La présente Norme internationale a été établie par le Comité d'Etudes n° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette deuxième édition remplace la première édition de la Publication 567 de la CEI, parue en 1977.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
10(BC)260	10(BC)271

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette publication.

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.

This International Standard has been prepared by IEC Technical Committee No. 10: Fluids for electrotechnical applications.

This second edition replaces the first edition of IEC Publication 567, issued in 1977.

The text of this standard is based on the following documents:

DIS	Report on Voting
10(CO)260	10(CO)271

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the Voting Report indicated in the above table.

INTRODUCTION

Les processus naturels de vieillissement dans les matériels électriques remplis d'huile forment des gaz, mais il peut s'en produire beaucoup plus lors de défauts.

Le fonctionnement en présence de défauts peut sérieusement endommager ces matériels; il est alors important de pouvoir détecter ces défauts au tout début de leur apparition.

Si ces défauts ne sont pas importants, les gaz formés se dissolvent normalement dans l'huile et, par la suite, une faible proportion diffuse du liquide dans toute la phase gazeuse au-dessus du liquide. L'extraction des gaz dissous à partir d'un échantillon d'huile et la détermination de leur teneur et de leur composition sont des moyens de détecter de tels défauts. On peut alors très souvent, à partir de la composition des gaz et de leur vitesse de formation, en déduire le type et la sévérité de tout type de défaut.

Dans le cas de défauts très importants, les gaz libres traverseront l'huile et seront recueillis au relais de protection (Buchhloz), s'il y en a un et, en cas de nécessité, ces gaz pourront être analysés pour déterminer le type de défaut qui les a créés. Au fur et à mesure du déplacement des bulles dans l'huile vers le relais de protection, la composition des gaz dans ces bulles varie.

On peut en tirer parti, puisque les informations concernant la vitesse de formation des gaz peuvent souvent être déduites en comparant la composition des gaz libres recueillis à la concentration des gaz dissous restant dans l'huile.

L'interprétation de l'analyse des gaz fait l'objet de la CEI 599.

A tous les stades de la vie des matériels immergés, ces techniques sont précieuses. Ainsi, pendant les essais de réception des transformateurs, la comparaison des analyses de gaz dissous dans l'huile avant, pendant et après un essai d'échauffement peut révéler s'il y a des points chauds; de même, après les essais électriques, elles peuvent fournir des informations complémentaires dans le cas de présence de décharges partielles ou d'étincelles disruptives. En cours de fonctionnement, des prélèvements périodiques d'échantillons d'huile, pour l'analyse des teneurs en gaz, servent à surveiller l'état des transformateurs et autres matériels immergés.

L'importance de ces techniques a conduit à la préparation de ce guide, qui donne les modes opératoires d'échantillonnage des gaz et de l'huile contenant des gaz dans les matériels électriques immergés, pour les analyses ultérieures.

NOTE - Les méthodes décrites dans ce guide s'appliquent aux huiles minérales isolantes car l'expérience, à ce jour, a presque entièrement été obtenue sur de telles huiles. Il est possible aussi de les appliquer à d'autres liquides isolants, sous réserves de modifications.

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.

Where a fault is not severe, the gases formed will normally dissolve in the oil, with a small proportion eventually diffusing from the liquid into any gas phase above it. Extracting dissolved gas from a sample of the oil and determining the amount and composition of this gas is a means of detecting such faults, and the type and severity of any fault may often be inferred from the composition of the gas and the rate at which it is formed.

In the case of a sufficiently severe fault, free gas will pass through the oil and collect in the gas-collecting (Buchholz) relay if fitted; if necessary this gas may be analysed to assist in determining the type of fault that has generated it. The composition of gases within the bubbles changes as they move through the oil towards the gas-collecting relay.

This can be put to good use, as information on the rate of gas production may often be inferred by comparing the composition of the free gases collected with the concentrations remaining dissolved in the liquid.

The interpretation of the gas analyses is the subject of IEC 599.

These techniques are valuable at all stages in the life of oil-filled equipment. During acceptance tests on transformers in the factory, comparison of gas-in-oil analyses before, during and after a heat run test can show if any hot-spots are present, and similarly analysis after dielectric testing can add to information regarding the presence of partial discharges or sparking. During operation in the field, the periodic removal of an oil sample and analysis of the gas content serve to monitor the condition of transformers and other oil-filled equipment.

The importance of these techniques 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 subsequent analysis.

NOTE - Methods described in this guide apply to mineral insulating oils, since experience to date has been almost entirely with such oils. The methods may also be applied to other insulating liquids, in some cases with modifications.

GUIDE D'ÉCHANTILLONNAGE DE GAZ ET D'HUILE DANS LES MATÉRIELS ÉLECTRIQUES IMMERGÉS, POUR L'ANALYSE DES GAZ LIBRES ET DISSOUS

1 Domaine d'application

Le présent guide traite des techniques d'échantillonnage de gaz apparus aux relais de protection et d'échantillonnage d'huile dans les matériels immergés, tels que les transformateurs de puissance, les réducteurs de mesure, les réactances, les traversées, les câbles à huile fluide et les condensateurs de puissance. Trois méthodes de prélèvement des gaz libres sont décrites, ainsi que trois méthodes de prélèvement de l'huile. Le choix entre ces différentes méthodes dépend souvent de l'équipement disponible et de la quantité d'huile nécessaire pour l'analyse.

Avant d'analyser les gaz dissous dans l'huile, il faut en premier lieu les extraire de l'huile. Deux méthodes de base sont décrites, l'une utilisant l'extraction sous vide et l'autre le balayage (ou déplacement) des gaz en solution par barbotage du gaz porteur dans l'échantillon d'huile. Après extraction, l'analyse quantitative des gaz se fait par chromatographie en phase gazeuse, une méthode d'analyse est décrite. Les gaz libres apparus aux relais de protection sont analysés sans traitement préalable.

