

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60567

Troisième édition
Third edition
2005-06

**Matériels électriques immergés –
Echantillonnage de gaz et d'huile
pour analyse des gaz libres et dissous –
Lignes directrices**

**Oil-filled electrical equipment –
Sampling of gases and of oil for analysis
of free and dissolved gases – Guidance**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60567:2005

Numérotation des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000. Ainsi, la CEI 34-1 devient la CEI 60034-1.

Editions consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Informations supplémentaires sur les publications de la CEI

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 cette publication, y compris sa validité, sont disponibles dans le Catalogue des publications de la CEI (voir ci-dessous) en plus des nouvelles éditions, amendements et corrigenda. Des informations sur les sujets à l'étude et l'avancement des travaux entrepris par le comité d'études qui a élaboré cette publication, ainsi que la liste des publications parues, sont également disponibles par l'intermédiaire de:

- Site web de la CEI (www.iec.ch)
- Catalogue des publications de la CEI

Le catalogue en ligne sur le site web de la CEI (www.iec.ch/searchpub) vous permet de faire des recherches en utilisant de nombreux critères, comprenant des recherches textuelles, par comité d'études ou date de publication. Des informations en ligne sont également disponibles sur les nouvelles publications, les publications remplacées ou retirées, ainsi que sur les corrigenda.

- IEC Just Published

Ce résumé des dernières publications parues (www.iec.ch/online_news/justpub) est aussi disponible par courrier électronique. Veuillez prendre contact avec le Service client (voir ci-dessous) pour plus d'informations.

- Service clients

Si vous avez des questions au sujet de cette publication ou avez besoin de renseignements supplémentaires, prenez contact avec le Service clients:

Email: custserv@iec.ch
Tél: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

Publication numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series. For example, IEC 34-1 is now referred to as IEC 60034-1.

Consolidated editions

The IEC is now publishing consolidated versions of its publications. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Further information on IEC publications

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 this publication, including its validity, is available in the IEC Catalogue of publications (see below) in addition to new editions, amendments and corrigenda. Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is also available from the following:

- IEC Web Site (www.iec.ch)
- Catalogue of IEC publications

The on-line catalogue on the IEC web site (www.iec.ch/searchpub) enables you to search by a variety of criteria including text searches, technical committees and date of publication. On-line information is also available on recently issued publications, withdrawn and replaced publications, as well as corrigenda.

- IEC Just Published

This summary of recently issued publications (www.iec.ch/online_news/justpub) is also available by email. Please contact the Customer Service Centre (see below) for further information.

- Customer Service Centre

If you have any questions regarding this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre:

Email: custserv@iec.ch
Tel: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60567

Troisième édition
Third edition
2005-06

**Matériels électriques immergés –
Echantillonnage de gaz et d'huile
pour analyse des gaz libres et dissous –
Lignes directrices**

**Oil-filled electrical equipment –
Sampling of gases and of oil for analysis
of free and dissolved gases – Guidance**

© IEC 2005 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.

International Electrotechnical Commission, 3, rue de Varembé, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: www.iec.ch



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE **XB**

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	6
INTRODUCTION.....	10
1 Domaine d'application	14
2 Références normatives.....	14
3 Echantillonnage des gaz aux relais de protection (Buchholz).....	16
3.1 Remarques générales	16
3.2 Echantillonnage de gaz libres en seringue.....	16
3.3 Echantillonnage des gaz libres par déplacement d'huile	18
3.4 Echantillonnage sous vide des gaz libres	20
4 Echantillonnage de l'huile dans les matériels immergés dans l'huile.....	20
4.1 Remarques générales	20
4.2 Echantillonnage de l'huile en seringue	22
4.3 Echantillonnage de l'huile en ampoule de prélèvement.....	24
4.4 Echantillonnage de l'huile en bouteille.....	26
4.5 Elimination de l'huile usagée	28
5 Identification des échantillons.....	28
6 Préparation d'étalons de gaz dissous dans l'huile.....	30
6.1 Première méthode: préparation d'un grand volume d'étalon de gaz dissous dans l'huile.....	30
6.2 Deuxième méthode: préparation d'étalon de gaz dissous dans l'huile dans une seringue ou un flacon	34
7 Extraction des gaz de l'huile.....	36
7.1 Remarques générales	36
7.2 Dispositif d'extraction sous vide, par cycles successifs, utilisant une pompe de Toepler.....	38
7.3 Extraction sous vide par la méthode de dégazage partiel	42
7.4 Méthode d'extraction des gaz par entraînement	46
7.5 Méthode d'espace de tête	48
8 Analyse des gaz par chromatographie gaz-solide	68
8.1 Remarques générales	68
8.2 Description de modes opératoires satisfaisants à l'aide du Tableau 3	70
8.3 Appareillage	70
8.4 Préparation de l'appareil	74
8.5 Analyse	76
8.6 Etalonnage du chromatographe	76
8.7 Calculs	78
9 Contrôle de la qualité	78
9.1 Vérification du système d'analyse.....	78
9.2 Limites de détection et quantification.....	80
9.3 Répétabilité, reproductibilité et exactitude	82
10 Rapport des résultats	86

CONTENTS

FOREWORD.....	7
INTRODUCTION.....	11
1 Scope.....	15
2 Normative references	15
3 Sampling of gases from gas-collecting (Buchholz) relays.....	17
3.1 General remarks.....	17
3.2 Sampling of free gases by syringe.....	17
3.3 Sampling of free gases by displacement of oil	19
3.4 Sampling of free gases by vacuum	21
4 Sampling of oil from oil-filled equipment	21
4.1 General remarks.....	21
4.2 Sampling of oil by syringe	23
4.3 Sampling of oil by sampling tube	25
4.4 Sampling of oil by bottles	27
4.5 Disposal of waste oil	29
5 Labelling of samples.....	29
6 Preparation of gas-in-oil standards.....	31
6.1 First method: preparation of a large volume of gas-in-oil standard	31
6.2 Second method: preparation of gas-in-oil standards in a syringe or a vial.....	35
7 Extraction of gases from oil.....	37
7.1 General remarks.....	37
7.2 Multi-cycle vacuum extraction using Toepler pump apparatus	39
7.3 Vacuum extraction by partial degassing method	43
7.4 Stripping extraction method	47
7.5 Head-space method	49
8 Gas analysis by gas-solid chromatography.....	69
8.1 General remarks.....	69
8.2 Outline of suitable methods using Table 3	71
8.3 Apparatus.....	71
8.4 Preparation of apparatus	75
8.5 Analysis	77
8.6 Calibration of the chromatograph.....	77
8.7 Calculations	79
9 Quality control	79
9.1 Verification of the entire analytical system.....	79
9.2 Limits of detection and quantification.....	81
9.3 Repeatability, reproducibility and accuracy.....	83
10 Report of results.....	87

Annexe A (informative) Procédure pour vérifier l'intégrité des seringues avant le remplissage avec de l'huile (voir Figure 4)	120
Annexe B (informative) Calcul de la correction due à l'extraction incomplète par la méthode de dégazage partiel.....	122
Annexe C (informative) Versions sans mercure des méthodes d'extraction sous vide et méthode d'extraction par brassage	124
Annexe D (informative) Préparation d'étalons saturés en air	126

Withdrawn

Annex A (informative) Procedure for testing the integrity of the syringes before filling with oil (see Figure 4)	121
Annex B (informative) Correction for incomplete gas extraction in partial degassing method by calculation	123
Annex C (informative) Mercury-free and shake test versions of the standard extraction methods	125
Annex D (informative) Preparation of air-saturated standards	127

Withdrawn

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**MATÉRIELS ÉLECTRIQUES IMMERGÉS –
ÉCHANTILLONNAGE DE GAZ ET D'HUILE POUR ANALYSE
DES GAZ LIBRES ET DISSOUS – LIGNES DIRECTRICES**

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60567 a été établie par le Comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition parue en 1992. Cette édition constitue une révision technique.

