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

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

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

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

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

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale

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

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 bas 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.

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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*

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 commons 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*

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 feuillard 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.

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 connecter to fit onto a suitable sampling connection of the gas-collecting relay. To avoid cross-contamination, the tubing should be used only once.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 mallettes 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 mallette, 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 raccordements 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 prélubrifiée (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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 mallettes 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 mallette, 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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 mallettes 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. Relier 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) Mallettes 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.

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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

- client
- emplacement
- numéro du transformateur
- fabricant
- type général (de puissance, de mesure ou industriel)
- MVA en valeur assignée
- tension réseau
- type de CPC
- date de mise en service

Echantillonnage

- date du prélèvement
- point d'échantillonnage
- personne réalisant le prélèvement
- raison de l'analyse (individuelle ou autre)
- transformateur en charge ou hors charge
- température de l'huile au sommet
- température de l'huile au fond

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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	**Oil**
- date of commissioning	- 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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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).

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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.

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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

a) Thoroughly clean all the glassware before assembling.

b) Secure the rubber septum and the flexible connections with pieces of twisted metal wire.

c) Clean, if necessary, approximately 1 l of mercury with pentane and filter through a finely pierced filter paper.

d) 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).

e) 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.

f) 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.

g) 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.

a) 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).

b) 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.

c) 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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 O_2 et 2 000 µl/l N_2 sont acceptables). Lorsque l'huile est complètement dégazée, couper le vide avec de l'argon jusqu'à 20 kPa.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 µl/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 µl/l O_2 and 2 000 µl/l N_2 are acceptable). When the oil is completely degassed, break the vacuum with argon up to 20 kPa.

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 feuillard 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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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 gasses 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 ºC; 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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.2 Dispositif d'extraction sous vide, par cycles successifs, utilisant une pompe de Toepler

Dans cette méthode, le mode opératoire utilisé a pour but d'extraire le plus possible de gaz dissous dans l'huile. Il est possible normalement de retirer environ 97 % des gaz les plus solubles et même plus pour les gaz les moins solubles. Cette extraction incomplète est souvent négligeable comparée à l'exactitude globale de la méthode d'analyse et, en tout état de cause, la méthode préférentielle pour garantir le fonctionnement du système, à partir d'étalons de gaz dissous dans l'huile, tient compte en fait de cette extraction incomplète.

NOTE Pour étalonner cette méthode avec des étalons de gaz dissous dans l'huile, il convient que le mode opératoire décrit en 6.1 pour la préparation d'étalons exempts d'argon soit utilisé, étant donné que le calcul sera affecté par la quantité d'argon dissous qui sera extraite mais non détectée par le chromatographe en phase gazeuse.

7.2.1 Dispositif d'extraction à la pompe de Toepler

La Figure 9a représente un exemple d'un dispositif satisfaisant. En outre, la Figure 9b donne les volumes conseillés. Dans ce dispositif, l'huile à analyser est injectée à travers un septum (9). Une variante consiste à introduire l'huile dans le dispositif d'extraction mis sous vide, à partir d'un prélèvement en bouteille reliée à la vanne (V8) (voir Figure 9c) par un tuyau préalablement rempli d'huile.

Le dispositif d'extraction à l'aide d'une pompe de Toepler doit:

a) être capable de dégazer le liquide sous un vide inférieur à 10 Pa;

b) être étanche au vide. L'étanchéité totale de l'équipement peut être vérifiée en appliquant, sans introduire l'huile, la méthode d'extraction suivante:

   Effectuer les points b), c) et d) de 7.2.2. Ne pas réaliser le point e). Poursuivre par les points f), g) et h), comme s'il y avait de l'huile. Après avoir comprimé les gaz à la pression atmosphérique, en suivant le point h), il convient que le volume de gaz soit inférieur à 0,1 ml;

c) permettre de mesurer les volumes de gaz extraits à 0,05 ml près ou mieux, dans les conditions normales de températures et de pression.

De plus:

d) tous les tuyaux reliant le récipient de dégazage (3) au récipient de détente des gaz (2) (voir Figure 9a) doivent avoir un diamètre intérieur important, au minimum de 5 mm, et être aussi courts que possible;

e) la jauge à vide employée ne peut être du type fonctionnant à température élevée ou utilisant des radiations ionisantes (jauges de Penning, à ionisation ou à thermocouple), qui pourrait être à l'origine de gaz analogues à ceux à analyser par craquage des vapeurs d'huile présentes dans l'appareil. Une jauge Pirani n'est pas non plus satisfaisante, étant donné qu'elle peut réagir avec des gaz extraits. Un capteur basé sur les variations de capacité électrique entre deux chambres est approprié. Il est recommandé d'utiliser deux capteurs, l'un dans la chambre à vide, l'autre pour mesurer les volumes de gaz à la pression atmosphérique.

Des exigences supplémentaires sont données en 7.3, qui décrit la méthode de dégazage partiel.

Le dispositif détaillé de l'appareil n'étant pas normalisé, il est nécessaire de définir un mode opératoire qui puisse assurer une bonne extraction de tous les gaz dissous. Le nombre de cycles de dégazage (ou mouvements de mercure) de la pompe de Toepler qu'il convient d'utiliser et la durée de chacun de ces cycles sont les paramètres principaux qui doivent être fixés. Ce mode opératoire est de préférence obtenu en dégazant des étalons de gaz dissous dans l'huile, de la façon suivante:

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.2 Multi-cycle vacuum extraction using Toepler pump apparatus

In this method, an operating procedure which attempts to remove as much as possible of the dissolved gas from the oil is used. It is normally possible to remove about 97 % of the more soluble gases and even higher percentages of the less soluble gases. Such a small imperfection is rarely significant when considering overall accuracies, but, in any case, the preferred method of calibration using gas-in-oil standards takes account of incomplete extraction.

NOTE To calibrate this method with gas-in-oil standards, the procedure described in 6.1 for preparation of argon-free standards should be used, since the calculation will be affected by the amount of dissolved argon that will be extracted but not detected by the gas chromatograph.

7.2.1 Toepler pump extraction apparatus

An example of a suitable design is shown in Figure 9a. Note that Figure 9b includes recommended volumes. In this design, oil containing gas in solution is injected through a septum (9). Alternatively, after the equipment has been evacuated, oil may be withdrawn from an oil sample bottle via a tube attached to valve (V8) which has previously been filled with oil (see Figure 9c).

The Toepler pump extraction apparatus shall

a) be capable of subjecting the liquid to a vacuum less than 10 Pa;

b) be vacuum-tight. The vacuum tightness of the whole system may be verified by carrying out the extraction procedure but without introducing oil, as follows.

   Carry out steps b), c) and d) of 7.2.2. Omit step e). Continue with steps f), g) and h) as if oil were present. After compression of gas to atmospheric pressure in step h), the amount of gas should be less than 0,1 ml;

c) permit the measurement of extracted gas to be made to the nearest 0,05 ml or better, at normal temperature and pressure.

In addition:

d) all tubing connecting the degassing flask (3) to the gas collection flask (2) (in Figure 9a) shall be of large bore, at least 5 mm internal diameter and as short as practicable;

e) the vacuum gauge used cannot be of a type that operates at high temperature or uses ionizing radiation (thermocouple, ionization or Penning gauges) since these can produce gases of the types being measured by cracking the oil vapours present in the system. Since it may react with extracted gases, a Pirani gauge is not suitable either. A sensor based on capacitance changes between two chambers is suitable. It is recommended that two sensors be used, one in the vacuum chamber, the second for measuring gas volumes at atmospheric pressure.

Further requirements are noted in 7.3 in which the partial degassing method is described.

Since the detailed design of this apparatus is not standardized, it is necessary to establish an operation which will ensure adequate extraction of all components of the dissolved gas. The main parameters that need to be established are the number of degassing cycles (strokes) of the Toepler pump that should be used and the time for which each degassing cycle should last. This operation is preferably established by degassing a gas-in-oil standard as follows.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Appliquer la méthode d'extraction des gaz décrite en 7.2.2, en remplaçant l'échantillon d'huile de teneurs en gaz inconnues par un étalon de gaz dissous dans l'huile, contenant tous les gaz indiqués en 8.1, avec le volume d'huile normalement utilisé.

Effectuer plusieurs dégazages successifs, en variant le nombre de cycles de la pompe de Toepler, ainsi que la durée de chaque mouvement, jusqu'à ce que la surface ou les hauteurs de pics du chromatogramme des gaz extraits soient dans la limite de 95 % de la surface ou de la hauteur des pics du chromatogramme obtenu avec les mêmes volumes de gaz injectés directement dans le chromatographe, à partir d'un mélange de gaz étalons (voir 8.6). Il est courant d'utiliser un temps de dégazage par cycle de 1 min à 3 min; plus ce temps sera court, plus il faudra, vraisemblablement, augmenter le nombre de cycles.

Le mode opératoire ci-dessus sert à établir une procédure de routine, qui sera utilisée tant qu'aucune modification importante de l'équipement ne sera faite et que l'on utilisera pour tous les équipements de même conception. Il est recommandé que l'étalonnage global de l'appareil (matériel de dégazage plus chromatographe) soit contrôlé, périodiquement (tous les six mois par exemple), en employant des solutions étalons de gaz dissous dans l'huile donnant les facteurs de correction des surfaces ou hauteurs de pics des chromatogrammes.

7.2.2 Méthode d'extraction

La méthode d'extraction décrite ci-après est une méthode type, employée dans le cas d'un échantillonnage en seringue. Sa description est faite à partir du dispositif présenté aux Figures 9a et 9b; les nombres entre parenthèses se réfèrent aussi à ces figures. Des modifications de la méthode peuvent être rendues nécessaires, dans le cas d'appareils de conception différente.

a) Peser la seringue (5) contenant l'échantillon d'huile et la relier au récipient de dégazage (3). Si l'on utilise une bouteille (Figure 9c), déterminer la masse d'huile dégazée en pesant le récipient de dégazage, avant et après l'introduction de l'huile.

b) Ouvrir les vannes V1, V2, V4, V6, V7 et V9. Fermer les vannes V3, V5 et V8. La vanne V13 est une électrovanne à trois voies qui, à ce point du mode opératoire, n'est pas sous tension et relie la pompe à vide VP1 au système d'extraction.

c) Mettre en route les pompes à vide VP1 et VP2 ainsi que l'agitateur magnétique (8).

d) Quand la pression atteint 10 Pa, fermer les vannes V2, V6 et V7.

e) Ouvrir la vanne V8 et introduire une quantité suffisante d'huile par le septum (9), dans le récipient de dégazage (3). Cela est le début du premier cycle de dégazage de la pompe de Toepler.

NOTE 1 S'il y a une bulle de gaz dans la seringue, cela signifie que le piston a pu gripper; il est alors souhaitable de refaire un prélèvement. Si ce n'est pas possible, on vérifiera que toute la bulle a bien été introduite avec l'huile ou s'est redissoute en agitant la seringue.

NOTE 2 Le volume d'huile minimal à utiliser est le volume nécessaire pour produire suffisamment de volume de gaz pour injection dans le chromatographe en phase gazeuse. Lorsque cela est possible, des volumes d'huile plus importants peuvent être utilisés pour augmenter la précision de l'analyse. Dans le cas d'un échantillon d'huile provenant d'essai de réception, il est nécessaire d'apporter une modification à la méthode; voir la note 3 du point j) ci-après.

f) Après le temps fixé pour le dégazage (par exemple, 1 min à 3 min), poursuivre le premier cycle de la pompe de Toepler en fermant la vanne V13 afin d'admettre de l'air comprimé à basse pression au-dessus du mercure qui s'élèvera jusqu'au contact (a), en comprimant les gaz du récipient de détente dans la burette. En inversant la vanne V13, afin de relier la pompe à vide à la cuve à mercure (1), on assure le retour du mercure (les gaz recueillis dans la burette sont retenus par la vanne antiretour V10) ce qui permet l'extraction supplémentaire des gaz de l'huile. Les contacts rendent possible l'automatisation de ces cycles. Il est alors possible d'utiliser des électrovannes à induction.

Il peut être utile de disposer d'un compteur pour déterminer le nombre de cycles et arrêter l'opération après le nombre prescrit, tel qu'il a été normalisé pour l'appareil utilisé. Le fonctionnement automatique de l'appareil, pendant un temps normalisé (par exemple 10 min avec un cycle de durée 1 min), peut être une variante.

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Use the extraction procedure as detailed in 7.2.2 but, instead of degassing an unknown oil sample, substitute a gas-in-oil standard of the volume normally used containing all the gases listed in 8.1.

Degas successive standards until a number of cycles of the Toepler pump, together with a degassing time on each stroke, has been established so that the area or height of each peak on the chromatogram of the extracted gases is within 95 % of the area or height of that peak on the chromatogram of the same quantities of gases injected directly into the chromatograph by means of a standard gas mixture (see 8.6). A degassing time on each cycle of 1 min to 3 min is frequently used; the shorter the time the more degassing cycles are likely to be required.

The above procedure serves to establish a routine of operation, which will apply until any major changes are made to the equipment and will also apply to other equipment of the same design. It is recommended that the overall calibration of the complete equipment (degassing equipment plus chromatograph) is checked periodically (for example, every six months) using gas-in-oil standards to provide correction factors to be applied to areas or heights of chromatogram peaks.

7.2.2 Extraction procedure

The following is a typical extraction procedure used when a sample is in a syringe. It is described by reference to the apparatus shown in Figures 9a and 9b, the circled numbers refer to those figures. Modifications in the procedure may be needed for apparatus of other designs.

a) Weigh the syringe (5) containing the oil sample and connect it to the degassing flask (3). When a bottle is used as a container (Figure 9c), the mass of oil degassed is determined by weighing the degassing flask before and after introducing the oil.

b) Open valves V1, V2, V4, V6, V7 and V9. Close valves V3, V5 and V8. The valve V13 is a solenoid-operated three-way valve which at this stage is not energized and connects the vacuum pump VP1 to the system.

c) Switch on the vacuum pumps VP1 and VP2 and the magnetic stirrer (8).

d) When the pressure has fallen to 10 Pa, close valves V2, V6 and V7.

e) Open valve V8 and inject a sufficient oil sample through the septum (9) into the degassing flask (3). This is the start of the degassing part of the Toepler pump cycle.

NOTE 1 A gas bubble in the syringe suggests that the plunger has stuck and indicates the desirability of a new sample. If this cannot be provided, ensure that the bubble is introduced together with all of the oil or is re-dissolved in the oil by shakinq the syringe.

NOTE 2 The minimum oil volume to be used is the volume necessary to produce enough gas volume for injection in the gas chromatograph. When this is possible, larger oil volumes may be used to increase the precision of the analysis. For oil from a factory test, a modification may be needed; see note 3 of step j) below.

f) After the established degassing time (for example, 1 min to 3 min) continue the first Toepler pump cycle by switching valve V13 so as to admit low-pressure compressed air above the mercury which rises to the level of contact (a), compressing gas from the collection flask into the burette. Reversal of valve V13 to connect the vacuum pump to the mercury reservoir (1) allows the mercury to return (the gas collected in the burette being trapped by the non-return float valve V10) and further gas to be extracted from the oil. The contacts allow this cycle to be automated. Inductive level switches may be used instead.

An electric counter is helpful in counting the number of cycles and for stopping the procedure after the required number of cycles, as established as standard for the apparatus. Alternatively, the equipment may be run automatically for a standard time (for example, 10 min for a cycle time of 1 min).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Il convient que le nombre de mouvements soit tel que le vide à la fin de l'extraction s'approche de la valeur initiale avant l'extraction. Le nombre de mouvements dépend nécessairement du rapport entre le volume total de l'appareil et le volume de la pompe. Généralement, il a été établi que 4 à 20 mouvements sont adaptés pour atteindre une extraction de 97 % pour les gaz plus solubles, en fonction de l'appareil utilisé.

g) Arrêter la commande automatique de cycles (si elle est employée) et mettre la vanne V13 en position d'admission d'air. Faire monter le mercure, dans la burette, au-dessus du niveau de la vanne (V5). Fermer la vanne (V4).

h) Ouvrir la vanne (V6) et, à l'aide du réservoir de mercure (7), ajuster les niveaux de mercure. Lire le volume total de gaz recueillis dans la burette. Noter la température et la pression ambiantes.

i) Enlever la seringue d'huile et la peser à nouveau pour obtenir la masse d'huile dégazée. Déterminer la masse volumique de l'huile à température ambiante.

j) Fermer la vanne (V1), ouvrir la vanne (V2) et transférer les gaz extraits dans la boucle d'échantillon. Ajuster à nouveau les niveaux de mercure, à l'aide du réservoir de mercure, au nouveau niveau, puis fermer la vanne.

NOTE 1 Un autre procédé fréquemment utilisé consiste à adapter un septum au sommet de la burette, à la place de la vanne (V2), à prélever une partie aliquote des gaz à l'aide d'une seringue de précision étanche aux gaz et à l'injecter dans le chromatographe. Dans ce cas, il est bon de changer le septum à chaque fois.

NOTE 2 Si une quantité de gaz insuffisante résulte du premier dégazage de l'échantillon d'huile, enlever le récipient de dégazage, le vider et recommencer avec un nouvel échantillon d'huile. Conserver les gaz de la première extraction, dans la burette, en fermant la vanne (V4), jusqu'à ce que le vide soit à nouveau refait dans le reste de l'équipement (point 4 ci-dessus).

Quand on s'attend à des concentrations en gaz faibles, il est possible, en variante, d'utiliser un récipient de dégazage plus grand, jusqu'à 2 l, et un volume d'huile pouvant atteindre 500 ml. Introduire l'échantillon d'huile lentement, afin de faciliter l'extraction des gaz.

k) Calculer la teneur totale en gaz extraits C_T de l'échantillon d'huile, exprimée en µl/l, à 20 °C et 101,3 kPa, par l'expression:

$$C_T = (P/101{,}3) \times (293/273 + t) \times (Vd/m) \times 10^6$$

où

P est la pression locale de l'air, en kPa;

t est la température ambiante, en °C;

V est le volume total de gaz extraits, à température et pression ambiantes, en ml;

d est la masse volumique de l'huile ramenée à 20 °C, exprimée en g/ml;

m est la masse d'huile dégazée, exprimée en g.

l) Effectuer l'analyse selon l'Article 8.

NOTE Dans la mesure où le gaz n'est pas complètement extrait de l'huile, une étape de rinçage peut être nécessaire après qu'une analyse à concentration élevée a été effectuée (par exemple, après analyse de l'échantillon d'huile à partir du changeur de prises). L'extracteur peut être rincé avec de l'huile contenant des quantités non détectables de gaz, sauf pour celles présentes dans l'air.

7.3 Extraction sous vide par la méthode de dégazage partiel

Pour cette méthode, l'extraction des gaz est obtenue en soumettant l'échantillon d'huile à une seule mise sous vide. Le coefficient d'extraction dépend de la solubilité dans l'huile des constituants gazeux. Pour tenir compte de cette extraction incomplète, on peut faire une correction en partant des coefficients de solubilité d'Ostwald de chaque gaz dans l'huile pour transformateurs (voir Annexe B).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

The number of strokes should be such that the vacuum at the end of extraction approaches the initial value before extraction. The number of strokes necessary depends on the ratio between the total volume of the equipment and the volume of the pump. Typically, 4 to 20 strokes have been found suitable to reach 97 % extraction for the more soluble gases, depending on the equipment used.

g) Switch off the automatic cycling control (if used) and set valve V13 to admit air. Allow mercury to rise into the burette to above the level of valve (V5). Close valve (V4).

h) Open valve (V6) and adjust the mercury levelling vessel (7) to bring the mercury surfaces to the same level. Read the total volume of gas collected in the burette. Note the ambient temperature and pressure.

i) Remove and reweigh the oil syringe to obtain the mass of oil that has been degassed. Determine the density of the oil at ambient temperature.

j) Close valve (V1), open valve (V2) to admit the extracted gas into the sample loop. Again adjust the mercury levelling vessel to bring both the mercury surfaces to the new level and close valve.

NOTE 1 Another arrangement frequently used is to fit a septum on the top of the burette in place of valve (V2) and to transfer an aliquot of gas to the chromatograph by means of a precision gas-tight syringe. In such a case, it is good practice to fit a new septum each time the equipment is used.

NOTE 2 If an inadequate quantity of gas has resulted from degassinq the first oil sample, the degassing flask may be disconnected and emptied, and the method repeated with a new oil sample. The first quantity of extracted gas is retained in the burette by keeping valve (V4) closed until the remainder of the system is re-evacuated (step d) above).

Alternatively, where concentrations of gas are expected to be low, a larger degassing flask, up to 2 l, may be fitted, with sample volumes up to 500 ml. Introduce the oil sample slowly to facilitate gas extraction.

k) Calculate the total gas content extracted C_T of the oil sample in µl/l at 20 °C and 101,3 kPa from the expression:

$$C_T = (P/101{,}3) \times (293/273 + t) \times (Vd/m) \times 10^6$$

where

P is the ambient air pressure, in kPa;

t is the ambient air temperature, in °C;

V is the total volume of gas extracted, at ambient temperature and pressure, in ml;

d is the density of oil corrected to 20 °C, in g/ml;

m is the mass of oil degassed, in g

l) Carry out the analysis as in Clause 8.

NOTE Because the gas is not totally extracted from the oil, a rinse step may be required after a high concentration has been run (for example, after analysis of oil sample from tap changer). The extractor can be rinsed with oil containing non-detectable quantities of gases, except for those present in the air.

7.3 Vacuum extraction by partial degassing method

In this method, gas extraction is accomplished by only one exposure to vacuum. Extraction efficiency depends on component gas solubility. Correction of this incomplete gas extraction can be obtained by calculation from the Ostwald solubility coefficients of the gases in transformer oil (see Annex B).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.3.1 Dispositif de dégazage partiel

Pour cette méthode, l'installation, telle qu'elle est présentée aux Figures 9a et 9b, est également satisfaisante, aux modifications près suivantes:

a) Les dispositifs de commande automatique, utilisés en mode pompe de Toepler (vannes V10 et contacts électriques a, b et c) ne sont pas nécessaires. Une simple pompe à main (poire aspirante et refoulante) peut être utilisée, à la place du système d'air comprimé basse pression.

b) Il est recommandé que le volume total de détente (récipient de dégazage (3), plus récipient de détente (2) et tubes de liaison, non compris le volume d'huile) soit au moins égal à vingt fois le volume d'huile. Dans le dispositif de la Figure 9b, un récipient de détente de 500 ml et un récipient de dégazage de 150 ml sont satisfaisants, pour un volume d'huile de 25 ml à 30 ml.

c) Il est souhaitable que le volume de la cuve à mercure n'excède pas trop le volume du récipient de détente; dans le dispositif de la Figure 9b, le volume conseillé de la cuve sera approximativement de 600 ml à 700 ml. Il convient de la remplir de mercure de façon à ménager un volume d'air de 100 ml à 150 ml au plus.

d) Il est recommandé de fixer un repère sur le tube plongeur de la cuve à mercure (repère d des Figures 9a et 9b) de sorte que, lorsque le dispositif est utilisé en dégazage partiel, le niveau de mercure puisse être arrêté à cette marque, définissant ainsi, avec précision, le volume de détente.

e) L'équipement doit être sans fuites et doit pouvoir être mis sous un vide de 0,1 Pa. La burette, généralement de volume 3,5 ml, doit être graduée en 0,01 ml; les tuyaux de jonction et la jauge à vide doivent être conformes à ceux décrits aux points d) et f) de 7.2.1.

f) Mis à part la seringue, l'aiguille et le septum, un tuyau souple en PTFE relié à la vanne peut être utilisé pour introduire des échantillons d'huile.

7.3.2 Méthode d'extraction

a) Peser la seringue (5) contenant l'échantillon d'huile et la relier au récipient de dégazage (3).

b) Continuer comme indiqué aux points b) à e) de 7.2.2, en ayant réalisé un vide de 0,1 Pa.

c) Poursuivre le dégazage pendant 5 min à 10 min, en fonction de la viscosité de l'huile, l'agitateur fonctionnant énergiquement. Fermer alors la vanne (V9).

d) Continuer comme indiqué aux points g) et h) de 7.2.2.

e) Calculer le volume total de gaz extrait, en divisant le volume de gaz recueilli dans la burette par le rapport volumétrique V_c/V_t, où:

   V_c (volume de détente) est le volume de la burette et du récipient de détente (2) du repère «d» aux vannes V9, V6, V5 et V2.

   V_t (volume total de détente) est le V_c plus le volume du récipient de dégazage (3) et des tuyaux de jonction aux robinets V9, V8 et V7, diminué du volume de l'huile admise.

f) Enlever la seringue et la peser à nouveau pour obtenir la masse d'huile dégazée. Déterminer la masse volumique de l'huile à température ambiante.

g) Ramener le volume total calculé des gaz extraits, à 20 °C et 101,3 kPa, selon le point k) de 7.2.2.

h) Injecter une partie aliquote des gaz extraits dans le chromatographe, suivant le point j) de 7.2.2.

i) Effectuer l'analyse selon l'Article 8.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.3.1 Partial degassing apparatus

Equipment such as that shown in Figures 9a and 9b is equally suitable for this method with the following changes.

a) The automatic control arrangements used in the Toepler pump mode (valves V10 and electric contacts a, b and c are not required. A simple hand pump (blow-ball) can be fitted in place of the low-pressure compressed air supply.

b) The total expansion volume (degassing flask (3) plus collection flask (2) and connecting tubing, less the oil volume) should be at least 20 times the oil volume. In the apparatus shown in Figure 9b, a collection flask of 500 ml and a degassing flask of 150 ml are suitable for an oil volume of 25 ml to 30 ml.

c) The mercury reservoir volume should not greatly exceed that of the collection flask; in the apparatus shown in Figure 9b, a reservoir volume of approximately 600 ml to 700 ml is recommended. The reservoir should be filled with mercury to leave an air space of not more than 100 ml to 150 ml.

d) A mark should be made on the dip tube in the mercury reservoir, (mark d in Figures 9a and 9b) so that when the equipment is used for partial degassing the mercury can be brought to this mark and the expansion volume thus accurately defined.

e) The apparatus shall be leak-free and capable of evacuation to 0,1 Pa. The burette, typically 3,5 ml, shall be calibrated in 0,01 ml divisions, and the connecting tubing and vacuum gauge as in points d) and f) of 7.2.1.

f) Alternatively to the syringe, the needle and the septum, a flexible PTFE tubing connected to the valve can be used to introduce oil samples.

7.3.2 Extraction procedure

a) Weigh the syringe (5) containing the oil sample and connect it to the degassing flask (3).

b) Proceed as in steps b) to e) of 7.2.2, evacuating down to 0,1 Pa.

c) Allow degassing to continue for 5 min to 10 min, depending on the oil viscosity, with the stirrer operating vigorously. Then close valve (V9).

d) Proceed as in steps g) and h) of 7.2.2.

e) Calculate the total gas volume extracted by dividing the volume of gas collected in the burette by the volumetric collection ratio V_c/V_t, where

   V_c (collection volume) is the volume of the burette and collection flask (2), from mark “d” to valves V9, V6, V5 and V2;

   V_t (total expansion volume) is V_c plus the volume of the degassing flask (3) and connecting tubing to V9, V8 and V7, less the volume of oil.

f) Remove and reweigh the syringe to obtain the mass of oil that has been degassed. Determine the density of the oil at ambient temperature.

g) Correct the calculated total volume of gas extracted to 20 °C and 101,3 kPa as in step k) of 7.2.2.

h) Inject an aliquot of the gas extracted into the chromatograph as in step j) of 7.2.2.

i) Carry out the analysis as in Clause 8.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

j) Calculer la concentration corrigée de chacun des gaz présents dans l'échantillon d'huile, en divisant la concentration déterminée par chromatographie, par le coefficient d'extraction Ei (voir Annexe B).

NOTE Dans la mesure où le gaz n'est pas complètement extrait de l'huile, une étape de rinçage peut être nécessaire après qu'une analyse à concentration élevée a été effectuée (par exemple, après analyse de l'échantillon d'huile à partir du changeur de prises). L'extracteur peut être rincé avec de l'huile contenant des quantités non détectables de gaz, sauf pour celles présentes dans l'air.

7.4 Méthode d'extraction des gaz par entraînement

L'extraction des gaz dissous dans l'huile est réalisée par barbotage du gaz vecteur lui-même dans un faible volume d'huile. Des volumes d'huile compris entre 0,25 ml et 5 ml sont employés généralement.

Le temps qui serait nécessaire pour extraire les gaz de volumes d'huile plus importants que ceux-ci conduirait à des chromatogrammes inacceptables, sauf dans le cas de l'emploi de pièges à froid ou pour l'analyse de l'hydrogène seul.

7.4.1 Dispositif de barbotage

Divers modèles de barboteurs sont utilisés. La Figure 10 présente des barboteurs en verre borosilicaté. L'huile est injectée dans le barboteur à l'aide d'une seringue à travers un septum en caoutchouc. Celui-ci peut être utilisé plusieurs fois (de trois à dix fois selon le diamètre de l'aiguille) avant que ne se produisent des fuites.

La Figure 11 présente un dispositif de barbotage en acier inoxydable. Une aiguille munie d'un robinet et d'un embout interchangeable de seringue est fixée en permanence dans le fond du barboteur. La seringue contenant l'huile est adaptée à cette aiguille fixe. L'huile est injectée par le déplacement d'un vérin sur le piston de la seringue.

Le volume de l'huile injectée doit être mesuré avec une précision supérieure à 1,0 %. L'injection avec une seringue de précision permet d'atteindre cette exigence; cependant, la différence de masse avant et après l'injection est préférable pour obtenir une meilleure précision.

7.4.2 Généralités sur un mode opératoire

a) Fixer le barboteur à la place de la boucle d'injection montée habituellement sur la vanne à gaz du chromatographe, comme le montre la Figure 12a, en employant de préférence des colliers de serrage. Il est également possible d'utiliser des tuyaux en caoutchouc pour cette liaison; dans ce cas, s'assurer qu'il n'y a pas de fuites dues à la surpression du gaz vecteur, ou alors réduire cette surpression.

b) Maintenir la température du barboteur entre 20 °C et 80 °C, sachant qu'une température élevée, réduisant la viscosité de l'huile, facilite l'entraînement des gaz dissous.

c) Faire circuler le gaz vecteur dans le barboteur.

d) Avant d'injecter l'huile, vérifier que les conditions de fonctionnement de l'appareil sont satisfaisantes et, plus particulièrement, que la ligne de base de l'enregistreur est stable.

e) Injecter l'huile à analyser dans le barboteur. Le volume d'huile injecté dépend du type de barboteur utilisé et des teneurs en gaz supposées. Pendant toute l'injection, le débit de gaz vecteur dans le barboteur doit être maintenu.

f) L'analyse terminée, certains dispositifs de barboteur permettent, sans enlever le barboteur, d'éliminer l'huile injectée par contre-courant. Dans le cas où le barboteur est enlevé pour être nettoyé, il convient de déconnecter, en premier lieu, la tubulure de sortie de gaz pour éviter que l'échantillon d'huile n'entre dans la vanne à gaz d'échantillonnage. Effectuer l'analyse selon l'Article 8.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

j) Calculate the actual concentration of each gas component originally present in the oil sample, by dividing its chromatographically measured concentration by its extraction efficiency Ei (see Annex B).

NOTE Because the gas is not totally extracted from the oil, a rinse step may be required after a high concentration has been run (for example, after analysis of oil sample from tap changer). The extractor can be rinsed with oil containing non-detectable quantities of gases, except for those present in the air.

7.4 Stripping extraction method

The extraction of dissolved gases is carried out by the carrier gas itself bubbling through a small volume of the oil. Typically an oil volume between 0,25 ml and 5 ml is used.

The time required to extract larger volumes would give unacceptable gas chromatograms except when used with cold traps or for hydrogen analysis only.

7.4.1 Stripping apparatus

Various designs of strippers are used. Figure 10 shows borosilicate glass strippers. Oil is injected into the stripper from a syringe via a rubber septum. This septum can be used several times (3 to 10 depending on the size of the needles) before leakage occurs.

A design of a stripper made of stainless steel is shown in Figure 11. A needle with a cock and interchangeable syringe connection is permanently fixed into the base of the stripper and a syringe containing oil is attached to the fixed needle. The oil is injected by the movement of a pneumatic actuator on the syringe plunger.

The volume of oil injected shall be measured with an accuracy better than 1,0 %. Injection from a precision syringe has been found to achieve this requirement but difference of syringe mass before and after injection is to be preferred if better accuracy is required.