La méthode préférentielle pour garantir le fonctionnement des matériels d'extraction des gaz et du matériel d'analyse, matériels considérés comme un seul système, consiste à extraire les gaz d'échantillons d'huile, préparés au laboratoire et contenant des concentrations en gaz connues (étalons de gaz dans l'huile) qui seront analysés quantitativement. Deux méthodes sont décrites pour l'obtention d'étalons de gaz dans l'huile.

Lors de vérifications quotidiennes de l'étalonnage du chromatographe, il est commode d'utiliser un mélange de gaz étalon renfermant des teneurs en gaz connues et appropriées de chacun des composants gazeux à analyser, dilués dans l'azote ou le gaz vecteur.

Les techniques décrites tiennent compte, d'une part, des problèmes spéciaux d'analyse liés aux essais de réception en usine, pour lesquels les teneurs en gaz sont généralement très faibles et, d'autre part, des problèmes rencontrés dans la surveillance de l'équipement en service, pour lesquels il se peut que le transport des échantillons se fasse par fret aérien non pressurisé, avec des différences importantes de températures pouvant exister entre le site de prélèvement et le laboratoire d'analyse.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

1 Scope

This guide deals with the techniques for sampling free gases from gas-collecting relays and for sampling oil from oil-filled equipment such as power and instrument transformers, reactors, bushings, oil-filled cables and oil-filled tank-type capacitors. Three methods of sampling free gases and three methods of sampling oil are described; the choice between the methods often depends on the apparatus available and on the quantity of oil needed for analysis.

Before analysing the gases dissolved in oil, they must first be extracted from the oil. Two basic methods are described, one using extraction by vacuum and the other by stripping (displacing) the dissolved gases by bubbling the carrier gas through the oil sample. The gases are analysed quantitatively after extraction by gas chromatography; a method of analysis is described. Free gases from gas-collecting relays are analysed without preliminary treatment.

The preferred method for assuring the performance of the gas extraction and analysis equipment, considered together as a single system, is to degas samples of oil prepared in the laboratory and containing known concentrations of gases ("gas-in-oil standards"), and quantitatively analyse the gases extracted. Two methods of preparing gas-in-oil standards are described.

For daily calibration checks of the chromatograph, it is convenient to use a standard gas mixture containing a suitable known amount of each of the gas component to be analysed and diluted by nitrogen or by the carrier gas.

The techniques described take account, on the one hand, of the problems peculiar to analyses associated with acceptance testing in the factory, where gas contents of oil are generally very low and, on the other hand, of the problems imposed by monitoring equipment in the field, where transport of samples may be by unpressurised air freight and where considerable differences in ambient temperature may exist between the plant and the examining laboratory.

2 Normative references

The following standards contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

CEI 296: 1982, *Spécification des huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillage de connexion.*

CEI 599: 1978, *Interprétation de l'analyse des gaz dans les transformateurs et autres matériels électriques remplis d'huile, en service.*

ISO 5725: 1986, *Fidélité des méthodes d'essai. Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

3 Echantillonnage des gaz aux relais de protection (Buchholz)

3.1 Remarques générales

Il convient de prélever les échantillons de gaz sur le matériel aux relais, dans le plus bref délai après l'apparition des gaz. Des variations de la composition des gaz, dues à la réabsorption sélective des constituants, peuvent se produire si les gaz libres restent en contact avec l'huile.

Il est nécessaire de prendre certaines précautions lors du prélèvement des gaz. Il faut que la liaison entre le dispositif de prélèvement et le récipient d'échantillonnage évite toute entrée d'air. Les liaisons provisoires seront aussi courtes que possible. Il convient aussi que l'imperméabilité aux gaz de tous les tuyaux en plastique ou en caoutchouc utilisés soit vérifiée.

Il convient d'étiqueter soigneusement les échantillons de gaz (voir article 5) et de les analyser dans les plus brefs délais pour minimiser en particulier les pertes d'hydrogène (délai maximal d'une semaine par exemple).

S'il y a de l'oxygène, il peut réagir avec l'huile entraînée avec l'échantillon. Cette réaction est retardée en empêchant l'action de la lumière sur l'échantillon, par exemple en enveloppant le récipient de prélèvement avec un feuilard d'aluminium ou tout autre matériau opaque.

Des trois méthodes décrites ci-après, la méthode de prélèvement en seringue est généralement préférée.

L'échantillonnage en tube de prélèvement par déplacement de liquide, en utilisant de l'huile pour transformateur comme liquide de transfert, est simple, mais il faut tenir compte des différences de solubilité des constituants gazeux, surtout si la quantité de gaz recueillie est telle qu'il reste de l'huile dans le tube.

La méthode d'échantillonnage sous vide demande une certaine maîtrise pour éviter que les fuites de l'installation puissent modifier l'échantillon. Cela est particulièrement vrai dans les cas où le gaz à échantillonner serait à une pression inférieure à la pression atmosphérique (cas de transformateurs scellés, par exemple).

3.2 Echantillonnage de gaz libres en seringue

3.2.1 Matériel de prélèvement (voir la figure 1)

- 1) Tuyau en caoutchouc ou en plastique, imperméable aux gaz et résistant à l'huile ③, équipé de raccords adaptables sur la prise d'échantillonnage appropriée du relais de protection.