Les modifications principales par rapport à l'édition précédente sont les suivantes.

Depuis la parution de la deuxième édition de cette norme, un certain nombre de nouvelles méthodes d'extraction de gaz ont été mises au point et sont disponibles dans le commerce, telles que les versions sans mercure des méthodes normalisées de Toepler et de dégazage partiel, auxquelles il est fait référence à l'Annexe C de la présente édition. La méthode d'espace de tête, basée sur un nouveau concept pour l'extraction des gaz de l'huile, est introduite comme méthode à part entière dans la présente troisième édition, et il est également fait référence à une version simplifiée de cette méthode à l'Annexe C (méthode d'extraction par brassage). Des techniques de chromatographie plus sensibles ont également été mises au point depuis la dernière édition et sont présentées dans la présente troisième édition.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**OIL-FILLED ELECTRICAL EQUIPMENT –
SAMPLING OF GASES AND OF OIL FOR ANALYSIS
OF FREE AND DISSOLVED GASES – GUIDANCE**

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with an IEC Publication.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60567 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

This third edition cancels and replaces the second edition published in 1992. This edition constitutes a technical revision.

The main changes with respect to the previous edition are listed below.

Since the publication of the second edition of this standard, a number of new gas extraction methods have been developed and are commercially available, such as mercury-free versions of the standard Toepler and partial degassing methods, which are referenced to in Annex C of the present edition. The head space method, based on a new concept for the extraction of gases from oil is introduced as a full method in this third edition, and reference is made to a simplified version of it also in Annex C (shake test method). More sensitive chromatographic techniques have also been developed since the last edition, and are presented in this third edition.

Le texte de la présente norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/621/FDIS	10/630/RVD

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

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de maintenance indiquée sur le site web de la CEI sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite;
- supprimée;
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

Withdrawn

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

FDIS	Report on voting
10/621/FDIS	10/630/RVD

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

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the maintenance result date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed;
- withdrawn;
- replaced by a revised edition, or
- amended.

Withdrawn

INTRODUCTION

Les processus naturels de vieillissement dans les matériels électriques immergés dans l'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 dissoudront normalement dans l'huile et, par la suite, avec une faible proportion, qui éventuellement diffuseront 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 (Buchholz), 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 60599.

A tous les stades de la vie des matériels immergés dans l'huile, 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 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 dans l'huile.

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

NOTE Les méthodes décrites dans cette norme 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.

Précautions générales, protection de la santé, de la sécurité et de l'environnement

La présente Norme internationale ne vise pas à répondre à tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. L'utilisateur de la présente norme a la responsabilité de mettre en place les pratiques d'hygiène et de sécurité adéquates, et de vérifier avant utilisation si des contraintes réglementaires s'appliquent.

Il convient que les huiles minérales isolantes dont traite la présente norme soient manipulées en respectant l'hygiène personnelle. Le contact direct avec les yeux peut provoquer une irritation. En cas de contact oculaire, il convient d'effectuer un lavage avec une grande quantité d'eau courante propre et de consulter un médecin. Certains des essais spécifiés dans la présente norme impliquent des opérations pouvant conduire à une situation dangereuse. Les recommandations des normes correspondantes seront prises en compte.

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 60599.

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 standard 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 standard 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.

General caution, health, safety and environmental protection

This International Standard does not purport to address all the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of the standard to establish appropriate health and safety practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

The mineral insulating oils which are the subject of this standard should be handled with due regard to personal hygiene. Direct contact with the eyes may cause irritation. In the case of eye contact, irrigation with copious quantities of clean running water should be carried out and medical advice sought. Some of the tests specified in this standard involve the use of processes that could lead to a hazardous situation. Attention is drawn to the relevant standard for guidance.

Le mercure présente un risque pour l'environnement et pour la santé. Il convient que tout déversement soit immédiatement nettoyé et éliminé de façon appropriée. Consulter les règlements locaux concernant l'utilisation et la manipulation du mercure. Des méthodes n'utilisant pas de mercure peuvent être exigées dans certains pays.

Environnement

La présente norme est applicable aux huiles minérales, aux produits chimiques et aux récipients d'échantillons usagés.

L'attention est attirée sur le fait que, au moment de la rédaction de la présente norme, de nombreuses huiles minérales en service sont connues pour être contaminées dans une certaine mesure par des polychlorobiphényles. Quand le cas se présente, il faut prendre des contre-mesures de sécurité afin d'éviter les risques pour les travailleurs, le public, et l'environnement au cours de la durée de vie de l'appareil, en contrôlant rigoureusement les débordements et les émissions. Il faut que l'élimination ou la décontamination de ces huiles se fasse rigoureusement, selon les réglementations locales. Il convient de prendre toutes les précautions afin d'empêcher un déversement d'huile minérale dans l'environnement.

Withdrawn

Mercury presents an environmental and health hazard. Any spillage should immediately be removed and be properly disposed of. Consult local regulations for mercury use and handling. Mercury-free methods may be requested in some countries.

Environment

This standard is applicable to mineral oils, chemicals and used sample containers.

Attention is drawn to the fact that, at the time of writing of this standard, many mineral oils in service are known to be contaminated to some degree by PCBs. As this is the case, safety countermeasures must be taken to avoid risks to workers, the public and the environment during the life of the equipment, by strictly controlling spills and emissions. Disposal or decontamination of these oils must be carried out strictly according to local regulations. Every precaution should be taken to prevent release of mineral oil into the environment.

Withdrawn

MATÉRIELS ÉLECTRIQUES IMMERGÉS – ÉCHANTILLONNAGE DE GAZ ET D'HUILE POUR ANALYSE DES GAZ LIBRES ET DISSOUS – LIGNES DIRECTRICES

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale traite des techniques d'échantillonnage de gaz libres apparus aux relais de protection et d'échantillonnage d'huile dans les matériels immergés dans l'huile, 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. Trois méthodes de base sont décrites, l'une utilisant l'extraction sous vide (Toepler et dégazage partiel), une autre par déplacement des gaz dissous par barbotage du gaz vecteur dans l'échantillon d'huile (entraînement), et la dernière par partition des gaz entre l'échantillon d'huile et un faible volume du gaz vecteur (espace de tête). 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 d'analyse, matériels considérés dans leur totalité, consiste à extraire les gaz d'échantillons d'huile préparés au laboratoire et contenant des concentrations en gaz connues («étalons de gaz dissous dans l'huile») qui seront analysés quantitativement. Deux méthodes sont décrites pour l'obtention d'étalons de gaz dissous dans l'huile.