7.4.2 Outline of procedure

a) As shown in Figure 12a connect the stripper in place of the sample loop of the gas chromatograph gas sampling valve preferably using compression fittings. Vacuum rubber tubing may alternatively be used for the connections then verify that there is no leakage due to overpressure of the carrier gas; if such is the case, reduce the overpressure.

b) Maintain the stripper at a controlled temperature between 20 °C and 80 °C. Indeed, elevated temperatures reduce oil viscosity and facilitate gas stripping.

c) Allow the carrier gas to flow through the stripper.

d) Before injection of the oil check that the operating conditions of the equipment are satisfactory and particularly that the baseline on the recorder is stable.

e) Inject the oil to be analysed into the stripper. The volume of oil to be injected will depend upon the type of stripper used and the expected gas content. During this operation the carrier gas flow through the stripper shall be maintained.

f) After the analysis has been completed some stripper designs permit a back-flush of the injected oil to waste without disconnecting the stripper. If the stripper is to be disconnected for cleaning, the gas outlet tube should be disconnected first to avoid the possibility of the oil sample entering the gas sampling valve. Carry out the analysis as in Clause 8.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.5 Méthode d'espace de tête

7.5.1 Principe de la méthode

Dans cette méthode, un volume d'huile V_L est introduit dans un flacon en verre en contact avec une phase gazeuse («espace de tête») de volume V_G. Une partie des gaz dissous dans l'huile (H_2, O_2, N_2, CH_4, C_2H_2, C_2H_4, C_2H_6, CO et CO_2) est transférée à l'espace de tête, dans des conditions d'équilibre de température, de pression et d'agitation. L'espace de tête est transféré à une boucle d'injection ou directement dans la colonne du chromatographe en phase gazeuse en fonction du matériel utilisé. Des courbes d'étalonnage sont utilisées pour établir la concentration de chaque gaz dans l'espace de tête. Les concentrations des gaz dans l'huile sont ensuite calculées en utilisant la loi de Henry et en déterminant de façon expérimentale les coefficients de partage de l'huile ou par étalonnage direct avec des étalons de gaz dissous dans l'huile. Une représentation schématique de cette méthode est présentée à la Figure 13.

Avertissement: Cette méthode donnera des résultats reproductibles uniquement si tous les paramètres de fonctionnement et d'étalonnage sont contrôlés précisément, sinon des erreurs significatives peuvent se produire. Les paramètres suivants sont d'une importance particulière: volume total des fioles, volume de l'huile, étanchéité des septums, température, dilution avec l'argon et pression réelle dans les flacons après chaque étape de la procédure. Il convient que les mêmes paramètres exacts soient toujours utilisés, pour les échantillons prélevés en service, les étalons de gaz et les étalons d'huile. **Le contrôle du fonctionnement et de la qualité par des personnes hautement qualifiées est recommandé.**

7.5.2 Symboles et abréviations

V volume total du flacon,

V_G volume de la phase gazeuse dans le flacon,

V_L volume de la phase d'huile dans le flacon,

C_G concentration de gaz (i) dans la phase gazeuse du flacon, obtenue par chromatographie en phase gazeuse,

C_L^{0*} concentration de gaz (i) dans l'échantillon d'huile, obtenue directement à partir de C_G, en utilisant des courbes d'étalonnage avec des étalons de gaz dissous dans l'huile,

P, t pression atmosphérique et température au moment où l'échantillon d'huile a été analysé, (P en kPa; t en °C),

P_s, t_s pression atmosphérique et température au moment où l'étalon de gaz dissous dans l'huile, ou l'étalon de gaz, a été analysé (P_s en kPa; t_s en °C),

K coefficient de partage du gaz (i), pour le calcul de C_L^0 en utilisant des étalons de gaz,

C_L^0 concentration de gaz (i) dans l'échantillon d'huile.

7.5.3 Dispositif d'extraction d'espace de tête

Un exemple d'un dispositif satisfaisant comprend les composants qui suivent.

7.5.3.1 Echantillonneur de tête

Cet échantillonneur est équipé d'une conduite de transfert connectée directement ou par l'intermédiaire d'un branchement en T à la première colonne du chromatographe en phase gazeuse. Les échantillonneurs équipés d'une injection par seringue n'ont pas été évalués.

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.5 Head-space method

7.5.1 Principle of the method

In this method a volume of oil V_L is introduced in a glass vial in contact with a gas phase ("head space") of volume V_G. A portion of the gases dissolved in the oil (H_2, O_2, N_2, CH_4, C_2H_2, C_2H_4, C_2H_6, CO and CO_2) transfers to the head space, under equilibrium conditions of temperature, pressure and agitation. The head space is transferred to an injection loop or directly in the column of the gas chromatograph depending on the apparatus used**.** Calibration curves are used to establish the concentration of each gas in the head space. The concentrations of the gases in oil are then calculated by using Henry's law and experimentally determining the partition coefficients of the oil or by direct calibration with gas-in-oil standards. A schematic representation of this method is shown in Figure 13.

Warning : This method will provide reproducible results only if all the operation and calibration parameters are precisely controlled, otherwise significant errors may occur. The following parameters are of particular importance: total volume of vials, volume of oil, tightness of septa, temperature, dilution with argon and actual pressure in the vials after each step of the procedure. The same exact parameters should always be used for field samples, gas standards, and oil standards. **Operation and quality control by highly skilled personnel is recommended.**

7.5.2 Symbols and abbreviations

V total volume of the vial

V_G volume of the gas phase in the vial

V_L volume of the oil phase in the vial

C_G concentration of gas (i) in the gas phase of vial, obtained by GC (gas chromatography)

C_L^{0*} concentration of gas (i) in the oil sample, obtained directly from C_G using calibration curves with gas-in-oil standards

P, t atmospheric pressure and temperature when the oil sample was analyzed, (P in kPa; t in °C)

P_s, t_s atmospheric pressure and temperature when the gas-in-oil standard, or the gas standard, was analyzed (P_s in kPa; t_s in °C)

K partition coefficient of gas (i), for the calculation of C_L^0 using gas standards

C_L^0 concentration of gas (i) in the oil sample

7.5.3 Head-space extraction apparatus

An example of a suitable design includes the following components.

7.5.3.1 Head-space sampler

This sampler is equipped with a transfer line connected directly or through a T union to the first column of the gas chromatograph. Samplers equipped with syringe injection have not been evaluated.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

NOTE Il convient que la taille des boucles d'injection soit adaptée au type de colonnes afin d'éviter un élargissement des pics. Si des boucles d'injection supérieures à 1 ml sont utilisées, il convient de vérifier que la surpression est suffisamment élevée pour vider de façon adéquate la boucle d'échantillon et la remplir à la pression atmosphérique avant l'étape d'injection (cela dépendra du volume du circuit entre le flacon et la ventilation de certains systèmes).

Une deuxième boucle d'injection, pour injecter des mélanges d'étalons de gaz directement dans le chromatographe, est nécessaire afin de vérifier la réponse des détecteurs GC quotidiennement avec le gaz étalon. Elle est également nécessaire pour réaliser l'analyse des gaz du Buchholz . Ces opérations sont également possibles en utilisant l'échantillonneur de tête, après avoir transféré le mélange de gaz étalon ou l'échantillon de gaz du relais Buchholz dans les fioles préalablement purgées.

7.5.3.2 Flacons en verre d'espace de tête

Utiliser des flacons d'espace de tête adaptés à une utilisation avec l'appareil. Le volume réel des flacons disponibles dans le commerce peut différer de la valeur nominale.

NOTE Des flacons de 20 ml ont donné de bons résultats. Leur volume réel est plus proche de 22,3 ml.

Le volume total du flacon V a une grande influence sur la valeur du rapport V_G/V_L et sur les résultats finaux. Etant donné que des variations significatives de volume peuvent se produire entre différents lots de flacons et entre différents flacons du même lot, il convient que la valeur moyenne pour chaque lot de flacons achetés par le laboratoire soit déterminée lorsqu'ils ont différents numéros de lot. Cela peut être effectué par mesure de la masse d'eau distillée qui peut être contenue dans un flacon conformément à la procédure décrite ci-dessous en 7.5.3.2.1.

Conditionner 10 à 20 flacons provenant du même lot et 100 ml d'eau distillée pendant 1 h à température ambiante et noter la température.

7.5.3.2.1 Procédure d'étalonnage des flacons en verre d'espace de tête

Déterminer le poids des flacons vides à 0,01 g près. Remplir les flacons complètement avec de l'eau distillée, comme représenté à la Figure 14 et peser à nouveau à 0,01 g près. Calculer le volume de chaque flacon en utilisant l'équation suivante:

$$V = (W - W_0)/D$$

où

V est le volume total du flacon, en ml;

W_0 est le poids du flacon vide, en g;

W est le poids du flacon rempli d'eau, en g;

D est la densité de l'eau à la température de mesure, en g/ml.

Calculer le volume moyen et l'écart type relatif s % pour les flacons soumis aux essais. Si la valeur de s % est supérieure à 1 %, le lot contrôlé de flacons est rejeté et un nouveau lot de flacons doit être soumis aux essais.

7.5.3.3 Septums en caoutchouc

Il convient que les marques de septums utilisés n'introduisent pas de contamination des flacons au cours de l'analyse, et qu'ils ne fuient pas après avoir été perforés par des aiguilles, en particulier par les aiguilles à grand diamètre de 7.5.4.1.2.

La compatibilité des septums est vérifiée par analyse sur des flacons vides contenant seulement de l'argon à la pression atmosphérique, ayant été perforés autant de fois que les flacons contenant les échantillons d'huile ou les étalons de gaz et laissés pendant 24 h à température ambiante. Il convient que des quantités très faibles d'oxygène et d'azote soient trouvées (pas plus de 150 µl/l O_2 et 350 µl/l N_2).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

NOTE The size of injection loops should be adapted to the type of columns in order to avoid broadening of peaks. If injection loops larger than 1 ml are used, it should be verified that the overpressure is high enough to adequately flush the sample loop and fill it to atmospheric pressure prior to the injection step (this will depend on the volume of the circuit between the vial and the vent in some systems).

A second injection loop may be necessary for injecting gas mixtures directly into the chromatograph, to check the response of the GC detectors daily with calibrated gas, and to perform Buchholz analysis. These operations are also possible using the head-space sampler, after transferring the calibrated gas mixture or the Buchholz gas sample into pre-purged vials.

7.5.3.2 Head-space glass vials

Use head-space vials suitable for use with the equipment. The actual volume of commercial vials may differ from the nominal value.

NOTE 20 ml vials have shown good performance. Their actual volume is closer to 22,3 ml.

The total volume of the vial V has a great influence on the value of the V_G/V_L ratio, and on the final results. Since significant variations of volume can occur between different batches of vials and between different vials of the same batch, the average value for each batch of vials purchased by the laboratory should be determined when they have different batch numbers. This can be done by measurement of the mass of pure water that can be contained in a vial according to the procedure described below in 7.5.3.2.1.

Condition 10 to 20 vials from the same batch and 100 ml of distilled water for 1 h at room temperature and note the temperature.

7.5.3.2.1 Head-space glass vials calibration procedure

Determine the weight of the empty vials to the nearest 0,01 g. Fill the vials completely with distilled water as shown in Figure 14 and reweigh to the nearest 0,01 g. Calculate the volume of each vial by using the following equation:

$$V = (W - W_0)/D$$

where

V is the total volume of the vial, in ml;

W_o is the weight of the empty vial, in g;

W is the weight of the vial filled with water, in g;

D is the density of water at measurement temperature, in g/ml.

Calculate the mean volume and the relative standard deviation s % for the vials tested. If the value of s % is higher than 1 %, the controlled batch of vials is rejected and a new batch of vials shall be tested.

7.5.3.3 Rubber septa

The brands of septa used should not introduce contamination of the vials during analysis and should not leak after having been punctured by needles, especially by the large diameter needles in 7.5.4.1.2.

The suitability of septa is checked by analysis on blank vials containing argon only at atmospheric pressure, having been punctured the same number of times as the vials containing the oil samples or gas standards and left 24 h at room temperature. Very low quantities of oxygen and nitrogen should be found (not more than 150 µl/l O_2 and 350 µl/l N_2).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Un autre moyen de vérifier les septums consiste à immerger le flacon fermé avec son septum percé dans un bain d'eau chauffé à 90 °C, et à vérifier les bulles. Cet essai est également utile pour vérifier la méthode de sertissage.

NOTE 1 Il convient que seuls des septums recouverts de PTFE soient utilisés, de préférence en caoutchouc butyle chloré, de type de température élevée (PTFE = polytétrafluoroéthylène =Teflon^{R}). Il a été établi que des septums en caoutchouc blancs et rouges fuient et qu'il convient de les éviter. Il a été établi que les bleus sont acceptables. Dans tous les cas, il convient que de nouveaux types de septums soient vérifiés avant utilisation. La qualité de l'appareil de sertissage (tête de sertissage et bouchons en aluminium perforés) et les compétences de l'opérateur ont été mentionnés comme critiques.

NOTE 2 Lorsque la fiabilité des septums ne peut pas être évaluée avec certitude, il est recommandé d'utiliser la sous-procédure 7.5.4.1.1 (préparation de flacons dans une boîte inerte).

7.5.3.4 Seringues à huile

Des volumes d'huile appropriés, mesurés aussi précisément que possible, peuvent être introduits dans les flacons, de telle sorte que le rapport V_G/V_L soit le même pour tous les échantillons prélevés en service et que les étalons de gaz dissous dans l'huile soient analysés. Il a été établi que des volumes de 10 ml à 15 ml sont appropriés, mais des volumes d'huile inférieurs ou supérieurs peuvent être utilisés en fonction de la teneur en gaz de l'échantillon d'huile. Des seringues en verre de 20 ml, 30 ml ou 50 ml peuvent être utilisées. Il convient que de nouveaux lots de seringues soient étalonnés avec la procédure suivante:

Remplir une seringue avec 20 ml d'huile de masse volumique connue. Peser la seringue remplie à 0,01 g près. Prélever 15ml d'huile de la seringue, puis peser à nouveau la seringue. Soustraire les deux poids afin d'obtenir le poids de l'huile prélevée. Calculer le volume d'huile en divisant le poids de l'huile par la masse volumique de l'huile. Réaliser cet essai sur 20 seringues de chaque nouveau lot. Calculer le ou les écarts types et la valeur de s % pour les 20 seringues. Si la valeur de s % est supérieure à 1,3 %, le lot contrôlé de seringues est rejeté et un nouveau lot de seringues doit être soumis aux essais.

Les seringues en verre ne sont pas destinées à des travaux volumétriques précis. Le repère réglable sur le piston représente environ 1/2 ml en largeur, permettant des variations considérables selon les opérateurs. Par conséquent, il convient que la quantité exacte d'huile introduite dans une fiole soit mesurée en pesant le flacon ou la seringue avant et après l'introduction de l'huile (voir 7.5.4.1).

Deux types différents d'aiguilles sont nécessaires (A et B). Il a été établi que, pour le type A, un diamètre intérieur de 0,84 mm (calibre 18) (pour le transfert de l'huile) et, pour le type B, un diamètre intérieur de 0,25 mm (calibre 26) (pour le transfert des gaz et l'équilibre de pression) sont adaptés. Il convient que la taille de l'aiguille soit adaptée au type de septums afin d'assurer qu'elle n'induira pas de fuites (voir 7.5.3.3).

Pour la procédure de 7.5.4.1.2, une taille maximale de 0,84 mm de diamètre intérieur et de 1,27 mm de diamètre extérieur (calibre 18) est recommandée afin d'éviter les fuites dans les septums.

Pour la procédure de 7.5.4.1.1, des aiguilles plus grandes peuvent être utilisées, dans la mesure où elles ne seront pas utilisées pour percer les septums, et une aiguille plus grande facilitera l'introduction de l'huile.

7.5.3.5 Boîtes inertes

Une boîte inerte (une boîte à gants, un sac à gants ou une «table rotative») est nécessaire pour la procédure de 7.5.4.1.1.

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Another means of checking septa is by immersing the closed vial with its pierced septum in a water bath heated at 90 °C and check for bubbles This test is useful also for checking the crimping method.

NOTE 1 Only PTFE-lined septa should be used, preferably of the chlorobutyl rubber, high-temperature type (PTFE = polytetrafluoroethylene =Teflon^{R}). White and red rubber septa have been found to leak and should be avoided. Blue ones have been found acceptable. In any case, new types of septa should be checked before use. The quality of the crimping equipment (crimping head and perforated aluminium caps) and the skill of the operator have been reported as critical.

NOTE 2 When the reliability of septa cannot be assessed with certainty, it is recommended that subprocedure 7.5.4.1.1 (preparation of vials in an inert box) be used.

7.5.3.4 Oil syringes

Appropriate oil volumes, measured as precisely as possible, are introduced in the vials, so that the V_G/V_L ratio is the same for all field samples and gas-in-oil standards analysed. Volumes of 10 ml to 15 ml have been found suitable, but lower or larger oil volumes may be used depending on the gas content of the oil sample. Glass syringes of 20 ml, 30 ml or 50 ml can be used. New batches of syringes should be calibrated with the following procedure.

Fill a syringe with 20 ml of oil of known density. Weigh the filled syringe to the nearest 0,01 g. Draw 15 ml of oil from the syringe then reweigh the syringe. Subtract the two weights to obtain the weight of oil drawn. Calculate the volume of oil by dividing the weight of oil by the density of the oil. Perform this test on 20 syringes of each new batch. Calculate the standard deviation(s) and s % for the 20 syringes. If s % is higher than 1,3 %, the controlled batch of syringes is rejected and a new batch of syringes shall be tested.

Glass syringes are not intended for precise volumetric work The index mark on the piston is about 1/2 ml in width, allowing considerable variations with operators. Therefore, the exact amount of oil introduced in a vial should be measured by weighing the vial or the syringe before and after introduction of the oil (see 7.5.4.1).

Two different types of needles are needed (A and B). For type A, 0,84 mm ID (gauge 18) (for the transfer of oil) and for type B, 0,25 mm ID (gauge 26) (for the transfer of gases and pressure equilibration) have been found suitable. Needle size should be adapted to the type of septa to ensure that they will not induce leaks (see 7.5.3.3).

For procedure of 7.5.4.1.2, a maximum size of 0,84 mm ID and 1.27 mm OD (gauge 18) is recommended to avoid leaks through the septa.

For procedure of 7.5.4.1.1, larger size needles may be used as they will not be used to pierce septa, and a larger size needle will facilitate oil introduction.

7.5.3.5 Inert boxes

An inert box (either a glove box, a glove bag or a “revolving table”) is required for the procedure of 7.5.4.1.1.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.5.3.5.1 Boîte à gants

Il convient que la boîte à gants et son sas soient purgés avec au moins 5 fois leur volume d'argon (généralement, à 400-ml/min). En variante, un sac à gants en plastique, rempli de tout le matériel nécessaire (seringues, fioles, etc.), puis purgé avec de l'argon, peut être utilisé.

7.5.3.5.2 Table rotative

La «table rotative» est décrite à la Figure 15: un carrousel portant 20 flacons vides est placé dans un boîtier circulaire recouvert de manière hermétique d'un couvercle amovible transparent. Le carrousel peut être tourné de l'extérieur avec un bouton.

Un septum est fixé à un côté du couvercle, et un sertisseur de flacon de l'autre côté, tous deux faisant face au goulot des flacons.

La table rotative est balayée continuellement par un gaz inerte (le même utilisé comme gaz vecteur) à un débit et à une pression connus et constants, afin d'assurer des conditions de fonctionnement constantes.

7.5.3.6 Conditions de fonctionnement de l'espace de tête

Voir Tableau 1.

La surveillance ou l'enregistrement de paramètres mesurables (surpression d'argon, température, etc.), avec une précision de ±0,5 %, est recommandé(e) pour vérifier qu'ils n'ont pas été modifiés accidentellement au cours d'une opération prolongée.

Cela peut être réalisé en enregistrant ou en imprimant la lecture électronique de pression disponible dans l'appareil d'espace de tête au cours de l'analyse. Cela peut nécessiter des modifications importantes pour certains échantillonneurs de tête qui n'ont qu'une lecture mécanique de la pression.

La pression atmosphérique et la température ambiante doivent être enregistrées lors du remplissage des flacons, avec une précision de ±0,5 %, afin de pouvoir calculer les quantités réelles de gaz introduits aux différentes étapes de la procédure, et/ou les convertir aux conditions de la présente norme.

7.5.3.7 Gaz

L'argon utilisé doit être de qualité pour chromatographie (généralement de pureté >99,999 %).

Des mélanges de gaz étalons, fournis avec un certificat d'étalonnage de ±1 %, si possible, ou d'au moins ±2%, sont utilisés pour établir une courbe d'étalonnage pour chaque gaz dissous. Il convient que les concentrations des mélanges soient choisies afin de couvrir entièrement la plage de concentration attendue des échantillons prélevés en service, qui dépend du type d'appareil à surveiller.

Différents niveaux de concentrations dans la courbe d'étalonnage peuvent être obtenus en injectant différents volumes du même mélange étalon, ou en utilisant différents mélanges étalons dans une plage de concentration adaptée.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.5.3.5.1 Glove box

The glove box and its lock chamber should be purged with at least 5 times its volume of argon (typically, at 400 ml/min). Alternatively, a plastic glove bag, filled with all the necessary equipment (syringes, vials, etc), then purged with argon, may be used

7.5.3.5.2 Revolving table

The “revolving table” is described in Figure 15: a carousel carrying 20 empty vials is placed in a circular housing hermetically covered by a transparent removable lid. The carrousel can be rotated from outside with a knob.

A septum is attached to one side of the lid, and a vial crimper on the other side, both facing the mouth of the vials.

The revolving table is continuously flushed with inert gas (the same used as carrier gas) at a known and constant flow rate and pressure, to ensure constant operation conditions.

7.5.3.6 Head-space operational conditions

See Table 1.

Monitoring/recording of measurable parameters (argon overpressure, temperature, etc.) within a precision of ±0,5 % is advisable to verify if they have not changed accidentally during an extended run.

This can be done by recording or printing the electronic reading of pressure available within the head-space equipment during the analysis. This may need important modifications for some head-space samplers that have only mechanical reading of the pressure.

Atmospheric pressure and ambient temperature shall be recorded when filling the vials, within a precision of ±0,5 %, to be able to calculate actual quantities of gases introduced at the various steps of the procedure, and/or to convert to the conditions of this standard.

7.5.3.7 Gases

Argon used shall be chromatography graded (typically, >99,999 % pure).

Standard gas mixtures supplied with a calibration certificate of ±1 %, if available, or at least ±2 %, are used to establish a calibration curve for each dissolved gas. The concentrations of the mixtures should be chosen in order to fully cover the expected concentration range of field samples, which depends on the type of equipment to be monitored.

Different levels of concentrations in the calibration curve may be obtained by injecting different volumes of the same standard mixture or by using different standard mixtures in a suitable concentration range.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Tableau 1 – Exemples de conditions de fonctionnement de l'espace de tête

		Exemple 1	Exemple 2	Exemple 3	Exemple 4
Gaz vecteur		Argon	Argon	Argon	Argon
Températures, en °C	Flacon	70	70	70	70
	Conduite de transfert	150	140	75	80
	Injecteur	150	150	80	90
Pression, en kPa	Surpression dans le flacon	40	35	38	35
Volume, en ml	Boucle d'échantillonnage	0,5	1	0,25	0,25
Durées, en min	Equilibre	30	180	35	35
	Pressurisation	0,25	0,20	0,25	0,25
	Equilibre de pression	0,25	0,25	0,05	0,05
	Détente dans la boucle	0,25	0,20	0,25	0,25
	Injection	0,90	1,00	0,20	0,20
Puissance de mélange		Elevée	Nulle ou élevée	Elevée	Elevée

NOTE 1 Il convient que l'agitation ultrasonique ne soit pas utilisée pour accélérer les temps d'équilibre, dans la mesure où elle peut produire de l'hydrogène.

NOTE 2 La puissance de mélange «élevée» (ou «maximale») fait référence à la position sur l'appareil de l'espace de tête (environ 100 secousses par minute).

NOTE 3 Dans l'exemple 2, un temps d'équilibre élevé peut être utilisé parce que des colonnes remplies sont utilisées et l'analyse GC dure plus longtemps.

7.5.4 Méthode d'extraction d'espace de tête

7.5.4.1 Préparation des flacons

Deux méthodes de rechange sont possibles, utilisant soit une boîte inerte, soit des aiguilles.

7.5.4.1.1 Préparation des flacons dans une boîte inerte

Cette méthode présente l'avantage que les septums ne sont jamais perforés avant d'être placés dans le carrousel d'espace de tête. Le risque de fuite au niveau des septums (avec son effet dramatique sur les résultats de l'analyse) est par conséquent réduit davantage.

7.5.4.1.1.1 Pré-rinçage des flacons

Le pré-rinçage peut être effectué:

a) dans la boîte à gants: pour des raisons pratiques, des séries de 10 échantillons sont préparés. Etiqueter et peser 10 flacons avec leurs bouchons en aluminium et leurs septums perforés correspondants (non sertis), à 0,01 g près. Placer les 10 flacons pesés, les 10 seringues en verre de 20 ml, et les 10 échantillons d'huile dans leurs seringues en verre ou ampoules en verre, dans le sas de la boîte à gants. Purger le sas avec de l'argon. Transférer le contenu du sas dans la boîte à gants remplie d'argon.

b) dans la table rotative: jusqu'à 20 flacons vides pesés comme ci-dessus et leurs bouchons et septums correspondants (de poids moyen connu) sont placés dans le boîtier fermé. Purger avec de l'argon pendant 10 min à 15 min.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Table 1 – Examples of head-space operating conditions

		Example 1	Example 2	Example 3	Example 4
Carrier gas		Argon	Argon	Argon	Argon
Temperatures, in °C	Vial	70	70	70	70
	Transfer line	150	140	75	80
	Injector	150	150	80	90
Pressure, in kPa	Overpressure in vial	40	35	38	35
Volume, in ml	Sampling loop	0,5	1	0,25	0,25
Times, in min.	Equilibration	30	180	35	35
	Pressurization	0,25	0,20	0,25	0,25
	Pressure equilibrium	0,25	0,25	0,05	0,05
	Expansion in sample loop	0,25	0,20	0,25	0,25
	Injection	0,90	1,00	0,20	0,20
Mixing power		High	Zero or high	High	High

NOTE 1 Ultrasonic agitation should not be used to speed up equilibrium times, as it may produce hydrogen.

NOTE 2 ”High” (or “maximum”) mixing power refers to the position on the head-space equipment (about 100 shaking movements per minute).

NOTE 3 In example 2, a high equilibration time can be used because packed columns are used and GC analysis takes longer.

7.5.4 Head-space extraction procedure

7.5.4.1 Preparation of vials

Two alternate methods are possible, using either an inert box or needles.

7.5.4.1.1 Preparation of vials in an inert box

This method has the advantage that septa are never punctured before being placed in the headspace carrousel. The risk of septa leak (with its dramatic effect on analysis results) is therefore much reduced.

7.5.4.1.1.1 Pre-purging of vials

Pre-purging can be carried out

a) in the glove box: for practical reasons, series of 10 samples are prepared. Label and weigh 10 vials with their corresponding perforated aluminium caps and septa (uncrimped) to the nearest 0,01 g. Place the 10 weighed vials, 10 glass syringes of 20 ml, and 10 oil samples in their glass syringes or glass ampoules in the lock chamber of the glove box. Purge the lock chamber with argon. Transfer the content of the lock chamber into the glove box filled with argon.

b) in the revolving table: up to 20 empty vials weighted as above and their corresponding caps and septa (of known average weight) are placed in the closed housing. Purge with argon for 10 min to 15 min.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.5.4.1.1.2 Préparation des flacons avec des échantillons d'huile

La préparation des flacons avec échantillons d'huile peut être effectuée:

a) dans la boîte à gants: avec une vanne à trois voies, transférer environ 5 ml du premier échantillon d'huile dans la seringue en verre et rincer le corps entier de la seringue avec l'huile. Envoyer les 5 ml d'huile dans le bac de vidange et remplir la seringue en verre avec 20 ml d'huile. Déconnecter la seringue à huile ou l'ampoule en verre, et fixer une aiguille à la seringue en verre.

   Envoyer environ 5 ml d'huile dans le bac de vidange, puis remplir un flacon vide avec les 15 ml d'huile restants, la pointe de l'aiguille étant orientée vers le fond du flacon. Ajuster les volumes, si un volume d'huile final inférieur (compris entre 10 ml et 15 ml) a été choisi.

   Fermer le flacon avec son septum et son bouchon de sertissage, à l'aide de la tête de sertissage, en s'assurant que le côté recouvert est orienté vers l'intérieur du flacon.

   NOTE Il convient que la fermeture du flacon soit réalisée en l'espace de 45 s après que le flacon a été rempli d'huile, autrement il convient que l'échantillon soit éliminé et qu'un nouveau soit préparé.

   Répéter la même procédure pour les neuf autres échantillons.

b) dans la table rotative: connecter une aiguille à la seringue contenant l'échantillon d'huile. Envoyer environ 5 ml de l'échantillon d'huile dans le bac de vidange, afin de conditionner l'aiguille et d'enlever les traces de bulles d'air. Introduire une partie aliquote (10 ml à 15 ml) de l'échantillon d'huile dans un flacon à travers le septum du couvercle. Faire tourner le carrousel et enlever les bouchons au-dessus des flacons. Faire tourner à nouveau le carrousel et sertir le flacon en utilisant le sertisseur et le levier du flacon. Répéter la même procédure pour les 20 flacons, puis arrêter le balayage, ouvrir le couvercle et retirer les flacons du carrousel.

c) Retirer les flacons sertis de la boîte à gants ou de la table rotative et les peser à 0,01 g près. Calculer la masse d'huile en soustrayant le poids des flacons vides du poids des flacons remplis, et calculer leurs volumes en divisant la masse par la masse volumique de l'huile.

NOTE Il est recommandé que la masse volumique réelle de l'huile (mesurée conformément à l'ISO 3675[1] ou par une autre méthode normalisée) soit utilisée pour la procédure d'étalonnage avec les étalons de gaz dissous dans l'huile. Pour l'analyse des échantillons, il convient qu'une masse volumique moyenne du type d'huile (par exemple: une pour les huiles paraffiniques et une pour les huiles naphténiques) soit utilisée.

Mesurer précisément la pression et la température ambiante dans la boîte à gants ou la table rotative. Placer les flacons remplis d'huile dans le carrousel de l'espace de tête pour analyse.

Les mêmes procédures s'appliquent aux étalons de gaz dissous dans l'huile.

7.5.4.1.1.3 Préparation des flacons avec des étalons de gaz

Cela est réalisé à l'extérieur de la boîte à gants ou de la table rotative. Placer un morceau de film de paraffine (Parafilm^{R}) sur le goulot du flacon. Insérer deux aiguilles à travers le film. Purger avec le mélange de gaz étalons, de telle sorte que le volume de rinçage du flacon représente au moins 5 fois le volume du flacon (généralement, 1 min à 100 ml/min). Retirer l'aiguille et fermer le flacon avec un septum et un bouchon de sertissage, sans retirer le film.

7.5.4.1.2 Préparation des flacons avec des aiguilles

Sertir une série de flacons en utilisant des bouchons en aluminium perforés équipés d'un septum recouvert de PTFE. S'assurer que le côté recouvert est orienté vers l'intérieur du flacon et que ce dernier est correctement scellé en essayant de tourner le bouchon. Si le bouchon n'est pas fixé fortement, répéter le processus.

---

[1] *ISO 3675, Pétrole brut et produits pétroliers liquides – Détermination en laboratoire de la masse volumique – Méthode à l'aréomètre*

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.5.4.1.1.2 Preparing vials with oil samples

Vials with oil samples can be prepared as follows:

a) in the glove box: with a 3-way valve transfer about 5 ml of the first oil sample into a glass syringe and rinse the entire body of the syringe with the oil. Release the 5 ml oil to waste and fill the glass syringe with 20 ml of oil. Disconnect the oil syringe or glass ampoule and fix a needle to the glass syringe.

   Release about 5ml of oil to waste, then fill an empty vial with the remaining 15 ml of oil with the tip of the needle to the bottom of the vial. Adjust the volumes if a lower final oil volume (between 10 ml and 15 ml) has been chosen.

   Close the vial with its septum and crimping cap and crimp with the help of the crimping bead, making sure that the lined side is turned towards the inside of the vial.