IEC 296: 1982, *Specification for unused mineral insulating oils for transformers and switchgear.*

IEC 599: 1978, *Interpretation of the analysis of gases in transformers and other oil-filled electrical equipment in service.*

ISO 5725: 1986, *Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.*

3 Sampling of gases from gas-collecting (Buchholz) relays

3.1 General remarks

Gas samples from relays should be taken from the equipment with the minimum delay after gas accumulation has been signalled. 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 when taking 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 5) and analysed without undue delay to minimize hydrogen loss (e.g. within a maximum period of one week).

Oxygen, if present in the gas, may react with any oil drawn out with the sample. Reaction is delayed by excluding light from the sample, for example by wrapping the vessel in aluminium foil or suitable opaque material.

Of the three methods described below, the syringe method is frequently preferred.

Sampling into a sampling tube by liquid displacement, using transformer oil as a sealing liquid, is simple but the different solubilities of the gas components may need to be taken into account if the gas quantity is such that some oil remains in the tube.

The vacuum method requires skill to avoid contaminating the sample by leakage of air into the system. It is particularly true where the gas to be sampled may be at less than atmospheric pressure (e.g. some sealed transformers).

3.2 Sampling of free gases by syringe

3.2.1 Sampling equipment (see figure 1)

- 1) Impermeable oil-resistant plastic or rubber tubing ③ provided with a connector to fit on to a suitable sampling connection of the gas-collecting relay.

2) Seringues étanches aux gaz, de volume convenable ① (25 ml à 250 ml). Des seringues en verre, du type médical ou vétérinaire, peuvent convenir, sinon des seringues avec joints étanches à l'huile peuvent être utilisées. Il convient que les seringues soient obturées par un embout ou un robinet adapté. Il est souvent commode d'utiliser les mêmes seringues, à la fois pour les prélèvements de gaz et l'échantillonnage de l'huile (voir le point 2 de 4.2.1). L'étanchéité des seringues peut être vérifiée en conservant, pendant deux semaines au moins, un échantillon d'huile contenant une quantité mesurable d'hydrogène et en analysant l'hydrogène sur des parties aliquotes, au début et à la fin de cette période. Une seringue sera considérée comme acceptable si les pertes d'hydrogène sont inférieures à 2,5 % par semaine. L'expérience générale révèle que les seringues tout en verre présentent moins de fuites que les seringues utilisant des joints plastiques. L'amélioration de l'étanchéité au gaz peut être obtenue en utilisant un lubrifiant tel qu'une graisse légère ou de l'huile pour transformateur.

3) Il convient de réaliser les malles d'expédition de façon à maintenir fermement les seringues en place durant le transport, tout en permettant au piston de se déplacer librement.

3.2.2 Mode de prélèvement

Le dispositif est raccordé comme indiqué à la figure 1. Il convient que les raccords soient aussi courts que possible et soient remplis d'huile au début du prélèvement.

La vanne d'échantillonnage ⑤ est ouverte. Si l'échantillonnage à partir du relais de protection d'un transformateur à conservateur se fait en surpression, mettre alors avec précaution le robinet à trois voies ④ en position A et laisser couler l'huile du tuyau de raccordement ③ dans le bac de vidange ⑦. Quand les gaz atteignent le robinet à trois voies ④, tourner ce dernier en position B pour mettre la seringue pré lubrifiée ① en communication avec ③. Ouvrir alors le robinet ② et, sous l'effet de la pression statique, remplir la seringue en veillant que son piston ne soit pas chassé. Quand on a prélevé un volume suffisant, fermer le robinet ② et la vanne de prélèvement ⑤ puis démonter le dispositif.

Chasser toute l'huile de la seringue en retournant la seringue et en repoussant lentement le piston.

Etiqueter avec soin l'échantillon (voir article 5).

3.3 Echantillonnage des gaz libres par déplacement d'huile

Cette méthode n'est possible que si, et seulement si, les gaz à prélever sont à pression égale ou supérieure à la pression atmosphérique. La figure 2 représente l'équipement nécessaire.

L'ampoule de prélèvement ②⑧, normalement de volume 100 ml, est de préférence en verre, afin de permettre à l'opérateur de voir la quantité d'huile qui reste durant le prélèvement des gaz. L'ampoule de prélèvement est remplie avec l'huile du transformateur sur site. Le tuyau de raccordement ③, décrit ci-après, sera également rempli avec de l'huile de l'appareil, avant son emploi.

2) Gas-tight syringes of suitable volume ① (25 ml to 250 ml). Medical or veterinary quality glass syringes with ground-in plungers may be suitable; alternatively, syringes with oil-proof seals may be used. The syringe should be fitted with a cock enabling it to be sealed. It is often convenient to use the same syringes for both gas sampling and for oil sampling (see item 2 of 4.2.1). The gas tightness of a syringe may be tested by storing an oil sample containing a measurable quantity of hydrogen for at least two weeks and analysing aliquots for hydrogen at the beginning and end of the period. An acceptable syringe will permit losses of hydrogen of less than 2,5 % per week. General experience suggests that all-glass syringes leak less than those using plastic seals. Improvement of the gas tightness may be obtained by the use of a lubricant such as a light grease or transformer oil.

3) Transport containers which should be designed to hold the syringe firmly in place during transport but allow the syringe plunger freedom to move.

3.2.2 Sampling procedure

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

Sampling valve ⑤ is opened. If sampling from a gas-collecting relay on a transformer fitted with a conservator, a positive pressure will exist; the three-way cock ④ is carefully turned to position A and the oil in the connecting tubing ③ allowed to flow to waste ⑦. When gas reaches the three-way cock ④, the latter is turned to position B to connect the prelubricated syringe ①. 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 and sampling valve ⑤ are closed and the apparatus is disconnected.

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

Label carefully the sample (see clause 5).

3.3 Sampling of free gases by displacement of oil

This method is reliable only where the gas sample is at or above atmospheric pressure. The apparatus is shown in figure 2.

