

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Probennahme von Gasen aus Gassammelrelais (Buchholz-Relais)	7
3.1 Allgemeine Hinweise	7
3.2 Probennahme von freien Gasen durch Spritze	7
3.3 Probennahme von freien Gasen durch Ölverdrängung	8
3.4 Probennahme von freien Gasen durch Vakuum	8
4 Probennahme von Öl aus ölfüllten Betriebsmitteln	9
4.1 Allgemeine Hinweise	9
4.2 Ölprobennahme durch Spritze	10
4.3 Ölprobennahme durch Probenzylinder	11
4.4 Ölprobennahme mit Flaschen	12
4.5 Entsorgung des gebrauchten Öls	12
5 Kennzeichnung der Proben	12
6 Herstellung der Gas-in-Öl-Standards	13
6.1 Erste Methode: Herstellung eines großen Volumens eines Gas-in-Öl-Standards	13
6.2 Zweite Methode: Herstellung eines Gas-in-Öl-Standards in einer Spritze oder einem Probenfläschchen	15
7 Extraktion von Gasen aus Öl	16
7.1 Allgemeine Hinweise	16
7.2 Mehrperiodische Vakuumextraktion mittels Töpler-Pumpe	17
7.3 Vakuumextraktion durch Methode der Partialentgasung	19
7.4 Stripping-Extraktionsmethode	20
7.5 Headspace-Methode	21
8 Gasanalyse mittels Gas-Fest-Chromatographie	32
8.1 Allgemeine Hinweise	32
8.2 Grundzüge geeigneter Methoden durch Verwendung der Tabelle 3	33
8.3 Apparatur	33
8.4 Vorbereitung der Apparatur	35
8.5 Analyse	35
8.6 Kalibrierung des Chromatographen	36
8.7 Berechnungen	36
9 Qualitätskontrolle	37
9.1 Verifizierung des gesamten analytischen Systems	37
9.2 Grenzen des Nachweises und der Quantifizierung	37
9.3 Wiederholbarkeit, Vergleichbarkeit und Genauigkeit	38

	Seite
10 Ergebnisbericht.....	40
Anhang A (informativ) Durchführung des Tests zur Unversehrtheit der Spritze vor der Befüllung mit Öl (siehe Bild 4).....	57
Anhang B (informativ) Korrektur durch Rechnung bei unvollständiger Gasextraktion bei der Partialentgasungsmethode.....	58
Anhang C (informativ) Quecksilberfreie und Schüttel-Test-Versionen der Standard-Extraktionsmethoden.....	59
Anhang D (informativ) Herstellung luftgesättigter Ölstandards.....	60
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen.....	61
Bild 1 – Gasprobennahme durch Spritze.....	41
Bild 2 – Probennahme freier Gase durch Ölverdrängung.....	42
Bild 3 – Probennahme freier Gase durch Vakuum.....	43
Bild 4 – Ölprobennahme mit Spritze.....	44
Bild 5 – Ölprobennahme mit Probenzylinder.....	45
Bild 6 – Ölprobennahme mit Flasche.....	46
Bild 7 – Erste Methode zur Herstellung von Gas-in-Öl-Standards.....	47
Bild 8 – Zweite Methode zur Herstellung von Gas-in-Öl-Standards.....	48
Bild 9 – Beispiel einer Extraktionsapparatur mit Töpler-Pumpe.....	49
Bild 10 – Arten von Glas-Strippern.....	50
Bild 11 – Edelstahl-Stripper.....	51
Bild 12 – Schematische Anordnung für den Anschluss eines Ölstrippers an einen Gaschromatographen.....	52
Bild 13 – Schematische Darstellung des Headspace-Samplers.....	53
Bild 14 – Probenfläschchen gefüllt mit Wasser.....	53
Bild 15 – Drehteller.....	54
Bild 16 – Schematische Anordnung für die Gaschromatographie.....	55
Bild 17 – Schematische Darstellung der Methoden aus Anhang C.....	56
Tabelle 1 – Beispiele von Headspace-Betriebsbedingungen.....	26
Tabelle 2 – Headspace-Verteilungskoeffizienten.....	32
Tabelle 3 – Beispiele für Betriebsbedingungen für die Gaschromatographie.....	34
Tabelle 5 – Geforderte Nachweisgrenzen im Öl.....	38
Tabelle 6 – Beispiele für Genauigkeiten von Extraktionsmethoden.....	40
Tabelle B.1 – Beispiele von Löslichkeitskoeffizienten.....	58