   NOTE Closing the vial should be done within 45 s after the vial has been filled with oil; otherwise, the sample should be discarded and a new one prepared.

   Repeat the same procedure for the other nine samples.

b) in the revolving table: connect a needle to the syringe containing the oil sample. Release about 5 ml of the oil sample to waste, to condition the needle and remove traces of air bubbles. Introduce an aliquot (10 ml to 15 ml) of the oil sample in a vial through the septum of the lid. Rotate the carousel and move the caps on the top of the vials. Rotate the carousel again and crimp the vial using the crimper and vial lifter. Repeat the same procedure for the 20 vials, then stop the flushing, open the lid and remove the vials from the carousel.

c) Take the crimped vials out of the glove box or revolving table and weigh them to the nearest 0,01g. Calculate the mass of oil by subtracting the weight of the empty vials from the weight of the filled vials and calculate their volumes by dividing the mass by the density of the oil.

   NOTE The actual density of oil (measured according to ISO 3675[1] or other standardized method) should be used for the calibration procedure with gas-in-oil standards. For sample analysis, an average density of the oil type (for example, one for paraffinic oils and one for naphthenics oils) should be used.

Measure the pressure and the ambient temperature in the glove box or revolving table precisely. Place the oil-filled vials in the headspace carousel for analysis.

The same procedures apply to gas-in-oil standards.

7.5.4.1.1.3 Preparing vials with gas standards

This is done outside the glove box or revolving table. Place a piece of paraffin film (Parafilm^{R}) on the mouth of a vial. Insert two needles through the film. Purge with calibrating gas mixture so that the purging volume of the vial is at least 5 times the volume of the vial (typically, 1 min at 100 ml/min). Remove the needle and close the vial with a septum and crimp cap, without removing the film.

7.5.4.1.2 Preparation of vials with needles

Crimp a series of vials using perforated aluminium caps fitted with a PTFE-lined septum. Ensure that the lined side is turned towards the inside of the vial and that the latter is properly sealed by trying to turn the cap. If the cap is not tightly fixed, repeat the process.

---

[1] *ISO 3675, Crude petroleum and liquid petroleum products – Laboratory determination of density – Hydrometer method*

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.5.4.1.2.1 Pré-rinçage des flacons

Insérer deux aiguilles A (7.5.3.4) dans le septum du flacon, l'une devant être utilisée comme entrée de gaz et l'autre comme sortie de gaz, sur les côtés du septum, non en son centre. Purger chaque flacon avec un volume d'argon d'au moins 5 fois le volume du flacon (par exemple à un débit de 1 l/min pendant 0,1 min à 120 kPa, ou 120 ml/min pendant 1 min).

Retirer premièrement l'aiguille de sortie, puis l'aiguille d'entrée, afin de créer une certaine surpression d'argon dans le flacon. Il convient que le retrait de l'aiguille de sortie et d'entrée soit réalisé avec un délai minimal afin d'éviter une surpression excessive si des débits de rinçage élevés sont utilisés.

L'efficacité de cette technique de préparation peut être vérifiée par analyse de l'un de ces flacons contenant uniquement de l'argon. Cela a également été utilisé pour soumettre aux essais la qualité des septums (voir 7.5.3.3). Il convient que de très faibles quantités d'oxygène et d'azote soient trouvées (voir Note 2 de 7.5.3.3).

7.5.4.1.2.2 Préparation des flacons avec des étalons de gaz

Insérer deux aiguilles A (7.5.3.4) dans le septum du flacon, l'une devant être utilisée comme entrée de gaz et l'autre comme sortie de gaz. Purger un flacon avec chaque mélange de gaz étalon au même débit que celui utilisé en 7.5.4.1.2.1.

Retirer premièrement l'aiguille de sortie (une surpression se produira dans le flacon). Retirer l'aiguille d'entrée. A l'aide d'une seringue de 10 ml avec une aiguille de type B, retirer la surpression dans le flacon en insérant l'aiguille de la seringue dans le septum. Après équilibre, la pression atmosphérique sera obtenue. S'assurer que la pression finale dans le flacon à ce stade est la pression atmosphérique. Si ce n'est pas le cas, le facteur de dilution et les résultats seront affectés lorsque la surpression d'argon est appliquée lors de la prochaine étape.

Mesurer la température ambiante et la pression atmosphérique précisément afin de déterminer les quantités exactes de gaz présents dans le flacon, et/ou de les convertir aux conditions normales (20 °C; 101,3 kPa).

7.5.4.1.2.3 Préparation des flacons avec des échantillons d'huile

Peser un flacon serti pré-purgé. Fixer une aiguille de type A au robinet de la seringue. Insérer l'aiguille dans le septum et insérer simultanément une deuxième aiguille, de type B, pour enlever la surpression d'argon.

Remplir le flacon avec la quantité choisie d'huile. Retirer les deux aiguilles ensemble, afin de s'assurer que la pression dans le flacon à ce stade est la pression atmosphérique.

Peser le flacon rempli d'huile et soustraire le poids du flacon vide afin d'obtenir la masse d'huile dans le flacon. Diviser par la masse volumique de l'huile afin d'obtenir le volume exact d'huile dans le flacon.

La même procédure s'applique pour les flacons d'étalons de gaz dissous dans l'huile.

7.5.4.2 Analyses de l'espace de tête

Placer les flacons à l'intérieur de l'échantillonneur de tête et commencer l'analyse à l'aide de conditions de fonctionnement telles que celles données au Tableau 1 à titre d'exemple. Comme représenté au Tableau 1, une plage importante de températures est possible pour la conduite de transfert et la vanne d'injection, ainsi que pour les temps d'équilibre nécessaires, en fonction du type exact d'appareil utilisé.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

7.5.4.1.2.1 Pre-purging of vials

Insert two needles A (7.5.3.4) through the vial septum, one to be used as inlet gas and the other as outlet gas, on the sides of the septum, not in its centre. Purge each vial with argon at least 5 times the vial volume (for example, at a rate of 1 l/min for 0,1 min at 120 kPa or 120 ml/min for 1 min).

First remove the outlet needle and then the inlet needle, to build up some argon overpressure in the vial. Removal of the outlet and inlet needle should be done with a minimum of delay to avoid excessive overpressure if high flushing rates are used.

The efficiency of this preparation technique can be checked by analysis of one of these vials containing only argon. This has also been used to test the quality of septa (see 7.5.3.3). Very low quantities of oxygen and nitrogen should be found (see Note 2 of 7.5.3.3).

7.5.4.1.2.2 Preparing vials with gas standards

Insert two needles A (7.5.3.4) through the vial septum, one to be used as inlet gas and the other as outlet gas. Purge one vial with each calibration gas mixture at the same rate used in 7.5.4.1.2.1.

First remove the outlet needle (overpressure will take place in the vial). Remove the inlet needle. Using a 10 ml syringe with a type B needle remove the overpressure in the vial by inserting the needle of the syringe through the septum. After equilibrium, the atmospheric pressure will be obtained. If not, the dilution factor, and the results, will be affected when argon overpressure is applied at the next stage.

Measure ambient temperature and atmospheric pressure precisely in order to determine the exact quantities of gases present in the vial, and/or to convert to normal conditions (20 °C; 101,3 kPa).

7.5.4.1.2.3 Preparing vials with oil samples

Weigh a pre-purged crimped vial**.** Attach a type A needle to the syringe stopcock. Insert the needle through the septum and insert simultaneously a second type B needle to release the argon overpressure.

Fill up the vial with the chosen amount of oil. Remove the two needles together, to make sure that the pressure in the vial at this stage is atmospheric pressure.

Weigh the oil-filled vial and subtract the weigh of the empty vial to get the mass of oil in the vial. Divide by the density of the oil to get the exact volume of oil in the vial.

The same procedure applies for vials of gas-in-oil standards.

7.5.4.2 Head-space analyses

Place the vials inside the head-space sampler and begin the analysis using operational conditions such as those given in Table 1 as examples**.** As shown in Table 1, a large range of temperatures is possible for the transfer line and the injection valve, as well as for the equilibration times needed, depending on the exact type of equipment used.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

NOTE Il convient que la pression dans les flacons à ce stade soit toujours inférieure à la pression d'injection (1,4 bar). La pression dans la boîte à gants peut dépasser cela, et il convient alors de la mesurer (dans la boîte à gants, ou dans le flacon, avec le manomètre de l'appareil de l'espace de tête) et de la réduire si nécessaire. Idéalement, il convient qu'elle soit proche de la pression atmosphérique et qu'elle soit connue avec précision afin de réaliser les corrections et les calculs indiqués en 7.5.5.1 et 7.5.5.2.

Enregistrer la pression atmosphérique réelle pendant toute l'opération, étant donné qu'elle peut varier de plusieurs pour cent au cours d'une opération prolongée, en particulier si elle est laissée sans surveillance, et qu'elle peut être nécessaire pour apporter des corrections à la pression totale dans le flacon.

7.5.4.3 Procédure pour l'analyse à de faibles niveaux de concentration

Les procédures décrites en 7.5.4.1 et en 7.5.4.2 fournissent les limites de détection spécifiées au Tableau 5 pour les essais en service. Des procédures plus sensibles (et une attention particulière pour éviter la contamination) sont nécessaires pour obtenir les limites de détection spécifiées pour les essais d'acceptation, où les gaz extraits dans l'espace de tête des flacons se situent dans la plage des nl/l.

Les méthodes de Toepler et de dégazage partiel, où les gaz extraits se situent dans la plage des nl/l à ces niveaux de gaz, sont plus recommandées pour les essais d'acceptation. Cependant, si l'espace de tête doit être utilisé pour de faibles niveaux de concentration et les essais d'acceptation, l'appareil le plus sensible et les procédures décrites ci-dessous sont nécessaires:

– Des colonnes GC capillaires, telles que les colonnes PLOT décrites en 8.3.2.
– Des volumes morts réduits entre le flacon et les détecteurs GC.
– Un étalonnage avec différentes courbes d'étalonnage.
– Une intégration manuelle (plutôt qu'électronique) de la ligne de base des pics GC. Cela diminuera les limites de détection à généralement 0,2 µl/l pour les hydrocarbures.
– Pour les limites de détection encore plus basses des essais d'acceptation, une boucle d'injection plus importante de 1,5 ml, suivie d'une répartition de l'échantillon de gaz entre le flacon et les colonnes GC (généralement, de 1/50 à 1/100). Cela entraînera des pics GC plus pointus (en particulier pour l'hydrogène).

  NOTE Il est possible de commander l'appareil, de telle sorte qu'il puisse choisir automatiquement l'option de répartition (par exemple, 1/100 pour les essais d'acceptation et 1/10 pour les essais en service).
– En variante, une seringue peut être utilisée pour transférer manuellement un échantillon de gaz du flacon à l'entrée d'injection du chromatographe en phase gazeuse. Cela éliminera la dilution de gaz provenant de la pressurisation en argon de la fiole.

7.5.4.4 Procédure pour l'analyse à des niveaux de concentration élevés

Il a été observé que lorsque les niveaux de concentration en hydrogène sont trop élevés, les valeurs mesurées sont considérablement inférieures aux valeurs réelles. Dans de tels cas, il convient qu'un volume plus faible de l'échantillon d'huile soit utilisé pour obtenir des résultats précis.

On a constaté que lorsque la teneur en hydrogène est généralement supérieure à 6 000 µl/l, il convient de réaliser un deuxième échantillon avec 7 ml de l'échantillon d'huile dans le flacon et une troisième mesure avec 3 ml dans le flacon. Des résultats valables sont obtenus lorsque des valeurs identiques avec deux facteurs de dilution différents sont mesurées.

En utilisant la procédure 7.5.5.1 (étalonnage avec des étalons de gaz dissous dans l'huile), introduire le volume réduit d'échantillon d'huile (7 ml ou 3 ml) dans une seringue, compléter par 15 ml d'huile dégazée, puis transférer dans un flacon et procéder comme avec des échantillons d'huile réguliers. Multiplier les valeurs mesurées de gaz dans l'huile par le facteur adéquat de dilution dans l'huile (15/7 ou 15/3).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

NOTE Pressure in the vials at this stage should always be below the injection pressure (1,4 bar). Pressure in the glove box may exceed this, so it should be measured (in the glove box, or in the vial, with the gage on the head-space equipment) and reduced if necessary. Ideally, it should be close to atmospheric pressure and should be known with precision in order to make corrections and calculations indicated in 7.5.5.1 and 7.5.5.2.

Record the actual atmospheric pressure throughout the run, since it may vary several % over an extended run, especially if unattended, and it may be necessary to make corrections to total pressure in the vial.

7.5.4.3 Procedure for analysis at low concentration levels

The procedures described in 7.5.4.1 and 7.5.4.2 provide the detection limits specified in Table 5 for service tests. More sensitive procedures (and special attention to avoid contamination) are required to obtain the detection limits specified for acceptance tests, where extracted gases in the headspace of the vials are in the nl/l range.

Toepler and partial degassing, where extracted gases are in the µl/l range at these levels, are more recommended for acceptance tests. However, if head space is to be used for low concentration levels and acceptance tests, the more sensitive equipment and procedures described below are required.

– Capillary GC columns such as the PLOT columns described in 8.3.2.
– Reduced dead volumes between the vial and the GC detectors.
– Calibration with different calibration curves.
– Manual (rather than electronic) integration of the baseline of GC peaks. This will lower the detection limits to typically 0,2 µl/l for hydrocarbons.
– For the still lower detection limits of acceptance tests, a larger injection loop of 1,5 ml, followed by a split of the gas sample between the vial and the GC columns (typically, of 1/50 to 1/100). This will result in much sharper GC peaks (particularly for hydrogen).

  NOTE The equipment may be instructed to automatically choose the splitter option (for example, 1/100 for acceptance tests and 1/10 for service tests).

– Alternatively, a syringe may be used to manually transfer a gas sample from the vial to the injection port of the GC. This will eliminate the gas dilution resulting from Argon pressurization of the vial.

7.5.4.4 Procedure for analysis at high concentration levels

It has been observed that when hydrogen concentration levels are too high, measured values are considerably below actual values. In such cases, a smaller volume of oil sample should be used to obtain accurate results.

It has been found that when the hydrogen content is typically above 6 000 µl/l, a second sample with 7 ml of the oil sample in the vial and a third measurement with 3 ml in the vial should be performed. Valid results are obtained when identical values with two different dilution factors are measured.

When using procedure 7.5.5.1 (calibration with gas-in-oil standards), introduce the reduced volume of oil sample (7 ml or 3 ml) in a syringe, complete to 15 ml with degassed oil, then transfer into a vial and proceed as with regular oil samples. Multiply the measured values of gas in oil by the proper oil dilution factor (15/7 or 15/3).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

En utilisant la procédure 7.5.5.2 (étalonnage avec des étalons de gaz), introduire le volume réduit d'huile dans une fiole et procéder comme avec les échantillons d'huile réguliers. Calculer les concentrations en gaz dans l'échantillon d'huile à l'aide de l'équation (2) et les valeurs correctes de V_G et V_L.

NOTE Cette non-linéarité a été observée principalement avec l'hydrogène dissous dans l'huile, mais il convient que des échantillons avec des concentrations élevées des autres gaz dissous soient également mesurés en suivant une procédure similaire.

7.5.5 Etalonnage de l'extracteur d'espace de tête

Deux méthodes d'étalonnage différentes sont disponibles.

7.5.5.1 Etalonnage avec des étalons de gaz dissous dans l'huile

Cette méthode est utilisée essentiellement pour la procédure de 7.5.4.1.1.

L'avantage de cette méthode est qu'il n'est pas nécessaire de déterminer les coefficients de partage.

Trois étalons de gaz dissous dans l'huile, préparés conformément aux méthodes décrites en 6.1 ou 6.2, sont utilisés au moins une fois par mois, ou à chaque fois qu'un paramètre opérationnel a été modifié (surpression d'argon, nouveaux lots de flacons ou de seringues), ou si l'étalonnage des détecteurs GC avec des étalons de gaz indique une modification de la réponse des détecteurs.

Des courbes d'étalonnage direct sont construites, mettant en relation la hauteur du pic ou la surface du pic et la concentration de gaz dans l'étalon de gaz dissous dans l'huile.

Lorsqu'un échantillon d'huile inconnu est utilisé dans des conditions de fonctionnement exactement similaires, ses concentrations en gaz dissous C_L^{0*} peuvent être obtenues en utilisant les courbes d'étalonnage ci-dessus. Il convient qu'une petite correction des différences de pression atmosphérique et de température lorsque l'étalon de gaz dissous dans l'huile et des échantillons d'huile inconnus ont été analysés soit effectuée:

$$C_L^0 = C_L^{0*} \times (P/P_s) \times [(273 + t_s)/(273 + t)] \quad (1)$$

(voir 7.5.2 pour les abréviations).

7.5.5.2 Etalonnage avec des étalons de gaz

Cette méthode est utilisée essentiellement pour la procédure de 7.5.4.1.2. L'avantage de cette méthode est qu'il n'y a pas d'exigence concernant la préparation des étalons de gaz dissous dans l'huile pour l'étalonnage direct de l'extracteur de l'espace de tête.

Il est cependant nécessaire de déterminer les coefficients de partage avec exactitude, dans des conditions de fonctionnement exactement similaires à celles utilisées pour les échantillons d'huile (voir 7.5.5.3).

Un flacon contenant l'étalon de gaz, préparé conformément à 7.5.4.1.2.2, est placé dans l'échantillonneur de tête et analysé dans la boucle d'injection d'espace de tête.

Des courbes d'étalonnage, mettant en relation la hauteur du pic ou la surface du pic et la concentration des gaz dans l'étalon de gaz, sont construites. Lorsqu'un échantillon d'huile est utilisé dans des conditions de fonctionnement exactement similaires, la concentration des gaz dans la phase gazeuse C_G peut être obtenue en utilisant cette courbe d'étalonnage.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

When using procedure 7.5.5.2 (calibration with gas standards), introduce the reduced volume of oil in a vial and proceed as with regular oil samples. Calculate gas concentrations in the oil sample using equation (2) and the proper values of V_G and V_L.

NOTE This non-linearity has been observed mainly with hydrogen dissolved in oil, but samples with high concentrations of the other dissolved gases should also be measured following a similar procedure.

7.5.5 Calibration of the head-space extractor

Two different calibration methods are available.

7.5.5.1 Calibration with gas-in-oil standards

This method is used primarily for procedure of 7.5.4.1.1.

The advantage of this method is that partition coefficients need not be determined.

Three gas-in-oil standards, prepared according to the methods described in 6.1 or 6.2, are run at least once a month or each time an operational parameter has changed (argon overpressure, new batches of vials or syringes) or if calibration of GC detectors with gas standards indicate a change in the response of detectors.

Direct calibration curves are drawn, relating peak height or peak area to the concentration of gases in the gas-in-oil standard.

When an unknown oil sample is run under exactly the same operational conditions, its dissolved gas concentrations C_L^{0*} can be obtained by using the above calibration curves. A small correction for the differences of atmospheric pressure and temperature when the gas-in-oil standard and unknown oil samples were analysed should be made:

$$C_L^0 = C_L^{0*} \times (P/P_s) \times [(273 + t_s)/(273 + t)] \quad (1)$$

(see 7.5.2 for abbreviations).

7.5.5.2 Calibration with gas standards

This method is used primarily for the procedure of 7.5.4.1.2. The advantage of this method is that there is no requirement to prepare gas-in-oil standards for direct calibration of the headspace extractor.

Partition coefficients need to be determined accurately, however, under exactly the same operational conditions as the oil samples (see 7.5.5.3).

A vial containing the gas standard, prepared according to 7.5.4.1.2.2, is placed in the head-space sampler and analysed through the head-space injection loop.

Calibration curves relating peak height or peak area to the concentration of the gases in the gas standard are drawn. When an oil sample is run under exactly the same operational conditions, the concentration of the gases in the gas phase C_G can be obtained by using this calibration curve.

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---
Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Les concentrations dans l'échantillon d'huile sont ensuite déterminées à l'aide de l'équation (2), basée sur la loi de Henry, qui nécessite de déterminer précisément les coefficients de partage K et le rapport volumique réel de la fiole (V_G/V_L) pour chaque échantillon d'huile.

$$C_L^0 = C_G \times (K + V_G/V_L) \quad (2)$$

NOTE On calcule V_L et V_G conformément à 7.5.3.2.1 et 7.5.3.4.

Il convient qu'une correction de la pression atmosphérique et de la température soit réalisée à l'aide de l'équation (1) (voir 7.5.5.1), en remplaçant "étalon de gaz dissous dans l'huile" par "étalon de gaz". En général, les étalons de gaz sont préparés avec les échantillons d'huile et il convient par conséquent que la température et la pression à l'intérieur des flacons avant l'extraction de l'espace de tête soient les mêmes. En ce qui concerne la pression atmosphérique, elle peut varier au cours du temps nécessaire pour analyser plusieurs échantillons; par conséquent, dans certains systèmes équipés de boucles d'échantillon en équilibre avec la pression atmosphérique, la quantité de gaz (nombre de moles) se dirigeant vers le détecteur par l'intermédiaire de la boucle d'échantillon peut varier. En raison de cela, il convient que la correction de la pression atmosphérique soit effectuée.

NOTE Bien que cela ne soit pas nécessaire pour l'étalonnage, il est recommandé, en utilisant cette procédure, de vérifier régulièrement les performances globales de l'extracteur en utilisant des étalons de gaz dissous dans l'huile.

7.5.5.3 Détermination des coefficients de partage

La méthode préférentielle de détermination des coefficients de partage est l'utilisation d'étalons de gaz dissous dans l'huile conformément à 6.1 ou 6.2.

Ces étalons de gaz dissous dans l'huile sont analysés dans les mêmes conditions que les échantillons prélevés en service. Le coefficient de partage K pour chaque composé est déterminé à l'aide de l'équation (2) modifiée (voir 7.5.5.2):

$$K = C_L{}^0/C_g - V_G/V_L \quad (2a)$$

où $C_L{}^0$ est connue et C_G est déterminée par l'analyse de la chromatographie en phase gazeuse.

Pour cette détermination, il convient de déterminer précisément V_G et V_L pour chaque fiole utilisée (voir 7.5.3.2.1).

En variante, la méthode appelée par «interception/pente» peut être utilisée: Rassembler douze seringues en verre de 30 ml remplies d'huile là où tous les gaz considérés ont été détectés. En suivant 7.5.4.1.2.3, remplir cinq jeux de six flacons avec les volumes d'huile suivants: 4 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml, 12 ml et 14 ml, correspondant à un rapport de phase (V_G/V_L) de 4,575, 2,716, 1,787, 1,230, 0,86 et 0,59, respectivement.

Déterminer la surface du pic de chaque gaz dans les différents rapports de phase. Tracer la réciproque de la surface du pic sur l'axe Y et le rapport de phase sur l'axe X. A partir de l'analyse par régression de ces données, obtenir la pente et l'interception.

Calculer le coefficient de partage du gaz: K = interception/pente. La précision la plus élevée de la valeur K est obtenue lorsque le coefficient de corrélation (R) de la régression est supérieur à 0,999.

NOTE Dans le cas de gaz moins solubles (H_2, CO, CO_2), une extrapolation précise à zéro est difficile, et ainsi la précision des résultats sera faible, mais l'influence de K dans l'équation (2a) ci-dessus est également inférieure pour ces gaz.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

The concentrations in the oil sample are then determined using equation (2), based on Henry's law, which requires that the partition coefficients K and the actual vial volume ratio (V_G/V_L) for each oil sample be precisely determined.

$$C_L^0 = C_G \times (K + V_G/V_L) \quad (2)$$

NOTE V_L and V_G are calculated according to 7.5.3.2.1 and 7.5.3.4.

A correction for atmospheric pressure and temperature should be made using equation (1) (see 7.5.5.1), replacing “gas-in-oil standard” by “gas standard. Generally, gas standards are prepared together with oil samples and so the temperature and pressure inside the vials before head-space extraction should be the same. Concerning the atmospheric pressure, it can vary during the time needed for analysing several samples; as a consequence, in some systems equipped with sample loops in equilibrium with atmospheric pressure, the amount of gas (number of moles) going to the detector through the sample loop can change. Because of this, the correction for atmospheric pressure should be made.

NOTE Although it is not needed for calibration, it is recommended when using this procedure that the overall performance of the extractor be verified regularly by running gas-in-oil standards.

7.5.5.3 Determination of partition coefficients

The preferred method of determination of partition coefficients is by using gas-in-oil standards according to 6.1 or 6.2.

These gas-in-oil standards are analysed under the same conditions as samples from the field. Partition coefficient K for each compound is determined using modified equation (2) (see 7.5.5.2):

$$K = C_L{}^0/C_g - V_G/V_L \quad (2a)$$

where $C_L{}^0$ is known and C_G is determined by the gas chromatography analysis.

For this determination, V_G and V_L should be determined precisely for each vial used (see 7.5.3.2.1).

Alternately, the so-called slope/intercept method can be used: collect 12 30 ml glass syringes of oil where all the gases of interest have been detected. Following 7.5.4.1.2.3, fill 5 sets of 6 vials with the following volumes of oil: 4 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml, 12 ml and 14 ml, corresponding to a phase ratio (V_G/V_L) of 4,575, 2,716, 1,787, 1,230, 0,86 and 0,59, respectively.

Determine the peak area of each gas under the different phase ratios. Plot the reciprocal of the peak area as the Y-axis and the phase ratio as the X-axis. From the regression analysis of these data, obtain the slope and intercept.

Calculate the partition coefficient of the gas: K = intercept/slope. The highest accuracy on the K value is obtained when the correlation coefficient (R) of the regression is greater than 0,999.

NOTE In the case of the less soluble gases (H_2, CO, CO_2), precise extrapolation to zero is difficult, so the accuracy of results will be low, but the influence of K in equation (2a) above is also lower for these gases.

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Des exemples de coefficients de partage mesurés de manière expérimentale à 70 °C sont donnés au Tableau 2.

Tableau 2 – Coefficients de partage de l'espace de tête

	Exemple d'huile naphténique	**Exemple d'huile paraffinique**
Masse volumique	0,864	0,849
H_2	0,074	0,036
O_2	0,17	0,18
N_2	0,11	0,12
CH_4	0,44	0,37
CO	0,12	0,073
CO_2	1,02	0,64
C_2H_2	0,93	0,89
C_2H_4	1,47	1,27
C_2H_6	2,09	1,73
C_3H_6	5,04	4,36
C_3H_8	5,37	4,72
C_4H_6	10,10	

NOTE Si les coefficients de partage ne peuvent pas être mesurés pour l'huile analysée, des valeurs approximatives obtenues à partir d'huiles de masse volumique et de composition chimique similaires peuvent être utilisées, telles que celles indiquées au Tableau 2. Pour des analyses plus précises, il convient que les coefficients de partage de l'huile analysée soient mesurés.

8 Analyse des gaz par chromatographie gaz-solide

8.1 Remarques générales

Les échantillons de gaz, qu'ils proviennent du relais de protection ou qu'ils soient extraits d'un échantillon d'huile, sont analysés par chromatographie en phase gazeuse. Les gaz à déterminer sont les suivants:

Hydrogène	H_2
Oxygène	O_2
Azote	N_2
Méthane	CH_4
Ethane	C_2H_6
Ethylène	C_2H_4
Acétylène	C_2H_2
Monoxyde de carbone	CO
Dioxyde de carbone	CO_2

Il n'est pas nécessaire d'analyser les hydrocarbures en C_3, eu égard aux objectifs de ce guide; cependant, ils peuvent, dans certains cas, apporter des informations utiles.

Il est possible d'utiliser de nombreuses méthodes d'analyse; les deux méthodes décrites au Tableau 3 sont données comme exemples de méthodes estimées les plus appropriées pour toutes les techniques d'extraction.

--`,,`,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Examples of partition coefficients measured experimentally at 70 °C are given in Table 2.

Table 2 – Head-space partition coefficients

	Example of naphthenic oil	Example of paraffinic oil
Density	0,864	0,849
H_2	0,074	0,036
O_2	0,17	0,18
N_2	0,11	0,12
CH_4	0,44	0,37
CO	0,12	0,073
CO_2	1,02	0,64
C_2H_2	0,93	0,89
C_2H_4	1,47	1,27
C_2H_6	2,09	1,73
C_3H_6	5,04	4,36
C_3H_8	5,37	4,72
C_4H_6	10,10	

NOTE If the partition coefficients cannot be measured for the oil analysed, approximate values obtained from oils of similar density and chemical composition may be used, such as those indicated in Table 2. For more accurate analyses, the partition coefficients of the oil analysed should be measured.

8 Gas analysis by gas-solid chromatography

8.1 General remarks

Gas samples, whether obtained from gas-collecting relays or removed from an oil sample, are analysed by gas chromatography. The gases to be determined are:

Hydrogen	H_2
Oxygen	O_2
Nitrogen	N_2
Methane	CH_4
Ethane	C_2H_6
Ethylene	C_2H_4
Acetylene	C_2H_2
Carbon monoxide	CO
Carbon dioxide	CO_2

For the purpose of this guide, C_3 hydrocarbons are not required, but they may on occasion give useful information.

A number of methods may be used for the analyses; the two methods detailed in Table 3 are given as examples that have been found suitable for all extraction techniques.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Ce qui suit suppose un certain niveau de compétences dans les techniques de chromatographie en phase gazeuse et omet, par souci de concision, de multiples détails que l'on trouvera dans des manuels sur la pratique de ces techniques.

8.2 Description de modes opératoires satisfaisants à l'aide du Tableau 3

Dans l'exemple 1 du Tableau 3, deux opérations séparées sont effectuées, l'une utilisant une colonne remplie de Porapak (voir Note), l'autre une colonne de tamis moléculaire. Il n'existe pas de détecteur unique ayant une sensibilité suffisante pour tous les gaz à détecter; en conséquence, les gaz élués de la colonne utilisée traversent à la fois un détecteur à conductibilité thermique pour l'analyse des gaz atmosphériques, du CO, CO_2 et H_2, et un détecteur à ionisation de flamme pour l'analyse des hydrocarbures.

Afin de déterminer CO et CO_2 avec une sensibilité améliorée, il est possible d'installer un méthaniseur à l'entrée du détecteur à ionisation de flamme, pour convertir CO et CO_2 en méthane qui est ensuite détecté en ionisation de flamme.

Porapak est le nom commercial de produits fournis par Water Associates. (Il s'agit de billes de polymères poreux modifiés pour obtenir des caractéristiques de rétention différentes. Il en existe huit types disponibles qui sont, dans l'ordre de leur polarité croissante, Porapak P, PS, Q, QS, R, S, N et T).

NOTE Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente norme et ne signifie nullement que la CEI approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

Dans l'exemple 2 du Tableau 3, des colonnes PLOT (porous large open tubular: tubulaires, ouvertes, de grande taille et poreuses) plus sensibles sont utilisées, en particulier pour le cas de l'extraction en espace de tête.

Il est possible que, dans le cas de l'emploi de la méthode d'extraction par entraînement, l'on ne puisse pas atteindre les sensibilités et exactitudes exigées pour l'analyse des hydrocarbures pendant les essais en usine, en utilisant moins de 5 ml d'huile. Des volumes d'huile plus importants (10 ml) exigent des temps d'entraînement plus grands pour extraire les gaz dissous, ce qui conduirait à des chromatogrammes inacceptables, à moins de concentrer les gaz extraits à l'aide d'un piège à froid.

La méthode décrite ci-après correspond à des appareils pour lesquels les sorties des détecteurs sont branchées de telle sorte qu'ils puissent être utilisés avec un intégrateur ou un enregistreur à une seule voie. L'emploi d'un intégrateur ou d'un enregistreur à deux voies supprime la nécessité de ce branchement.

8.3 Appareillage

8.3.1 Chromatographe en phase gazeuse

La Figure 16 est un exemple d'un schéma de montage utilisé et donnant satisfaction. Il y a lieu d'adapter les dispositifs d'injection à la méthode de transfert des gaz depuis l'installation d'extraction jusqu'au chromatographe.

Ainsi, l'installation d'extraction sous vide, décrite à la Figure 9, utilisée à la fois avec la méthode à la pompe de Toepler et avec la méthode de dégazage partiel, transfère les gaz, via une vanne à gaz d'échantillonnage et par une boucle d'échantillon étalonnée; il s'agit d'une méthode recommandée pour améliorer la répétabilité.