The sampling tube ②⑧, typically of 100 ml capacity, is preferably of glass since the operator can then see how much oil remains in it during gas sampling. The sampling tube is filled with oil from the transformer on site. Before being used as described below, the connecting tube ③ should also be filled with oil.

Adapter l'extrémité libre du tuyau de raccordement ③ à la vanne de prélèvement ⑤. Ouvrir cette vanne et le robinet d'entrée de l'ampoule. Incliner l'ampoule de telle sorte que son extrémité fermée soit le plus bas possible. Ouvrir alors le robinet de sortie de l'ampoule de prélèvement afin de permettre l'écoulement de l'huile dans le bac de vidange ⑦, provoquant l'entraînement en premier lieu de toute l'huile des tubulures de raccordement entre le relais et la vanne de prélèvement, puis des gaz du relais dans l'ampoule de prélèvement.

Le prélèvement est terminé quand le relais de protection est à nouveau complètement rempli d'huile ou quand presque toute l'huile de l'ampoule de prélèvement s'est écoulée.

Fermer les deux robinets ② de l'ampoule de prélèvement et la vanne de prélèvement ⑤, enlever ensuite les tuyaux de raccordement.

3.4 Echantillonnage sous vide des gaz libres

Raccorder le dispositif de prélèvement selon la figure 3. Mettre en route la pompe à vide ⑫ pour évacuer tous les tuyaux de raccordement, le piège et l'ampoule de prélèvement, les robinets ①, ② et ⑩ étant ouverts, le robinet à trois voies ④ étant dans la position A et la vanne de prélèvement du matériel ⑤ étant fermée.

Le vide obtenu sera considéré comme satisfaisant s'il est inférieur à 100 Pa. Il convient de contrôler les fuites du dispositif de prélèvement en fermant le robinet d'aspiration ⑩ de la pompe et en observant qu'il n'y a pas de variation appréciable du vide obtenu. Pour une durée supérieure ou au moins égale à celle qui sera nécessaire au prélèvement, la pression ne devrait pas augmenter de plus de 100 Pa. De manière analogue, il convient que le robinet ① de l'ampoule de prélèvement soit étanche au vide durant plusieurs semaines.

Si le tuyau de raccordement entre la vanne de prélèvement ⑤ et le relais de protection est rempli d'huile, mettre le robinet à trois voies ④ en position B. Ouvrir la vanne de prélèvement ⑤ avec soin afin de laisser s'écouler l'huile dans le piège ⑨. Quand la fin de l'écoulement de l'huile arrive au niveau du robinet à trois voies ④, placer celui-ci en position D, pour le vidanger. Remettre alors le robinet ④ en position C. Le prélèvement terminé, fermer le robinet ① en premier, puis la vanne de prélèvement ⑤ du matériel et enlever le dispositif de prélèvement.

Dans le cas où le tuyau de raccordement entre le matériel et la vanne de prélèvement serait vide d'huile, ne pas appliquer le mode opératoire de vidange de l'huile et placer le robinet à trois voies ④ dans la position C, après avoir évacué le dispositif de prélèvement et avoir vérifié qu'il est étanche au vide.

4 Echantillonnage de l'huile dans les matériels immergés

4.1 Remarques générales

Avertissement: Au cours d'un prélèvement d'huile, prendre toutes les précautions pour faire face à tout écoulement brutal d'huile.

The open end of the connecting tube ③ is fitted on to the gas sampling valve ⑤. The sampling valve and inlet cock of the sampling tube are opened. The sampling tube is inclined so that its closed end is the lowest point. The outlet cock on the sampling tube is then opened, allowing oil to run out to waste ⑦, drawing first any oil from the connection between relay and sampling valve, and the gas from the relay, into the sampling tube.

Sampling is complete when the gas collecting relay is completely filled with oil or when nearly all oil has gone from the sampling tube.

Both cocks ② on the sampling tube and the sampling valve ⑤ are closed and then the connections removed.

3.4 Sampling of free gases by vacuum

The apparatus is connected as shown in figure 3. With the equipment sampling valve ⑤ closed, cocks ①, ② and ⑩ open and the three-way cock ④ turned to position A, the vacuum pump ⑫ is allowed to evacuate the connecting tubing, the trap and the sampling vessel.

A satisfactory vacuum will be below 100 Pa. The system should be checked for leaks by closing the pump suction cock ⑩ and observing that no appreciable change in vacuum occurs. Over a time equal to that which will be taken for sampling, the pressure should not increase by more than 100 Pa. Similarly, the stopcock ① on the sampling tube should be vacuum tight to the same degree over several weeks.

If the connecting tubing between the equipment sampling valve ⑤ and the gas-collecting relay is filled with oil, the three-way cock ④ is turned to position (B). The equipment sampling valve ⑤ is carefully opened and oil allowed to flow into the trap ⑨. When the end of the oil stream is observed to reach the three-way cock ④, it is turned to position D to evacuate the oil from it. Thereafter the cock ④ is turned to position C. When sampling is complete, cock ① is closed first, then the equipment sampling valve ⑤ closed and the apparatus disconnected.

If the connecting tubing between the equipment and the sampling valve is empty of oil, the procedure for draining oil is omitted and the three-way cock ④ used in position C after evacuating and testing that the apparatus is leak tight.

4 Sampling of oil from oil-filled equipment

4.1 General remarks

Warning: When sampling oil precautions should be taken to deal with any sudden release of oil.

La méthode de prélèvement en seringue est, parmi les trois méthodes décrites ci-après, la méthode d'échantillonnage de l'huile la plus adéquate et la plus appropriée quel que soit le mode d'expédition des échantillons.

Le prélèvement en ampoules de verre convient également, à condition qu'elles soient pourvues d'une longueur suffisante de tuyau en caoutchouc se comportant alors comme un système d'expansion.