Lors de vérifications quotidiennes de l'étalonnage du chromatographe, il est commode d'utiliser un mélange de gaz étalons renfermant des teneurs en gaz connues et appropriées de chacun des composants gazeux devant être dans un rapport similaire aux gaz extraits des huiles des transformateurs.

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 documents référencés ci-après sont indispensables pour l'application de ce document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, c'est l'édition la plus récente du document référencé (y compris tous ses amendements) qui s'applique.

CEI 60296, *Fluides pour applications électrotechniques – Huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillages de connexion*

CEI 60599, *Matériels électriques imprégnés d'huile minérale en service – Guide pour l'interprétation de l'analyse des gaz dissous et des gaz libres*

OIL-FILLED ELECTRICAL EQUIPMENT – SAMPLING OF GASES AND OF OIL FOR ANALYSIS OF FREE AND DISSOLVED GASES – GUIDANCE

1 Scope

This International Standard 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. Three basic methods are described, one using extraction by vacuum (Toepler and partial degassing), another by displacement of the dissolved gases by bubbling the carrier gas through the oil sample (stripping), and the last one by partition of gases between the oil sample and a small volume of the carrier gas (head space). 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 components to be in a similar ratio to the common ratios of the gases extracted from transformer oils.

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 un-pressurized air freight and where considerable differences in ambient temperature may exist between the plant and the examining laboratory.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

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

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

ISO/CEI 17025, *Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

ISO 5725 (toutes les parties), *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure*

3 Echantillonnage des gaz aux relais de protection (Buchholz)

3.1 Remarques générales

Il est important de garder à l'esprit que le fait de recevoir un échantillon qualitatif et représentatif est crucial pour obtenir un diagnostic fiable du matériel électrique. Même les méthodes d'extraction ou de diagnostic les plus sophistiquées ne peuvent pas être efficaces quand il y a des échantillons défectueux.

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. Il convient que les liaisons provisoires soient 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 recommandée. Les deux autres méthodes sont des alternatives à utiliser seulement en cas de problème sérieux.

L'échantillonnage en ampoule de prélèvement par déplacement de liquide, en utilisant de l'huile pour transformateurs comme liquide de transfert, est simple, mais il faut tenir compte des différences de solubilité des composants 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 contaminer 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.

- a) 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. Afin d'éviter la contamination croisée, il convient que le tuyau ne soit utilisé qu'une fois.

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

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

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

3.1 General remarks

It is important to bear in mind that receiving a qualitative and a representative sample is crucial for obtaining a reliable diagnosis of the electrical equipment. Even the most sophisticated extraction or diagnosis methods cannot overcome faulty samples.

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 re-absorption 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 (for example, 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 recommended. The other two methods are alternatives to be used exclusively in case of serious hindrance.

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 (for example, some sealed transformers).

3.2 Sampling of free gases by syringe

3.2.1 Sampling equipment

See Figure 1.

- a) Impermeable oil-resistant plastic or rubber tubing (3) provided with a connector to fit onto a suitable sampling connection of the gas-collecting relay. To avoid cross-contamination, the tubing should be used only once.

- b) Seringues étanches aux gaz, de volume convenable (1) (25 ml à 250 ml). Des seringues en verre, du type médical ou vétérinaire, avec des pistons en verre dépoli, 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 b) de 4.2.1). L'étanchéité au gaz 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 transformateurs.

Une bonne pratique consiste à soumettre aux essais l'intégrité des seringues et du système de robinet avant l'échantillonnage. Une procédure recommandée apparaît en Annexe A.

- c) Il convient de réaliser des malles d'expédition de façon à maintenir fermement les seringues durant le transport, tout en permettant au piston de se déplacer librement, et en empêchant que son extrémité ne soit en contact avec la malles, quelle que soit sa position au cours du transport.

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 le tuyau de raccordement (3). Ouvrir alors le robinet (2) et, sous l'effet de la pression hydrostatique, 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 d'échantillonnage (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 d'huile provenant du transformateur sur site. Il convient que le tuyau de raccordement (3), décrit ci-après, soit également rempli d'huile, avant son emploi.

Adapter l'extrémité libre du tuyau de raccordement (3) à la vanne à gaz d'échantillonnage (5). Ouvrir cette vanne et le robinet d'entrée de l'ampoule de prélèvement. Incliner l'ampoule de prélèvement, 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 d'échantillonnage, puis des gaz du relais dans l'ampoule de prélèvement.

- b) 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 b) 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.

It is a good practice to test the integrity of syringes and stopcock system before the sampling. A recommended procedure appears in Annex A.

- c) Transport containers which should be designed to hold the syringe firmly in place during transport but allow the syringe plunger freedom to move, and prevent its tip from contacting the container whatever its position during transportation.

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 pre-lubricated 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.

The open end of the connecting tube (3) is fitted onto 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.

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 d'échantillonnage (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 d'échantillonnage du matériel 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, il convient que la pression n'augmente pas 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 d'échantillonnage du matériel (5) et le relais de protection est rempli d'huile, mettre le robinet à trois voies (4) en position (B). Ouvrir la vanne d'échantillonnage du matériel (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 d'échantillonnage du matériel (5) et enlever le dispositif de prélèvement.

Dans le cas où le tuyau de raccordement entre le matériel et la vanne d'échantillonnage 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 dans l'huile

4.1 Remarques générales

Il est important de garder à l'esprit que le fait de recevoir un échantillon qualitatif et représentatif est crucial pour obtenir un diagnostic fiable du matériel électrique. Même les méthodes d'extraction ou de diagnostic les plus sophistiquées ne peuvent pas être efficaces quand il y a des échantillons défectueux.

Avertissement: Au cours d'un prélèvement d'huile, il convient de prendre toutes les précautions pour faire face à tout écoulement brutal d'huile et éviter un déversement accidentel d'huile.

La méthode de prélèvement en seringue est, parmi les trois méthodes décrites ci-après, la méthode recommandée d'échantillonnage de l'huile. Les deux autres méthodes sont des variantes à utiliser seulement en cas de problème sérieux.

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 de dilatation.

Des ampoules de prélèvement en acier inoxydable, munies de vannes, sont extrêmement robustes et ne sont pas affectées par de grandes variations de températures; elles peuvent être utilisées sans système de dilatation.

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 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, 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

It is important to bear in mind that receiving a qualitative and a representative sample is crucial for obtaining a reliable diagnosis of the electrical equipment. Even the most sophisticated extraction or diagnosis methods cannot overcome faulty samples.