Les échantillons de gaz peuvent être transférés d'une autre façon, en les injectant dans le chromatographe à l'aide d'une seringue étanche de précision; cette dernière méthode est généralement employée pour les échantillons de gaz provenant du relais de protection.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

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

8.2 Outline of suitable methods using Table 3

In example 1 of Table 3, two separate runs are made, one with a Porapak column (see Note) and the other with a molecular sieve column. A single detector having adequate sensitivity for all the gases to be detected is not available; thus, the gases eluted from the column in use are passed over both a thermal conductivity detector which detects atmospheric gases, CO, CO_2 and H_2 and a flame ionization detector which detects hydrocarbons.

To determine CO and CO_2 with improved sensitivity a methanator may be fitted at the inlet of the flame ionization detector to convert CO and CO_2 to methane which is then detected by the flame ionization detector.

Porapak is the trade name of products supplied by Water Associates. (Porapaks are porous polymer beads modified to give different retention characteristics. Eight types are available; in order of increasing polarity these are Porapak P, PS, Q, QS, R, S, N, and T).

NOTE This information is given for the convenience of users of this standard and does not constitute an endorsement by the IEC of the products named. Equivalent products may be used if they can be shown to lead to the same results.

In example 2 of Table 3, more sensitive PLOT (porous large open tubular) columns are used, particularly in the case of head-space extraction.

When using a stripping extraction method it may not be possible to achieve the sensitivity and precision for hydrocarbons required for factory tests using less than 5 ml of oil. Larger volumes of oil (10 ml) require longer stripping times to extract the dissolved gases, which would give unacceptable gas chromatograms unless the extracted gases are concentrated by cold trapping.

The method below is written for an apparatus in which the outputs from the detectors are switched electrically so that they may be dealt with by a single channel integrator or single channel chart recorder. Use of a dual channel integrator or recorder eliminates the need for switching.

8.3 Apparatus

8.3.1 Gas chromatograph

Figure 16 is an example of the layout of an instrument which has been used and found acceptable. Injection arrangements shall suit the method by which gas is transferred from gas extraction equipment into the chromatograph.

Thus, the vacuum extraction equipment described in Figure 9 and used for both Toepler pump and partial degassing methods transfers the gas via a gas sample valve and calibrated sample loop, a method recommended to improve repeatability.

Alternatively, gas samples may be transferred and injected into the chromatograph using a precision gas-tight syringe, and this latter method is generally used for gas samples from gas-collecting relays.

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Dans le cas de l'extraction par entraînement (voir Figure 12), on utilise une vanne à gaz d'échantillonnage, le barboteur étant inséré à la place de la boucle d'échantillon, comme le montre la Figure 12a. La Figure 12b présente un montage utilisant un barboteur et un piège à froid.

Dans le cas de la méthode d'espace de tête, les accessoires d'espace de tête décrits en 7.5.3.1, une vanne de dérivation, et un adaptateur de zéro volume mort (diamètre intérieur de 0,53 mm) pour les connexions de la colonne sont utilisés pour injecter les gaz extraits.

8.3.2 Colonnes

Dans les exemples présents du Tableau 3, deux colonnes sont utilisées avec une vanne à deux voies permettant de sélectionner la colonne.

Cependant, quelles que soient les colonnes, la condition principale est qu'il convient qu'elles donnent, dans le temps le plus court possible, sur une ligne de base stable, une bonne séparation de tous les éluats. Les colonnes citées au Tableau 3 le sont à titre d'exemple; toute autre colonne satisfaisant aux exigences générales peut être utilisée.

Dans le cas de la méthode d'espace de tête, les colonnes remplies décrites dans l'exemple 1 du Tableau 3 peuvent être utilisées pour l'analyse individuelle des huiles; cependant, à des niveaux de concentration de gaz dissous dans l'huile faibles, les gaz doivent être détectés dans la phase d'espace de tête au niveau des ppb. Cela nécessite l'utilisation des colonnes PLOT de l'exemple 2 du Tableau 3. A ces niveaux de gaz en nl/l, il convient d'accorder un soin particulier à la contamination et au contrôle des détecteurs GC.

Tableau 3 – Exemples de conditions de fonctionnement de la chromatographie en phase gazeuse

	Exemple 1	Exemple 2
Type de colonnes	Remplies	PLOT
Colonne 1	Porapak^{R} N ou Hayesep, L = 3; D = 3	Carboxen^{R} 1006 ou Carboplot^{R} P7, L = 30; D = 0,5
Colonne 2	Tamis moléculaire 5A ou 13X L = 0,5; D = 3	Tamis moléculaire 5A (50 µm) L = 30; D = 0,5
Température (°C) de:		
Vanne de dérivation de la colonne	120	90
FID	250	250
TCD	200	200
Méthaniseur	400	350
Etuve	35 – 180	40 – 100
Gaz séparés		
Dans la colonne 1	CO_2 (TCD) CO_2 *, C_nH_n, (FID)	C_2H_4, C_2H_2, C_2H_6, CO_2 * (FID)
Dans la colonne 2	H_2, O_2, N_2, CO (TCD) CO * (FID)	H_2, O_2, N_2, CO (TCD) CH_4, CO * (FID)
Gaz vecteur: argon	25 ml/min	6 ml/min
NOTE L = longueur (en mètres), D = diamètre (en mm). * CO et CO_2 convertis en CH4 par le méthaniseur.		

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

In the case of extraction by stripping (see Figure 12), a sampling valve is used, with the stripper inserted in place of the sample loop as shown in Figure 12a. Arrangements where a stripper plus cold trap are used are shown in Figure 12b.

In the case of the head-space method, the head-space accessories described in 7.5.3.1, a bypass valve, and a zero-dead volume adapter (0,53 mm ID) for the column connections are used for injecting extracted gases.

8.3.2 Columns

In the present examples of Table 3, two columns are used with a two-way valve enabling selection between the columns.

However, the important requirement for all columns is that they should achieve good separation in as short a time as possible, while giving all elutions on a stable baseline. The columns indicated in Table 3 are given only by way of examples and other columns meeting these general requirements may be used.

In the case of the head-space method, the packed columns described in example 1 of Table 3 can be used for the routine analysis of oils; however, at low gas-in-oil concentration levels, gases shall be detected in the headspace phase at the ppb level. This requires the use of the PLOT columns of example 2 of Table 3. At these nl/l gas levels, special care should be taken to prevent contamination and in the control of the GC detectors

Table 3 – Examples of gas chromatographic operating conditions

	Example 1	Example 2
Type of columns	Packed	PLOT
Column 1	Porapak^{R} N or Haysep, L = 3 ; D = 3	Carboxen^{R} 1006 or Carboplot^{R} P7, L = 30 ; D = 0,5
Column 2	Molecular Sieve 5A or 13X L = 0,5 ; D = 3	Molecular Sieve 5A (50 μm) L = 30 ; D = 0,5
Temperature (°C) of:		
Column bypass valve	120	90
FID	250	250
TCD	200	200
Methanator	400	350
Oven	35-180	40-100
Gases separated		
On column 1	CO_2 (TCD) CO_2 *, C_nH_n, (FID)	C_2H_4, C_2H_2, C_2H_6, CO_2 * (FID)
On column 2	H_2, O_2, N_2, CO (TCD) CO * (FID)	H_2, O_2, N_2, CO (TCD) CH_4, CO * (FID)
Argon carrier gas	25 ml/min	6 ml/min
NOTE L = length (in meters), D = diameter (in mm). * CO and CO_2 converted into CH4 by methanator.		

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

8.3.3 Gaz vecteur

Utiliser de préférence de l'argon de qualité pour chromatographie comme gaz vecteur.

8.3.4 Détecteurs

Les gaz élués des colonnes traversent un détecteur à conductivité thermique et un détecteur à ionisation de flamme.

8.3.5 Méthaniseur

Dans les exemples cités, on adapte un méthaniseur à l'entrée du détecteur à ionisation de flamme pour accroître la sensibilité de détection de CO et CO_2, en les convertissant en méthane.

NOTE L'efficacité du méthaniseur peut être réduite par la présence d'hexafluorane de soufre (ce gaz est parfois utilisé dans les boîtes à câbles et peut diffuser dans l'huile de remplissage du matériel); dans ce cas, il convient qu'un autre dispositif analytique, qui n'est pas décrit dans la présente norme, soit utilisé.

8.3.6 Piège à froid

En utilisant la méthode par entraînement, il est possible d'utiliser un piège à froid pour augmenter la sensibilité de détection des hydrocarbures. Ce piège à froid est monté à la sortie du barboteur.

La Figure 12b donne un exemple de méthode d'installation d'un piège à froid. Un dispositif type éprouvé se compose d'un tube en acier inoxydable de 130 mm de longueur et de diamètre extérieur 6 mm, rempli de Porapak Q^R de granulométrie 100/120 mesh, ou de tout produit équivalent; ce dispositif est maintenu à une température inférieure à –54 °C, dans un mélange réfrigérant, tel qu'un mélange de neige carbonique et d'alcool.

Pendant toute l'opération d'entraînement, un courant dérivé du gaz vecteur circule dans le piège à froid, alors que le courant principal circule directement dans le chromatographe en phase gazeuse. Après entraînement des gaz, fermer la vanne pour faire circuler le gaz vecteur dans le piège à froid. Chauffer ensuite rapidement ce piège à 80 °C pour injecter, dans les colonnes d'analyse, les gaz piégés.

8.3.7 Intégrateur et enregistreur

Les signaux de sortie des détecteurs sont traités par un intégrateur. Il est possible d'utiliser un enregistreur potentiométrique.

8.4 Préparation de l'appareil

a) Mettre en route le chromatographe, régler le débit du gaz vecteur et la température jusqu'à l'équilibre constaté par la stabilité de la ligne de base.

b) Dans le cas des méthodes d'extraction sous vide, injecter l'échantillon de gaz soit à la seringue, soit par la boucle d'échantillon, préalablement mise sous vide.

c) Dans le cas de la méthode par entraînement, introduire l'échantillon d'huile dans le barboteur avec une seringue de précision.

d) Pour la méthode de l'espace de tête, injecter les gaz extraits à l'aide des accessoires indiqués en 8.3.1.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

8.3.3 Carrier gas

The carrier gas is preferably gas chromatograph grade argon.

8.3.4 Detectors

The gases eluted from the columns are passed over a thermal conductivity detector and a flame ionization detector.

8.3.5 Methanator

In the present examples, a methanator is fitted at the inlet to the flame ionization detector to improve the sensitivity with which CO and CO_2 can be detected by converting these gases to methane.

NOTE The activity of the methanator may be impaired by the presence of sulphur hexafluoride (this gas is sometimes used in cable terminal boxes and may diffuse into the equipment filling oil); in this case, a different analytical arrangement should be used, which is not described in this standard.

8.3.6 Cold trap

When the stripping method is used, a cold trap may be fitted at the outlet of the stripper to improve the sensitivity for hydrocarbons.

Figure 12b shows an example of the method of inclusion of a cold trap. A typical device used consists of a 130 mm long, 6 mm outer diameter, stainless steel tube packed with 100/120 mesh Porapak Q^R or equivalent, maintained below -54 °C in a suitable freezing mixture such as solid carbon dioxide and alcohol.

During stripping, a separate carrier gas stream circulates in the cold trap while the main carrier gas flows directly to the gas chromatograph. After stripping, a valve is switched to direct the carrier gas flow through the cold trap. Then the trap is rapidly heated to 80 °C, injecting the trapped gases onto the analytical columns.

8.3.7 Integrator and recorder

The electrical outputs from the detectors are fed to an integrator. Additionally or alternatively, a chart recorder may be used.

8.4 Preparation of apparatus

a) Set up the chromatograph, and allow the flow of carrier gas and the temperature to stabilize as shown by the production of a steady baseline.

b) For the vacuum extraction methods, either inject the gas sample using a syringe or with the gas sample loop previously evacuated.

c) For the stripping method introduce the oil sample into the stripper by means of a precision syringe.

d) For the head-space method inject the extracted gases using accessories indicated in 8.3.1.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

8.5 Analyse

Voir la Figure 16.

On donne ci-après un mode opératoire possible utilisant un seul chromatographe, équipé de deux colonnes, d'une vanne à gaz d'échantillonnage et d'un méthaniseur (exemple 1 du Tableau 3).

a) Amener la vanne de sélection de colonne (4) en (position A) pour utiliser la colonne Porapak (5a) ou une colonne analogue.

b) Tourner la vanne à gaz (2) pour introduire l'échantillon de gaz.

c) Choisir, au moyen de l'interrupteur (10), le détecteur à ionisation de flamme (6b). Le premier pic qui apparaîtra sera CO, transformé en CH_4 par le méthaniseur. Le second pic sera CH_4. Le troisième pic sera CO_2, transformé en CH_4 par le méthaniseur; il sera suivi dans l'ordre par C_2H_4, C_2H_6 et C_2H_2.

   NOTE Le CO et le CO_2 transformés en CH_4 par le méthaniseur sont détectés en ionisation de flamme avec une sensibilité élevée. Pour des concentrations importantes, il se peut que la limite de linéarité du détecteur soit dépassée. Dans ce cas, on commencera par utiliser le détecteur à conductibilité thermique pour déterminer le CO_2, avant la méthanisation.

d) Amener la vanne de sélection de colonne (4) en (position B) pour utiliser la colonne de tamis moléculaire. S'assurer de la stabilité de la ligne de base.

e) Remplir à nouveau la boucle d'échantillon suivant le point j) de 7.2.2.

f) Tourner la vanne à gaz (2) pour introduire l'échantillon de gaz.

g) Sélectionner, au moyen de l'interrupteur (10), le détecteur à conductibilité thermique (6a). Les pics sortiront dans l'ordre suivant: H_2, O_2 et N_2.

h) Choisir, au moyen de l'interrupteur (10), le détecteur à ionisation de flamme (6b). Le pic suivant qui apparaîtra sera CH_4 et le dernier, CO, transformé en CH_4 par le méthaniseur.

i) Purger tous les gaz retenus sur les deux colonnes.

j) Une seule détermination par échantillon de gaz suffit normalement.

8.6 Etalonnage du chromatographe

Les temps de rétention sont obtenus en injectant dans la colonne les gaz individuels, dilués dans le gaz vecteur. Il est cependant préférable de déterminer les facteurs de réponse des détecteurs en utilisant un mélange de gaz étalons dilués dans le gaz vecteur, contenant des concentrations connues de tous les composants gazeux à analyser, dans des proportions proches de celles rencontrées dans les huiles provenant de transformateurs. Il convient d'employer un tel mélange étalon périodiquement, en fonction de la stabilité de l'appareil. Pour obtenir une meilleure fidélité, il est souhaitable que l'étalonnage soit fait immédiatement avant l'analyse de l'échantillon d'huile.

Le nombre minimal de mélanges de gaz étalons nécessaires pour l'étalonnage du chromatographe varie de 1 à 3. Un seul est nécessaire lorsqu'il est établi que les performances du matériel d'analyse sont linéaires (par vérification du système dans sa totalité) dans la plage de concentration des gaz habituellement trouvés dans l'huile pour transformateurs.

Il convient qu'un étalon différent pour la vérification des détecteurs GC soit utilisé au moins une fois par jour.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

8.5 Analysis

See Figure 16.

A possible procedure using one chromatograph fitted with two columns, a gas sampling valve and a methanator is given below (example 1 of Table 3).

a) Adjust the selector valve (4) (position A) to bring the Porapak (5a) or equivalent column into use.

b) Turn the sample valve (2) to introduce the gas sample.

c) Select with switch (10) the flame ionization detector (6b). The first peak to emerge will be CO converted to CH_4 by the methanator. The second peak will be CH_4. The third peak is CO_2 converted to CH_4 by the methanator, and this is followed by C_2H_4, C_2H_6 and C_2H_2.

NOTE The CO and CO_2 having been converted to CH_4 by the methanator is detected at high sensitivity by the flame ionization detector. At high concentrations, it may well exceed the linear range of this detector. In this circumstance, use may be made of a thermal conductivity detector to evaluate the CO_2 before methanation.

d) Adjust the selector valve (4) (position B) to bring the molecular sieve column into use. Obtain a stable baseline.

e) Refill the gas sample loop according to step j) of 7.2.2.

f) Turn the sample valve (2) to introduce the gas sample.

g) Select, with switch (10), the thermal conductivity detector (6a). Peaks will emerge in the order H_2, O_2 and N_2.

h) Select, with switch (10), the flame ionization detector (6b). The next peak will be CH_4; the last peak to emerge will be CO converted to CH_4 by the methanator.

i) Purge any retained gases from both columns.

j) One determination per gas sample is normally sufficient.

8.6 Calibration of the chromatograph

Retention times are established by injection of dilutions of individual gases in the carrier gas into the columns. The response factors of the detectors, however, are preferably determined using a standard gas mixture diluted with the carrier gas, containing known concentrations of all gas components to be determined, in proportions resembling those found in oils from transformers. Such a standard mixture should be used periodically, depending upon the stability of the equipment. For better precision, calibration should be undertaken immediately before analysis of the oil sample.

The minimum number of standard gas mixtures needed for calibration of the chromatograph varies from 1 to 3. Only one is needed when performance of analysis equipment has been found linear (by verification of the entire system) in the concentration range of gases usually found in transformer oil.

A different standard for verification of GC detectors should be run at least once a day.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

8.7 Calculs

a) Identifier les gaz correspondant à chaque pic par comparaison avec ceux des chromatogrammes obtenus lors de l'étalonnage.

b) Mesurer la surface ou la hauteur de chaque pic, noter leur temps de rétention, et utiliser les résultats de l'étalonnage pour obtenir les volumes de chaque gaz.

c) Dans le cas de l'analyse des gaz prélevés aux relais de protection, exprimer la concentration de chaque gaz en pourcentage en volume.

d) Dans le cas de l'analyse des gaz extraits de l'huile, exprimer la concentration de chaque gaz en microlitres par litre d'huile dont ils sont extraits (ou en micromole de gaz par litre d'huile).

Il convient que les concentrations en gaz dissous dans l'échantillon d'huile C_L^0 soient converties aux conditions de la présente norme (101,325 kPa et 20 °C), à l'aide de l'équation suivante:

$$C_L^0(Corrected) = C_L^0 \times (P/101{,}325) \times (293/(273 + t)) \quad (3)$$

où

C_L^0 est la concentration de gaz dans l'échantillon d'huile à température et pression ambiantes;

t est la température ambiante, en °C;

P est la pression atmosphérique, en kPa.

NOTE 1 1 µl/ l correspond à 1 ppm en volume, et à 0,042 µmole/l à 20 °C et 101,3 kPa.

NOTE 2 Les concentrations en µmoles/l peuvent être converties en µl/l ou ppm, dans les conditions de la présente norme, en multipliant par 22,4 (293/273).

NOTE 3 La teneur totale en gaz dans l'huile par volume, exprimée en pourcentage, dans le cas des méthodes de dégazage partiel, par entraînement et de l'espace de tête, peut être estimée par la somme des concentrations en gaz individuelles exprimées en µl/l, dans les conditions de la présente norme.

9 Contrôle de la qualité

9.1 Vérification du système d'analyse

La méthode préférentielle, pour garantir que le système d'analyse dans sa totalité (extraction et chromatographie) donne des résultats stables et exacts, consiste à faire l'analyse d'une quantité connue d'étalons de gaz dissous dans l'huile (contenant tous les gaz énumérés en 8.1 et dans des proportions proches de celles trouvées pour les huiles prélevées sur transformateurs), à la place de l'échantillon d'huile, et en suivant tous les modes opératoires détaillés ci-dessus.

Dans le cas de la méthode d'extraction à la pompe de Toepler, il a été confirmé que le coefficient d'extraction et les performances de l'ensemble du matériel d'analyse peuvent être vérifiés par l'analyse quotidienne d'un étalon d'huile saturé en air (voir Annexe D) et d'un mélange de gaz étalons avec des concentrations en gaz moyennes dans la plage généralement rencontrée dans les échantillons d'huile pour transformateurs.

Il est recommandé d'utiliser au moins deux étalons de gaz dissous dans l'huile, l'un contenant les gaz à faibles concentrations (proches de celles correspondant aux essais de réception) et l'autre à des concentrations plus élevées (proches de celles correspondant aux matériels en service), afin de vérifier la qualité des résultats obtenus avec le système d'analyse dans toute la plage de linéarité. Les hauteurs ou les surfaces de pics du chromatogramme peuvent alors être directement rattachées aux quantités de gaz présents dans l'huile, compensant ainsi, automatiquement, les extractions incomplètes ou autres facteurs opérationnels.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

8.7 Calculations

a) Identify the gas corresponding to each peak by comparison with the chromatograms obtained during calibration.

b) Measure the area or height of each peak, note its retention time and apply the calibration data to obtain the gas volumes.

c) When dealing with analyses of gases taken from gas collecting relays, calculate the concentration of each gas in per cent by volume.

d) When dealing with analyses of gases extracted from oil, calculate the concentration in microlitres of each gas per litre of the oil from which it was extracted (or micromole of each gas per litre of oil).

Dissolved gas concentrations in the oil sample C_{L}^{0} should be converted to these standard conditions (101,325 kPa and 20 °C), using the following equation:

$$C_{\mathrm{L}}^{0}(Corrected) = C_{\mathrm{L}}^{0} \times (P/101{,}325) \times (293/(273 + t)) \qquad (3)$$

where

C_{L}^{0} is the concentration of gases in oil sample at ambient temperature and pressure;

t is the ambient temperature, in °C;

P is the atmospheric pressure, in kPa.

NOTE 1 1 µl/ l corresponds to 1 ppm by volume and 0,042 µmole/l at 20 °C and 101,3 kPa.

NOTE 2 Concentrations in µmoles/l can be converted to µl/l or ppm, under these standard conditions, by multiplying by 22,4 (293/273).

NOTE 3 Total gas content of oil by volume, expressed as a percentage, in the case of partial degassing, stripping and head-space methods, can be estimated by the sum of the individual gas concentrations expressed in µl/l under these standard conditions.

9 Quality control

9.1 Verification of the entire analytical system

The preferred method of ensuring that the entire system (extraction and chromatography) gives stable and accurate results is by analysing a known quantity of gas-in-oil standards (containing all the gases listed in 8.1 in proportions resembling those found in oils taken from transformers) in place of an oil sample and carrying out all the procedures detailed above.

In the case of the Toepler pump extraction method, it has been confirmed that the extraction efficiency and performance of the whole analysis equipment can be verified by the daily analysis of an air-saturated oil standard (see Annex D) and one standard gas mixture with average gas concentrations in the range usually found in transformer oil samples.

It is recommended to use at least two gas-in-oil standards, one containing low concentrations of gases (resembling oils in factory tests) and the other containing higher concentrations (resembling oils from equipment in the field) to check the quality of the results produced by the analytical system in the entire linearity range. The chromatogram peak areas or heights can then be related directly to the quantities of gases present in the oil, compensating automatically for incomplete extraction and other operational factors.

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Il est de règle de répéter cette procédure à intervalles d'étalonnage n'excédant pas six mois, ou à la suite de modifications de l'appareil ou des conditions de fonctionnement.

9.2 Limites de détection et quantification

La condition essentielle requise pour le système d'analyse, équipement de dégazage et chromatographe en phase gazeuse compris, doit être sa sensibilité, suivant la fonction qu'il doit remplir.

Non seulement la limite de détection, mais aussi la sensibilité, la répétabilité et l'exactitude des résultats dépendent de nombreux détails de la totalité du mode opératoire, en particulier de la méthode d'extraction, de la conception du chromatographe en phase gazeuse, de son mode de fonctionnement et de ses accessoires.

Par exemple, l'emploi d'un méthaniseur, associé à un détecteur à ionisation de flamme, accroît considérablement la sensibilité et la limite de détection de l'analyse des oxydes de carbone par rapport à celles obtenues avec un détecteur à conductibilité thermique.

Les essais sur les matériels en service, pour lesquels les concentrations en gaz dissous sont souvent élevées, n'exigent pas les mêmes limites de détection que les essais de réception en usine, où les concentrations en gaz sont généralement très faibles.

Dans le cas de l'espace de tête, le coefficient d'extraction est faible, et la concentration de gaz dans la phase de gaz extraits est généralement 100 fois plus faible qu'avec les autres méthodes d'extraction. A des niveaux de concentration de gaz dissous dans l'huile faibles, des limites de détection dans la plage des nl/l dans la phase gazeuse de l'espace de tête sont par conséquent nécessaires, nécessitant l'utilisation d'un appareil et de procédures plus sensibles (voir 7.5.4.3).

Il est nécessaire que chaque laboratoire détermine les méthodes opératoires qui lui donneront les sensibilités satisfaisantes pour tous les gaz. A titre indicatif, l'expérience montre qu'il est conseillé que le système d'analyse dans son ensemble soit capable de détecter des gaz dissous dans l'huile, aux concentrations données au Tableau 5.

Dans le cas de l'analyse d'échantillons de gaz prélevés aux relais de protection, des limites de détection égales à celles de l'analyse des gaz extraits de l'huile des essais en service sont suffisantes.

NOTE La limite de détection est la concentration la plus faible qui puisse être identifiée. La limite de quantification est la concentration la plus faible qui puisse être quantifiée avec une précision et une exactitude raisonnables.

Tableau 5 – Limites de détection dans l'huile exigées

	Essais de réception		**Essais en service**	
Gaz	Concentrations à 20 °C			
	µl/l	µmol/l	µl/l	µmol/l
Hydrogène	2	0,08	5	0,2
Hydrocarbures	0,1	0,004	1	0,042
Monoxyde de carbone	5,0	0,2	25	1,0
Dioxyde de carbone	10	0,4	25	1,0
Oxygène	500	21	500	21
Azote	2 000	84	2 000	84

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

It is good practice to repeat this procedure at intervals of calibration of not more than 6 months or following changes in apparatus or operating conditions.

9.2 Limits of detection and quantification

The basic requirement is that the analytical system, consisting of degassing equipment and gas chromatograph, shall have adequate sensitivity for the task for which it is designed.

Not only the detection limit, but also the sensitivity, the repeatability and the accuracy of results depend on many details of the overall procedure, in particular the method of extraction and the design and method of operation of the gas chromatograph and its ancillaries.

For example, by using a methanator combined with a flame ionization detector, instead of using a thermal conductivity detector, the sensitivity and detection limit for the carbon oxides are considerably improved.

Tests on equipment in service where the dissolved gas concentration is often high do not require the same detection limits as factory tests where gas concentrations are usually very low.

In the case of head space, extraction efficiency is low, and the concentration of gases in the extracted gas phase typically 100 times lower than with the other extraction methods . At low gas-in-oil concentration levels, detection limits in the nl/l range in the gas phase of the headspace are therefore necessary, requiring the use of more sensitive equipment and procedures (see 7.5.4.3).

It is necessary that each laboratory determines overall procedures which will give suitable sensitivities for all gases. For guidance, experience indicates that the entire analytical system should be capable of detecting gases dissolved in oil at the concentrations indicated in Table 5.

For the analysis of gas samples taken from gas-collecting relays, a detection limit equivalent to that obtained for the analyses of the gases extracted from the oil for service tests adequate.

NOTE The limit of detection is the lowest concentration that can be identified. The limit of quantification is the lowest concentration that can be quantified with a reasonable precision and accuracy.

Table 5 – Required limits of detection in oil

	Acceptance tests		**Service tests**	
Gases	Concentrations at 20 °C			
	µl/l	µmol/l	µl/l	µmol/l
Hydrogen	2	0,08	5	0,2
Hydrocarbons	0,1	0,004	1	0,042
Carbon monoxide	5,0	0,2	25	1,0
Carbon dioxide	10	0,4	25	1,0
Oxygen	500	21	500	21
Nitrogen	2 000	84	2 000	84

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

9.3 Répétabilité, reproductibilité et exactitude

La répétabilité (r), la reproductibilité (R) et la précision sont définies en détail dans l'ISO 5725.

9.3.1 Répétabilité

La répétabilité est liée aux différences qui sont observées lorsque le même échantillon d'huile est analysé plusieurs fois par le même laboratoire le même jour ou pendant une courte période.

Ayant établi des méthodes garantissant des limites de détection satisfaisantes, il faut que chaque laboratoire puisse confirmer que ces méthodes donnent une répétabilité adéquate suivant la procédure décrite dans l'ISO 5725.

Pour des niveaux de concentration en gaz supérieurs à 10 µl/l, la répétabilité d'un laboratoire doit être considérée comme acceptable si la valeur absolue de la différence (A – B) de deux résultats A et B satisfait la relation suivante:

$$r = (A - B) < k \times (A + B) / 2$$

ce qui veut dire que la répétabilité du laboratoire, pour des niveaux de confiance de 95 %, est inférieure à k fois la concentration moyenne du gaz analysé. Le coefficient k dépend de la nature du gaz analysé.

Une valeur générale acceptable, calculée à partir d'un essai interlaboratoires international de la CEI, est: k = 0,07 pour des concentrations >10 µl/l et <1 000µl/l, et k = 0,10 pour des concentrations >1 000 µl/l.

Pour de faibles concentrations en gaz (par exemple inférieures à 10 µl/l), la répétabilité requise est donnée par la relation suivante: r = S (où S = limite de détection), quelle que soit la concentration, comme déduit du même essai interlaboratoires international de la CEI.

Il est recommandé que chaque laboratoire vérifie sa propre répétabilité individuelle aux deux niveaux de concentration, à des intervalles de temps appropriés ou après des modifications principales sur son système (extracteur de gaz et chromatographe en phase gazeuse). Pour réaliser cela, effectuer un nombre suffisant d'analyses sur des échantillons multiples de la même huile pendant une courte période (moins d'un jour), puis déterminer la répétabilité des résultats r conformément à l'ISO 5725.

9.3.2 Reproductibilité

La reproductibilité est liée aux différences qui sont observées lorsque le même échantillon d'huile est analysé par différents laboratoires (reproductibilité interlaboratoires), ou lorsqu'il est analysé par le même laboratoire pendant de longues périodes (après plusieurs jours, semaines ou mois) (reproductibilité intralaboratoire).

La reproductibilité interlaboratoires a été évaluée par la CIGRE comme étant d'environ ± 20 % à des niveaux de concentration moyens.

Il est recommandé que chaque laboratoire vérifie sa propre reproductibilité intralaboratoire à des niveaux de concentration différents et à des intervalles de temps appropriés ou après des modifications principales sur son système (extracteur de gaz et chromatographe en phase gazeuse). Pour réaliser cela, analyser des échantillons multiples de la même huile à des intervalles de temps réguliers, par exemple chaque semaine ou chaque mois pendant une période de plusieurs mois, puis déterminer la reproductibilité des résultats R conformément à l'ISO 5725.

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

9.3 Repeatability, reproducibility and accuracy

Repeatability (r), reproducibility (R) and accuracy are defined in detail in ISO 5725.

9.3.1 Repeatability

Repeatability is related to the differences which are observed when the same oil sample is analysed several times by the same laboratory over the same day or a short period of time.

Having established methods which give adequate overall detection limits, each laboratory must confirm that these methods give adequate repeatability following the procedure described in ISO 5725.

For gas concentration levels greater than 10 µl/l the repeatability of a laboratory shall be considered as acceptable if the absolute difference (A – B) of two measurements A and B satisfies the following equation:

$$r = (A - B) < k \times (A + B)/2$$

which means that the repeatability of the laboratory, at 95 % confidence limit, is lower than k times the mean concentration of the gas analysed. The k coefficient depends on the nature of the gas analysed.

A general acceptable value, calculated from an international IEC inter-laboratory test is: k = 0,07 for concentrations >10 µl/l and <1 000 µl/l, and k = 0,10 for concentrations >1 000 µl/l.

For low gas concentrations (for example, <10 µl/l), the required repeatability is given by the following equation: r = S (where S = detection limit), whatever the concentration, as deduced from the same international IEC inter-laboratory test.

It is recommended that each laboratory check its own individual repeatability at both concentration levels at appropriate time intervals or after major changes on its system (gas extractor and gas chromatograph). To do that, a sufficient number of analyses on multiple samples of the same oil are run within a short period of time (less than one day), then the repeatability of results r is determined according to ISO 5725.

9.3.2 Reproducibility

Reproducibility is related to the differences which are observed when the same oil sample is analysed by different laboratories (inter-laboratory reproducibility), or when it is analysed by the same laboratory over long periods of time (after several days, weeks or months) (intra-laboratory reproducibility).

Inter-laboratory reproducibility has been evaluated by CIGRE as around ±20 % at medium concentration levels.