Des tubes de prélèvement en acier inoxydable, munis de robinets, sont extrêmement robustes et ne sont pas affectés par de grandes variations de températures; ils peuvent être utilisés sans système de dilatation.

Les prélèvements en bouteilles de verre sont aussi satisfaisants, à la condition que les bouteilles soient équipées d'un bouchon convenable, permettant la dilatation de l'huile. L'échantillonnage en bouteilles est simple et n'exige pas d'habileté particulière; il convient dans de nombreux cas, tels que les prélèvements de routine sur site à grande échelle. L'emploi de bouteilles (0,5 à 2,5 litres) peut être préféré dans le cas où des échantillons relativement importants sont nécessaires. Lorsque la méthode de prélèvement en bouteille est utilisée, il convient de prendre soin de réduire le contact entre l'échantillon et l'air.

Toutes les méthodes décrites conviennent pour des matériels contenant un grand volume d'huile, comme les transformateurs de puissance. Pour des matériels à faible volume d'huile, il est essentiel de s'assurer que le volume total de l'huile prélevée ne mette pas en danger le fonctionnement du matériel.

Il convient de choisir avec soin les zones de prélèvements et que normalement l'échantillon soit prélevé en un point représentatif de la totalité de l'huile de l'appareil. Cependant, il sera parfois nécessaire de prélever délibérément des échantillons là où il n'est pas évident qu'ils soient représentatifs (par exemple quand on essaie de localiser un défaut).

Il convient de prélever les échantillons lorsque le matériel est en fonctionnement normal; cela est important pour déterminer la vitesse de formation des gaz.

Il est possible qu'une partie de l'oxygène dissous dans l'huile du prélèvement soit consommée par oxydation. Cette réaction peut être retardée si l'échantillon est placé à l'abri de la lumière, par exemple en enveloppant le récipient de prélèvement en verre transparent avec un matériau opaque mais, dans tous les cas, il est souhaitable que l'analyse soit faite aussi tôt que possible après le prélèvement.

4.2 Echantillonnage de l'huile en seringue

4.2.1 Matériel de prélèvement

- 1) Tuyau en caoutchouc ou en plastique, imperméable aux gaz et résistant à l'huile, pour raccorder la seringue à l'appareil. Il convient qu'il soit aussi court que possible et qu'un robinet à trois voies soit fixé au tuyau.

Le raccordement entre le tuyau et le matériel dépendra de sa conception. En l'absence de vanne de prélèvement permettant d'adapter directement le tuyau, il est possible d'utiliser une bride ou un bouchon percé en caoutchouc, résistant à l'huile, monté sur la tubulure de vidange ou de remplissage.

- 2) Seringues étanches au gaz, graduées, de volume convenable pour des prélèvements de 20 ml à 250 ml, munies d'un robinet ou d'un embout de fermeture hermétique. Voir le point 2 de 3.2.1 pour contrôler l'étanchéité de la seringue au gaz.

Of the three methods described below, the method of sampling by syringe is the most adequate method of oil sampling and is suitable irrespective of the mode of transport of samples.

Sampling into glass sampling tubes is also suitable provided they are fitted with sufficient lengths of rubber tubings acting as expansion devices.

Stainless steel sampling tubes fitted with valves are very robust and are not affected by large temperature changes and can be used without expansion devices.

Sampling in glass bottles is also adequate provided the bottles are fitted with a suitable cap which allows oil expansion. Sampling into bottles is simple, requires little skill, and is adequate for many purposes such as routine sampling on a large scale from equipment on site. The use of bottles (0,5 litre to 2,5 litre capacity) may be preferred where comparatively large samples of oil are required. When using the glass bottle sampling method, care should be taken to minimize air contact with the sample.

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 bulk of the oil in the equipment. It will sometimes be necessary, however, to draw samples deliberately 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 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 a clear glass sampling vessel in an opaque material) but, in any case, the analysis should be carried out as soon as possible after sampling.

4.2 Sampling of oil by syringe

4.2.1 Sampling equipment

1) Impermeable oil-proof plastic or rubber tubing to connect the equipment to the syringe. This should be as short as possible. A three-way cock should be inserted in the tubing.

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

2) Graduated gas-tight syringes of size suitable for containing an adequate oil sample volume (20 ml to 250 ml) fitted with a cock or an obturator so that it may be sealed. See item 2) of 3.2.1 for checking the gas-tightness of the syringe.

Le volume de l'échantillon nécessaire dépend de la concentration possible des gaz dans l'échantillon, des techniques analytiques employées et de la sensibilité exigée.

3) Il convient de réaliser des malles d'expédition de façon à maintenir fermement les seringues au cours du transport, tout en permettant au piston de se déplacer librement.

4.2.2 Mode de prélèvement (voir figure 4)

- 1) Enlever la bride ou le couvercle de la vanne de prélèvement (11), nettoyer l'orifice de sortie avec un chiffon non pelucheux pour éliminer les saletés visibles. Relier le dispositif de prélèvement et ensuite raccorder comme indiqué à la figure 4a), ouvrir la vanne de prélèvement principale (5).
- 2) Placer le robinet à trois voies (4) (en position A) de façon à permettre d'écouler 1 à 2 litres d'huile dans le bac de vidange (7) (voir note).
- 3) Tourner ensuite le robinet à trois voies (4) (en position B) de façon à remplir lentement la seringue (figure 4b)). Il est recommandé de ne pas essayer de tirer le piston, mais de le laisser reculer sous l'effet de la pression d'huile.
- 4) Mettre le robinet à trois voies (4) (en position C) de façon à refouler l'huile de la seringue (7) en repoussant à fond le piston pour vider toute la seringue. Pour être sûr que soit expulsé tout l'air de la seringue, il convient qu'elle soit approximativement verticale, embout vers le haut, comme le montre la figure 4c). Vérifier que les surfaces internes de la seringue et du piston sont complètement huilées.
- 5) Répéter les opérations décrites aux points 3) et 4) de ce paragraphe, jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de bulles (figure 4d)). Tourner alors le robinet à trois voies (4) en position B et remplir la seringue d'huile.
- 6) Fermer alors le robinet (2) de la seringue puis celui de la vanne d'échantillonnage (5).
- 7) Mettre le robinet à trois voies (4) en position C et enlever la seringue (figure 4e)).