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

Of the three methods described below, the method of sampling by syringe is recommended. The other two methods are alternatives to be used in case of difficulties.

Sampling into glass sampling tubes is also suitable provided they are fitted with sufficient lengths of rubber tubing 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.

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 les prélèvements de routine sur site à grande échelle. L'emploi de bouteilles (0,5 l à 2,5 l) 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. Normalement, il convient que 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.

NOTE 1 Lorsque le prélèvement se fait à partir de traversées, il convient que les instructions du fabricant soient suivies attentivement. Toute défaillance peut entraîner un endommagement sérieux et des défaillances au niveau des traversées. Il convient que le prélèvement d'huile soit effectué sur des traversées mises hors tension. Au cours d'un prélèvement, il convient de prendre toutes les précautions pour faire face à tout écoulement brutal d'huile. Il convient que les échantillons soient prélevés avec l'appareil hors charge en position normale afin d'évaluer correctement la condition de la traversée.

NOTE 2 Pour les transformateurs ayant deux vannes d'échantillonnage, il convient que la procédure suivante soit utilisée: ouvrir d'abord la vanne de sortie, puis la deuxième vanne. Cela est particulièrement important afin d'éviter l'entrée d'air dans les transformateurs.

4.2 Echantillonnage de l'huile en seringue

4.2.1 Matériel de prélèvement

- a) 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. Il convient qu'un robinet à trois voies soit fixé au tuyau.

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 peut être nécessaire d'utiliser une bride ou un bouchon percé en caoutchouc, résistant à l'huile, monté sur la tubulure de vidange ou de remplissage.

NOTE Le prélèvement en seringue est la procédure recommandée pour les traversées par le SC36A de la CEI. Dans le cas de traversées équipées d'un point d'échantillonnage au niveau de la bride de fixation, la procédure décrite s'applique.

Dans le cas de traversées non équipées d'un point d'échantillonnage au niveau de la bride de fixation, il peut être possible de prélever un échantillon à partir du sommet de la traversée. Il convient que les instructions du fabricant soient consultées afin de déterminer une position adaptée. Insérer une extrémité de l'ampoule de prélèvement dans la traversée, à partir du sommet, et connecter l'autre extrémité au robinet à trois voies de la seringue, en utilisant un couplage en plastique, puis suivre la même procédure.

Dans le cas de traversées pressurisées à température ambiante, la procédure n'est pas applicable, et il convient de se référer aux instructions du fabricant de l'appareil.

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 l to 2,5 l 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 (for example, 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.

NOTE 1 When sampling from bushings, the manufacturer's instructions should be followed carefully. Failure to do so may lead to serious damage and bushing failure. The oil sampling should be carried out on de-energized bushings. When sampling, precautions should be taken to deal with any sudden release of oil. Samples should be taken with the off-load equipment in its normal position in order to assess correctly the bushing condition.

NOTE 2 For transformers with two sampling valves, the following procedure should be used: open the outer valve first, followed by the second one. This is particularly important to avoid entrance of air into the transformers.

4.2 Sampling of oil by syringe

4.2.1 Sampling equipment

- a) 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.

NOTE Sampling by syringe is the procedure recommended for bushings by IEC SC36A. In the case of bushings fitted with a sampling point at the mounting flange, the described procedure applies.

In the case of bushings not fitted with a sampling point at mounting flange, it may be possible to take a sample from the top of the bushing. The manufacturer's instructions should be consulted to determine a suitable position. Insert one end of the sampling tube into the bushing, from the top, and connect the other end to the three-way stopcock on the syringe, using plastic coupling, then follow the same procedure.

In the case of bushings pressurized at ambient temperature, the procedure is not applicable, and reference should be made to the instructions of the equipment manufacturer.

- b) Seringues étanches au gaz, graduées, de volume convenable pour des prélèvements d'huile de 20 ml à 250 ml, munies d'un robinet ou d'un embout de fermeture hermétique. Voir le point b) de 3.2.1 pour contrôler l'étanchéité de la seringue au gaz. Le volume d'échantillon nécessaire dépend de la concentration probable de gaz dans l'échantillon, des techniques analytiques employées et de la sensibilité exigée.
- c) Il convient de réaliser des malles d'expédition de façon à maintenir fermement les seringues durant le transport, tout en permettant au piston de se déplacer librement, et en empêchant que son extrémité ne soit en contact avec la malles, quelle que soit sa position au cours du transport.

4.2.2 Mode de prélèvement

Voir la Figure 4.

- a) Enlever la bride ou le couvercle (11) de la vanne d'échantillonnage, 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 d'échantillonnage du matériel (5).
- b) Placer le robinet à trois voies (4) (en position A) de façon à permettre d'écouler 1 l à 2 l d'huile dans le bac de vidange (7) (ou moins, voir note).
- c) 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.
- d) 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.
- e) Répéter les opérations décrites aux points 3) et 4) de ce paragraphe, jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de bulles. Tourner alors le robinet à trois voies (4) en position B et remplir la seringue d'huile (Figure 4d).
- f) Fermer alors le robinet (2) de la seringue puis celui de la vanne d'échantillonnage (5).
- g) Mettre le robinet à trois voies (4) en position C et enlever la seringue (Figure 4).

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

NOTE 1 Dans le cas d'un matériel à faible volume d'huile, le mode de prélèvement décrit au point b) de ce paragraphe n'est pas applicable, et il convient que des volumes inférieurs soient retirés. Il convient de se référer aux instructions du fabricant de l'appareil.

NOTE 2 Une bonne pratique consiste à éviter la contamination de la surface extérieure du piston et des surfaces internes de la seringue avec de la poussière ou du sable. Ces particules peuvent affecter les propriétés d'étanchéité de la seringue. Ce type de contamination peut être provoqué par des vents chargés de poussière ou par la manipulation de la seringue.

NOTE 3 Dans le cas de transformateurs scellés, si une bulle apparaît dans la seringue directement après le prélèvement, il est recommandé d'effectuer un nouveau prélèvement.

4.3 Echantillonnage de l'huile en ampoule de prélèvement

4.3.1 Matériel de prélèvement

- a) 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 le matériel dépendra de l'appareil. En l'absence de vanne d'échantillonnage permettant d'adapter directement le tuyau, il peut être nécessaire d'improviser en utilisant une bride ou un bouchon percé en caoutchouc, résistant à l'huile, monté sur la tubulure de vidange ou de remplissage.

- b) Graduated gas-tight syringes of a 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 b) of 3.2.1 for checking the gas-tightness of the syringe. The size of sample required depends on the likely concentration of gas in the sample, the analytical techniques and the sensitivity required.
- c) Transport containers which should be designed to hold the syringe firmly in place during transport but allow the syringe plunger freedom to move and prevent its tip from contacting the container whatever its position during transportation.

4.2.2 Sampling procedure

See Figure 4.

- a) 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 4a, and the equipment sampling valve (5) opened.
- b) The three-way cock (4) is adjusted (position A) to allow 1 l to 2 l of oil to flow to waste (7) (or less, see note).
- c) 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.
- d) 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.
- e) 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).
- f) The cock (2) on the syringe and the sampling valve (5) are then closed.
- g) The three-way stop-cock (4) is turned to position C and the syringe disconnected (Figure 4).