It is recommended that each laboratory check its own intra-laboratory reproducibility at different concentration levels at appropriate time intervals or after major changes on its system (gas extractor and gas chromatograph). To do that, analyse multiple samples of the same oil at regular intervals of time, for instance each week or each month over a period of several months, then determine the reproducibility of results R according to ISO 5725.

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Une bonne conservation des échantillons est nécessaire entre les analyses. Il est recommandé de placer les échantillons dans un réfrigérateur pour éviter les réactions avec la lumière et l'oxygène présents dans l'huile.

9.3.3 Exactitude

L'exactitude est liée aux différences qui sont observées entre les valeurs analysées par un laboratoire et les valeurs réelles des gaz dissous contenus dans l'échantillon d'huile.

Des résultats d'AGD inexacts peuvent conduire à des diagnostics de défaut erronés, en particulier si les rapports de gaz sont proches d'une limite de zone de défaut, ou à des actions inappropriées sur l'appareil, si les valeurs de concentration sont proches des valeurs typiques ou d'alarme définies dans la CEI 60599.

Afin de pouvoir déterminer l'exactitude, les valeurs nominales des concentrations en gaz dissous doivent être connues. Il a été prouvé par des essais interlaboratoires que la moyenne de plusieurs valeurs mesurées est différente des valeurs nominales. La détermination de l'exactitude doit être effectuée avec des étalons de gaz dissous dans l'huile préparés conformément à l'Article 6, ou par l'intermédiaire de la participation à des essais interlaboratoires utilisant de tels étalons, ou en utilisant des étalons de gaz dissous dans l'huile certifiés, préparés conformément à l'ISO 5725.

On donne, dans le Tableau 6, des exemples d'exactitudes qu'il est possible d'atteindre pour l'ensemble de la procédure expérimentale. Ces valeurs résultent d'essais interlaboratoires de la CEI et de la CIGRE, menés sur deux types d'échantillons étalons de gaz dissous dans l'huile (préparés suivant 6.1) par 44 laboratoires répartis dans le monde entier. L'un de ces échantillons étalons contenait des gaz à des niveaux de concentration moyens (hydrocarbures entre 9 µl/l et 60 µl/l, CO et CO_2 entre 100 µl/l et 500 µl/l). L'autre contenait des gaz à des niveaux de concentration faibles (hydrocarbures entre 1 µl/l et 10 µl/l, CO et CO_2 entre 30 µl/l et 100 µl/l).

Il est recommandé que chaque laboratoire détermine sa propre exactitude, qui peut différer des valeurs du Tableau 6. Pour réaliser cela, analyser un étalon de gaz dissous dans l'huile conformément à l'Article 6, puis déterminer l'exactitude conformément à l'ISO 5725.

Tableau 6 – Exemples d'exactitude des méthodes d'extraction

	Précision, en % de la valeur nominale	
Méthode d'extraction	Concentration moyenne	Concentration faible
Toepler	13	35
Dégazage partiel	13	30
Entraînement	18	23
Espace de tête	18	37
Toepler sans mercure	15*	14*
Dégazage partiel sans mercure	11*	
Brassage	15	44
* Basé sur un nombre limité d'analyses.		

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

A good conservation of the samples is necessary between analyses. Storing the samples in a fridge is recommended to avoid reactions with light and oxygen present in the oil.

9.3.3 Accuracy

Accuracy is related to the differences which are observed between the values analysed by a laboratory and the true values of dissolved gases contained in the oil sample.

Inaccurate DGA results may lead to wrong fault diagnoses, especially if gas ratios are close to a fault zone boundary, or to inappropriate actions on the equipment if concentration values are close to the typical or alarm values defined in IEC 60599.

To be able to determine accuracy the nominal values of dissolved gas concentrations shall be known. The mean of several measured values has been shown by inter-laboratory tests to be different from the nominal values. The determination of accuracy shall be carried out with gas-in-oil standards prepared according to Clause 6, or through participation to round robin tests using such standards or certified gas-in-oil standards prepared according to ISO 5725.

Examples of accuracies which can be obtained using the overall experimental procedure are given in Table 6. These values are deduced from IEC and CIGRE inter-laboratory tests made on two gas-in-oil standards (prepared according to 6.1) and involving 44 laboratories world wide. One standard sample contained medium gas concentration levels (hydrocarbons between 9 µl/l and 60 µl/l, CO and CO_2 between 100 µl/l and 500 µl/l). The other one contained low gas concentration levels (hydrocarbons between 1 µl/l and 10 µl/l, CO and CO_2 between 30 µl/l and 100 µl/l).

It is recommended that each laboratory determine its own accuracy, which may differ from the values in Table 6. To do that, analyse a gas-in-oil standard according to Clause 6, then determine the accuracy according to ISO 5725.

Table 6 – Examples of accuracy of extraction methods

	Accuracy, in % of the nominal value	
Extraction procedure	Medium concentration	Low concentration
Toepler	13	35
Partial degassing	13	30
Stripping	18	23
Head space	18	37
Mercury-free Toepler	15*	14*
Mercury-free partial degassing	11*	
Shake test	15	44
* Based on a limited number of analyses.		

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

10 Rapport des résultats

Le rapport d'AGD doit inclure:

– une référence à la présente norme;

– des informations sur l'échantillon d'huile (voir Article 5);

– la procédure d'échantillonnage utilisée (par exemple, seringue, bouteille) (voir Articles 3 et 4);

– la méthode d'extraction utilisée (par exemple, Toepler, espace de tête) (voir Article 7 et Annexe C);

– les limites de détection pour chaque gaz avec la procédure d'analyse utilisée (voir 9.2);

– pour chaque gaz analysé, les résultats en µl/l ou en µmoles/l (voir 8.7).

NOTE 1 Si elles sont disponibles, il peut être utile, à des fins de diagnostic, d'indiquer les exactitudes moyennes obtenues par le laboratoire à ces niveaux de gaz avec la procédure d'analyse utilisée (voir 9.3.3).

NOTE 2 Des lignes directrices pour rédiger le rapport en termes d'assurance de la qualité sont indiquées dans l' ISO/CEI 17025.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

10 Report of results

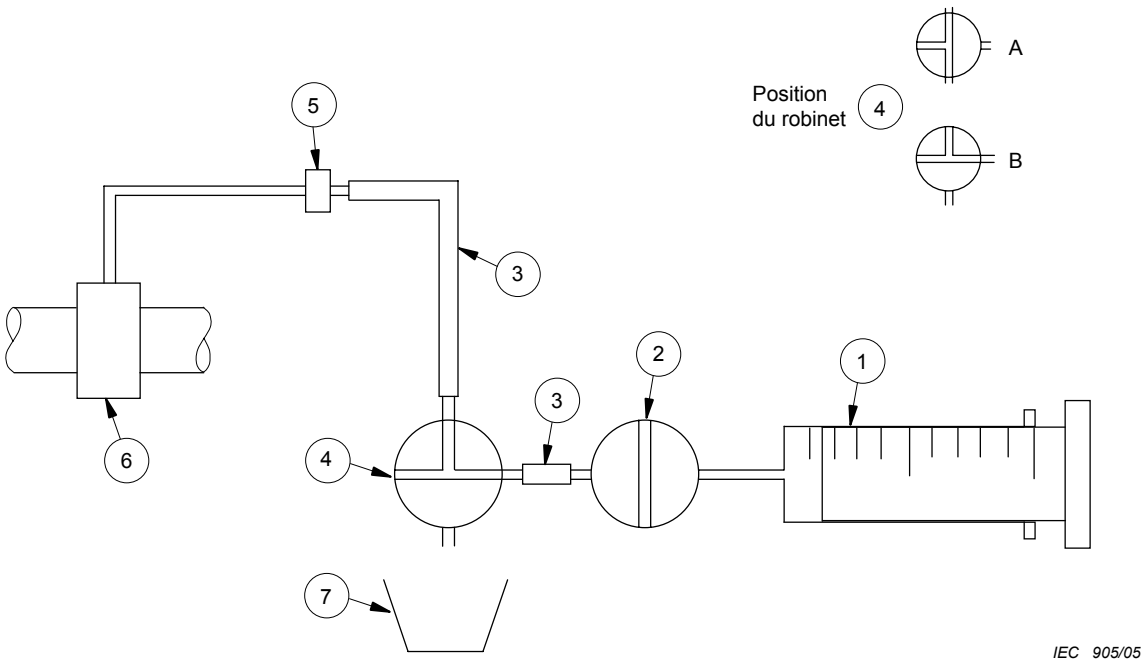
The report for DGA shall include

– a reference to this standard;
– information on the oil sample (see Clause 5);
– the sampling procedure used (for example, syringe, bottle) (see Clauses 3 and 4);
– the extraction procedure used (for example, Toepler, head space) (see Clause 7 and Annex C);
– the detection limits for each gas with the analysis procedure used (see 9.2);
– for each gas analysed, the results in µl/l or in µmoles/l (see 8.7).

NOTE 1 When available, it may be useful for diagnosis purposes to indicate the average accuracies obtained by the laboratory at these gas levels with the analysis procedure used (see 9.3.3).

NOTE 2 Guidelines for drafting the report in terms of quality assurance can be found in ISO/IEC 17025.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

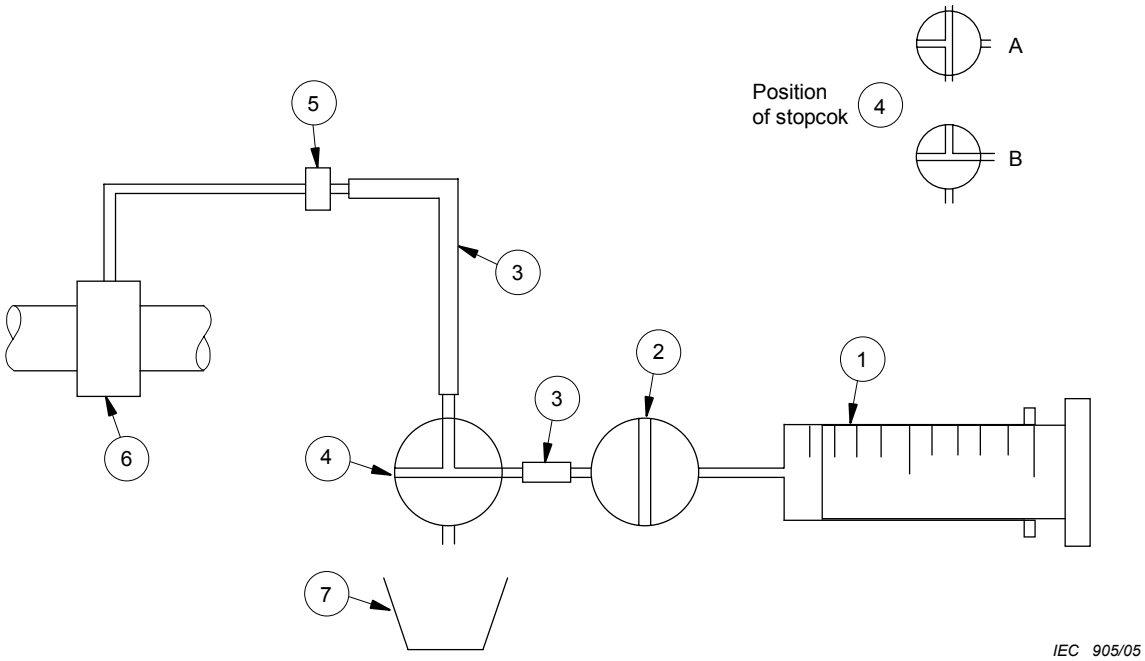


Légende

1 Seringue
2 Robinet
3 Raccord en caoutchouc
4 Robinet à trois voies
5 Vanne d'échantillonnage du matériel
6 Vanne du relais de protection
7 Récipient de vidange

Figure 1 – Prélèvement de gaz en seringue

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---
Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

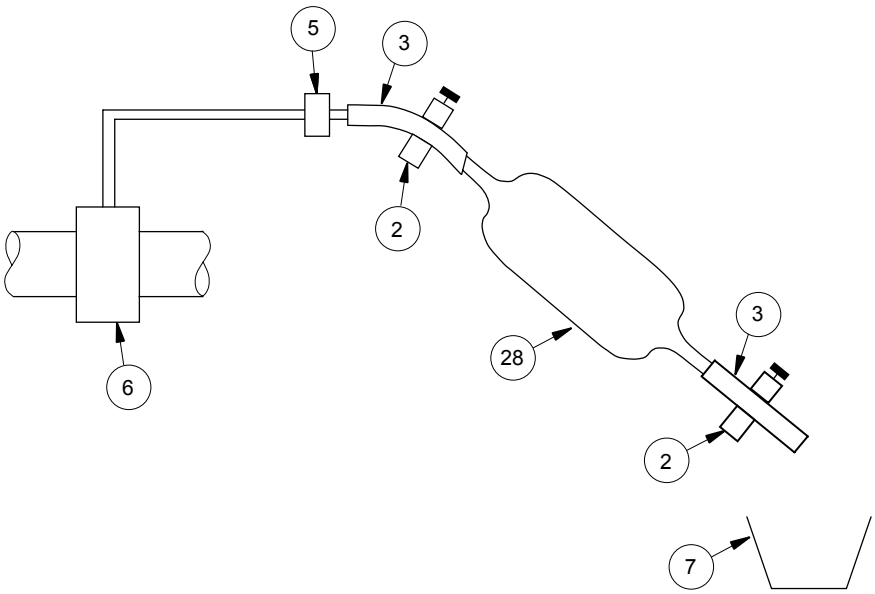


Key

1	Syringe	5	Equipment sampling valve
2	Stopcock	6	Gas-collecting relay valve
3	Rubber connecting tubing	7	Waste vessel
4	Three-way stopcock		

Figure 1 – Sampling of gas by syringe

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale



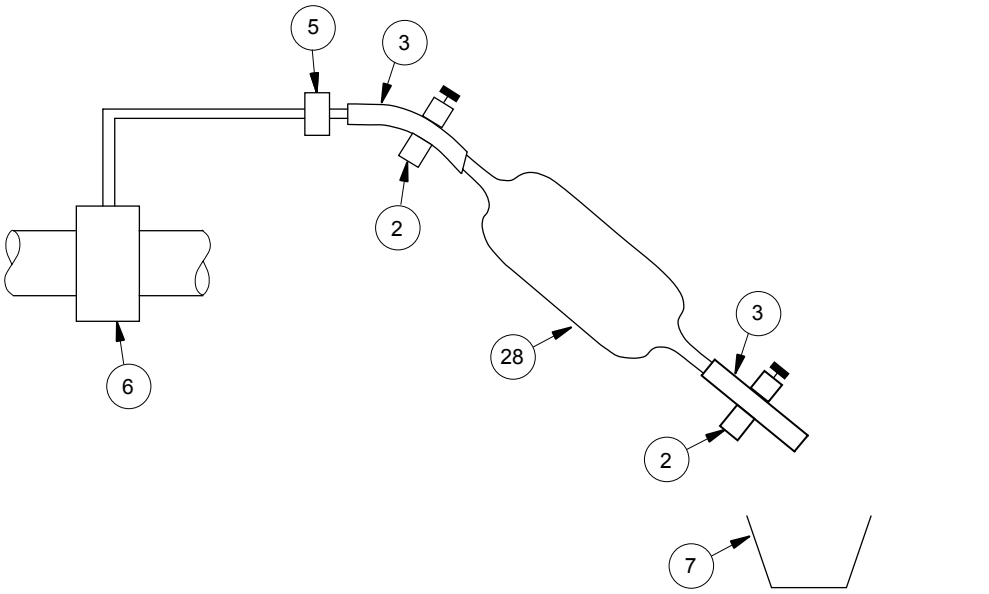
IEC 906/05

Légende

2	Robinet	6	Vanne du relais de protection
3	Raccord en caoutchouc	7	Récipient de vidange
5	Vanne d'échantillonnage du matériel	28	Ampoule de prélèvement

Figure 2 – Prélèvement de gaz par entraînement d'huile

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---
Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

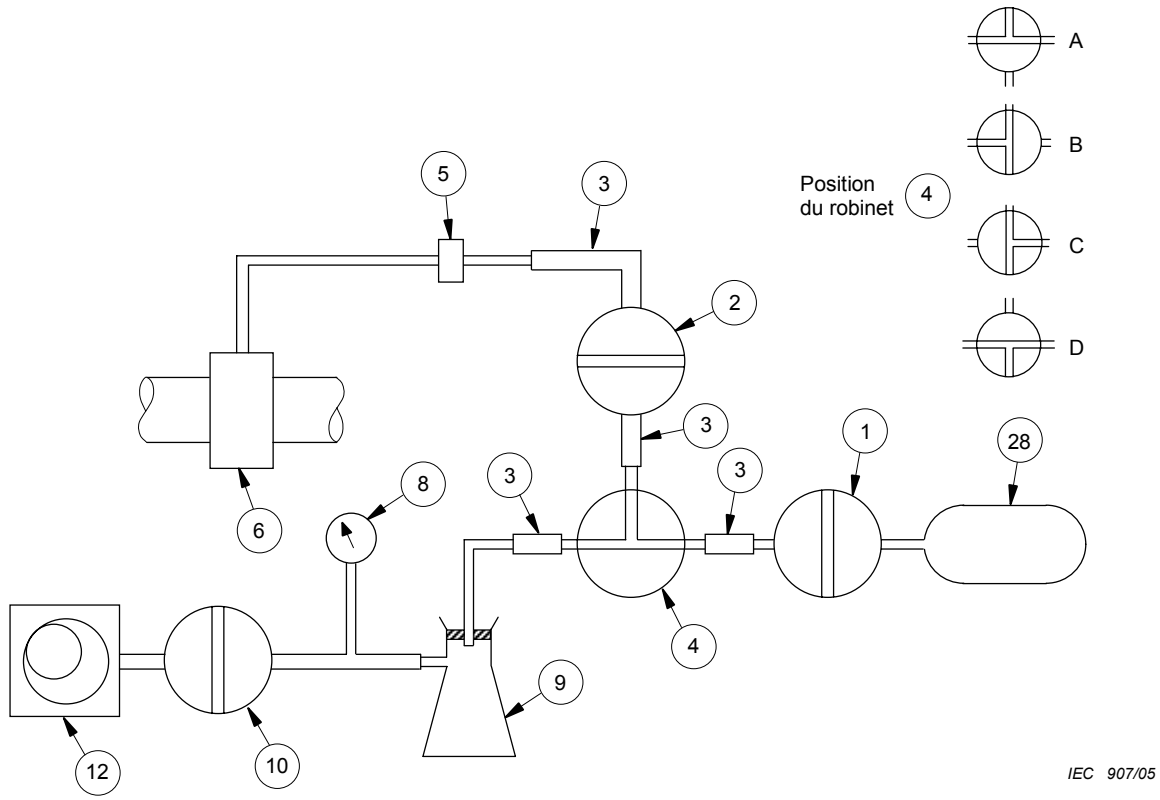


Key

2	Stopcock	6	Gas collecting relay valve
3	Rubber connecting tubing	7	Waste vessel
5	Equipment sampling valve	28	Sampling tube

Figure 2 – Sampling of free gases by oil displacement

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

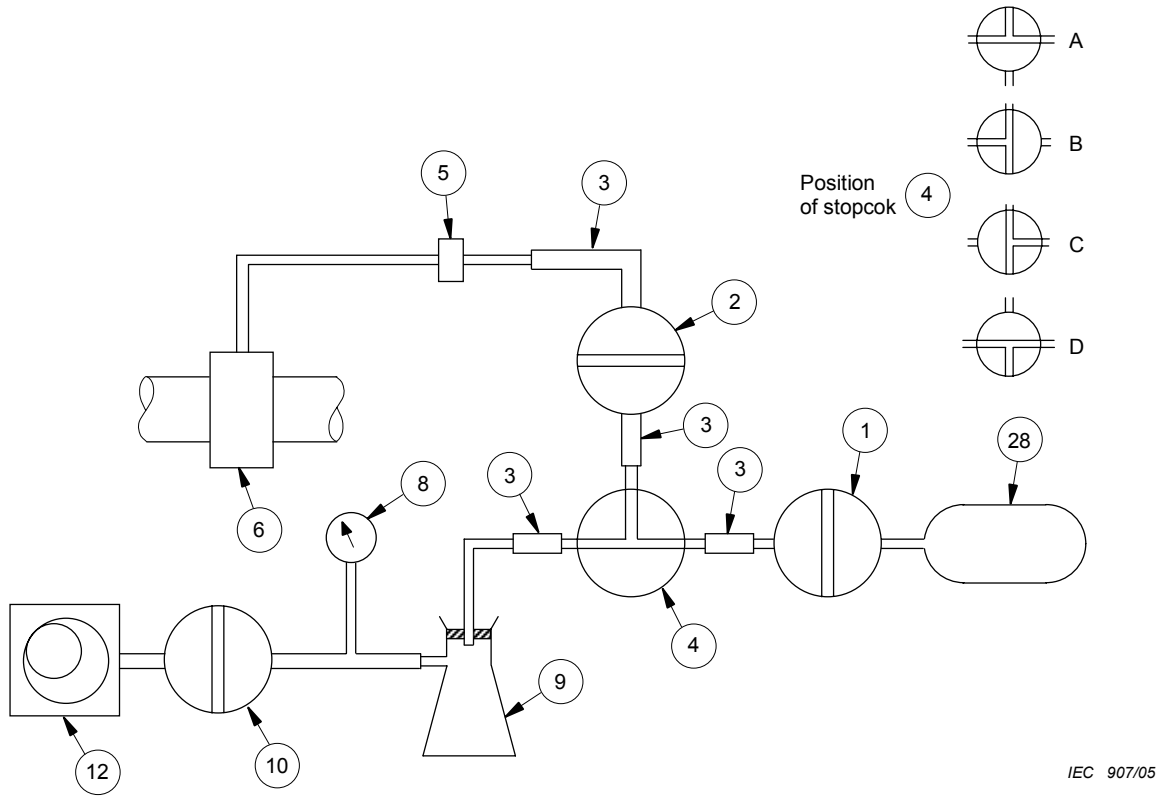


Légende

1	Robinet à vide	6	Vanne du relais de protection
2	Robinet à vide	8	Manomètre de mesure du vide
10	Robinet à vide	9	Piège
3	Raccord en caoutchouc	12	Pompe à vide
4	Robinet à trois voies à vide	28	Ampoule de prélèvement
5	Vanne d'échantillonnage du matériel		

Figure 3 – Prélèvement de gaz sous vide

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

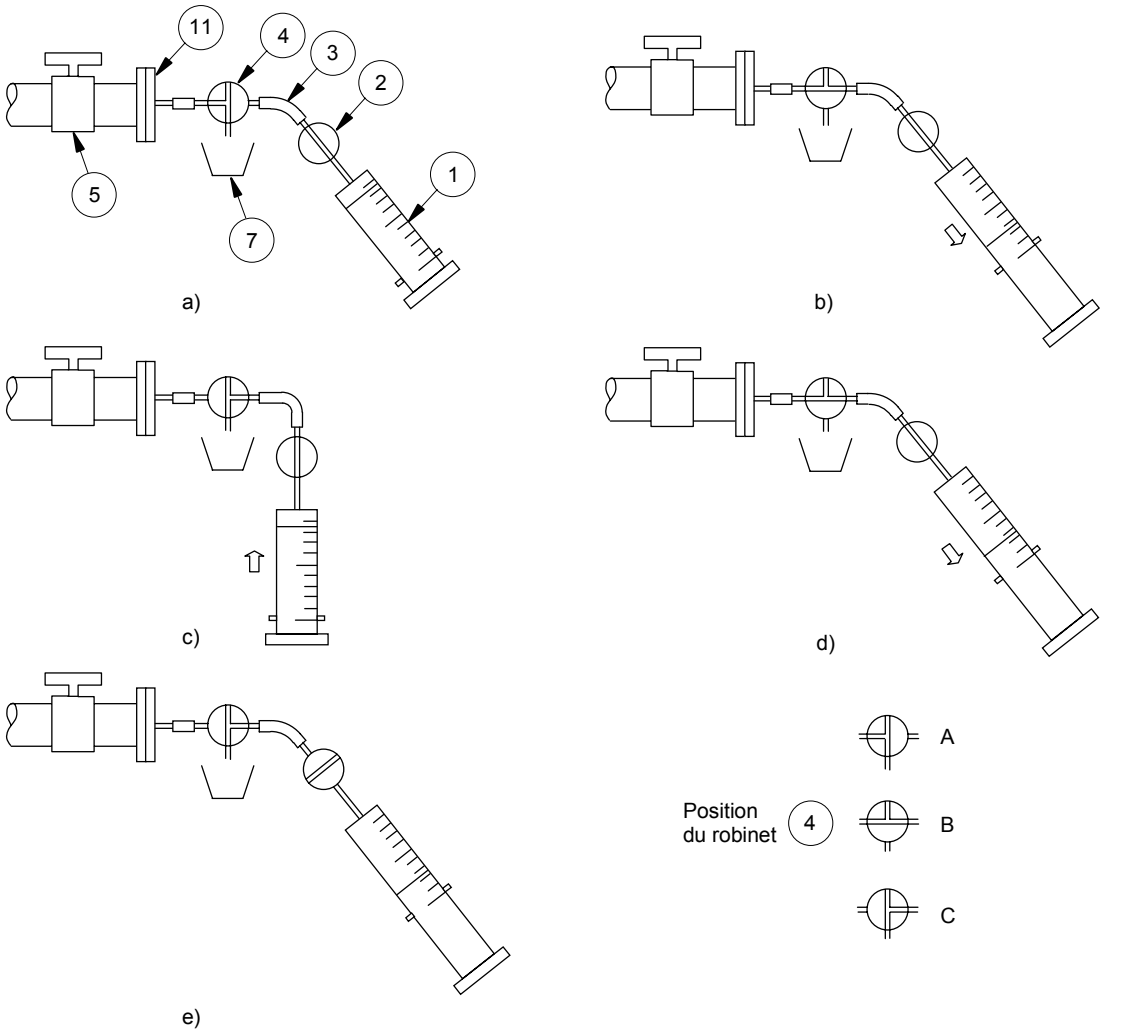


Key

1	Vacuumtight stopcock	6	Gas collecting relay valve
2	Vacuumtight stopcock	8	Vacuum gauge
10	Vacuumtight stopcock	9	Trap
3	Rubber connecting tubing	12	Vacuum pump
4	Vacuumtight three-way stopcock	28	Sampling tube
5	Equipment sampling valve		

Figure 3 – Sampling of free gases by vacuum

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

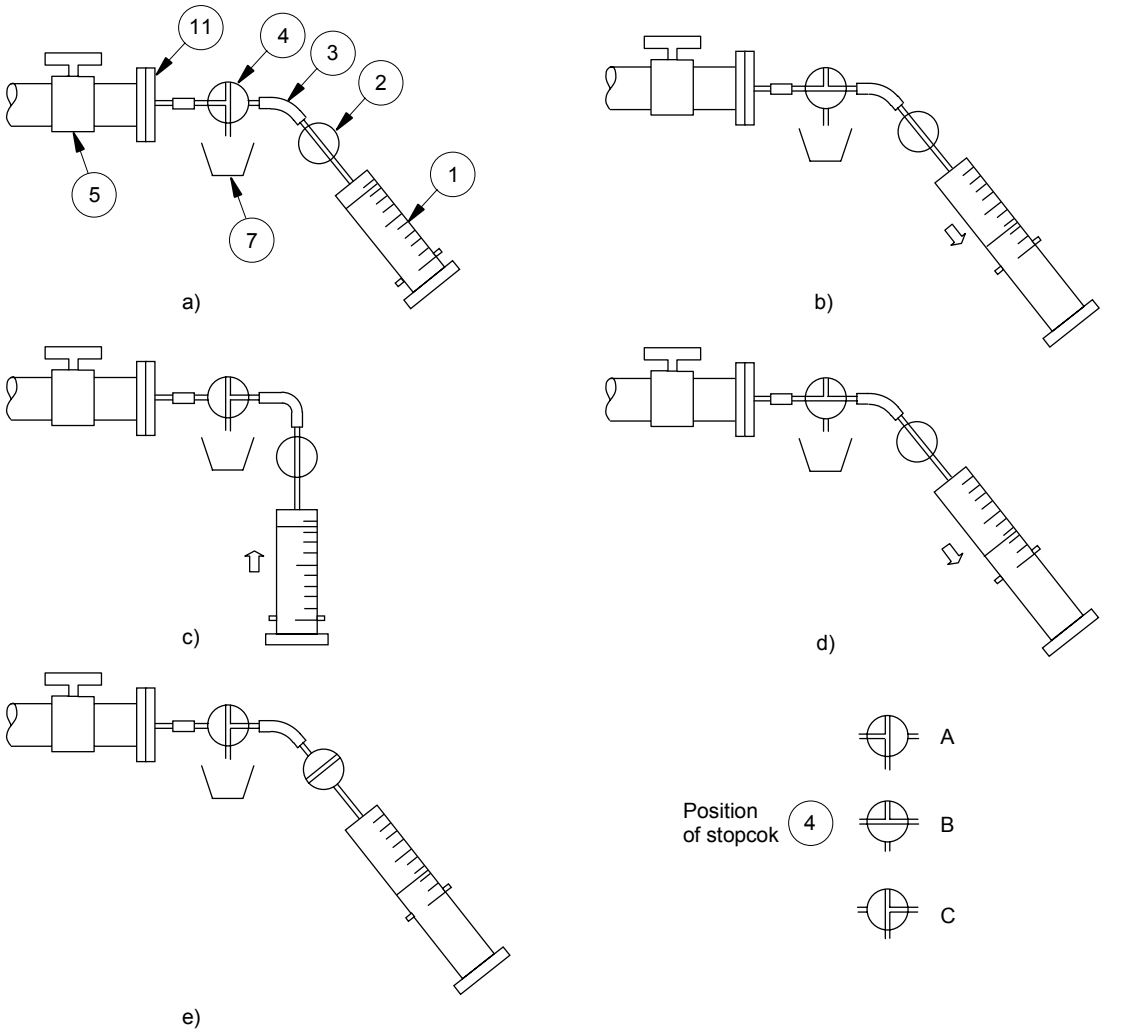


Légende

a	Position de rinçage	1	Seringue
b	Mouillage et rinçage de la seringue	2	Robinet
c	Vidange de la seringue	3	Raccord en caoutchouc
d	Prise d'échantillon	4	Robinet à trois voies
e	Démontage de la seringue	5	Vanne de prélèvement du matériel
		7	Récipient de vidange
		11	Bride

Figure 4 – Prélèvement d'huile en seringue

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

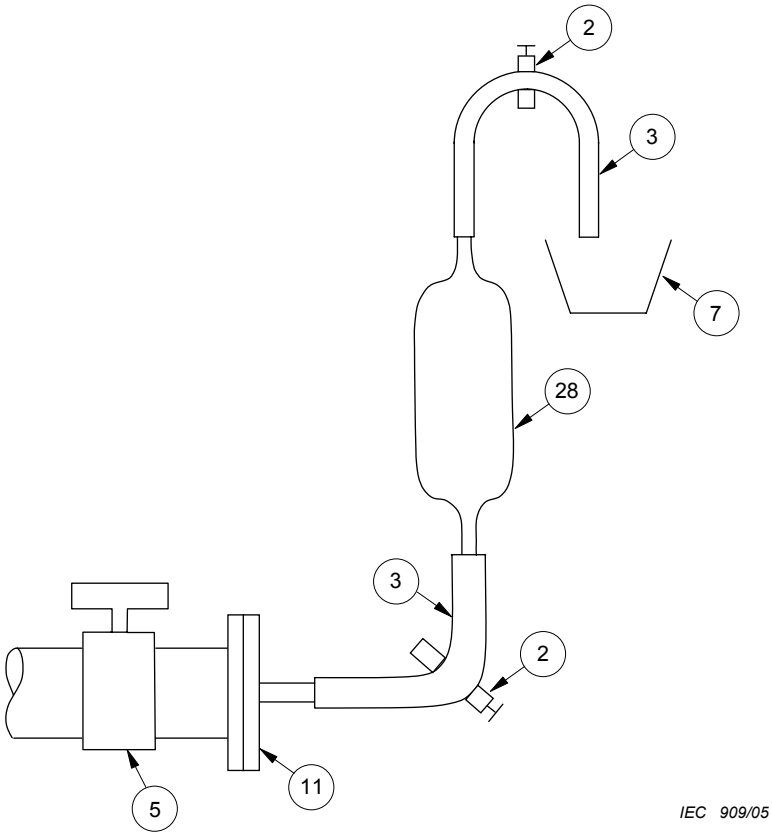


Key

a	Flushing position	1	Syringe
b	Wetting and flushing of syringe	2	Stopcock
c	Amptying of syringe	3	Rubber connecting tubing
d	Taking of sample	4	Three-way stopcock
e	Disconnecting of syringe	5	Equipment sampling valve
		7	Waste vessel
		11	blank flange