Etiqueter avec soin l'échantillon (voir article 5).

NOTE - Dans le cas d'un matériel à faible volume d'huile, le mode de prélèvement décrit au point 2 de ce paragraphe n'est pas applicable, il est conseillé de se référer aux instructions du fabricant.

4.3 Echantillonnage de l'huile en ampoule de prélèvement

4.3.1 Matériel de prélèvement

- 1) Tuyau en caoutchouc ou en plastique, imperméable aux gaz et résistant à l'huile, pour raccorder l'ampoule de prélèvement à l'appareil. Il convient qu'il soit aussi court que possible.

Le raccordement entre le tuyau et l'appareil dépendra de l'appareil. En l'absence de vanne de prélèvement permettant d'adapter directement le tuyau, il est possible d'utiliser une bride ou un bouchon percé en caoutchouc, résistant à l'huile, monté sur la tubulaire de vidange ou de remplissage.

- 2) Ampoule de prélèvement en verre ou métallique, de volume compris généralement entre 250 ml et 1 litre. Elle peut être fermée, soit par des robinets ou des pinces de Mohr montées sur des tuyaux résistant à l'huile et étanches aux gaz, soit par des vannes.

The size of sample required depends on the likely concentration of gas in the sample, the analytical techniques and the sensitivity required.

3) Transport containers which should be designed to hold the syringe firmly in place during transport but allow the syringe plunger freedom to move.

4.2.2 Sampling procedure (see figure 4)

1) The blank flange or cover ⑪, 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 4 a), and the equipment sampling valve ⑤ opened.

2) The three-way cock ④ is adjusted (position A) to allow 1 litre to 2 litres of oil to flow to waste ⑦ (see note).

3) The three-way cock ④ is then turned (position B) to allow oil to enter the syringe slowly (figure 4b)). The plunger should not be withdrawn but allowed to move back under the pressure of the oil.

4) The three-way cock ④ is then turned (position C) to allow the oil in the syringe to flow to waste ⑦ and the plunger pushed to empty the syringe. To ensure that all air is expelled from the syringe it should be approximately vertical, nozzle upwards, as shown in figure 4c). Confirm that the inner surfaces of the syringe and plunger are completely oiled.

5) The procedure described in steps 3) and 4) of this subclause is then repeated until no gas bubble is present. Then the three-way stopcock ④ is turned to position B and the syringe filled with oil (figure 4d)).

6) The cock ② on the syringe and the sampling valve ⑤ are then closed.

7) The three-way stopcock ④ is turned to position C and the syringe disconnected (figure 4e)).

Label carefully the sample (see clause 5).

NOTE - In the case of small oil volume equipment, the procedure described in step 2 of this subclause is not applicable. Reference should be made to the instructions of the equipment manufacturer.

4.3 Sampling of oil by sampling tube

4.3.1 Sampling equipment

1) Impermeable oil-proof plastic or rubber tubing to connect the equipment to the sampling tube. This should be as short as possible.

The connection between the tubing and the equipment will depend upon the equipment. If a sampling valve suitable for fitting to a tubing 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.

2) Glass or metal sampling tube, typically of volume 250 ml to 1 litre. It may be closed either by cocks or pinch cocks on impermeable oil-resistant tubing or by valves.

L'ampoule de prélèvement et son système de fermeture sont considérés comme satisfaisants si les pertes d'hydrogène de l'échantillon contenu sont inférieures à 2,5 % par semaine.

Le volume d'échantillon nécessaire dépend de la concentration probable des gaz dans l'échantillon, de la technique d'analyse utilisée et de la sensibilité exigée.

3) Il convient de réaliser desallettes d'expédition pour maintenir fermement les ampoules au cours du transport.

4.3.2 Mode de prélèvement (voir figure 5)

- 1) Enlever la bride ou le couvercle (11) de la vanne d'échantillonnage, nettoyer la sortie avec un chiffon non pelucheux pour enlever les saletés visibles. Relier alors le dispositif comme indiqué à la figure 5.
- 2) Ouvrir avec précaution les robinets (2) de l'ampoule de prélèvement (28) et la vanne d'échantillonnage (5) du matériel, de façon que l'huile s'écoule à travers l'ampoule dans le bac de vidange (7).
- 3) Faire couler 1 litre à 2 litres environ d'huile dans le bac (7) avant le remplissage complet de l'ampoule (28) (voir note 2).
- 4) Arrêter ensuite l'écoulement de l'huile en fermant premièrement le robinet aval (2) de l'ampoule, puis le robinet amont (2) et enfin la vanne (5).
- 5) Enlever l'ampoule (28) et étiqueter avec soin (voir article 5).

NOTES

- 1 Si on utilise une ampoule de prélèvement en verre munie de robinets, il est préférable d'écouler 1 ml à 2 ml d'huile avant de la ramener au laboratoire pour éviter le bris de l'ampoule dans l'éventualité où elle serait soumise à une élévation de la température ambiante. Le noter sur l'étiquette.
- 2 Dans le cas de matériels de faible volume d'huile, le mode de prélèvement décrit au point 3 de ce paragraphe n'est pas applicable. Il est conseillé de se référer aux instructions du fabricant.