Label carefully the sample (see Clause 5).

NOTE 1 In the case of small oil-volume equipment, the procedure described in step b) of this subclause is not applicable, and lower volumes should be removed. Reference should be made to the instructions of the equipment manufacturer.

NOTE 2 It is good practice to avoid contamination of the outer surface of the plunger and inner surfaces of the syringe by dust or sand. Those particles can affect the sealing properties of the syringe. This kind of contamination can be originated by dusty winds or from the handling of the syringe.

NOTE 3 In the case of sealed transformers, if a bubble appears in the syringe directly after sampling, it is recommended to resample.

4.3 Sampling of oil by sampling tube

4.3.1 Sampling equipment

- a) 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 connections.

- b) Ampoule de prélèvement en verre ou métallique, de volume compris généralement entre 250 ml et 1 l. 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.

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 de gaz dans l'échantillon, des techniques analytiques employées et de la sensibilité exigée.

- c) Il convient de réaliser des malles d'expédition pour maintenir fermement les ampoules de prélèvement au cours du transport.

4.3.2 Mode de prélèvement

Voir la Figure 5.

- a) Enlever la bride ou le couvercle (11) de la vanne d'échantillonnage, nettoyer l'orifice de sortie avec un chiffon non pelucheux pour éliminer les saletés visibles. Relever alors le dispositif comme indiqué à la Figure 5.
- b) Ouvrir avec précaution les robinets (2) de l'ampoule de prélèvement (28) et la vanne d'échantillonnage du matériel (5), de façon que l'huile s'écoule à travers l'ampoule de prélèvement dans le bac de vidange (7).
- c) Faire couler 1 l à 2 l environ d'huile dans le bac (7) après le remplissage complet de l'ampoule de prélèvement (28) (voir Note 2).
- d) 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).
- e) Enlever l'ampoule de prélèvement (28) et étiqueter avec soin (voir Article 5).

NOTE 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.

NOTE 2 Dans le cas d'un matériel à faible volume d'huile, le mode de prélèvement décrit au point c) de ce paragraphe n'est pas applicable. Il convient de se référer aux instructions du fabricant de l'appareil.

4.4 Echantillonnage de l'huile en bouteille

4.4.1 Matériel de prélèvement

- a) Tuyau en caoutchouc ou en plastique, imperméable aux gaz et 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 peut être nécessaire d'improviser en utilisant une bride ou un bouchon percé en caoutchouc, résistant à l'huile, monté sur la tubulure de vidange ou de remplissage.

- b) Bouteilles en métal ou en verre devant être étanches et de volume généralement compris entre 0,5 l et 2,5 l. 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.
- c) Malles d'expédition conçues afin de protéger la bouteille pendant son envoi.

4.4.2 Mode de prélèvement

Voir la Figure 6a.

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

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

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.

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

4.3.2 Sampling procedure

See Figure 5.

- a) 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.
- b) 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).
- c) After the sampling tube (28) has been completely filled with oil, about 1 l to 2 l are allowed to flow to waste (7) (see Note 2).
- d) 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).
- e) The sampling tube (28) is then disconnected and the sample carefully labelled (see Clause 5).

NOTE 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 on the label that this has been done.

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

4.4 Sampling of oil by bottles

4.4.1 Sampling equipment

- a) 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 connections.

- b) Glass or metal bottles capable of being sealed gas-tight, typically of volume 0,5 l to 2,5 l. 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.
- c) Transport containers, designed to protect the bottle during transport.

4.4.2 Sampling procedure

See Figure 6a.

- a) 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.

- b) Fixer à l'appareil le tuyau en caoutchouc ou en plastique résistant à l'huile (3).
- c) Ouvrir avec prudence la vanne d'échantillonnage (5) et faire couler environ 1 l à 2 l 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 la note à la fin du paragraphe).
- d) Placer l'extrémité du tube (3), l'huile s'écoulant toujours, dans le col de la bouteille de prélèvement et la remplir lentement.
- e) 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.
- f) Fermer la vanne (5) et ôter le tube.
- g) Retirer un peu d'huile de la bouteille afin de ramener le niveau à quelques millimètres du bord pour ménager un faible volume de détente. Visser fermement le bouchon et étiqueter l'échantillon (voir Article 5).

NOTE Dans le cas d'un matériel à faible volume d'huile, le mode de prélèvement décrit aux points c) et e) de ce paragraphe n'est pas applicable. Il convient de se référer aux instructions du fabricant de l'appareil.

4.5 Elimination de l'huile usagée

L'huile usagée doit être éliminée, conformément aux réglementations locales.

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 (lorsqu'elles sont connues):

Transformateur	Echantillonnage
- client	- date du prélèvement
- emplacement	- point d'échantillonnage
- numéro du transformateur	- personne réalisant le prélèvement
- fabricant	- raison de l'analyse (individuelle ou autre)
- type général (de puissance, de mesure ou industriel)	- transformateur en charge ou hors charge
- MVA en valeur assignée	- température de l'huile au sommet
- tension réseau	- température de l'huile au fond
- type de CPC	
- date de mise en service	
	Huile
	- nom du produit
	- volume d'huile
	- date du dernier traitement de l'huile

Les informations additionnelles ci-après sont souhaitables :

- affichage de l'indicateur de température des enroulements, mode de communication du changeur de prises 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, température ambiante.

- b) Connect the oil-proof plastic or rubber tubing (3) to the equipment.
- c) 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 subclause).
- d) 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.
- e) Allow about one bottle volume to overflow to waste (7), then withdraw the tubing (3) slowly with the oil still flowing.
- f) Close the sampling valve (5) and disconnect the tubing.
- g) 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 c) and e) of this subclause is not applicable. Reference should be made to the instructions of the equipment manufacturer.

4.5 Disposal of waste oil

Waste oil shall be disposed of according to local regulations.

5 Labelling of samples

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

The following information is necessary (whenever it is known).

Transformer	Sampling
- customer	- sampling date
- location	- sampling point
- transformer number	- sampling person
- manufacturer	- reason for analysis (routine or other)
- general type (power, instrument or industrial)	- transformer non-energized, off-load energized or on-load
- rated MVA	- top oil temperature
- main voltage	- bottom oil temperature
- type of OLTC	
- date of commissioning	
	Oil
	- product name
	- volume of oil
	- date of last oil treatment

The following additional information is desirable:

- ambient temperature, reading of winding temperature indicator, reading of MVA or load current or % load, operation of pumps, mode of communication of its tap-changer with the main tank, oil preservation system (conservator, nitrogen blanket, etc), and any changes in operational conditions or any maintenance carried out since last sampling.

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

Comme indiqué à l'Article 1, la méthode préférentielle pour garantir le fonctionnement du matériel d'extraction des gaz et d'analyse dans son ensemble repose sur l'analyse d'huile contenant des concentrations connues de gaz (étalons de gaz dissous dans l'huile).

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 fournir des volumes d'huile très importants.

NOTE Si des étalons de gaz dissous dans l'huile sont disponibles dans le commerce, ils peuvent être utilisés, à condition qu'ils répondent aux exigences d'assurance de la qualité.

6.1 Première méthode: préparation d'un grand volume d'étalon de gaz dissous dans l'huile

6.1.1 Matériel

Un dispositif approprié se compose (voir Figures 7a, 7b, 7c):

- d'un agitateur magnétique (12);
- d'un récipient d'huile de 5 l (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 l (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.

Le système d'injection de gaz (Figure 7e à 7g) se compose:

- d'un jeu de seringues étanches aux gaz 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 d'injection de gaz (10) (environ 10 cm de longueur et 0,25 mm de diamètre extérieur) pour perforer le septum en caoutchouc du récipient à huile (16);
- de bouteilles de gaz comprimé, 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. 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). Celle-ci 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 comprimé au robinet à trois voies après tout changement de gaz.

Le matériel d'échantillonnage de l'huile (Figure 7h à 7k) se compose de seringues en verre (19) de volume convenable, munies de deux robinets en plastique 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 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).

Two methods of preparing gas-in-oil standards are described below, a general method and a simpler method. The first method has the benefit of producing much larger quantities of oil.

NOTE If gas-in-oil standards are commercially available, they can be used provided they fulfill quality assurance requirements.

6.1 First method: preparation of a large volume of gas-in-oil standard

6.1.1 Equipment

A suitable design of apparatus consists of (see Figures 7a, 7b, 7c):

- a magnetic stirrer (12);
- a 5 l oil vessel (13) equipped with three side-arm outlets, two of which are fitted with high-vacuum stop-cocks (1) and (2) and one with a rubber septum (16);
- a 6 l reservoir (14) equipped with a high-vacuum stopcock (3) connected with a 75 ml splash bulb (15) and a high-vacuum stopcock (4);
- a mercury displacement system (17) consisting of two 500 ml mercury glass bulbs connected with a high-vacuum oil-resistant flexible rubber tubing.

The gas-injection system (Figures 7e to 7g) consists of

- a set of gas tight syringes of appropriate volumes (18);
- a plastic three-way stopcock of standard type (7), modified to minimize dead volume by inserting pieces of stainless steel tubing (approximately 0,4 mm inner diameter and 1,5 mm outer diameter) into the inner branches and connected to a gas-injecting needle (10) (approximately 10 cm long, 0,25 mm outer diameter) to go through the rubber septum into the oil flask (16);
- gas cylinders equipped with a pressure reducer and a valve (20);

NOTE Gas cylinders containing each of the individual gases to be injected can be used. Ready-made mixtures of these gases can also be obtained from some gas suppliers.

- a length of oil-resistant flexible tubing connecting the gas cylinder to the three-way stopcock (7) and incorporating a hypodermic needle (approximately 0,3 mm inner diameter and 0,6 mm outer diameter). The latter acts as a leak to a water bubbler (21) which is used to check the absence of back diffusion.

NOTE Replace the length of tubing connecting the gas cylinder to the three-way stopcock after each gas change.

The oil sampling system (Figures 7h to 7k) consists of glass syringes (19) of suitable capacity equipped with two three-way plastic stopcocks (8) and (9) and an oil-extracting needle (11) (approximately 0,6 mm inner diameter, 1,0 mm outer diameter and 120 mm long).

6.1.2 Mode opératoire

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

6.1.2.1 Dégazage de l'huile

- a) Nettoyer soigneusement la verrerie avant montage.
 - b) Fixer le septum en caoutchouc et les raccords souples avec des colliers métalliques.
 - c) Laver, si nécessaire, environ 1 l de mercure avec du pentane et le filtrer sur un filtre conique fin en papier, percé d'un trou.
 - d) Adapter le récipient d'huile (14), la boule de sécurité (15), le robinet (4) au ballon de 5 litres (13). Relier l'appareillage à une pompe à vide (V) et faire le vide dans la boule de sécurité (15) et le ballon de 5 l (13) en ouvrant les robinets (2) et (4).
 - e) Remplir le récipient (14) d'huile minérale isolante conforme aux spécifications de la CEI 60296 et introduire lentement l'huile par le robinet (3) dans le ballon de 5 l (13) en le remplissant totalement. Puis fermer le robinet (2), démonter le récipient d'huile (14) et la boule de sécurité.
- NOTE Si ce mode opératoire est suivi scrupuleusement (durée de remplissage: 4 h environ), l'huile sera pratiquement dégazée.
- f) Basculer le ballon d'huile comme indiqué à la Figure 7c. Mettre un linge humide sur le ballon pour que sa température ne s'élève pas et fixer le système de déplacement à mercure (17) au robinet (1). Introduire 750 ml de mercure, le robinet (6) étant fermé.
 - g) Relier le système de déplacement à la canalisation de vide (V), ouvrir le robinet (5) et mettre sous vide la partie comprise entre les robinets (1) et (6). Ouvrir le robinet (6) pour faire monter le mercure jusqu'aux robinets (1) et (5), puis fermer le robinet (5). Elever l'ampoule de gauche du système de déplacement (voir Figure 7c), de sorte que le niveau de mercure soit plus haut que celui de l'huile dans le ballon. Ouvrir le robinet (1). Enlever le linge humide et mettre en route l'agitateur magnétique (12).

6.1.2.2 Préparation d'étalon de gaz dissous dans l'huile

Voir les Figures 7c à 7g.

- a) Pour injecter les gaz, fixer l'aiguille d'injection de gaz (10) au robinet à trois voies modifié (7) en position B. Introduire l'aiguille à travers le septum en caoutchouc (16) dans l'huile. Tourner le robinet à trois voies dans la position D pour purger l'aiguille et le robinet avec l'huile, puis le remettre en position B. Fixer le corps d'une seringue de précision étalonnée, étanche au gaz (18) de volume convenable (d'une précision de 1 %) et le tuyau de raccordement de la bouteille de gaz comprimé (voir Figure 7e) au robinet (7). Balayer le corps de seringue par un courant modéré de gaz puis, lentement, introduire plusieurs fois le piston dans le cylindre et finalement l'arrêter au volume de gaz à injecter en s'assurant qu'il y a un barbotage continu à travers l'aiguille de fuite (21).
- b) Placer le robinet (7) en position d'injection A, abaisser le niveau du mercure en dessous de la pointe de l'aiguille et repousser le piston pour injecter le volume gazeux dans l'huile. Mettre le robinet (7) en position B et élever le réservoir de mercure au-dessus du ballon d'huile.
- c) Répéter le même mode opératoire pour chaque gaz à mettre en solution, enfin enlever l'aiguille d'injection de gaz et le robinet (7).

Quand tous les gaz sont mis en solution, arrêter l'agitateur magnétique. Noter la pression atmosphérique et la température.