Figure 4 – Sampling of oil by syringe

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

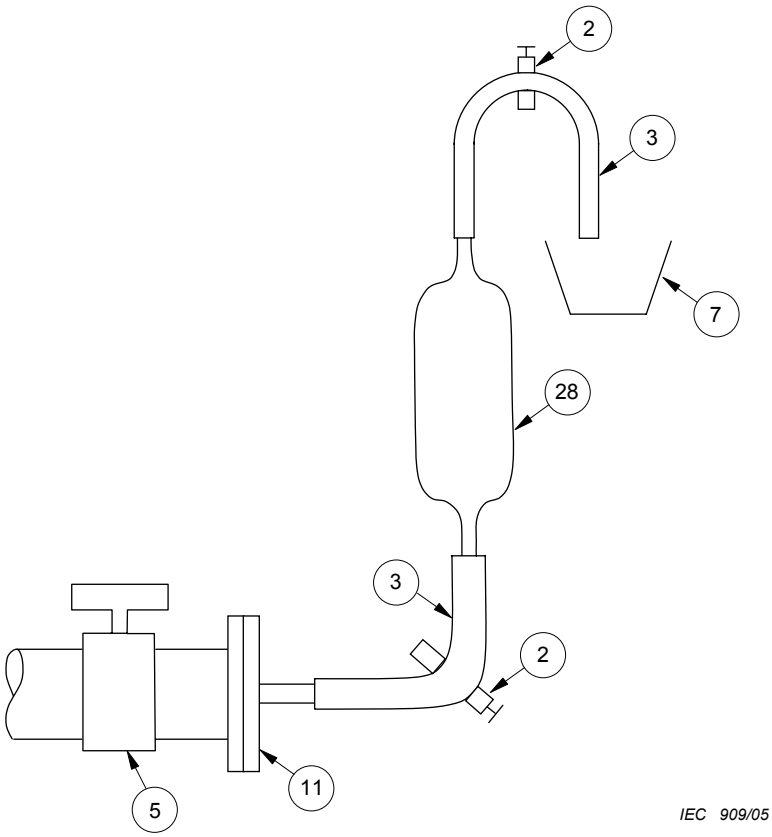


Légende

2	Robinet	7	Bac de vidange
3	Raccord en caoutchouc	11	Bride
5	Vanne d'échantillonnage du matériel	28	Ampoule de prélèvement

Figure 5 – Prélèvement d'huile en ampoule

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

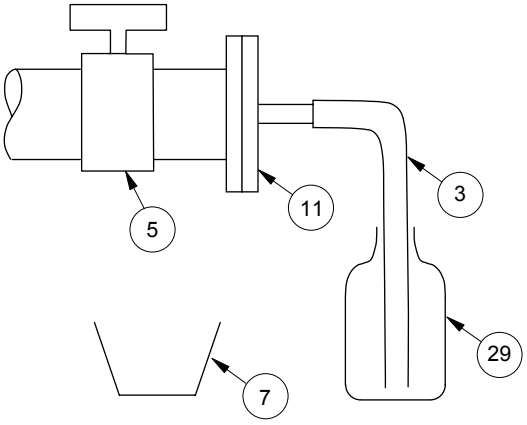


Key

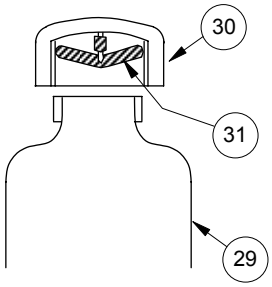
2	Stopcock	7	Waste vessel
3	Rubber connecting tubing	11	Blank flange
5	Equipment sampling valve	28	Sampling tube

Figure 5 – Sampling of oil by sampling tube

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale



a) Exemple de prélévement par bouteille



b) Exemple de fermeture étanche pour bouteille

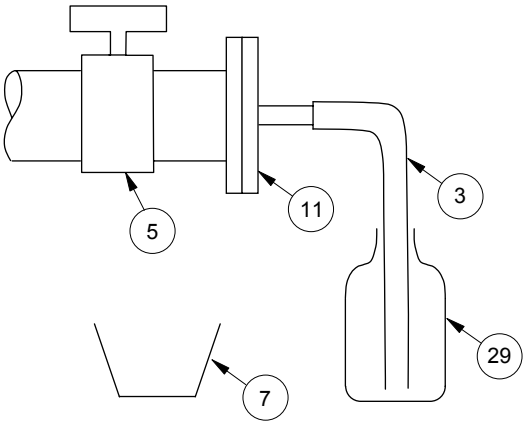
IEC 910/05

Légende

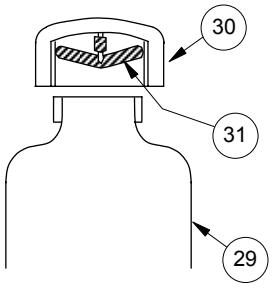
3 Raccord en caoutchouc
5 Vanne d'échantillonnage du matériel
7 Bac de vidange
11 Bride
29 Bouteille
30 Bouchon à vis en plastique dur
31 Joint d'étanchéité conique en polyéthylène souple

Figure 6 – Prélèvement d'huile en bouteille

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale



a) Example of sampling by bottle



b) Example of seal cap for bottle

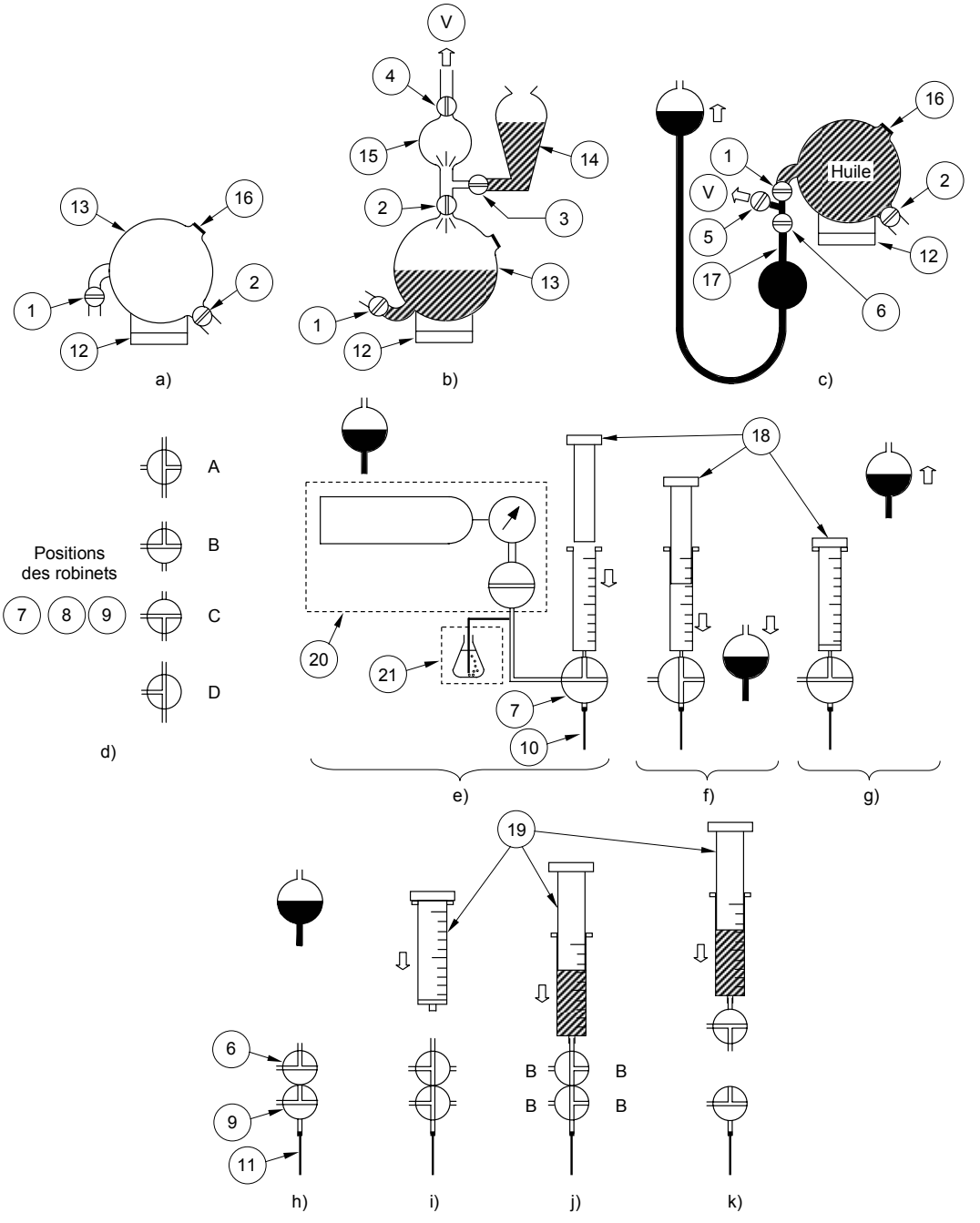
IEC 910/05

Key

3	Rubber connecting tubing	29	Bottle
5	Equipment sampling valve	30	Hard plastic screw cap
7	Waste vessel	31	Conical soft polyethylene seal
11	Blank flange		

Figure 6 – Sampling of oil bottle

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale



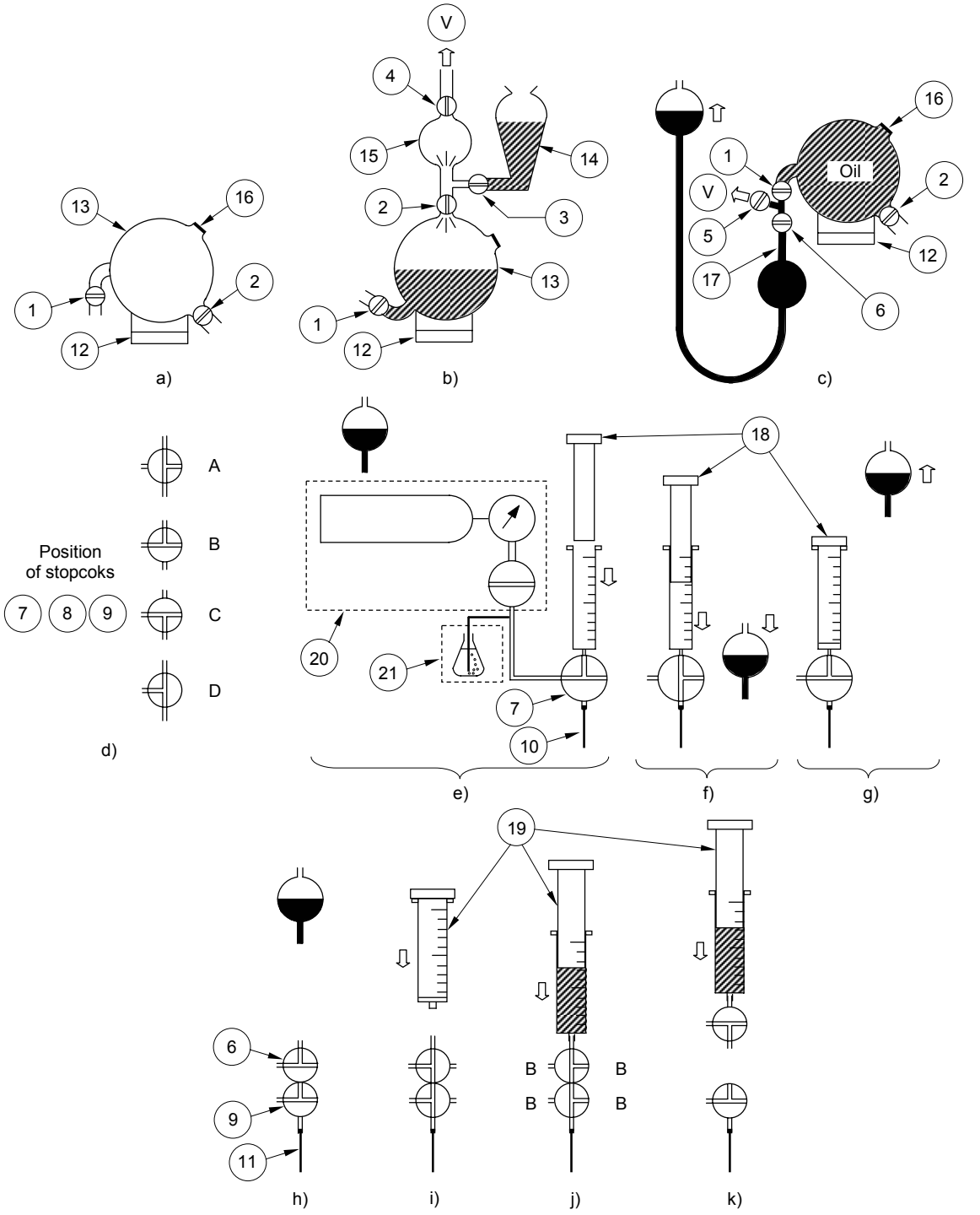
Légende

1 Robinets à vide
2 Robinets à vide
3 Robinets à vide
4 Robinets à vide
5 Robinets à vide
6 Robinets à vide
7 Robinets à trois voies
8 Robinets à trois voies
9 Robinets à trois voies
10 Aiguille d'injection de gaz
11 Aiguille de prélèvement d'huile
12 Agitateur magnétique
13 Ballon de 5 litres
14 Réservoir de 6 litres
15 Boule de sécurité de 75 ml
16 Septum en caoutchouc
17 Système de déplacement à mercure
18 Seringue de précision étanche au gaz
19 Seringue en verre
20 Bouteille de gaz comprimé munie d'un détendeur et d'une vanne
21 Fuite vers le barboteur à eau
V Liaison à la pompe à vide

Figure 7 – Première méthode de préparation d'étalons de gaz dissous dans l'huile

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale



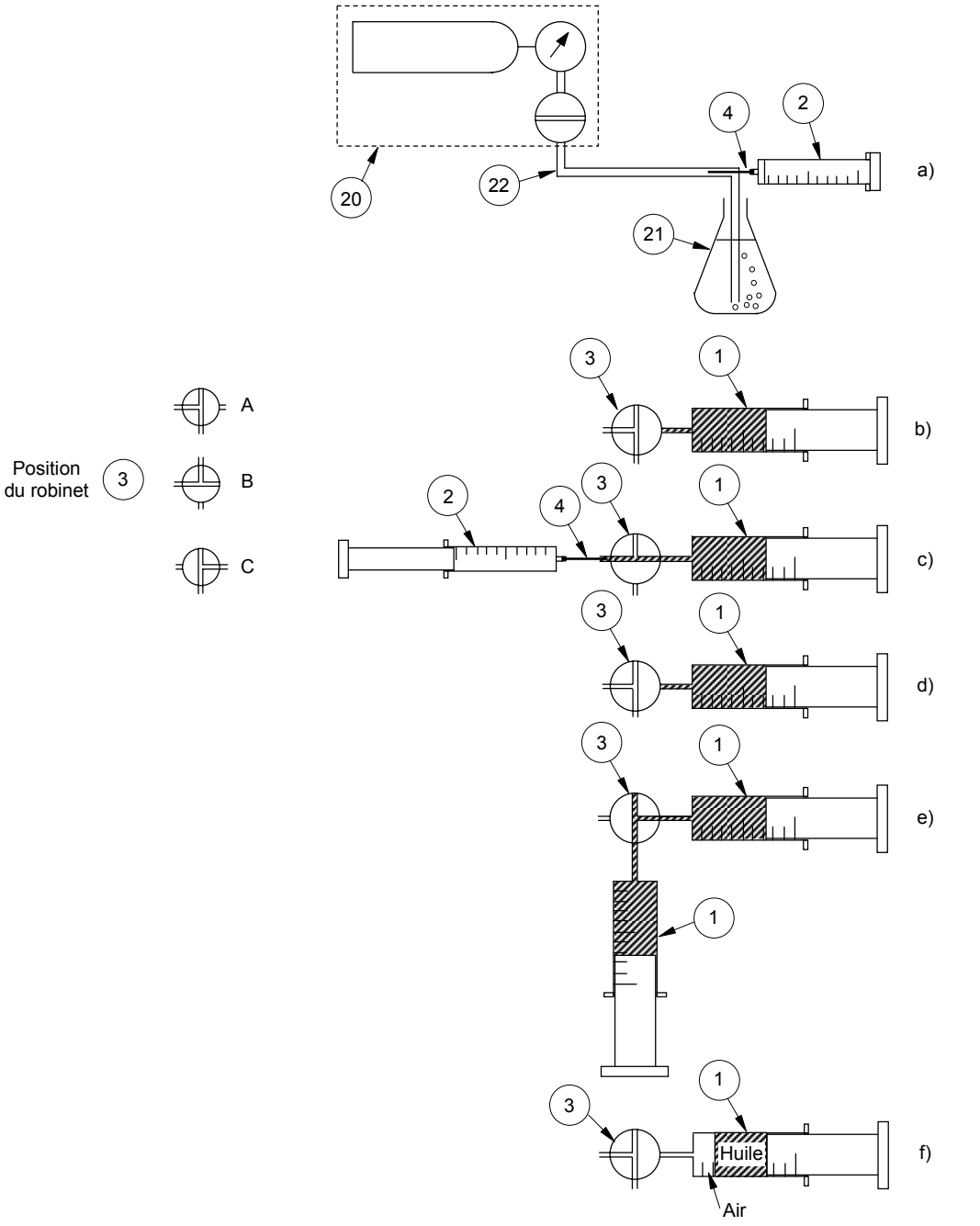
IEC 911/05

Key

1	Vacuum stopcocks	12	Magnetic stirrer
2	Vacuum stopcocks	13	5 litre oil vessel
3	Vacuum stopcocks	14	6 litre oil vessel
4	Vacuum stopcocks	15	75 ml splash bubble
5	Vacuum stopcocks	16	Rubber septum
6	Vacuum stopcocks	17	Mercury displacement system
7	Three-way stopcocks	18	Precision gas-tight syringe
8	Three-way stopcocks	19	Glass syringe
9	Three-way stopcocks	20	Gas cylinder with pressure reducer and valve
10	Gas injecting needle	21	Leak to water bubbler
11	Oil sampling needle	V	Connection to vacuum pump

Figure 7 – First method of preparing gas-in-oil standards

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

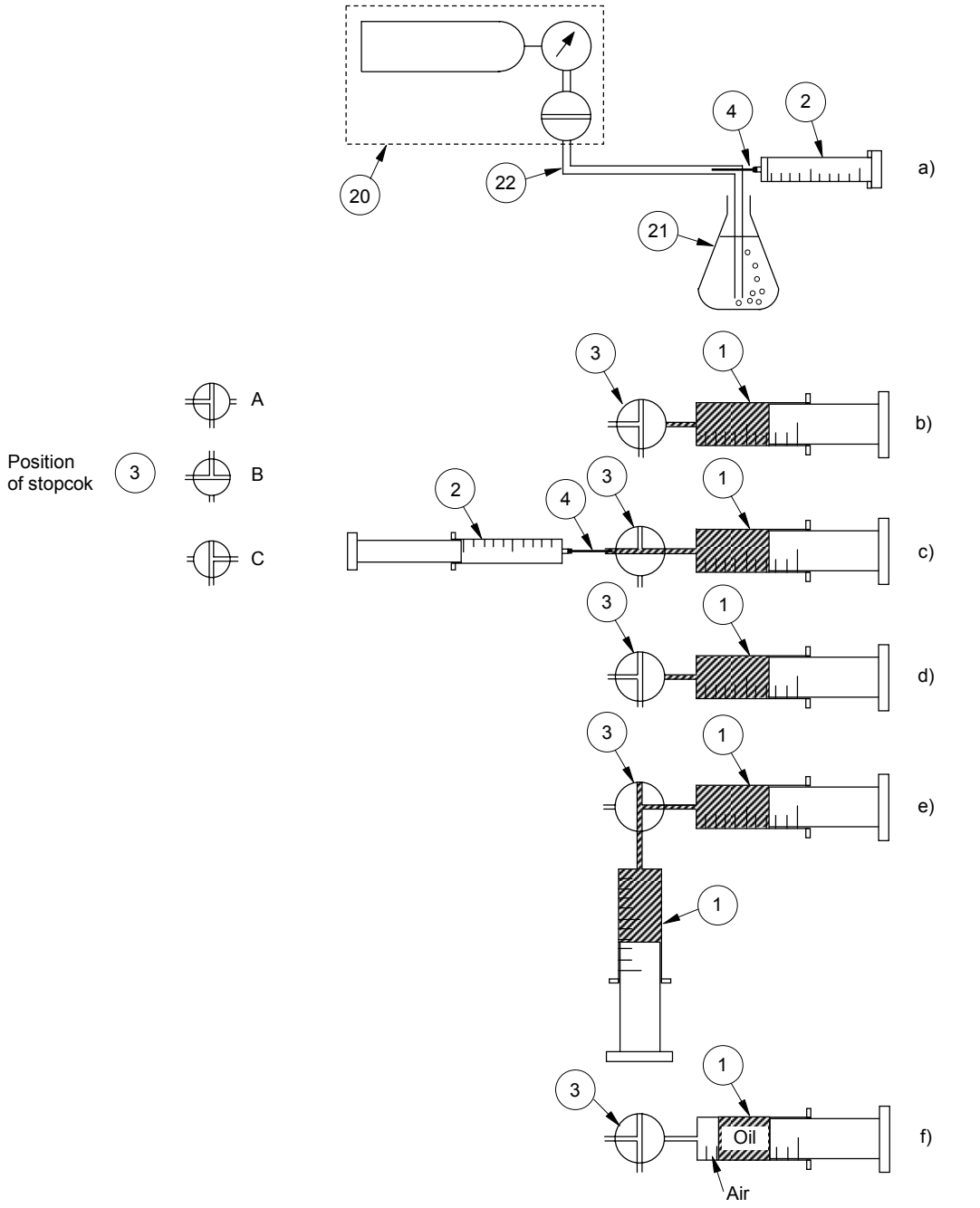


Légende

1	Seringue en verre	20	Bouteille de gaz comprimé munie d'un détendeur et d'une vanne
2	Seringue de précision étanche au gaz	21	Fuite vers le barboteur à eau
3	Robinet à trois voies	22	Tuyau en caoutchouc silicone
4	Aiguille d'injection de gaz		

Figure 8 – Deuxième méthode de préparation d'étalons de gaz dissous dans l'huile

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale



Key

1	Glass syringe	20	Gas bottle fitted with a pressure reducer and a valve
2	Precision gas-tight syringe	21	Leak to water bubbler
3	Three-way stopcock	22	Silicone rubber tubing
4	Gas injecting needle		

Figure 8 – Second method for preparing gas-in-oil standards

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

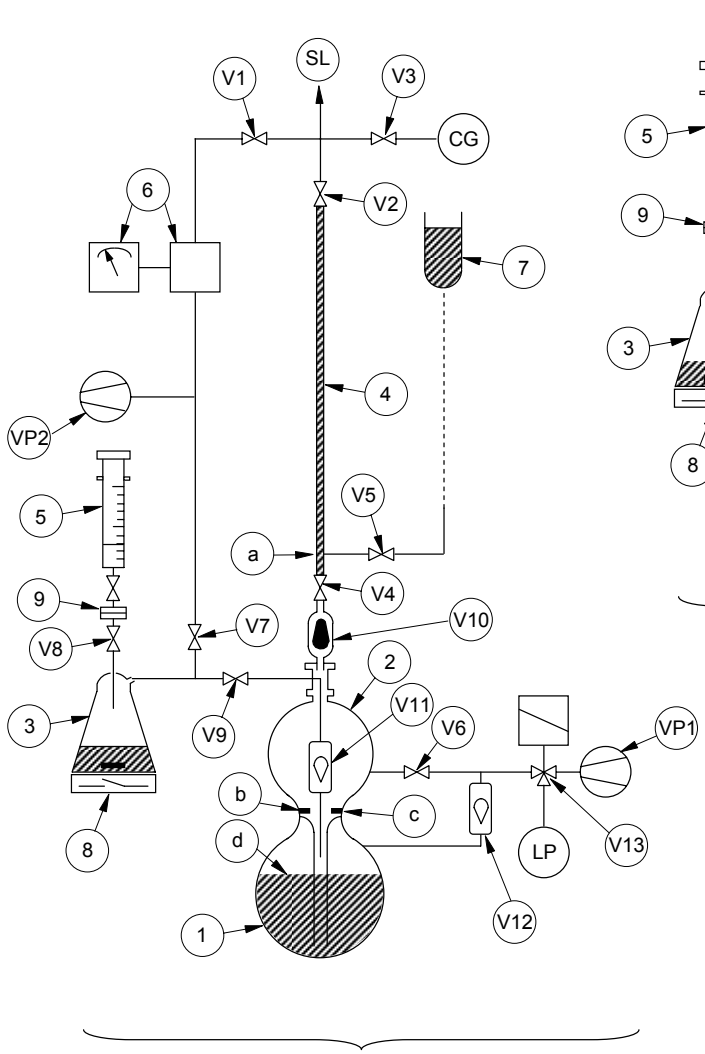


Figure 9a)

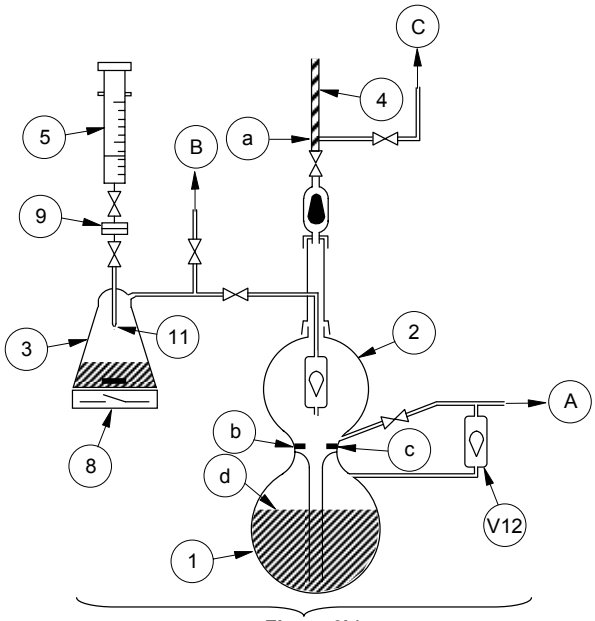


Figure 9b)

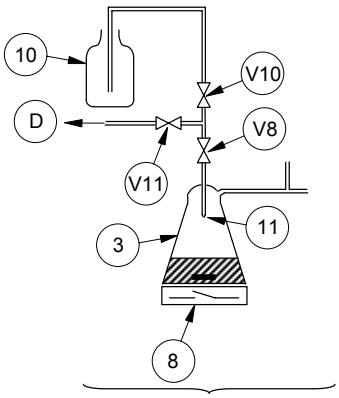


Figure 9c)

IEC 913/05

Figure 9 a) Vue générale d'une pompe d'extraction de Toepler

Figure 9 b) Volumes recommandés de différentes parties de la pompe de Toepler
Figure 9 c) Dispositif d'introduction d'huile au moyen d'une bouteille

NOTE Il convient que le point 6 de la Figure 9c soit "dispositif de mesure de capacité".

Légende

1 Réservoir de mercure de 2 litres
2 Récipient de détente du gaz – 1 litre
3 Récipient de dégazage de 250 ml ou 500 ml
4 Burette à gaz de 25 ml (graduation de 0,05 ml)
5 Introduction de l'huile en seringue
6 Jauge de pirani
7 Réservoir de mise à niveau à mercure
8 Agitateur magnétique
9 Septum
10 Bouteille d'échantillonnage d'huile
11 Ajutage

V1 – V11 Robinets manuels
V10 – V12 Vannes anti-retour
V13 Vanne à trois voies électromagnétique
VP1 Pompe à vide primaire
VP2 Pompe à vide principale
LP Liaison à l'air basse pression (± 110 kPa)
SL Liaison à la boucle de la vanne à gaz du chromatographe
CG Liaison à la bouteille de gaz comprimé étalon
a b c Contacts électriques
d Marque du niveau de mercure sur le tube
A Liaison au vide primaire et à l'air
B Liaison au vide principal
C Liaison au réservoir de mise à niveau à mercure
D Liaison au bac de vidange d'huile et au vide primaire

Figure 9 – Exemple de pompe d'extraction de Toepler

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

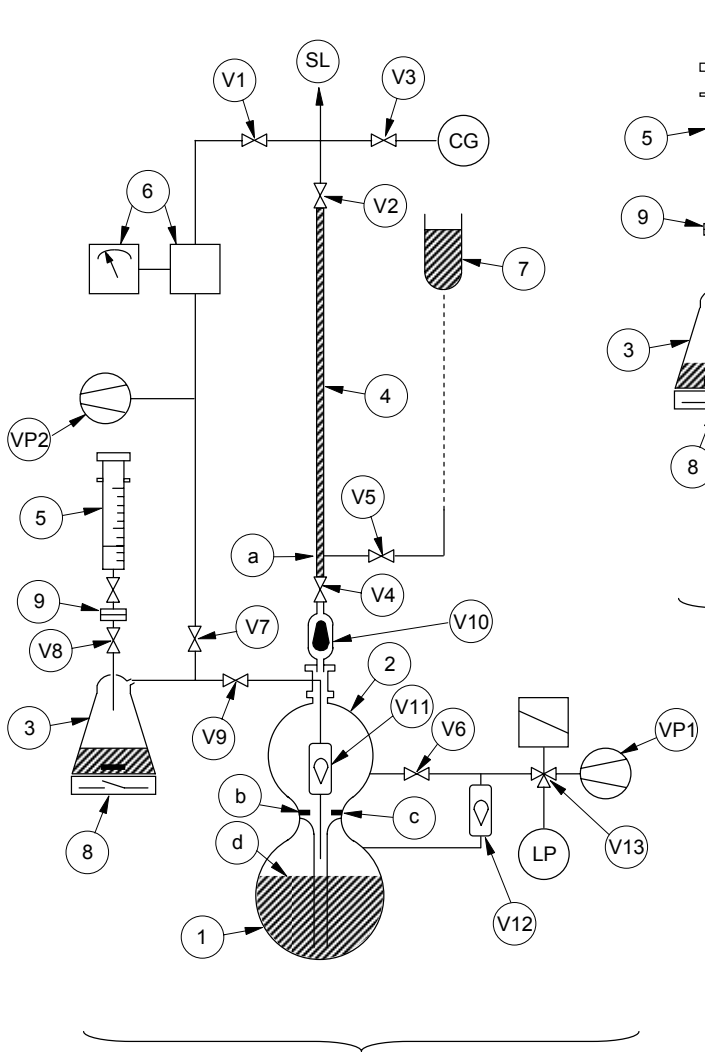


Figure 9a)

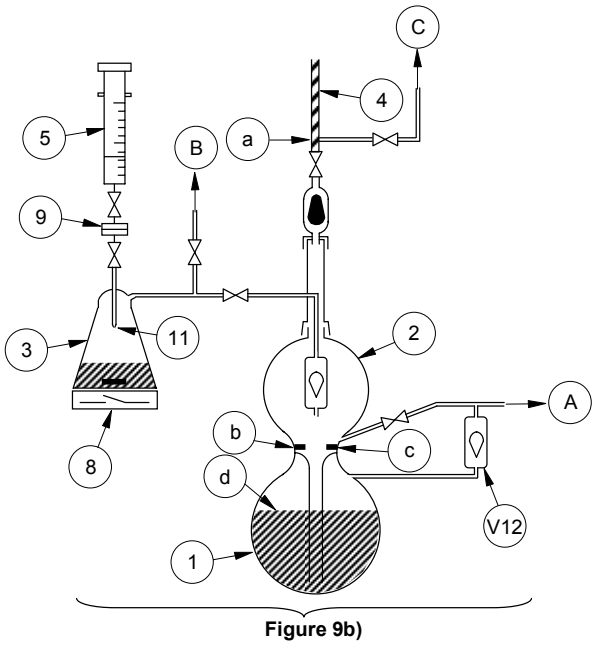


Figure 9b)

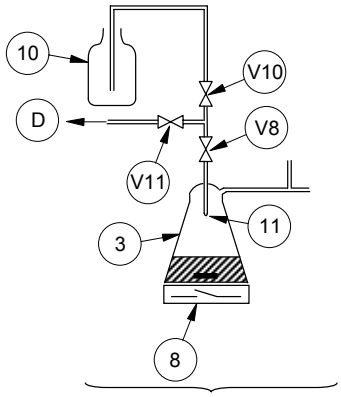


Figure 9c)

IEC 913/05

Figure 9 a) General view of a Toepler pump extraction apparatus

Figure 9 b) Recommended volumes of several parts of a Toepler pump
Figure 9 c) Example of oil introduction by bottle

Key

1 Mercury reservoir – 2 litres
2 Gas collection flask – 1 litre
3 Degassing flask – 250 ml or 500 ml
4 Gas collecting burette – 25 ml (0,05 ml divisions)
5 Introduction of oil sample via syringe
6 Pirani vacuum gauge
7 Mercury levelling vessel
8 Magnetic stirrer
9 Septum
10 Oil sampling bottle
11 Jet

V1 – V11 Hand stopcocks
V10 – V12 Non-return valves
V13 Electromagnetic three-way valve
VP1 Rough vacuum pump
VP2 Main vacuum pump
LP Connection to low pressure air (± 110 kPa)
SL Connection to GC sample loop
CG Connection to calibration gas cylinder
a b c Electrical contacts
d Mercury level mark on tube
A Connection to rough vacuum pump and air
B Connection to main vacuum pump
C Connection to mercury levelling vessel
D Connection to waste oil reservoir and rough vacuum pump

Figure 9 – Example of a Toepler pump extraction apparatus

NOTE Item 6 of figure 9c should read “capacitance measurement device”.

