



INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

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

Matériels électriques immergés – Échantillonnage de gaz et analyse des gaz libres et dissous – Lignes directrices

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE **XA**
CODE PRIX

ICS 29.040

ISBN 978-2-88912-768-9

CONTENTS

FOREWORD.....	5
INTRODUCTION.....	7
1 Scope.....	9
2 Normative references.....	9
3 Sampling of gases from gas-collecting (Buchholz) relays.....	10
3.1 General remarks.....	10
3.2 Sampling of free gases by syringe.....	10
3.2.1 Sampling equipment.....	10
3.2.2 Sampling procedure.....	11
3.3 Sampling of free gases by displacement of oil.....	12
3.4 Sampling of free gases by vacuum.....	13
3.5 Sampling of oil from oil filled equipment.....	14
4 Labelling of gas samples.....	14
5 Sampling, labelling and transferring of oil from oil-filled equipment.....	14
5.1 Sampling and labelling of oil.....	14
5.2 Transfer of oil for DGA analysis.....	14
5.2.1 Transfer from oil syringes.....	14
5.2.2 Transfer from ampoules.....	15
5.2.3 Transfer from flexible metal bottles.....	15
5.2.4 Transfer from glass and rigid metal bottles.....	15
6 Preparation of gas-in-oil standards.....	15
6.1 General remark.....	15
6.2 First method: preparation of a large volume of gas-in-oil standard.....	15
6.2.1 Equipment.....	15
6.2.2 Procedure.....	16
6.2.3 Calculation.....	18
6.3 Second method: preparation of gas-in-oil standards in a syringe or a vial.....	18
6.3.1 Equipment.....	19
6.3.2 Procedure.....	20
7 Extraction of gases from oil.....	20
7.1 General remarks.....	20
7.2 Multi-cycle vacuum extraction using Toepler pump apparatus.....	21
7.2.1 Toepler pump extraction apparatus.....	21
7.2.2 Extraction procedure.....	24
7.3 Vacuum extraction by partial degassing method.....	25
7.3.1 General remark.....	25
7.3.2 Partial degassing apparatus.....	25
7.3.3 Extraction procedure.....	26
7.4 Stripping extraction method.....	26
7.4.1 Stripping apparatus.....	26
7.4.2 Outline of procedure.....	29
7.5 Headspace method.....	30
7.5.1 Principle of the method.....	30
7.5.2 Symbols and abbreviations.....	30
7.5.3 Headspace extraction apparatus.....	31
7.5.4 Headspace extraction procedure.....	35

7.5.5	Calibration of the headspace extractor	39
8	Gas analysis by gas-solid chromatography	41
8.1	General remarks.....	41
8.2	Outline of suitable methods using Table 4	42
8.3	Apparatus.....	42
8.3.1	Gas chromatograph	42
8.3.2	Columns	44
8.3.3	Carrier gas	44
8.3.4	Detectors.....	44
8.3.5	Methanator	44
8.3.6	Cold trap	44
8.3.7	Integrator and recorder.....	44
8.4	Preparation of apparatus	45
8.5	Analysis	45
8.6	Calibration of the chromatograph.....	45
8.7	Calculations	46
9	Quality control	46
9.1	Verification of the entire analytical system.....	46
9.2	Limits of detection and quantification.....	47
9.3	Repeatability, reproducibility and accuracy.....	47
9.3.1	General remark	47
9.3.2	Repeatability	48
9.3.3	Reproducibility.....	48
9.3.4	Accuracy	48
10	Report of results	49
Annex A (informative)	Correction for incomplete gas extraction in partial degassing method by calculation	51
Annex B (informative)	Mercury-free and shake test versions of the standard extraction methods.....	53
Annex C (informative)	Preparation of air-saturated standards	55
Annex D (informative)	Correction for gas bubbles in syringes and air gap in rigid bottles	56
Annex E (informative)	Procedure for comparing gas monitor readings to laboratory results	57
Bibliography	58
Figure 1	– Sampling of gas by syringe	11
Figure 2	– Sampling of free gases by oil displacement.....	12
Figure 3	– Sampling of free gases by vacuum.....	13
Figure 4	– First method of preparing gas-in-oil standards	17
Figure 5	– Second method for preparing gas-in-oil standards.....	19
Figure 6	– Example of a Toepler pump extraction apparatus	23
Figure 7	– Types of glass strippers	27
Figure 8	– Stainless steel stripper.....	28
Figure 9	– Schematic arrangement for connecting an oil stripper to a gas chromatograph.....	29
Figure 10	– Schematic representation of headspace sampler.....	30

Figure 11 – Vial filled with water	32
Figure 12 – Revolving table	34
Figure 13 – Schematic arrangement for gas chromatography	43
Figure B.1 – Schematic representation of methods in Annex B	54
Table 1 – Information required for gas samples	14
Table 2 – Examples of headspace operating conditions	35
Table 3 – Headspace partition coefficients at 70 °C in mineral insulating oil	40
Table 4 – Examples of gas chromatographic operating conditions.....	41
Table 5 – Required limits of detection in oil.....	47
Table 6 – Examples of accuracy of extraction methods	49
Table A.1 – Examples of solubility coefficients a_i (at 25 °C) reported by CIGRE TF D1.01.15.....	51
Table C.1 – Examples of solubility values of air for different oil types	55
Table C.2 – Examples of temperature variations for oxygen and nitrogen solubility in mineral oil.....	55

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

OIL-FILLED ELECTRICAL EQUIPMENT – SAMPLING OF GASES AND 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 itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 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 fourth edition cancels and replaces the third edition, published in 2005, and constitutes a technical revision.

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

Since the publication of the third edition, CIGRE TF.D1.01.15 has made progress in several areas of dissolved gas analysis (DGA), notably

- a) oil sampling,
- b) laboratory analysis and solubility coefficients of gases in non-mineral oils,
- c) calibration of the headspace gas extraction method,

- d) more sensitive detectors for chromatography,
- e) preparation of air-saturated standards and
- f) evaluation of gas monitor readings.

These advances are included in this fourth edition.

Sampling of oil for DGA from oil-filled equipment has been moved from IEC 60567 to IEC 60475 as reflected in the revised title of this standard.

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

FDIS	Report on voting
10/849/FDIS	10/872/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 stability 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.

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 insulating oils, since experience to date has been almost entirely with such oils. The methods may also be applied to other insulating liquids, in some cases with modifications.

General caution, health, safety and environmental protection

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

The 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.

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 insulating oils, chemicals and used sample containers.

Attention is drawn to the fact that, at the time of writing of this standard, many insulating oils in service are known to be contaminated to some degree by PCBs. If this is the case, safety countermeasures should 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 should be carried out strictly according to local regulations. Every precaution should be taken to prevent release of insulating oil into the environment.

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

1 Scope

This International Standard deals with the techniques for sampling free gases from gas-collecting relays from power transformers. Three methods of sampling free gases are described.

The techniques for sampling oil from oil-filled equipment such as power and instrument transformers, reactors, bushings, oil-filled cables and oil-filled tank-type capacitors are no longer covered by this standard, but are instead described in 4.2 of IEC 60475:2011.

Before analysing the gases dissolved in oil, they are first 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 (headspace). The gases are analysed quantitatively after extraction by gas chromatography; a method of analysis is described. Free gases from gas-collecting relays are analysed without preliminary treatment.

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

For daily calibration checks of the chromatograph, it is convenient to use a standard gas mixture containing a suitable known amount of each of the gas components to be in a similar ratio to the common ratios of the gases extracted from transformer oils.

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

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. 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 60475:2011, *Method of sampling insulating liquids*