NOTE Au lieu d'ajouter individuellement les gaz, il est plus commode d'utiliser un mélange de gaz étalons contenant de préférence tous ceux cités en 8.1, dont les concentrations sont représentatives de celles de l'huile échantillonnée.

6.1.2 Procedure

NOTE All the circled numbers refer to Figures 7a to 7k. The positions A to D of the three-way stop-cocks (7, 8 and 9) are illustrated in Figure 7d.

6.1.2.1 Degassing the oil

- Thoroughly clean all the glassware before assembling.
- Secure the rubber septum and the flexible connections with pieces of twisted metal wire.
- Clean, if necessary, approximately 1 l of mercury with pentane and filter through a finely pierced filter paper.
- Adapt the oil reservoir (14), the splash bulb (15) and stop-cock (4) to the 5 l vessel (13). Connect the system to the vacuum pump (V) and evacuate the splash bulb (15) and the 5 l oil vessel (13) by opening stopcocks (2) and (4).
- Fill the oil reservoir (14) with mineral insulating oil complying with IEC 60296 and allow oil to flow slowly through stopcock (3) into the 5 l vessel (13) until it is full. Then close stopcock (2) and remove the oil reservoir (14) and the splash bulb.

NOTE If the procedure is followed carefully (filling time about 4 h,) the oil in the vessel will be virtually gas-free.
- Turn the oil vessel to bring it into the position shown in Figure 7c. Place a wet cloth over it to prevent its temperature rising and attach the mercury displacement system (17) to stopcock (1). Introduce 750 ml of mercury into the system with stopcock (6) closed.
- Connect the system to vacuum (V), open stopcock (5) and evacuate the section between stopcocks (1) and (6). Open stopcock (6) to allow mercury to rise up to stopcocks (1) and (5), and then close stopcock (5). Raise the left bulb of the system (see Figure 7c) so that the mercury level is above the oil flask. Open stopcock (1). Remove the wet cloth and switch on the magnetic stirrer (12).

6.1.2.2 Preparation of gas-in-oil standards

See Figures 7c to 7g.

- To inject the gases, attach the modified three-way stopcock (7), in position B, to the gas-injecting needle (10). Then push the needle through the rubber septum (16) into the oil. Turn the three-way stopcock to position D to purge the needle and stopcock with oil, then turn it to position B. Attach to stopcock (7) the barrel of a precision calibrated gas-tight syringe (18) of appropriate volume (precision within 1 %) and the gas cylinder connecting tubing (see Figure 7e). Allow a gentle flow of gas to flush the barrel, then slowly push the plunger several times into the barrel, finally down to the volume of gas to be injected, making sure there is continuous bubbling through the needle leak (21).
- Switch stopcock (7) to the injection position A, lower the mercury level below the needle tip, and push the plunger to inject the gas volume into the oil. Switch stopcock (7) to position B and raise the left mercury bulb above the oil vessel.
- Repeat the same procedure with each of the gases to be dissolved then remove the gas needle and stopcock (7).

When all the gases are dissolved, switch off the magnetic stirrer. Record the atmospheric pressure and temperature.

NOTE Instead of adding individual gases, it is more convenient to use a standard gas mixture, preferably containing all the gases listed in 8.1, in proportions representative of those found in the sampled oil.

6.1.2.3 Echantillonnage d'étalon de gaz dissous dans l'huile

Voir les Figures 7h à 7k.

- a) Pour prélever des échantillons d'huile du ballon de 5 l (13), adapter deux robinets à trois voies (8) et (9) suivant la Figure 7b, tous deux en position B, et fixer l'ensemble à l'aiguille de prélèvement d'huile (11), puis introduire cette aiguille dans l'huile à travers le septum en caoutchouc (16). Le niveau du mercure étant en position haute, fermer les robinets (8) et (9) en position D d'aspiration pour les purger avec de l'huile (voir Figure 7i).
- b) Fixer une seringue (19) et tourner simultanément les deux robinets (8) et (9) en position A, et aspirer un volume convenable d'huile (voir Figure 7j). Placer ensuite le robinet (8) en position C et le robinet (9) en position B, puis retirer la seringue munie du robinet (8) (voir Figure 7k).

Pour prélever plus d'huile, il y a lieu de rajouter du mercure au système de déplacement à mercure.

6.1.3 Calcul

Calculer la concentration de chaque gaz «i» dissous comme suit.

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

où

C_i est la concentration de gaz «i», en µl/l;

V_i est le volume de gaz «i» injecté en ml, ramené à 20 °C et 101,3 kPa;

V est le volume exact d'huile contenu dans le ballon de 5 l, exprimé en ml.

6.2 Deuxième méthode: préparation d'étalon de gaz dissous dans l'huile dans une seringue ou un flacon

Voir les Figures 8a à 8g.

6.2.1 Matériel

Le matériel se compose de ce qui suit:

- un jeu de seringues étanches au gaz de volume convenable (2);
- un jeu de seringues en verre de volume convenable (1);
- un jeu d'aiguilles d'injection de gaz (4);
- des robinets en plastique à trois voies (3);
- des bouteilles de gaz comprimé, 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. Des mélanges de ces gaz prêts à l'emploi peuvent également être obtenus auprès des fournisseurs de gaz.

6.2.2 Mode opératoire

- a) Barboter de l'argon dans 1 l d'huile pendant 1 h en agitant, en ajustant le flux de gaz pour maintenir l'agitation de l'huile, afin de purger tous les autres gaz dissous. Extraire les gaz de cette huile saturée en argon sous vide jusqu'à 1 Pa, en passant dans un filtre de 8 µm, dans un récipient de 2 l (des teneurs résiduelles de 500 µl/l O₂ et 2 000 µl/l N₂ sont acceptables). Lorsque l'huile est complètement dégazée, couper le vide avec de l'argon jusqu'à 20 kPa.

6.1.2.3 Sampling of gas-in-oil standards

See Figures 7h to 7k.

- a) To remove oil samples from the 5 l vessel (13), attach two three-way stopcocks (8) and (9) turned in position B, according to Figure 7b, to the liquid-withdrawing needle (11) and push the needle through the rubber septum (16). With the mercury level up, switch stopcocks (8) and (9) to the draw-off position D to purge them with oil (see Figure 7i).
- b) Attach a syringe (19) and turn both stopcocks (8) and (9) to position A, and draw out a suitable volume of oil (see Figure 7j). Then turn stopcock (8) to position C and stopcock (9) to position B and remove the syringe together with stopcock (8) (see Figure 7k).

To remove more oil, additional mercury must be added to the mercury displacement system.

6.1.3 Calculation

Calculate the concentration of each gas “i” dissolved as follows:

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

where

C_i is the concentration of gas “i”, in $\mu\text{l/l}$;

V_i is the volume of gas “i” injected, corrected to 20 °C and 101,3 kPa in ml;

V is the exact volume of oil in the 5 l oil flask, in ml.

6.2 Second method: preparation of gas-in-oil standards in a syringe or a vial

See Figures 8a to 8g.