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

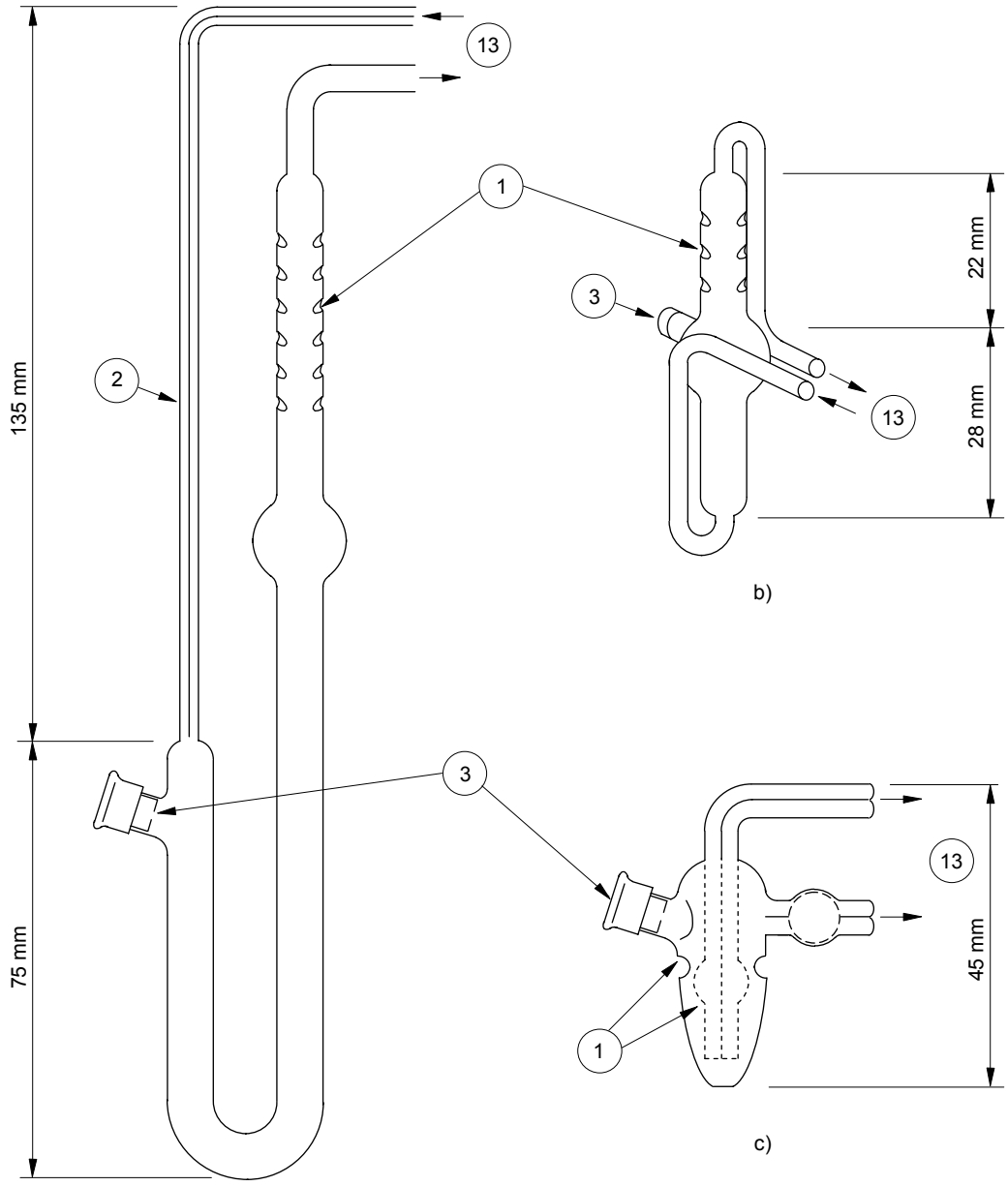


Figure 10 a)
Barboteur pour l'analyse de l'hydrogène

Figures 10 b) et c)
Exemple de barboteur d'usage général

Légende
1 Chicanes en verre
2 Tube capillaire
3 Septum pour l'injection d'huile
13 Liaison à la vanne d'échantillonnage à six voies (voir Figure 12 a))

Figure 10 – Exemples de barboteur en verre

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

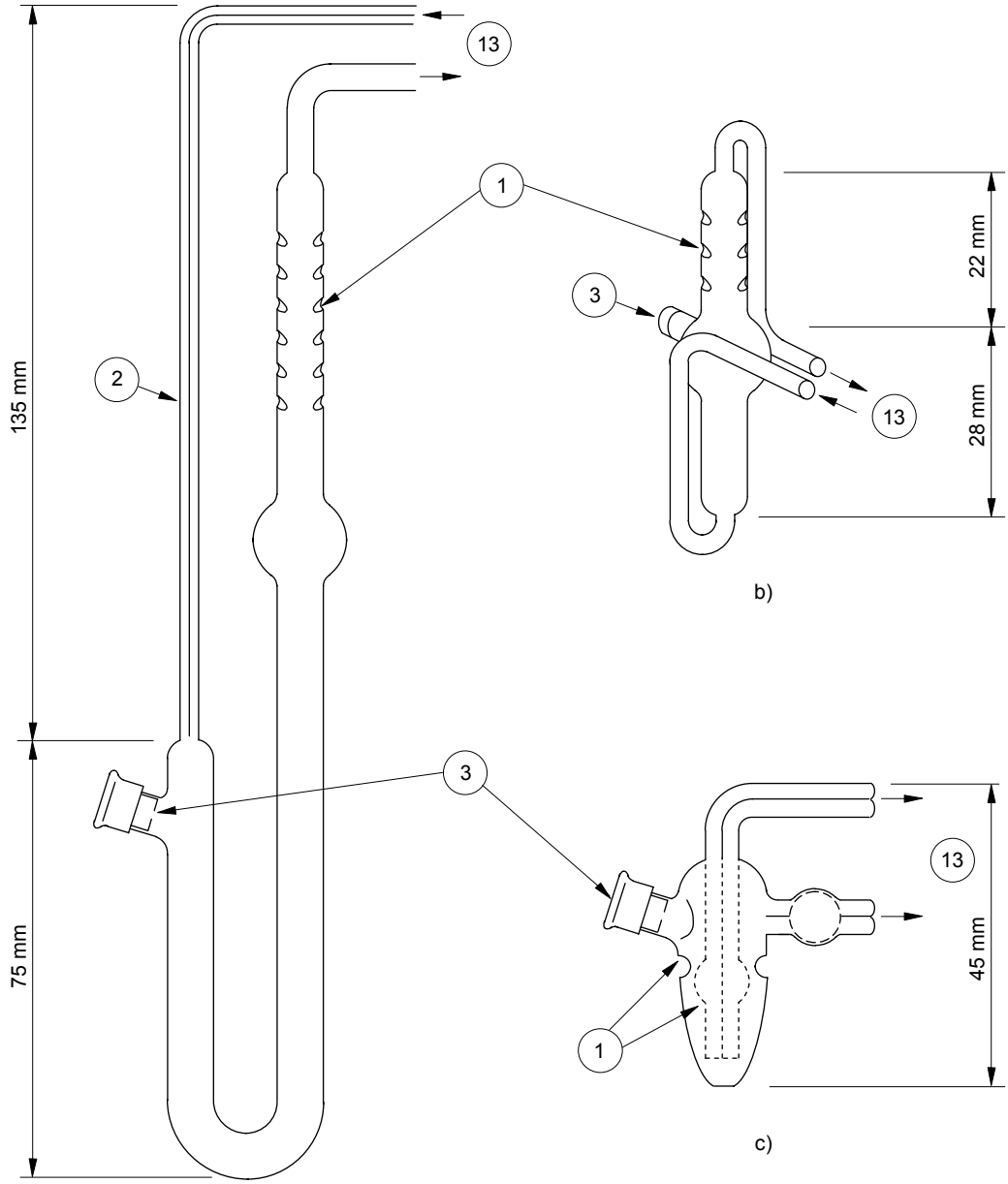


Figure 10 a) Stripper for hydrogen analysis

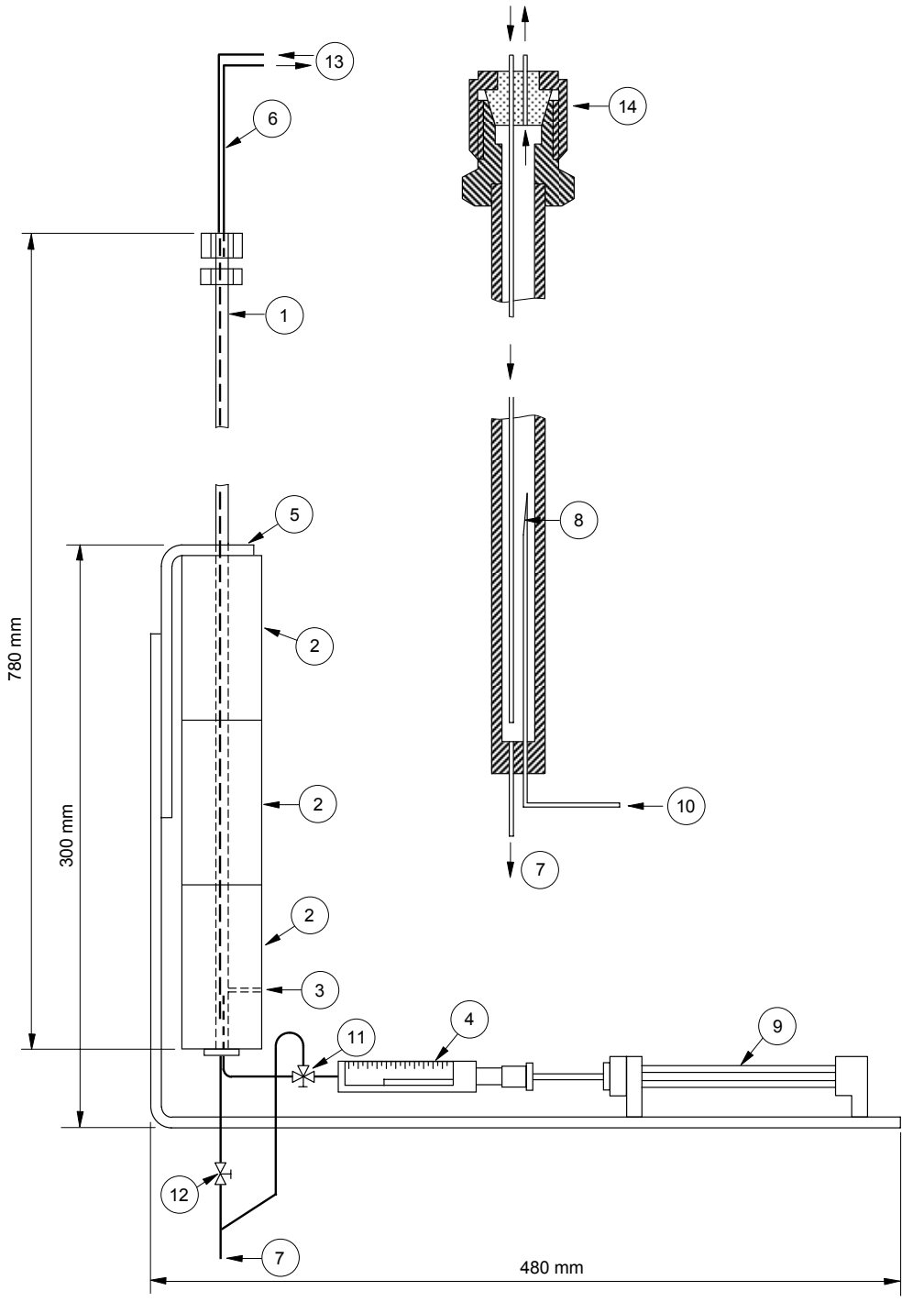
Figures 10 b) and c) Example of stripper for general analysis

Key

1 Glass indentations
2 Capillary tube
3 Oil injection septum
13 Connection to six port gas sampling valve (see Figure 12 a))

Figure 10 – Types of glass strippers

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale



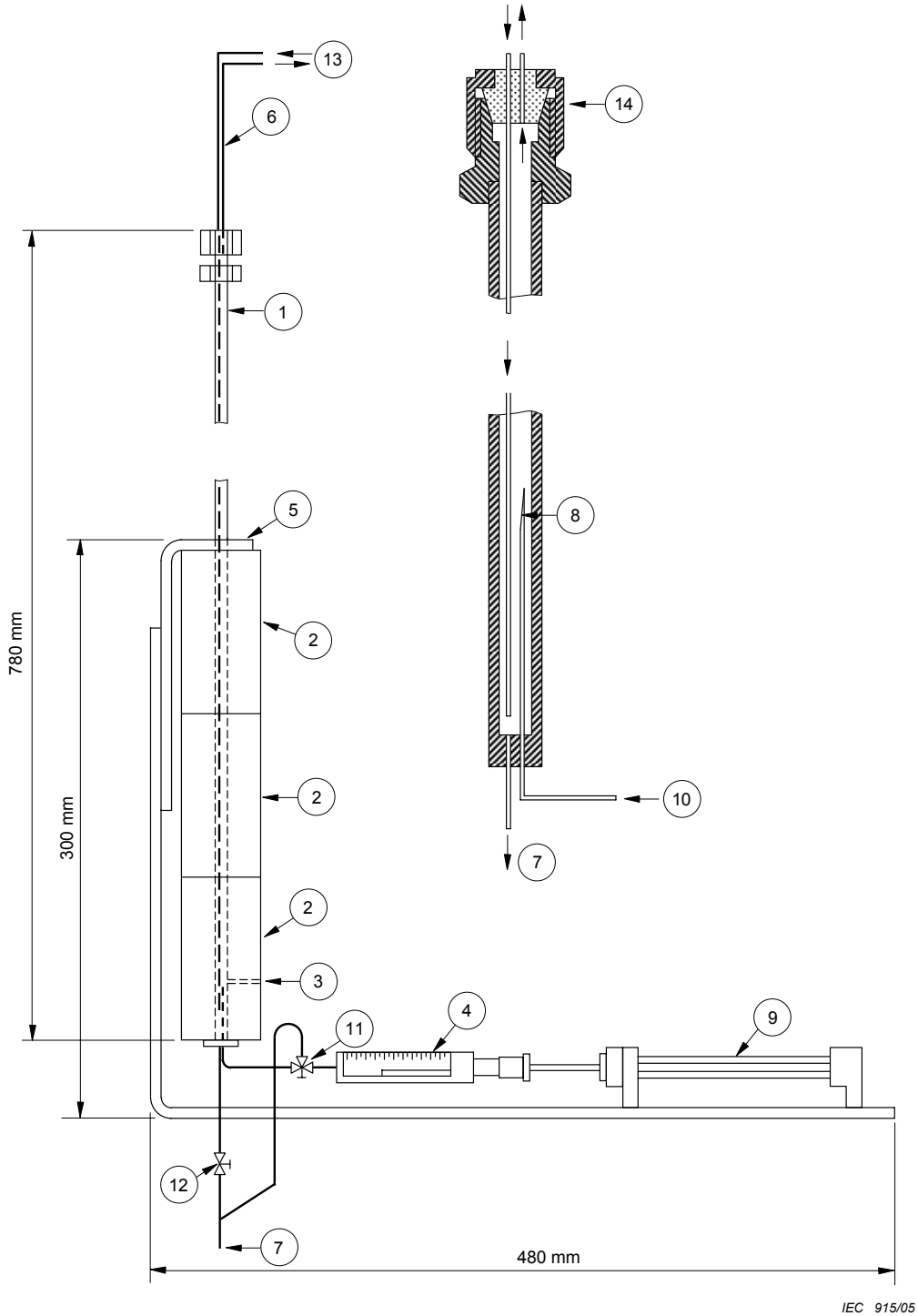
Légende

1 Tube en acier inoxydable (diam. ext. 6 mm – diam. int. 4 mm)
2 Blocs chauffants
3 Sonde de mesure de température
4 Seringue de 5 ml
5 Support en aluminium
6 Tubes capillaires en acier inoxydable entrée et sortie (diam. ext. 1,6 mm)
7 Vidange d'huile
8 Extrémité de l'aiguille d'injection d'huile
9 Vérin à air
10 Injection d'huile
11 Robinet à trois voies
12 Robinet
13 Liaison à la vanne d'échantillonnage à six voies (voir Figure 12 a))
14 Raccord union biconique

Figure 11 – Barboteur en acier inoxydable

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale



Key

1 Stainless steel tube (outer diam. 6 mm – inner diam. 4 mm)
2 Heating blocks
3 Temperature sensor
4 5 ml syringe
5 Aluminium bracket
6 Stainless steel capillary tubings inlet and outlet (outer diam. 1,6 mm)
7 Waste oil
8 End of oil injection needle
9 Air cylinder
10 Oil injection
11 Three –way stopcock
12 Stopcock
13 Connection to six port gas sampling valve (see Figure 12 a))
14 Biconial union

Figure 11 – Stainless steel stripper

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

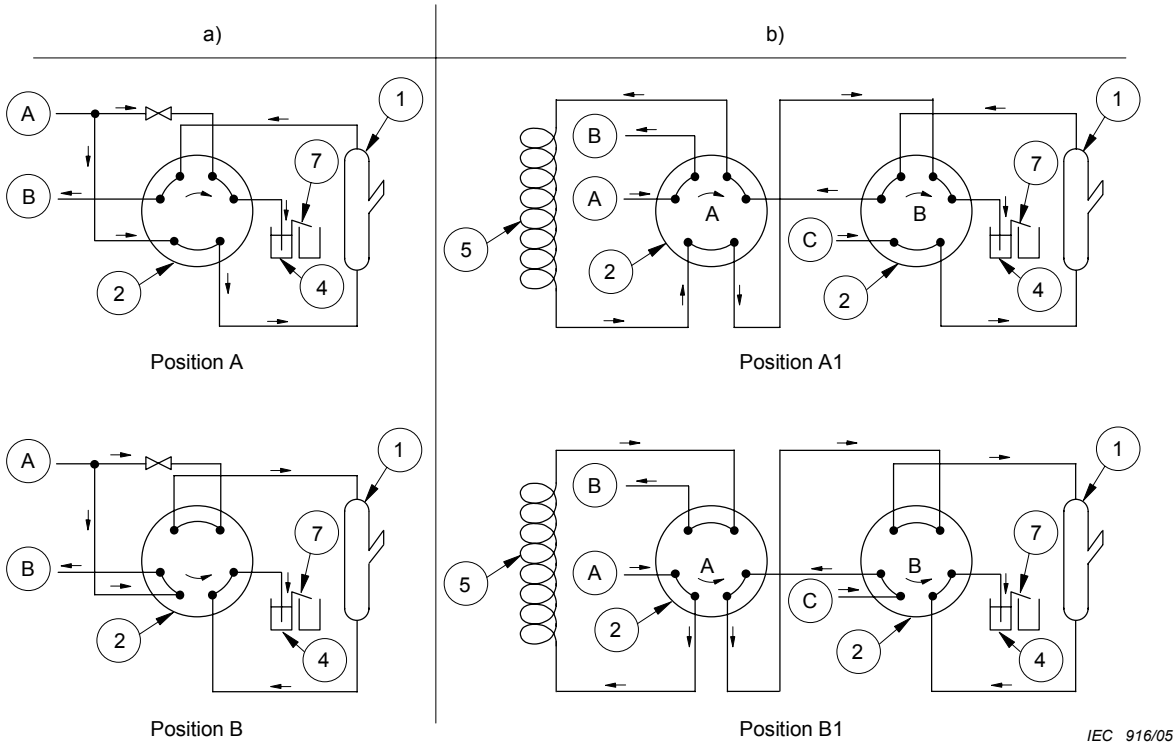


Figure a) Dispositif usuel pour dégazer jusqu'à 2,5 ml d'huile

Position A: analyse

Position B: purge (vidange du barboteur)

Figure b) Dispositif comprenant un piège à froid pour l'utilisation de plus grandes quantités d'huile

Position A1: piégeage des gaz

Position B1: injection + purge (vidange du barboteur)

Légende

A	Entrée gaz vecteur	1	Barboteur
B	Sortie gaz vecteur (vers le chromatographe)	2	Vanne d'échantillonnage à six voies
C	Gaz vecteur pour l'extraction	4	Soupape à mercure
		5	Piège à froid
		7	Récipient de vidange

Figure 12 – Schéma de montage pour adapter un barboteur

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

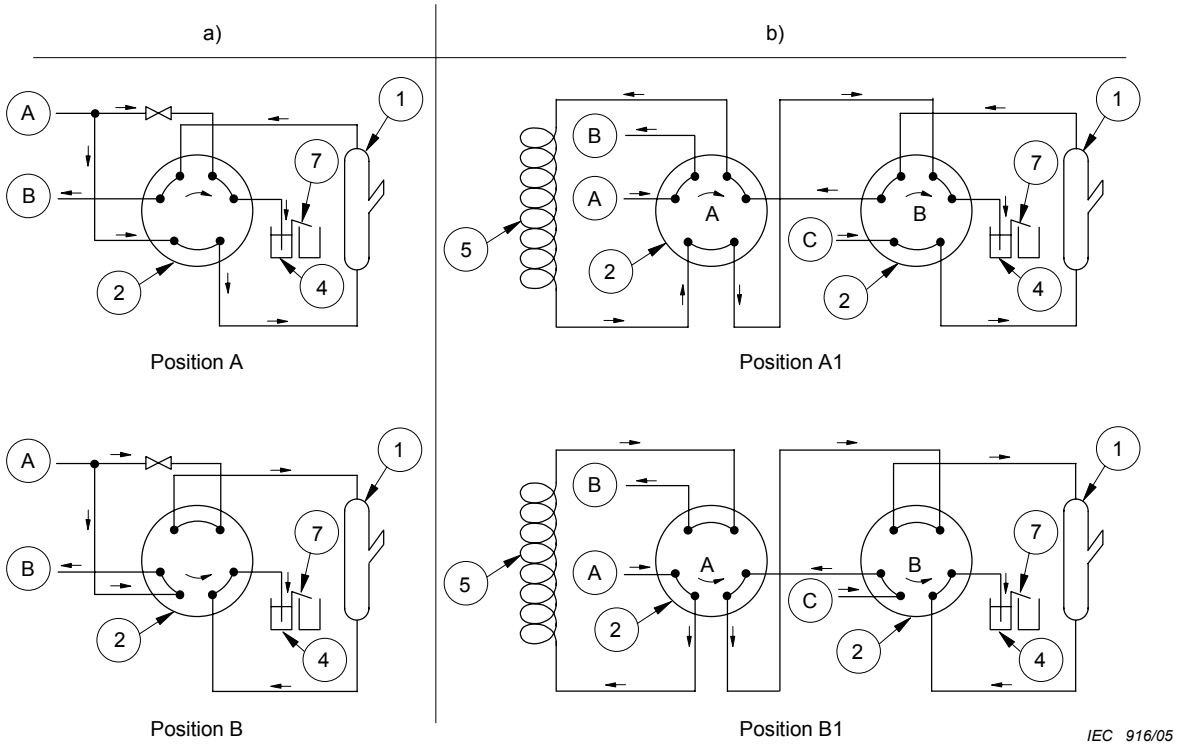


Figure a) Usual arrangement for degassing up to about 2,5 ml of oil
Position A: analysis
Position B: purge (emptying of stripper)

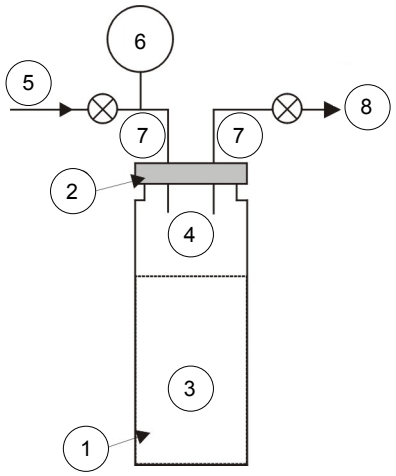
Figure b) Arrangement with cold trap added for use with larger quantities of oil
Position A1: trapping of gases
Position B1: injection + purge (emptying of stripper)

Key

A	Inlet carrier gas	1	Stripper
B	Outlet carrier gas (to chromatograph)	2	Six port gas sampling valve
C	Carrier gas for extraction	4	Mercury valve
		5	Cold trap
		7	Waste vessel

Figure 12 – Schematic arrangement for connecting an oil stripper to a gas chromatograph

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

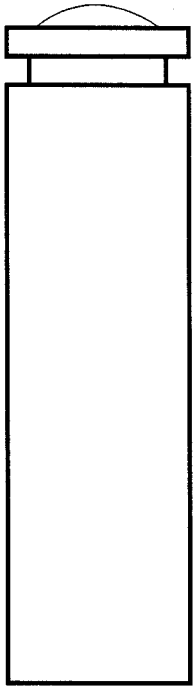


IEC 917/05

Légende

1	Flacon	5	Gaz vecteur
2	Septum	6	Manomètre
3	Echantillon d'huile	7	Aiguilles de l'échantillonneur de tête
4	Phase gazeuse	8	Vers la boucle d'injection GC et les détecteurs

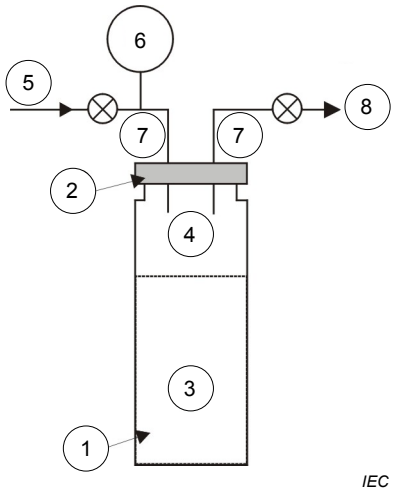
Figure 13 – Représentation schématique de l'échantillonneur de tête



IEC 918/05

Figure 14 – Flacon rempli d'eau

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

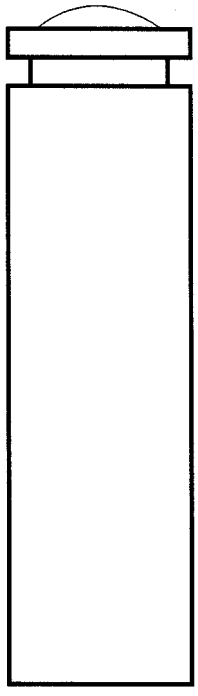


IEC 917/05

Key

1	Vial	5	Carrier gas
2	Septum	6	Pressurization gage
3	Oil sample	7	Head space sampler needles
4	Gas phase	8	To GC injection loop and detectors

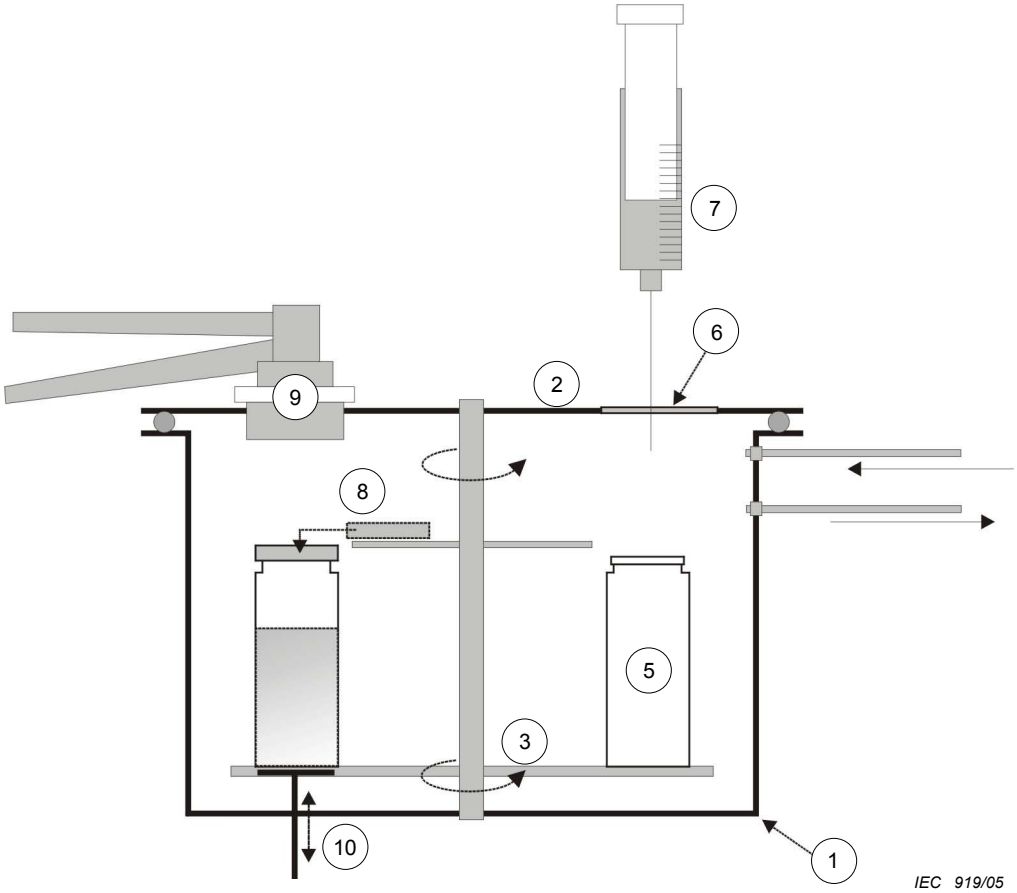
Figure 13 – Schematic representation of head space sampler