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

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

ASTM D2780, *Standard Test Method for Solubility of Fixed Gases in Liquids*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	63
INTRODUCTION.....	65
1 Domaine d'application	67
2 Références normatives.....	67
3 Échantillonnage des gaz aux relais de protection (Buchholz).....	68
3.1 Remarques générales	68
3.2 Échantillonnage de gaz libres en seringue.....	68
3.2.1 Matériel de prélèvement	68
3.2.2 Mode de prélèvement	70
3.3 Échantillonnage des gaz libres par déplacement d'huile	70
3.4 Échantillonnage sous vide des gaz libres	71
3.5 Échantillonnage de l'huile dans les matériels immergés dans l'huile.....	72
4 Identification des échantillons de gaz	72
5 Échantillonnage, étiquetage et transfert de l'huile dans les matériels immergés dans l'huile.....	73
5.1 Échantillonnage et étiquetage de l'huile	73
5.2 Transfert de l'huile pour analyse AGD	73
5.2.1 Transfert à partir des seringues à huile.....	73
5.2.2 Transfert à partir des ampoules	73
5.2.3 Transfert à partir de bouteilles métalliques flexibles	74
5.2.4 Transfert à partir de bouteilles en verre et en métal rigide	74
6 Préparation d'étalon de gaz dissous dans l'huile	74
6.1 Remarques générales	74
6.2 Première méthode: préparation d'un grand volume d'étalon de gaz dissous dans l'huile.....	74
6.2.1 Matériel	74
6.2.2 Mode opératoire	75
6.2.3 Calcul.....	77
6.3 Deuxième méthode: préparation d'étalon de gaz dissous dans l'huile dans une seringue ou un flacon	77
6.3.1 Matériel	78
6.3.2 Mode opératoire	79
7 Extraction des gaz de l'huile.....	79
7.1 Remarques générales	79
7.2 Dispositif d'extraction sous vide, par cycles successifs, utilisant une pompe de Toepler.....	80
7.2.1 Dispositif d'extraction à la pompe de Toepler.....	80
7.2.2 Méthode d'extraction	83
7.3 Extraction sous vide par la méthode de dégazage partiel	84
7.3.1 Remarques générales.....	84
7.3.2 Dispositif de dégazage partiel.....	84
7.3.3 Méthode d'extraction	85
7.4 Méthode d'extraction des gaz par entraînement	85
7.4.1 Dispositif de barbotage.....	85
7.4.2 Généralités sur un mode opératoire.....	88
7.5 Méthode d'espace de tête	89
7.5.1 Principe de la méthode.....	89

7.5.2	Symboles et abréviations.....	89
7.5.3	Pompe d'extraction d'espace de tête	90
7.5.4	Mode opératoire d'extraction d'espace de tête.....	96
7.5.5	Étalonnage de l'extracteur de l'espace de tête.....	99
8	Analyse des gaz par chromatographie gaz-solide	101
8.1	Remarques générales	101
8.2	Description de modes opératoires satisfaisants à l'aide du Tableau 4	103
8.3	Appareillage	103
8.3.1	Chromatographe en phase gazeuse	103
8.3.2	Colonnes.....	104
8.3.3	Gaz vecteur.....	105
8.3.4	Détecteurs.....	105
8.3.5	Méthaniseur	105
8.3.6	Piège à froid.....	105
8.3.7	Intégrateur et enregistreur.....	105
8.4	Préparation de l'appareil	106
8.5	Analyse.....	106
8.6	Étalonnage du chromatographe.....	106
8.7	Calculs.....	107
9	Contrôle de la qualité	107
9.1	Vérification du système d'analyse dans sa totalité.....	107
9.2	Limites de détection et quantification.....	108
9.3	Répétabilité, reproductibilité et exactitude	109
9.3.1	Remarques générales.....	109
9.3.2	Répétabilité	109
9.3.3	Reproductibilité	110
9.3.4	Exactitude	110
10	Rapport des résultats	111
	Annexe A (informative) Calcul de la correction due à l'extraction incomplète par la méthode de dégazage partiel.....	112
	Annexe B (informative) Versions sans mercure et par brassage des méthodes d'extraction normalisées	114
	Annexe C (informative) Préparation d'étalons saturés en air	116
	Annexe D (informative) Correction pour les bulles de gaz dans les seringues et le volume d'air dans les bouteilles rigides.....	117
	Annexe E (informative) Mode opératoire de comparaison des mesures des moniteurs des gaz par rapport aux résultats de laboratoire	118
	Bibliographie.....	119
	Figure 1 – Prélèvement de gaz en seringue	69
	Figure 2 – Prélèvement de gaz par entraînement d'huile.....	71
	Figure 3 – Prélèvement de gaz sous vide.....	72
	Figure 4 – Première méthode de préparation d'étalons de gaz dissous dans l'huile	76
	Figure 5 – Deuxième méthode de préparation d'étalons de gaz dissous dans l'huile.....	78
	Figure 6 – Exemple de pompe d'extraction de Toepler.....	82
	Figure 7 – Exemples de barboteur en verre	86
	Figure 8 – Barboteur en acier inoxydable.....	87