6.2.1 Equipment

Equipment consists of

- a set of gas-tight syringes of appropriate volume (2);
- a set of glass syringes of appropriate volume (1);
- a set of gas-injecting needles (4);
- three-way plastic stopcocks (3);
- gas cylinders equipped with a pressure reducer and a valve (20).

NOTE Gas cylinders containing each of the individual gases to be injected may be used. Ready-made mixtures of these gases can also be obtained from some gas suppliers.

6.2.2 Procedure

- a) Bubble argon through 1 l of oil for 1 h under agitation, adjusting gas flow to maintain agitation of the oil in order to purge all the other dissolved gases. Degas this argon-saturated oil under a vacuum down to 1 Pa over an 8 μm -filter, in a 2 l vessel (residual contents of 500 $\mu\text{l/l}$ O_2 and 2 000 $\mu\text{l/l}$ N_2 are acceptable). When the oil is completely degassed, break the vacuum with argon up to 20 kPa.

- b) Peser une seringue en verre de 100 ml contenant 10 ml de billes de verre. Relier la seringue au fond du récipient de 2 l et purger la seringue deux fois avec 20 ml d'huile. S'assurer que le cylindre et le piston sont complètement mouillés avec de l'huile. Remplir la seringue avec 90 ml d'huile dégazée.
- c) Relier une seringue étanche au gaz du volume requis avec une aiguille suffisamment longue pour introduire un mélange gazeux dans la partie cylindrique de la seringue, par exemple d'une longueur de 115 mm, à un cylindre contenant un mélange de gaz étalons, et purger 4 fois avec le gaz étalon. Remplir la seringue avec un volume connu de gaz étalon. Insérer l'aiguille à travers la pointe de la seringue à huile, et transférer le volume de gaz étalon dans la seringue à huile. Peser à nouveau, pour déterminer le volume d'huile réel. Envelopper la seringue à huile avec un feillard d'aluminium afin d'éviter les dégradations dues à la lumière du jour et la fixer à un agitateur tridimensionnel de laboratoire. Secouer pendant 1 h ou jusqu'à dissolution de tous les gaz.

NOTE 1 Toute autre procédure aidant à la dissolution des gaz dans l'huile (par exemple, mélange avec agitateur magnétique ou autre) est adaptée et peut être utilisée.

- d) Noter la pression atmosphérique et la température, et se reporter également à la note de 6.1.2.2. Calculer la concentration en gaz dissous à partir du volume d'huile, du volume de gaz étalon introduit, de la température et de la pression atmosphérique, comme en 6.1.3. Exprimer les quantités de gaz injectées en μmoles , ou en μl converties aux conditions normales (20 °C; 101,3 kPa).
- e) Répéter la procédure pour obtenir au moins 3 échantillons de gaz dissous dans l'huile (uniquement dans le cas de la méthode d'espace de tête) dont les concentrations permettent de tracer une courbe d'étalonnage couvrant les valeurs prévues dans les échantillons inconnus.

NOTE 2 Si un mélange totalement saturé est souhaité, introduire de l'air ou de l'azote sec exempt de CO_2 dans la seringue pour obtenir, avec les gaz précédemment injectés, un volume total par rapport au volume d'huile de 10 % d'air à 8 % d'azote (voir Figure 8f).

Tourner le robinet à trois voies (3) en position A et agiter la seringue, comme précédemment, jusqu'à dissolution totale de l'air ou de l'azote. La dissolution du gaz dans l'huile peut être accélérée en plaçant la seringue dans un réfrigérateur.

NOTE 3 Un flacon d'espace de tête peut être utilisé au lieu d'une seringue: Remplir le flacon de la même quantité d'huile dégazée que celle nécessaire lorsque l'analyse ordinaire est réalisée, avec le volume exact d'huile mesurée en poids. Introduire dans ce flacon des quantités connues d'un mélange de gaz étalons, de telle sorte que les concentrations dans l'huile soient dans la même plage que dans l'échantillon inconnu prélevé en service.

7 Extraction des gaz de l'huile

7.1 Remarques générales

L'extraction des gaz dissous de l'huile à analyser peut être obtenue sous vide, par entraînement avec un gaz barbotant dans l'huile, ou avec la méthode d'espace de tête.

La méthode d'extraction sous vide, par cycles successifs (Toepler), est décrite en 7.2.

La méthode d'extraction sous vide, en un seul cycle (dégazage partiel), est décrite en 7.3.

La méthode par entraînement est décrite en 7.4.

La méthode d'espace de tête est décrite en 7.5.

- b) Weigh a 100 ml glass syringe containing 10 ml of glass beads. Connect the syringe to the bottom of the 2 l vessel and purge the syringe twice with 20 ml of oil. Make sure the cylinder and plunger are completely wetted with oil. Fill the syringe with 90 ml of degassed oil.
- c) Connect a gas-tight syringe of the required volume with a needle long enough to introduce a gas mixture in the syringe cylinder part, for instance of 115 mm length, to a cylinder containing a standard gas mixture, and purge 4 times with the standard gas. Fill the syringe with a known volume of standard gas. Insert the needle through the tip of the oil syringe and transfer the volume of standard gas into the oil syringe. Reweigh to determine the actual oil volume. Wrap the oil syringe with aluminium foil to avoid degradation with daylight and attach it to a laboratory 3-D shaker. Shake for 1 h or until all gases are dissolved.

NOTE 1 Any other procedure that assists dissolution of gases in oil (for example, mixing with magnetic stirrer or other) is suitable and can be used.

- d) Record the atmospheric pressure and temperature, also refer to the note in 6.1.2.2. Calculate the dissolved gas concentration from oil volume, injected calibration gas volume, temperature and atmospheric pressure, as in 6.1.3. Express the quantities of gases injected in μmoles , or in μl converted to normal conditions (20 °C; 101,3 kPa).
- e) Repeat the procedure in order to obtain at least 3 gas-in-oil samples (in the case of headspace only) having concentrations that allow a calibration curve to be drawn covering the values expected in the unknown samples.

NOTE 2 If a total gas-saturated mixture is desired, pull dry CO_2 -free air or nitrogen into the syringe to make, with the gases already injected, a total of 10 %, to 8 % of the oil volume according to the gas chosen (see Figure 8f).

Turn the three-way (3) stopcock to position A and shake the syringe again until the air or nitrogen is dissolved. Cooling the syringe in a refrigerator accelerates the dissolution of the gas in the oil.

NOTE 3 A vial may be used instead of a syringe. Fill the vial with the same amount of degassed oil as that needed when the ordinary analysis is performed, with the exact volume of oil measured by weight. Introduce into this vial known quantities of a calibrated gas mixture, so that the concentrations in the oil are in the same range as in the unknown field sample.

7 Extraction of gases from oil

7.1 General remarks

Removal of dissolved gases from oil for analysis may be accomplished either by vacuum extraction, stripping or head space.

The multi-cycle vacuum extraction (Toepler) method is described in 7.2.

The single-cycle vacuum extraction (partial degassing) method is described in 7.3.

The stripping method is described in 7.4.

The head space method is described in 7.5.