IEC 918/05

Figure 14 – Vial filled with water

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale



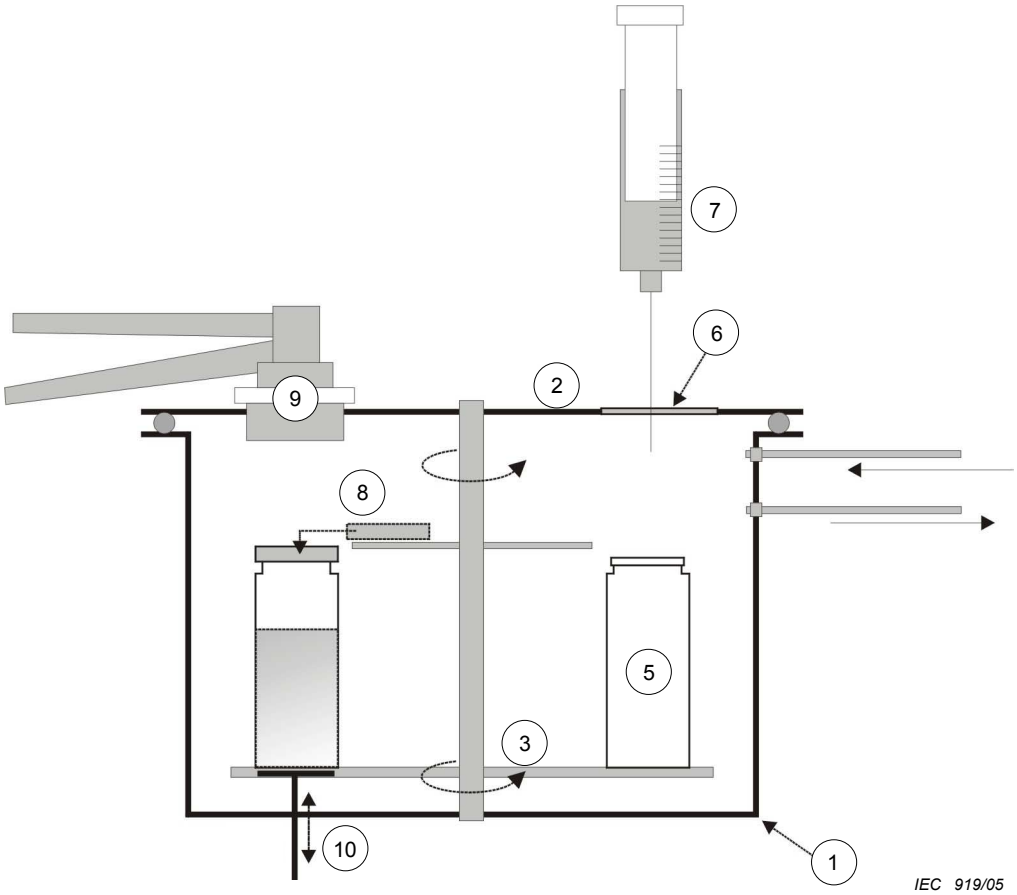
Légende

1	Boîtier	6	Septum du couvercle
2	Couvercle	7	Seringue à huile
3	Carrousel tournant	8	Septum du flacon et bouchon
4	Purge d'argon	9	Sertisseur du flacon
5	Flacon	10	Levier du flacon

Figure 15 – Table rotative

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

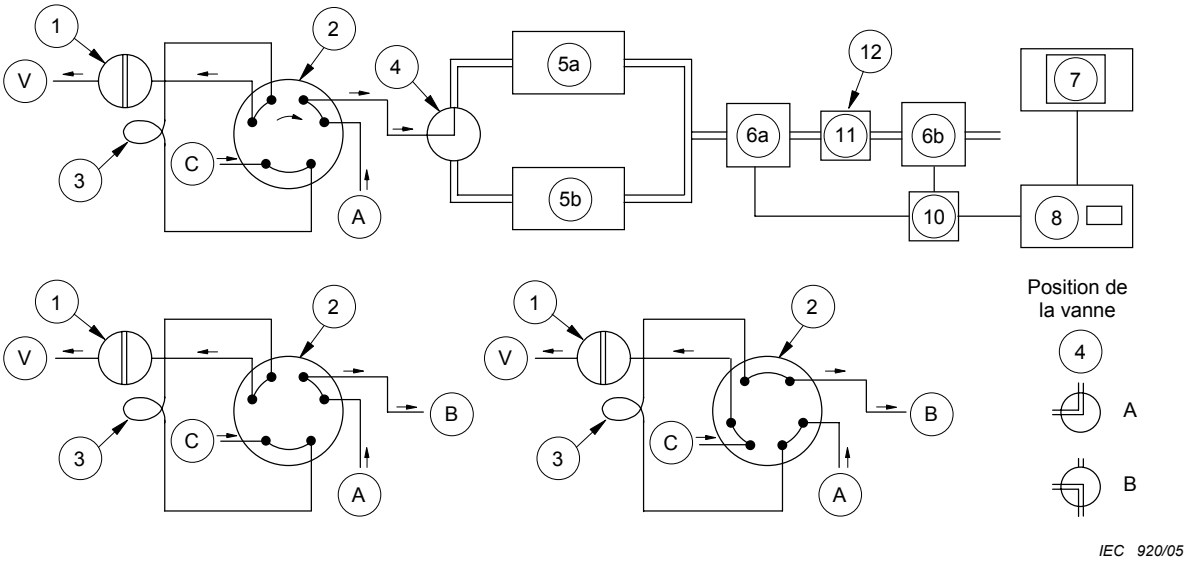


Key

1	Housing	6	Lid septum
2	Lid	7	Oil syringe
3	Rotating carousel	8	Vial septum and cap
4	Argon purge	9	Vial crimper
5	Vial	10	Vial lifter

Figure 15 – Revolving table

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale



Légende

Position A: Remplissage de la boucle

1	Robinet	
2	Vanne à gaz du chromatographe	
3	Boucle	
4	Vanne de sélection des colonnes	
5	Colonnes	a) Porapak N b) Tamis moléculaire 5 A
6	Détecteurs	a) Conductibilité thermique b) Ionisation de flamme
7	Enregistreur	

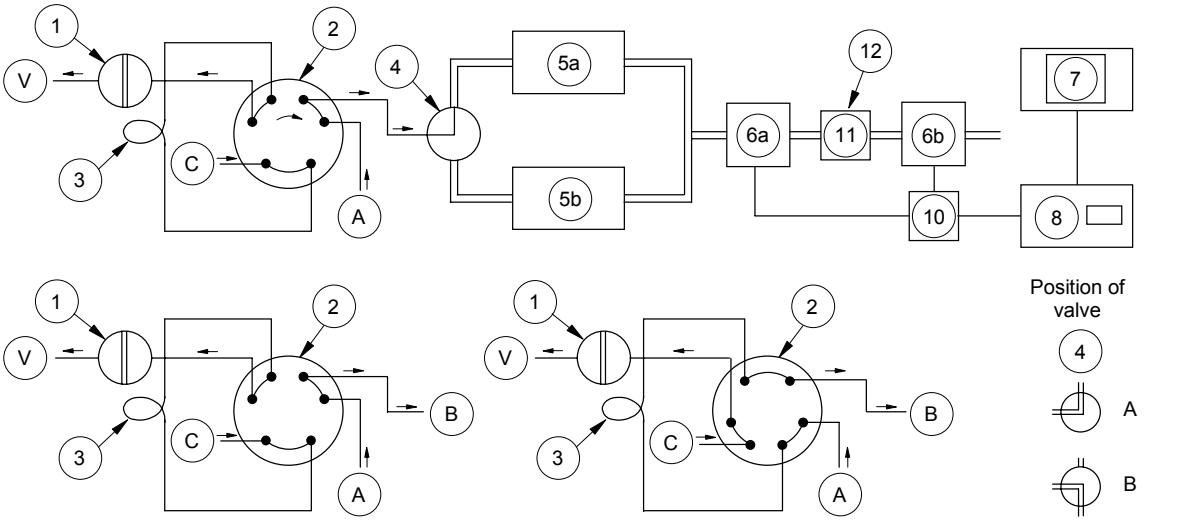
Position B: Injection

8	Intégrateur
10	Interrupteur
11	Méthaniseur
12	H_2 pour catalyse
A	Entrée du gaz vecteur
B	Sortie du gaz vecteur (vers CG)
C	Injection de l'échantillon de gaz
V	Liaison au vide

Figure 16 – Schéma de principe pour chromatographie en phase gazeuse

Note Il convient que le point 5 soit a) Colonne 1, b) Colonne 2

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale



Key

Position A: Sample loop filling

1	Stopcock	
2	Chromatograph gas sample valve	
3	Sample loop	
4	Column selector valve	
5	Columns	a) Porapak N
		b) Molecular sieve 5 A
6	Detectors	a) Thermal conductivity
		b) Flame ionization
7	Recorder	

Position B: Injection

8	Integrator
10	Switch
11	Methanator
12	H_2 for catalysis
A	Inlet carrier gas
B	Outlet carrier gas (to GC)
C	Injection of gas sample
V	Connection to vacuum

Figure 16 - Schematic arrangement for gas chromatography

NOTE Item 5 should read “a) Column 1, b) Column 2”

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

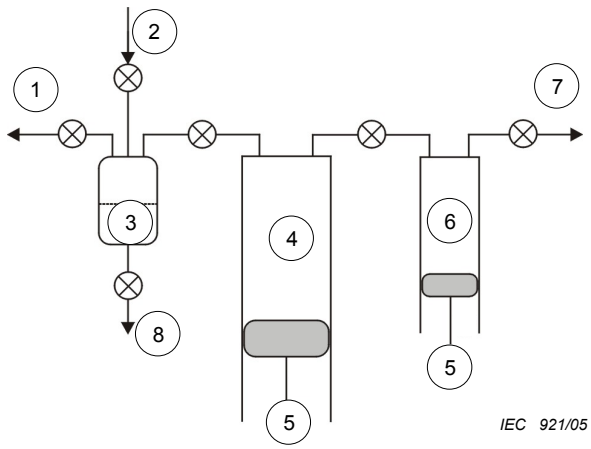


Figure 17a – Toepler sans mercure

1. pompe à vide
2. entrée d'huile
3. échantillon d'huile
4. chambre d'extraction des gaz
5. piston
6. chambre de compression des gaz
7. vers la boucle d'injection gc et les détecteurs
8. purge d'huile

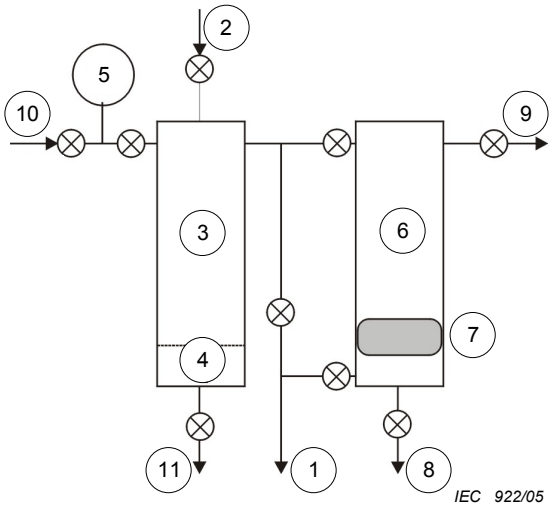


Figure 17b – Dégazage partiel sans mercure

1. pompe à vide
2. entrée d'huile
3. chambre d'extraction des gaz (en verre)
4. échantillon d'huile
5. manomètre
6. chambre de compression des gaz (en verre)
7. piston
8. air atmosphérique
9. vers la boucle d'injection gc et les détecteurs
10. gaz étalon
11. purge d'huile

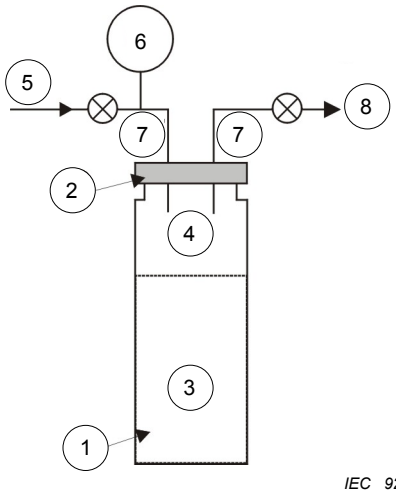


Figure 17c – ESPACE DE TETE

1 flacon
2 septum
3 échantillon d'huile
4 phase gazeuse (Ar ou He)
5 gaz vecteur (Ar ou He)
6 manomètre
7 aiguille
8 vers la boucle d'injection GC et les détecteurs

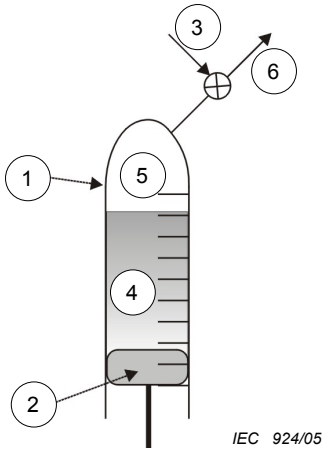


Figure 17d – BRASSAGE

1 seringue de précision
2 piston
3 entrée d'huile/d'air
4 échantillon d'huile
5 phase gazeuse (air)
6 vers la boucle d'injection GC et les détecteurs

Figure 17 – Représentation schématique de méthodes de l'Annexe C

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

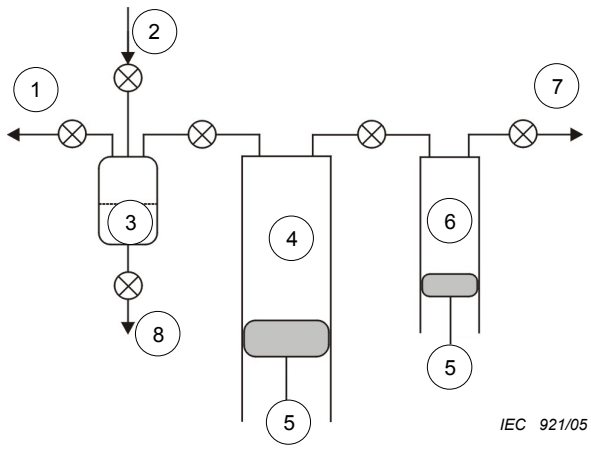


Figure 17a: Mercury-free Toepler

1. Vacuum pump
2. Oil inlet
3. Oil sample
4. Gas extraction chamber
5. Piston
6. Gas compression chamber
7. To GC injection loop and detectors
8. Oil purge

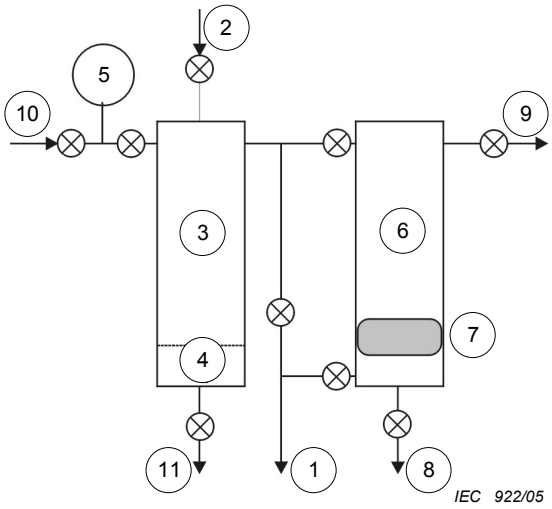


Figure 17b: Mercury-free partial degassing

1. Vacuum pump
2. Oil inlet
3. Gas extraction chamber (glass)
4. Oil sample
5. Pressure gage
6. Gas compression chamber (glass)
7. Piston
8. Atmospheric air
9. To GC injection loop and detectors
10. Calibration gas
11. Oil purge

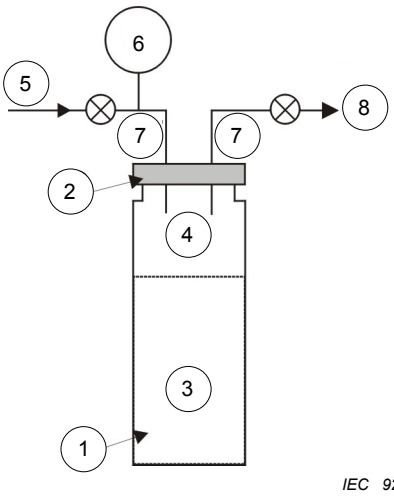


Figure 17c: HEAD SPACE

1. Vial
2. Septum
3. Oil sample
4. Gas phase (Ar or He)
5. Carrier gas (Ar or He)
6. Pressurization gage
7. Needle
8. To GC injection loop and detectors

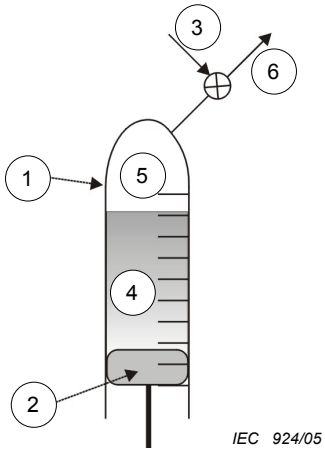


Figure 17d: SHAKE TEST

1. Precision syringe
2. Piston
3. Oil/Air inlet
4. Oil sample
5. Gas phase (Air)
6. To GC injection loop and detectors

Figure 17 – Schematic representation of methods in Annex C

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Annexe A
(informative)

Procédure pour vérifier l'intégrité des seringues avant le remplissage avec de l'huile (voir Figure 4)

a) Mettre le robinet en position ouverte (position B ou C).

b) Presser le piston dans les seringues au maximum.

c) Fermer le robinet en réglant sur la position A.

d) Essayer de tirer le piston de la seringue.

e) Après relâchement, il convient que le piston revienne dans sa position initiale.

f) Remettre le robinet en position ouverte (position B ou C).

g) Presser rapidement le piston dans les seringues au maximum.

h) Si une quantité quelconque d'air reste bloquée entre le piston et le corps de la seringue, les seringues ou le robinet ne sont pas scellés hermétiquement, et il est recommandé de les remplacer.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Annex A
(informative)

Procedure for testing the integrity of the syringes before filling with oil (see Figure 4)

a) Move the stopcock to open position (position B or C).
b) Press the piston into the syringes maximum.
c) Close the stopcock by adjusting in position A.
d) Try to pull the piston from the syringe.
e) After releasing the piston should return in the original position.
f) Move the stopcock again to open position (position B or C).
g) Quickly press the piston into the syringes maximum.
h) If any amount of air was locked between the piston and the syringe body, then the syringes or the stopcock are not hermetically sealed, and it is recommended that they be replaced by a new one.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Annexe B
(informative)

Calcul de la correction due à l'extraction incomplète par la méthode de dégazage partiel

Déterminer la concentration en volume trouvée C_i, de chaque constituant du mélange de gaz extrait de l'huile, à partir du chromatogramme, du volume d'huile échantillon, du volume total des gaz extraits calculé et de la partie aliquote injectée dans le chromatographe.

Calculer le coefficient d'extraction à l'équilibre pour chaque constituant gazeux à partir de la relation suivante:

$$E_i = 1/(1 + a_i V_0 / V_t)$$

où

E_i est le coefficient d'extraction du composant i;

V_o est le volume de l'échantillon d'huile;

V_t est le volume total de détente (voir 7.3.2);

a_i est le coefficient de solubilité d'Ostwald, pour le composant i.

Le Tableau B.1 ci-après donne des exemples de coefficients de solubilité, pour des huiles minérales types:

Tableau B.1 – Exemples de coefficients de solubilité

Gaz	a_i (20 °C)	E_i pour (V_o/ V_t) = 0,05
Hydrogène	0,040	0,998
Azote	0,070	0,996
Monoxyde de carbone	0,100	0,995
Oxygène	0,130	0,993
Méthane	0,340	0,983
Dioxyde de carbone	0,930	0,956
Acétylène	1,000	0,952
Ethylène	1,470	0,931
Ethane	2,180	0,902

Les données du tableau correspondent à des valeurs moyennes, obtenues sur des huiles pour transformateurs d'usage courant. Les valeurs réelles peuvent différer légèrement des chiffres donnés.

Calculer la concentration en volume corrigée de chacun des gaz dissous dans l'huile, à partir de la relation suivante:

$$C_i \text{ (corrigée)} = C_i \text{ (trouvée)}/E_i$$

NOTE Les coefficients de solubilité sont fonction de la température et de la masse volumique de l'huile.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Annex B
(informative)

Correction for incomplete gas extraction in partial degassing method by calculation

From the chromatogram, the sample oil volume, the calculated total volume of gas extracted and the volume of the aliquot of gas passed into the chromatograph, determine the apparent volume concentration C_i of each component gas extracted from the oil.

Calculate the equilibrium extraction efficiency for each component gas from

$$E_i = 1/(1 + a_i V_0 / V_t)$$

where

E_i is the extraction efficiency for component i;

V_o is the volume of the oil sample;

V_t is the total expansion volume (see 7.3.2);

a_i is the Ostwald solubility coefficient of component i.

Examples of solubility coefficients for typical mineral oils are shown in Table B.1.

Table B.1 – Examples of solubility coefficients

Gas	a_i (at 20 °C)	E_i for (V_o/ V_t) = 0,05
Hydrogen	0,040	0,998
Nitrogen	0,070	0,996
Carbon monoxide	0,100	0,995
Oxygen	0,130	0,993
Methane	0,340	0,983
Carbon dioxide	0,930	0,956
Acetylene	1,000	0,952
Ethylene	1,470	0,931
Ethane	2,180	0,902

The data given in the table represent mean values obtained on some of the current types of transformer oils. The actual data may differ a little from these figures.

Calculate the corrected volume concentration of each gas in the oil from

$$C_i \text{ (corrected)} = C_i \text{ (apparent)}/E_i$$

NOTE Solubility coefficients are functions of temperature and of oil density.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Annexe C
(informative)

Versions sans mercure et par brassage des méthodes d'extraction normalisées

Une version sans mercure de la méthode de Toepler est disponible dans le commerce. Dans cet appareil, des pistons mécaniques sont utilisés au lieu du piston de mercure pour extraire les gaz dissous et les compresser à nouveau.

Une représentation schématique type de cet appareil est indiquée à la Figure 17a. Certaines versions peuvent être automatisées avec un carrousel d'échantillons d'huile, de telle sorte qu'un nombre important d'échantillons puisse être injecté et analysé pendant 24 h sans surveillance.

Une version sans mercure de la méthode de dégazage partiel est disponible dans le commerce. Dans cet appareil, des pistons mécaniques sont utilisés au lieu du piston de mercure pour extraire les gaz dissous et les compresser à nouveau.

Une représentation schématique type de cet appareil est donnée à la Figure 17b.

Une version simplifiée de la méthode de l'espace de tête est disponible dans le commerce (appelée méthode d'extraction par brassage). Dans cette version, un échantillon d'huile (90 ml) est introduit dans une seringue en verre de précision 100 ml plutôt que dans une fiole en verre. 10 ml d'air sont ensuite introduits dans la seringue. La seringue est agitée énergiquement à la main afin d'extraire les gaz dissous. L'équilibre est atteint en moins de 2 min, en raison de l'efficacité élevée du brassage. Une partie aliquote des gaz extraits est ensuite injectée dans un chromatographe portatif pour une analyse sur site, ou dans un chromatographe de laboratoire. Une représentation schématique type de cet appareil est indiquée à la Figure 17d.

Des exemples d'exactitudes qui peuvent être obtenues en utilisant ces méthodes sont donnés au Tableau 6.

Ces valeurs sont déduites des essais interlaboratoires réalisés sur deux étalons de gaz dissous dans l'huile préparés selon 9.3 et impliquant 10 laboratoires dans le monde entier (2 pour la méthode de Toepler sans mercure, 1 pour la méthode de dégazage partiel sans mercure, et 7 pour la méthode par brassage).

--`,,`,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Annex C
(informative)

Mercury-free and shake test versions of the standard extraction methods

A mercury-free version of the Toepler method is available commercially. In this equipment, mechanical pistons are used instead of the mercury piston to extract the dissolved gases and recompress them.

A typical schematic representation of this equipment is indicated in Figure 17a. Some versions can be automated with an oil sample carousel so that large numbers of samples can be injected and analysed on a 24-hour basis with unattended operation.

A mercury-free version of the partial degassing method is available commercially. In this equipment, mechanical pistons are used instead of the mercury piston to extract the dissolved gases and recompress them.

A typical schematic representation of this equipment is indicated in Figure 17b.

A simplified version of the head space method is available commercially (the so-called “shake-test” method). In this version, an oil sample (90 ml) is introduced in a 100 ml precision glass syringe rather than in a glass vial. 10 ml of air are then introduced in the syringe. The syringe is shaken vigorously by hand to extract the dissolved gases. Equilibrium is reached in less than 2 min because of the high shaking efficiency. An aliquot of the extracted gases is then injected in a portable chromatograph for on-site analysis, or in a standard laboratory chromatograph. A typical schematic representation of this equipment is indicated in Figure 17d.

Examples of accuracies which can be obtained using these methods are given in Table 6.

These values are deduced from inter-laboratory tests made on two gas-in-oil standards prepared as in 9.3 and involving 10 laboratories world wide (2 for mercury-free Toepler, 1 for mercury-free partial degassing, and 7 for the shake test).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Annexe D
(informative)

Préparation d'étalons saturés en air

Maintenir un lot d'huile minérale neuve pour transformateurs dans un récipient ouvert à la température ambiante pendant au moins 1 semaine. La solubilité de l'air dans l'huile minérale étant de 10,3 vol %, ce lot d'huile saturée en air atteindra une concentration constante de 103 ml d'air par litre d'huile.

NOTE La valeur exacte de la solubilité de l'air dans l'huile varie en fonction de la pression atmosphérique et de la température et du type d'huile utilisée. Ajuster la valeur ci-dessus en conséquence.

L'installation d'extraction des gaz est vérifiée avec cet étalon d'huile saturé en air et estimée correcte si la teneur totale moyenne en gaz mesurée est de 103 ml/l, avec un écart type de 3 %.

L'extracteur de gaz et le chromatographe en phase gazeuse sont vérifiés par les temps de rétention et les concentrations de O_2, N_2 et CO_2 dans cet étalon d'huile saturé en air. Il convient que chacun des trois temps de rétention soit conforme à ceux obtenus avec les mélanges d'étalons de gaz. Il convient que les concentrations de O_2 et N_2 restent toujours constantes (environ 31 000 µl/l O_2 et 64 000 µl/l N_2) et dans les limites de répétabilité observées avec les échantillons d'huile pour transformateurs.

NOTE La concentration en CO_2 dans l'étalon d'huile saturé en air dépend de la concentration en CO_2 dans l'air et ne peut être considérée comme constante.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Annex D
(informative)

Preparation of air-saturated standards

Keep a batch of new transformer mineral oil in an open container at room temperature for at least one week. The solubility of air in mineral oil being 10,3 vol %, this batch of air-saturated oil will reach a constant concentration of 103 ml of air per litre of oil.

NOTE The exact value of the solubility of air in oil will vary depending on atmospheric pressure and temperature and on the type of oil used. Adjust the above value accordingly.

The gas extraction equipment is checked with this air-saturated oil standard and found correct if the average total gas content measured is 103 ml/l, with a standard deviation of 3 %.

The gas extractor and the gas chromatograph are checked by the retention times and concentrations of O_2, N_2 and CO_2 in this air-saturated oil standard. All three retention times should be in accordance with those obtained with gas standard mixtures. Concentrations of O_2 and N_2 should always stay constant (around 31 000 µl/l O_2 and 64 000 µl/l N_2) and within the repeatability limits observed with transformer oil samples.

NOTE The CO_2 concentration in the air-saturated oil standard depends on the CO_2 concentration in air and cannot be taken as constant.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Standards Survey

The IEC would like to offer you the best quality standards possible. To make sure that we continue to meet your needs, your feedback is essential. Would you please take a minute to answer the questions overleaf and fax them to us at +41 22 919 03 00 or mail them to the address below. Thank you!

Customer Service Centre (CSC)

International Electrotechnical Commission
3, rue de Varembé
1211 Genève 20
Switzerland

or

Fax to: **IEC**/CSC at +41 22 919 03 00

Thank you for your contribution to the standards-making process.

Nicht frankieren
Ne pas affranchir

Non affrancare
No stamp required

A Prioritaire

RÉPONSE PAYÉE

SUISSE

Customer Service Centre (CSC)
International Electrotechnical Commission
3, rue de Varembé
1211 GENEVA 20
Switzerland

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Q1 Please report on **ONE STANDARD** and **ONE STANDARD ONLY**. Enter the exact number of the standard: *(e.g. 60601-1-1)*

.....

Q2 Please tell us in what capacity(ies) you bought the standard *(tick all that apply).* I am the/a:

purchasing agent ❑
librarian ❑
researcher ❑
design engineer ❑
safety engineer ❑
testing engineer ❑
marketing specialist ❑
other.....

Q3 I work for/in/as a: *(tick all that apply)*

manufacturing ❑
consultant ❑
government ❑
test/certification facility ❑
public utility ❑
education ❑
military ❑
other.....

Q4 This standard will be used for: *(tick all that apply)*

general reference ❑
product research ❑
product design/development ❑
specifications ❑
tenders ❑
quality assessment ❑
certification ❑
technical documentation ❑
thesis ❑
manufacturing ❑
other.....

Q5 This standard meets my needs: *(tick one)*

not at all ❑
nearly ❑
fairly well ❑
exactly ❑

Q6 If you ticked NOT AT ALL in Question 5 the reason is: *(tick all that apply)*

standard is out of date ❑
standard is incomplete ❑
standard is too academic ❑
standard is too superficial ❑
title is misleading ❑
I made the wrong choice ❑
other .....

Q7 Please assess the standard in the following categories, using the numbers:
(1) unacceptable,
(2) below average,
(3) average,
(4) above average,
(5) exceptional,
(6) not applicable

timeliness.....
quality of writing.....
technical contents.....
logic of arrangement of contents .....
tables, charts, graphs, figures.....
other .....

Q8 I read/use the: *(tick one)*

French text only ❑
English text only ❑
both English and French texts ❑

Q9 Please share any comment on any aspect of the IEC that you would like us to know:

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale

Enquête sur les normes

La CEI ambitionne de vous offrir les meilleures normes possibles. Pour nous assurer que nous continuons à répondre à votre attente, nous avons besoin de quelques renseignements de votre part. Nous vous demandons simplement de consacrer un instant pour répondre au questionnaire ci-après et de nous le retourner par fax au +41 22 919 03 00 ou par courrier à l'adresse ci-dessous. Merci !

Centre du Service Clientèle (CSC)

Commission Electrotechnique Internationale
3, rue de Varembé
1211 Genève 20
Suisse

ou

Télécopie: **CEI**/CSC +41 22 919 03 00

Nous vous remercions de la contribution que vous voudrez bien apporter ainsi à la Normalisation Internationale.

Nicht frankieren
Ne pas affranchir

Non affrancare
No stamp required

A Prioritaire

RÉPONSE PAYÉE

SUISSE

Centre du Service Clientèle (CSC)
Commission Electrotechnique Internationale
3, rue de Varembé
1211 GENÈVE 20
Suisse

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Q1 Veuillez ne mentionner qu'**UNE SEULE NORME** et indiquer son numéro exact: (*ex. 60601-1-1)*

.....

Q2 En tant qu'acheteur de cette norme, quelle est votre fonction?
(cochez tout ce qui convient)
Je suis le/un:

agent d'un service d'achat ❑
bibliothécaire ❑
chercheur ❑
ingénieur concepteur ❑
ingénieur sécurité ❑
ingénieur d'essais ❑
spécialiste en marketing ❑
autre(s).....

Q3 Je travaille:
(cochez tout ce qui convient)

dans l'industrie ❑
comme consultant ❑
pour un gouvernement ❑
pour un organisme d'essais/ certification ❑
dans un service public ❑
dans l'enseignement ❑
comme militaire ❑
autre(s).....

Q4 Cette norme sera utilisée pour/comme
(cochez tout ce qui convient)

ouvrage de référence ❑
une recherche de produit ❑
une étude/développement de produit ❑
des spécifications ❑
des soumissions ❑
une évaluation de la qualité ❑
une certification ❑
une documentation technique ❑
une thèse ❑
la fabrication ❑
autre(s).....

Q5 Cette norme répond-elle à vos besoins:
(une seule réponse)

pas du tout ❑
à peu près ❑
assez bien ❑
parfaitement ❑

Q6 Si vous avez répondu PAS DU TOUT à Q5, c'est pour la/les raison(s) suivantes:
(cochez tout ce qui convient)

la norme a besoin d'être révisée ❑
la norme est incomplète ❑
la norme est trop théorique ❑
la norme est trop superficielle ❑
le titre est équivoque ❑
je n'ai pas fait le bon choix ❑
autre(s) .....

Q7 Veuillez évaluer chacun des critères ci-dessous en utilisant les chiffres
(1) inacceptable,
(2) au-dessous de la moyenne,
(3) moyen,
(4) au-dessus de la moyenne,
(5) exceptionnel,
(6) sans objet

publication en temps opportun .....
qualité de la rédaction.....
contenu technique .....
disposition logique du contenu .....
tableaux, diagrammes, graphiques, figures.....
autre(s) .....

Q8 Je lis/utilise: *(une seule réponse)*

uniquement le texte français ❑
uniquement le texte anglais ❑
les textes anglais et français ❑

Q9 Veuillez nous faire part de vos observations éventuelles sur la CEI:

.....
.....
.....
.....
.....
.....

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

ISBN 2-8318-8076-9



ICS 17.220.99; 29.040.10; 29.035.99

Typeset and printed by the IEC Central Office
GENEVA, SWITZERLAND

--`,,`,,`-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale