

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Oil-filled electrical equipment – Sampling of free gases and analysis of free and dissolved gases in mineral oils and other insulating liquids – Guidance

Matériels électriques immergés – Échantillonnage de gaz libres et analyse des gaz libres et dissous dans les huiles minérales et d'autres liquides isolants – Recommandations

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 29.040.10

ISBN 978-2-8322-7960-1

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD.....	5
INTRODUCTION.....	7
1 Scope.....	9
2 Normative references	9
3 Terms, definitions, symbols and abbreviated terms.....	10
3.1 Terms and definitions.....	10
3.2 Symbols and abbreviated terms	10
3.2.1 Symbols	10
3.2.2 Abbreviated terms	10
4 Sampling of gases from gas-collecting relays	11
4.1 General remarks	11
4.2 Sampling of free gases by syringe	11
4.2.1 Sampling equipment	11
4.2.2 Sampling procedure.....	12
4.3 Sampling of free gases by displacement of oil.....	13
4.4 Sampling of free gases by vacuum.....	13
4.5 Sampling of oil from oil filled equipment.....	15
5 Labelling of gas samples	15
6 Sampling, labelling and transferring of oil from oil-filled equipment.....	15
6.1 Sampling and labelling of oil	15
6.2 Transfer of oil for DGA analysis	15
6.2.1 General	15
6.2.2 Transfer from oil syringes	15
6.2.3 Transfer from ampoules.....	16
6.2.4 Transfer from flexible metal bottles	16
6.2.5 Transfer from glass and rigid metal bottles	16
7 Preparation of gas-in-oil standards	16
7.1 General remarks	16
7.2 First method: preparation of a large volume of gas-in-oil standard	16
7.2.1 Equipment	16
7.2.2 Procedure.....	17
7.2.3 Calculation	19
7.3 Second method: preparation of gas-in-oil standards in a syringe or a vial	19
7.3.1 General	19
7.3.2 Equipment	21
7.3.3 Procedure.....	21
8 Extraction of gases from oil	21
8.1 General remarks	21
8.2 Multi-cycle vacuum extraction using Toepler pump apparatus	22
8.2.1 General	22
8.2.2 Toepler pump extraction apparatus.....	22
8.2.3 Extraction procedure	25
8.3 Vacuum extraction by partial degassing method.....	26
8.3.1 General remarks	26
8.3.2 Partial degassing apparatus	26
8.3.3 Extraction procedure	27

8.4	Stripping extraction method	27
8.4.1	General	27
8.4.2	Stripping apparatus	27
8.4.3	Outline of procedure	30
8.5	Headspace method	31
8.5.1	Principle of the method	31
8.5.2	Headspace extraction apparatus	32
8.5.3	Headspace extraction procedure	36
8.5.4	Calibration of the headspace extractor	40
9	Gas analysis by gas-solid chromatography	42
9.1	General remarks	42
9.2	Outline of suitable methods using Table 4	44
9.3	Apparatus	44
9.3.1	Gas chromatograph	44
9.3.2	Columns	46
9.3.3	Carrier gas	46
9.3.4	Detectors	46
9.3.5	Methanator	46
9.3.6	Cold trap	46
9.3.7	Integrator and recorder	46
9.4	Preparation of apparatus	47
9.5	Analysis	47
9.6	Calibration of the chromatograph	47
9.7	Calculations	48
10	Quality control	48
10.1	Verification of the entire analytical system	48
10.2	Limits of detection and quantification	49
10.3	Repeatability, reproducibility and accuracy	50
10.3.1	General remark	50
10.3.2	Repeatability	50
10.3.3	Reproducibility	50
10.3.4	Accuracy	51
11	Report of results	51
Annex A (informative) Correction for incomplete gas extraction in partial degassing method by calculation		53
Annex B (informative) Alternative gas extraction methods		54
B.1	Mercury-free versions of the vacuum extraction methods	54
B.1.1	Mercury-free version of the Toepler method	54
B.1.2	Mercury-free version of the partial degassing method	54
B.2	Syringe versions of the headspace method	54
B.2.1	Shake test method	54
B.2.2	Mechanical oscillation method	56
Annex C (informative) Preparation of air-saturated standards		57
Annex D (informative) Correction for gas bubbles in syringes and air gap in rigid bottles		58
Annex E (informative) Procedure for comparing gas monitor readings to laboratory results		59
Annex F (normative) Insulating liquids based on synthetic and natural esters and silicones		60

Bibliography.....	62
Figure 1 – Sampling of gas by syringe	12
Figure 2 – Sampling of free gases by oil displacement.....	13
Figure 3 – Sampling of free gases by vacuum.....	14
Figure 4 – First method of preparing gas-in-oil standards.....	18
Figure 5 – Second method for preparing gas-in-oil standards.....	20
Figure 6 – Example of a Toepler pump extraction apparatus.....	24
Figure 7 – Types of glass strippers	28
Figure 8 – Stainless steel stripper.....	29
Figure 9 – Schematic arrangement for connecting an oil stripper to a gas chromatograph.....	30
Figure 10 – Schematic representation of headspace sampler.....	31
Figure 11 – Vial filled with water	33
Figure 12 – Revolving table	35
Figure 13 – Schematic arrangement for gas chromatography.....	45
Figure B.1 – Schematic representation of mercury-free Toepler method	55
Figure B.2 – Schematic representation of mercury-free partial degassing method.....	55
Figure B.3 – Schematic representation of shake test method	55
Figure B.4 – Schematic representations of mechanical oscillation method	56
Table 1 – Information required for gas samples	15
Table 2 – Examples of headspace operating conditions	36
Table 3 – Examples of headspace partition coefficients at 70 °C in mineral insulating oil.....	42
Table 4 – Examples of gas chromatographic operating conditions.....	43
Table 5 – Required limits of detection in oil.....	49
Table 6 – Examples of accuracy of extraction methods	51
Table A.1 – Examples of solubility coefficients a_i (at 25 °C) reported by CIGRE TF D1.01.15 in 2006	53
Table C.1 – Examples of solubility values of air for different oil types	57
Table C.2 – Examples of temperature variations for oxygen and nitrogen solubility in mineral oil.....	57

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**OIL-FILLED ELECTRICAL EQUIPMENT –
SAMPLING OF FREE GASES AND ANALYSIS
OF FREE AND DISSOLVED GASES IN MINERAL OILS
AND OTHER INSULATING LIQUIDS – 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) IEC draws attention to the possibility that the implementation of this document may involve the use of (a) patent(s). IEC takes no position concerning the evidence, validity or applicability of any claimed patent rights in respect thereof. As of the date of publication of this document, IEC had not received notice of (a) patent(s), which may be required to implement this document. However, implementers are cautioned that this may not represent the latest information, which may be obtained from the patent database available at <https://patents.iec.ch>. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

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

This fifth edition cancels and replaces the fourth edition published in 2011. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

- a) a new normative Annex F relating to DGA analysis of insulating liquids other than mineral oils (esters and silicones) has been added;
- b) Clause 4 to Clause 11 and informative Annex A to Annex E remain devoted to mineral oils;

- c) two new mercury-free gas extraction methods are described in Annex B (low pressure vacuum extraction and mechanical oscillation).

The text of this International Standard is based on the following documents:

Draft	Report on voting
10/1207/FDIS	10/1211/RVD

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

The language used for the development of this International Standard is English.

This document was drafted in accordance with ISO/IEC Directives, Part 2, and developed in accordance with ISO/IEC Directives, Part 1 and ISO/IEC Directives, IEC Supplement, available at www.iec.ch/members_experts/refdocs. The main document types developed by IEC are described in greater detail at www.iec.ch/publications.

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under webstore.iec.ch in the data related to the specific document. At this date, the document will be

- reconfirmed,
- withdrawn, or
- revised.

IMPORTANT – The "colour inside" logo on the cover page of this document indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

INTRODUCTION

Gases can 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 can 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 can 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 can 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 document, to the procedures used for the sampling, from oil-filled electrical equipment, of gases and oils containing gases, and for subsequent analysis.

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

General caution, health, safety and environmental protection

WARNING – This document does not purport to address all the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this document 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 document should be handled with due regard to personal hygiene. Direct contact with the eyes can 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 document involve the use of processes that can 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. Regulatory requirements for mercury use and handling can apply. Mercury-free methods may be requested in some countries.

Environment

WARNING – This document is applicable to insulating oils, chemicals and used sample containers.

Attention is drawn to the fact that, at the time of writing of this document, many insulating oils in service are known to be contaminated to some degree by polychlorinated biphenyls (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 can be subject to regulatory requirements. Every precaution should be taken to prevent the release of any type of insulating oil into the environment, including those partially biodegradable with time.

OIL-FILLED ELECTRICAL EQUIPMENT – SAMPLING OF FREE GASES AND ANALYSIS OF FREE AND DISSOLVED GASES IN MINERAL OILS AND OTHER INSULATING LIQUIDS – GUIDANCE

1 Scope

This document 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 document, but are instead described in IEC 60475:2022, 4.2.

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 ensuring 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 can be by un-pressurized air freight and where considerable differences in ambient temperature can exist between the plant and the examining laboratory.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements 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 – Mineral insulating oils for electrical equipment*

IEC 60475:2022, *Method of sampling insulating liquids*

ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	67
INTRODUCTION.....	69
1 Domaine d'application	71
2 Références normatives.....	71
3 Termes, définitions, symboles et abréviations.....	72
3.1 Termes et définitions	72
3.2 Symboles et abréviations	72
3.2.1 Symboles.....	72
3.2.2 Abréviations	72
4 Échantillonnage des gaz aux relais de protection	73
4.1 Remarques générales	73
4.2 Échantillonnage de gaz libres en seringue	73
4.2.1 Matériel de prélèvement	73
4.2.2 Mode de prélèvement	75
4.3 Échantillonnage des gaz libres par déplacement d'huile.....	75
4.4 Échantillonnage sous vide des gaz libres	76
4.5 Échantillonnage de l'huile dans les matériels immergés dans l'huile.....	77
5 Identification des échantillons de gaz	77
6 Échantillonnage, étiquetage et transfert de l'huile dans les matériels immergés dans l'huile	78
6.1 Échantillonnage et étiquetage de l'huile	78
6.2 Transfert de l'huile pour analyse AGD.....	78
6.2.1 Généralités.....	78
6.2.2 Transfert à partir des seringues à huile.....	78
6.2.3 Transfert à partir des ampoules	79
6.2.4 Transfert à partir de bouteilles métalliques flexibles.....	79
6.2.5 Transfert à partir de bouteilles en verre et en métal rigide	79
7 Préparation d'étalon de gaz dissous dans l'huile.....	79
7.1 Remarques générales	79
7.2 Première méthode: préparation d'un grand volume d'étalon de gaz dissous dans l'huile	79
7.2.1 Matériel	79
7.2.2 Mode opératoire	80
7.2.3 Calcul	82
7.3 Deuxième méthode: préparation d'étalon de gaz dissous dans l'huile dans une seringue ou un flacon	82
7.3.1 Généralités	82
7.3.2 Matériel	84
7.3.3 Mode opératoire	84
8 Extraction des gaz de l'huile	85
8.1 Remarques générales	85
8.2 Dispositif d'extraction sous vide, par cycles successifs, qui utilise une pompe de Toepler.....	85
8.2.1 Généralités.....	85
8.2.2 Dispositif d'extraction à la pompe de Toepler.....	85
8.2.3 Mode opératoire d'extraction.....	88
8.3 Extraction sous vide par la méthode de dégazage partiel.....	89

8.3.1	Remarques générales.....	89
8.3.2	Dispositif de dégazage partiel.....	89
8.3.3	Mode opératoire d'extraction.....	90
8.4	Méthode d'extraction des gaz par entraînement.....	90
8.4.1	Généralités.....	90
8.4.2	Dispositif de barbotage.....	91
8.4.3	Généralités sur un mode opératoire.....	94
8.5	Méthode d'espace de tête.....	95
8.5.1	Principe de la méthode.....	95
8.5.2	Dispositif d'extraction d'espace de tête.....	96
8.5.3	Mode opératoire d'extraction d'espace de tête.....	101
8.5.4	Étalonnage de l'extracteur de l'espace de tête.....	104
9	Analyse des gaz par chromatographie gaz-solide.....	106
9.1	Remarques générales.....	106
9.2	Description de modes opératoires satisfaisants à l'aide du Tableau 4.....	108
9.3	Dispositif.....	109
9.3.1	Chromatographe en phase gazeuse.....	109
9.3.2	Colonnes.....	111
9.3.3	Gaz vecteur.....	111
9.3.4	Détecteurs.....	111
9.3.5	Méthaniseur.....	111
9.3.6	Piège à froid.....	111
9.3.7	Intégrateur et enregistreur.....	112
9.4	Préparation du dispositif.....	112
9.5	Analyse.....	112
9.6	Étalonnage du chromatographe.....	113
9.7	Calculs.....	113
10	Contrôle de la qualité.....	114
10.1	Vérification du système d'analyse dans sa totalité.....	114
10.2	Limites de détection et quantification.....	114
10.3	Répétabilité, reproductibilité et exactitude.....	115
10.3.1	Remarques générales.....	115
10.3.2	Répétabilité.....	115
10.3.3	Reproductibilité.....	116
10.3.4	Exactitude.....	116
11	Rapport des résultats.....	117
Annexe A (informative) Calcul de la correction due à l'extraction incomplète par la méthode de dégazage partiel.....		118
Annexe B (informative) Méthodes alternatives d'extraction de gaz.....		120
B.1	Versions sans mercure des méthodes d'extraction sous vide.....	120
B.1.1	Version sans mercure de la méthode de Toepler.....	120
B.1.2	Version sans mercure de la méthode de dégazage partiel.....	120
B.2	Versions en seringue de la méthode d'espace de tête.....	120
B.2.1	Méthode d'extraction par brassage.....	120
B.2.2	Méthode par oscillation mécanique.....	122
Annexe C (informative) Préparation des étalons saturés.....		123
Annexe D (informative) Correction pour les bulles de gaz dans les seringues et le volume d'air dans les bouteilles rigides.....		124

Annexe E (informative) Mode opératoire de comparaison des mesures des moniteurs des gaz par rapport aux résultats de laboratoire	125
Annexe F (normative) Liquides isolants à base d'esters synthétiques et naturels et de silicones	126
Bibliographie.....	128
Figure 1 – Échantillonnage de gaz en seringue.....	74
Figure 2 – Échantillonnage des gaz libres par déplacement d'huile.....	76
Figure 3 – Échantillonnage sous vide des gaz libres	77
Figure 4 – Première méthode de préparation d'étalons de gaz dissous dans l'huile.....	81
Figure 5 – Deuxième méthode de préparation d'étalons de gaz dissous dans l'huile	83
Figure 6 – Exemple de dispositif d'extraction à la pompe de Toepler	87
Figure 7 – Exemples de barboteur en verre	92
Figure 8 – Barboteur en acier inoxydable.....	93
Figure 9 – Schéma de montage pour relier un barboteur au chromatographe en phase gazeuse	94
Figure 10 – Représentation schématique de l'échantillonneur d'espace de tête	95
Figure 11 – Flacon rempli d'eau	97
Figure 12 – Table rotative	99
Figure 13 – Schéma de montage pour chromatographie en phase gazeuse	110
Figure B.1 – Représentation schématique de la méthode de Toepler sans mercure	121
Figure B.2 – Représentation schématique de la méthode de dégazage partiel sans mercure	121
Figure B.3 – Représentation schématique de la méthode d'extraction par brassage.....	121
Figure B.4 – Représentations schématiques de la méthode par oscillation mécanique	122
Tableau 1 – Informations nécessaires pour les échantillons de gaz	78
Tableau 2 – Exemples de conditions de fonctionnement de l'espace de tête	100
Tableau 3 – Exemples de coefficients de partage de l'espace de tête à 70 °C dans les huiles minérales isolantes.....	106
Tableau 4 – Exemples de conditions de fonctionnement de la chromatographie en phase gazeuse	107
Tableau 5 – Limites de détection dans l'huile exigées	115
Tableau 6 – Exemples d'exactitudes des méthodes d'extraction.....	117
Tableau A.1 – Exemples de coefficients de solubilité a_i (à 25 °C) reporté par le CIGRE TF D1.01.15 en 2006	118
Tableau C.1 – Exemples de valeurs de solubilité de l'air de différents types d'huile	123
Tableau C.2 – Exemples de variations de la solubilité de l'oxygène et de l'azote dans une huile minérale avec la température.....	123

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**MATÉRIELS ÉLECTRIQUES IMMERGÉS –
ÉCHANTILLONNAGE DE GAZ LIBRES ET ANALYSE
DES GAZ LIBRES ET DISSOUS DANS LES HUILES MINÉRALES
ET D'AUTRES LIQUIDES ISOLANTS – RECOMMANDATIONS****AVANT-PROPOS**

- 1) La Commission Électrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. À cet effet, l'IEC – 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 l'IEC"). 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 l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC 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 l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC 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 l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC 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 l'IEC. L'IEC 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 l'IEC, 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 l'IEC, 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 l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, 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'IEC attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'IEC ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'IEC n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse <https://patents.iec.ch>. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets.

L'IEC 60567 a été établie par le comité d'études 10 de l'IEC: Fluides pour applications électrotechniques. Il s'agit d'une Norme internationale.

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition parue en 2011. Cette édition constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente:

- a) une nouvelle Annexe F normative concernant l'analyse AGD des liquides isolants autres que les huiles minérales (esters et silicones) a été ajoutée;
- b) les Articles 4 à 11 et les Annexes A à E informatives restent consacrés aux huiles minérales;
- c) deux nouvelles méthodes d'extraction de gaz sans mercure sont décrites à l'Annexe B (extraction sous vide à basse pression et oscillation mécanique).

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants:

Projet	Rapport de vote
10/1207/FDIS	10/1211/RVD

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

La langue employée pour l'élaboration de cette Norme internationale est l'anglais.

Le présent document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2, il a été développé selon les Directives ISO/IEC, Partie 1 et les Directives ISO/IEC, Supplément IEC, disponibles sous www.iec.ch/members_experts/refdocs. Les principaux types de documents développés par l'IEC sont décrits plus en détail sous www.iec.ch/publications.

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous webstore.iec.ch dans les données relatives au document recherché. À cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé, ou
- révisé.

IMPORTANT – Le logo "colour inside" qui se trouve sur la page de couverture de ce document indique qu'il contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer ce document en utilisant une imprimante couleur.

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 en cas de défauts.

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

Si ces défauts ne sont pas importants, les gaz formés se dissolvent normalement dans l'huile et diffusent éventuellement, dans une faible proportion, 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. Le type et la sévérité de tout type de défaut peuvent alors souvent être déduits à partir de la composition des gaz et de leur vitesse de formation.

Dans le cas de défauts suffisamment importants, les gaz libres traversent l'huile et sont recueillis au relais de protection (Buchholz), le cas échéant; en cas de nécessité, ces gaz peuvent 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.

Cela peut être utilisé à bon escient, 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 qui restent dissous dans le liquide.

L'interprétation de l'analyse des gaz fait l'objet de l'IEC 60599.

À tous les stades de la vie des matériels immergés dans l'huile, ces techniques sont précieuses. Lors des essais de réception des transformateurs en usine, la comparaison des analyses de gaz dissous dans l'huile avant, pendant et après un essai d'échauffement peut révéler la présence de points chauds; de même, après les essais électriques, les analyses peuvent fournir des informations complémentaires concernant la présence de décharges partielles ou disruptives. Lors du fonctionnement sur site, 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 l'établissement du présent document, qui donne les modes opératoires utilisés pour l'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 le présent document 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 éventuelles.

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

AVERTISSEMENT – Le présent document ne prétend pas couvrir tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

Il convient de manipuler les huiles isolantes dont traite le présent document en respectant l'hygiène personnelle. Un 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 le présent document impliquent l'emploi de procédés qui peuvent conduire à une situation dangereuse. Les recommandations des normes correspondantes sont 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. Des exigences réglementaires concernant l'utilisation et la manipulation du mercure peuvent s'appliquer. Des méthodes qui n'utilisent pas de mercure peuvent être exigées dans certains pays.

Environnement

AVERTISSEMENT – Le présent document s'applique 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 du présent document, de nombreuses huiles isolantes en service sont connues pour être contaminées dans une certaine mesure par des polychlorobiphényles (PCB). Si tel 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 du matériel, en contrôlant rigoureusement les débordements et les émissions. L'élimination ou la décontamination de ces huiles peut être soumise à des exigences réglementaires. Il convient de prendre toutes les précautions afin d'empêcher le déversement de tout type d'huile isolante dans l'environnement, y compris celles qui sont partiellement biodégradables dans le temps.

MATÉRIELS ÉLECTRIQUES IMMERGÉS – ÉCHANTILLONNAGE DE GAZ LIBRES ET ANALYSE DES GAZ LIBRES ET DISSOUS DANS LES HUILES MINÉRALES ET D'AUTRES LIQUIDES ISOLANTS – RECOMMANDATIONS

1 Domaine d'application

Le présent document 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 le présent document, mais se trouvent dorénavant dans l'IEC 60475:2022, 4.2.

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 s'effectue 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 assurer le fonctionnement des matériels d'extraction des gaz et d'analyse, étudiés ensemble comme un seul et même système, consiste à extraire les gaz d'échantillons d'huile préparés au laboratoire qui contiennent des concentrations en gaz connues ("étalons de gaz dissous dans l'huile") et qui sont 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 sont connues et appropriées, et dans un rapport similaire aux teneurs habituelles des gaz extraits des huiles des transformateurs.

Les techniques décrites tiennent compte, d'une part, des problèmes spécifiques à l'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 du matériel sur site, le transport des échantillons pouvant se faire par fret aérien non pressurisé et des différences importantes de températures pouvant exister entre le site de prélèvement et le laboratoire d'analyse.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. 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).

IEC 60296, *Fluides pour applications électrotechniques – Huiles minérales isolantes pour matériel électrique*

IEC 60475:2022, *Méthode d'échantillonnage des liquides isolants*

ISO 5725-1, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure –
Partie 1: Principes généraux et définitions*