4.4 Prélèvement de l'huile en bouteille

4.4.1 Matériel de prélèvement

- 1) Tuyau en caoutchouc ou en plastique, imperméable aux gaz, résistant à l'huile, pour raccorder la bouteille à l'appareil. Il convient qu'il soit aussi court que possible.

Le raccordement entre le tuyau et le matériel dépendra de l'appareil. En l'absence de vanne d'échantillonnage permettant d'adapter directement le tuyau, il est possible d'utiliser une bride ou un bouchon percé en caoutchouc, résistant à l'huile, monté sur la tubulure de vidange ou de remplissage.

- 2) Bouteilles en métal ou en verre devant être étanches et de volume généralement compris entre 0,5 et 2,5 litres. Par exemple, des bouteilles possédant des bouchons à vis en plastique avec joint d'étanchéité conique en polyéthylène (voir figure 6b)) conviennent bien. Bouteilles et système de fermeture sont considérés comme acceptables si les pertes d'hydrogène tolérées sont inférieures à 2,5 % par semaine.

- 3) Mallettes d'expédition conçues afin de protéger la bouteille pendant son envoi.

4.4.2 Mode de prélèvement (voir figure 6a))

- 1) Enlever la bride ou le couvercle (11) de la vanne d'échantillonnage du matériel et nettoyer l'orifice de sortie avec un chiffon non pelucheux pour éliminer les saletés visibles.

A sampling tube and its seal design is acceptable if the loss of hydrogen of the sample contained is less than 2,5 % each week.

The size of sample required depends on the likely concentration of gas in the sample, the analytical technique and the sensitivity required.

3) Transport containers, which should be designed to hold the sampling tubes firmly in place during transport.

4.3.2 Sampling procedure (see figure 5)

1) The blank flange or cover (11) of the sampling valve is removed and the outlet cleaned with a lint-free cloth to remove all visible dirt. The device is then connected as shown in figure 5.

2) The cocks (2) on the sampling tube (28) are opened and the equipment sampling valve (5) is carefully opened so that oil flows through the sampling tube to waste (7).

3) After the sampling tube (28) has been completely filled with oil, about 1 litre to 2 litres are allowed to flow to waste (7) (see note 2).

4) The oil flow is then closed by shutting off firstly the outer cock (2), then the inner one (2) and finally the sampling valve (5).

5) The sampling tube (28) is then disconnected and the sample carefully labelled (see clause 5).

NOTES

1 If a glass sampling tube with integral glass cocks is used, it is preferable to drain 1 ml or 2 ml of oil from it prior to transporting it back to the laboratory in order to avoid breaking the tube in the event of it being exposed to a rise in ambient temperature. Record that this has been done on the label.

2 In the case of small oil-volume equipment, the procedure described in step 3 of this subclause is not applicable. Reference should be made to the instructions of the equipment manufacturer.

4.4 Sampling of oil by bottle

4.4.1 Sampling equipment

1) Impermeable oil-proof plastic or rubber tubing to connect the equipment to the bottle. This should be as short as possible.

The connection between the tubing and the equipment will depend upon the equipment. If a sampling valve suitable for fitting to a tubing 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.

2) Glass or metal bottles capable of being sealed gas-tight, typically of volume 0,5 litre to 2,5 litres. Suitable bottles have, for example, screwed plastic caps holding a conical polyethylene seal (see figure 6b)). A bottle and seal design is acceptable if it permits losses of hydrogen of less than 2,5 % each week.

3) Transport containers, designed to protect the bottle during transport.

4.4.2 Sampling procedure (see figure 6 a))

1) The blank flange or cover (11) of the equipment sampling valve is removed and the outlet cleaned with a lint-free cloth to remove all visible dirt.

- 2) Fixer à l'appareil le tuyau en caoutchouc ou en plastique résistant à l'huile ③.
- 3) Ouvrir avec prudence la vanne d'échantillonnage ⑤ et faire couler environ 1 litre à 2 litres d'huile par le tube ③ dans le bac de vidange ⑦, en vérifiant que toutes les bulles de gaz soient éliminées, avant de prélever l'échantillon d'huile (voir note 1 à la fin du paragraphe).
- 4) Placer l'extrémité du tube ③, l'huile s'écoulant toujours, dans le col de la bouteille de prélèvement et la remplir lentement.
- 5) Laisser déborder l'huile de la bouteille dans le bac ⑦, d'une quantité environ égale à son volume, puis enlever lentement le tube ③, tout en maintenant l'écoulement d'huile.
- 6) Fermer la vanne ⑤ et ôter le tube ③.
- 7) Retirer un peu d'huile de la bouteille afin de ramener le niveau à quelques mm du bord pour ménager un faible volume de dilatation. Visser fermement le bouchon et étiqueter l'échantillon (voir article 5).

NOTE - Dans le cas d'un matériel de faible volume d'huile, le mode opératoire décrit aux points 3 et 5 de ce paragraphe n'est pas applicable. Il est conseillé de se référer aux instructions du fabricant.

5 Identification des échantillons

Il est recommandé d'étiqueter convenablement les échantillons de gaz et d'huile avant leur envoi au laboratoire.

Les informations ci-après sont nécessaires:

- client ou usine;
- identification du matériel;
- volume d'huile du matériel;
- raison du prélèvement;
- date et heure du prélèvement;
- température de l'échantillon prélevé (dans le cas de l'huile seulement);
- point de prélèvement.