Figure 9 – Schéma de montage pour adapter un barboteur au chromatographe en phase gazeuse	88
Figure 10 – Représentation schématique de l'échantillonneur d'espace de tête	89
Figure 11 – Flacon rempli d'eau.....	91
Figure 12 – Table rotative.....	94
Figure 13 – Schéma de principe pour chromatographie en phase gazeuse	104
Figure B.1 – Représentation schématique de méthodes de l'Annexe B	115
Tableau 1 – Informations nécessaires pour les échantillons de gaz	73
Tableau 2 – Exemples de conditions de fonctionnement de l'espace de tête	95
Tableau 3 – Coefficients de partage de l'espace de tête à 70 °C dans les huiles minérales isolantes	101
Tableau 4 – Exemples de conditions de fonctionnement de la chromatographie en phase gazeuse	102
Tableau 5 – Limites de détection dans l'huile exigées.....	109
Tableau 6 – Exemples d'exactitude des méthodes d'extraction	111
Tableau A.1 – Exemples de coefficients de solubilité a_i (à 25 °C) reporté par le CIGRE TF D1.01.15.....	112
Tableau C.1 – Exemples de valeurs de solubilité de l'air de différents types d'huile	116
Tableau C.2 –Exemples de variations de la solubilité de l'oxygène et de l'azote dans une huile minérale avec la température.....	116

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MATÉRIELS ÉLECTRIQUES IMMERGÉS – ÉCHANTILLONNAGE DE GAZ ET 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 elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 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 brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets 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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition parue en 2005. Cette édition constitue une révision technique.

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

Depuis la publication de la troisième édition, CIGRE TF.D1.01.15 a fait des progrès dans plusieurs domaines de l'analyse AGD, notamment

- a) l'échantillonnage d'huile,

- b) les analyses en laboratoire et les coefficients de solubilité des gaz présents dans les huiles non minérales,
- c) l'étalonnage de la méthode d'extraction de gaz de l'espace de tête,
- d) les détecteurs plus sensibles pour la chromatographie,
- e) la préparation des étalons saturés en air, et
- f) l'évaluation des mesures des moniteurs des gaz, par exemple.

Ces avancées sont incluses dans la quatrième édition.

L'échantillonnage de l'huile pour l'AGD dans les matériels immergés dans l'huile a été déplacé de la CEI 60567 à la CEI 60475, comme illustré dans la modification du titre de la présente norme.

Le texte de la présente norme repose sur les documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/849/FDIS	10/872/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 stabilité 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.

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, dans une faible proportion, diffuseront éventuellement 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.

Il est possible d'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.

À tous les stades de la vie des matériels immergés dans l'huile, ces techniques sont précieuses. Ainsi, lors des 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 isolantes car l'expérience, à ce jour, a presque entièrement été obtenue sur de telles huiles. Ces méthodes peuvent également être appliquées 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 de manipuler les huiles isolantes dont traite la présente norme 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.

Le mercure présente un risque pour l'environnement et pour la santé. Il convient de nettoyer et d'éliminer immédiatement tout déversement 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 isolantes, 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 isolantes en service sont connues pour être contaminées dans une certaine mesure par des polychlorobiphényles. Si c'est le cas, il convient de 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 convient que l'élimination ou la décontamination de ces huiles soit rigoureuse, selon les réglementations locales. Il convient de prendre toutes les précautions afin d'empêcher un déversement d'huile isolante dans l'environnement.

MATÉRIELS ÉLECTRIQUES IMMERGÉS – ÉCHANTILLONNAGE DE GAZ ET ANALYSE DES GAZ LIBRES ET DISSOUS – LIGNES DIRECTRICES

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale traite des techniques d'échantillonnage de gaz libres au niveau des relais de protection des transformateurs de puissance. Trois méthodes d'échantillonnage des gaz libres sont décrites.

Les techniques d'échantillonnage de l'huile dans les matériels immergés dans l'huile, tels que les transformateurs de puissance et de mesure, les bobines d'inductances, les traversées de transformateurs, les câbles à huile fluide et les condensateurs de puissance ne sont plus couverts par la présente norme mais se trouvent dorénavant en 4.2 de la CEI 60475:2011.

Avant d'analyser les gaz dissous dans l'huile, ils sont en premier lieu extraits 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 d'un 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 prélevés au niveau des 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 dont les teneurs en chacun des composants soient connues et appropriées, et dans un rapport similaire à celles des 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, ou que des différences importantes de températures puissent exister entre le site de prélèvement et le laboratoire d'analyse.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

CEI 60475:2011, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

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

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

ASTM D2780, *Standard Test Method for Solubility of Fixed Gases in Liquids*