Les informations additionnelles ci-après sont souhaitables:

- marque de l'huile et type (si possible);
- charge de l'appareil au moment du prélèvement;
- autres données intéressantes: par exemple, affichage de l'indicateur de température des enroulements, type de changeur de prises (s'il y en a un) et son mode de communication avec la cuve de l'appareil, système de protection de l'huile (conservateur, matelas d'azote, etc.), fonctionnement des pompes et toutes variations des conditions de service ou toutes interventions de maintenance depuis le dernier prélèvement.

6 Préparation d'étalons de gaz dissous dans l'huile

Comme indiqué dans le domaine d'application, la méthode préférentielle pour garantir le fonctionnement du matériel d'extraction des gaz et d'analyses considéré comme un seul système repose sur l'analyse d'huiles contenant des concentrations connues de gaz (étalons de gaz dissous dans l'huile).

- 2) Connect the oil-proof plastic or rubber tubing ③ to the equipment.
- 3) The sampling valve ⑤ is carefully opened and about 1 l to 2 l of oil allowed to flow to waste ⑦ through the tubing ③ ensuring that all gas bubbles are eliminated before the oil sample is collected (see the note at the end of this sub-clause).
- 4) Place the end of the tubing ③, with the oil still flowing, at the bottom of the sampling bottle and allow the bottle to fill slowly.
- 5) Allow about one bottle volume to overflow to waste ⑦, then withdraw the tubing ③ slowly with the oil still flowing.
- 6) Close the sampling valve ⑤ and disconnect the tubing ③.
- 7) Tilt the bottle to allow the oil level to fall a few millimetres from the rim so as to leave a small expansion volume. Place the bottle cap securely in position and label the sample (see clause 5).

NOTE - In the case of small oil-volume equipment, the procedure described in steps 3 and 5 of this subclause is not applicable. Reference should be made to the instructions of the equipment manufacturer.

5 Labelling of samples

Oil and gas samples should be properly labelled before dispatch to the laboratory.

The following information is necessary:

- customer or plant;
- identification of equipment;
- volume of oil in equipment;
- reason for sampling;
- date and time of sampling;
- temperature of sample when drawn (in the case of oil only);
- point where sample is taken.

The following additional information is desirable:

- make of oil (if known);
- load at time of sampling;
- other pertinent data: e.g. reading of winding temperature indicator, type of tapchanger (if fitted) and mode of its communication with main tank, oil preservation system (conservator, nitrogen blanket, etc), operation of pumps, and any changes in operational conditions or any maintenance carried out since last sampling.

6 Preparation of gas-in-oil standards

As noted in clause 1, the preferred method of assuring the performance of the entire system for gas extraction and analysis is to analyse oils containing known concentrations of gases (gas-in-oil standards).

Deux méthodes de préparation de ces étalons de gaz dissous dans l'huile sont décrites ci-dessous, une méthode générale et une méthode simplifiée. L'intérêt de la première méthode est de donner des volumes d'huile très importants.

6.1 Première méthode (voir figure 7)

6.1.1 Matériel

- 1) Un dispositif approprié se compose (voir figures 7a), b), c)):
 - d'un agitateur magnétique (12);
 - d'un récipient d'huile de 5 litres (13) à trois sorties latérales, dont deux portant des robinets à vide poussé (1) et (2) et la troisième un septum en caoutchouc (16);
 - d'un récipient de 6 litres (14) muni d'un robinet à vide poussé (3) et relié à un ballon de sécurité (15) de 75 ml, monté sur un robinet à vide poussé (4);
 - d'un système de déplacement à mercure (17) se composant de deux ballons en verre, contenant 500 ml de mercure, reliés par un tuyau en caoutchouc flexible résistant à l'huile.
- 2) Le système d'introduction de gaz (figure 7, e) à g)) se compose:
 - d'un ensemble de seringues étanches aux gaz et de volumes convenables (18);
 - d'un robinet à trois voies en plastique de type normalisé (7), modifié pour réduire les volumes morts, en insérant des bouts de tube en acier inoxydable (environ 0,4 mm de diamètre intérieur et 1,5 mm de diamètre extérieur) dans les voies et relié à une aiguille (10) d'injection de gaz (environ 10 cm de longueur et 0,25 mm de diamètre extérieur) pour perforer le septum en caoutchouc du récipient à l'huile (16);
 - des bouteilles de gaz comprimés, munies d'un détendeur et d'une vanne (20);

NOTE - Il est possible d'utiliser des bouteilles de gaz comprimé contenant les gaz individuels à injecter, mais des mélanges de ces gaz prêts à l'emploi peuvent également être obtenus auprès des fournisseurs de gaz.

- d'une certaine longueur de tuyau flexible résistant à l'huile et reliant la bouteille de gaz comprimé au robinet à trois voies (7); le tuyau est muni d'une aiguille hypodermique (diamètre intérieur 0,3 mm environ et diamètre extérieur 0,6 mm) qui permet de provoquer une fuite vers un barboteur à eau (21) utilisé pour vérifier l'absence de refoulement.

NOTE - Remplacer la longueur de tuyau reliant la bouteille de gaz au robinet à trois voies après tout changement de gaz.

- 3) Le matériel d'échantillonnage de l'huile (figure 7, h) à k)) se compose:

- de seringues en verre (19) de volume convenable, munies de robinets plastiques à trois voies (8) et (9) et d'aiguilles hypodermiques (11) (environ 0,6 mm de diamètre intérieur, 1,0 mm de diamètre extérieur et 120 mm de longueur).

6.1.2 Mode opératoire

NOTE - Tous les chiffres entourés se réfèrent à la figure 7, a) à k). Les positions A à D des robinets à trois voies (7), (8) et (9) sont indiquées en figure 7 d).

6.1.2.1 Dégazage de l'huile (figure 7, a) à c))

- 1) Nettoyer soigneusement la verrerie avant montage.