



	DIN IEC 60475 (VDE 0370-3)	
	Diese Norm ist zugleich eine VDE-Bestimmung im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Präsidium beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter der oben angeführten Nummer in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der „etz Elektrotechnik + Automation“ bekannt gegeben worden.	

ICS 29.040.10

Einsprüche bis 2010-05-31

Vorgesehen als Ersatz für
DIN IEC 60475
(VDE 0370-3):1980-02**Entwurf****Probenahmeverfahren von flüssigen Dielektrika
(IEC 10/798/CD:2009)**Method of sampling liquid dielectrics
(IEC 10/798/CD:2009)Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides
(CEI 10/798/CD:2009)**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2010-03-22 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an **dke@vde.com** in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter **www.dke.de/stellungnahme** abgerufen werden
- oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE, Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 50 Seiten

Beginn der Gültigkeit

Diese Norm gilt ab ...

Inhalt

	Seite
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe.....	5
4 Allgemeine Grundsätze für die Probenahme von Isolierflüssigkeiten	6
4.1 Neue Isolierflüssigkeiten	6
4.1.1 Stelle der Probenahme	6
4.1.2 Menge der zu entnehmenden Probe	6
4.1.3 Gerätschaften zur Probenahme.....	7
4.1.4 Durchführung der Probenahme	8
4.2 Probenahme von Öl aus ögefüllten Betriebsmitteln.....	10
4.2.1 Allgemeine Hinweise	10
4.2.2 Ölprobenahme durch Spritze	14
4.2.3 Ölprobenahme durch Ampulle	15
4.2.4 Ölprobenahme durch flexible Metallflaschen.....	16
4.2.5 Ölprobenahme durch Glas- und feste Metallflaschen	17
4.2.6 Ölprobenahme durch Kunststoffflaschen	17
4.3 Lagerung und Transport der Proben	18
4.4 Kennzeichnung der Proben	18
Anhang A Durchführung der Probenahme an mittigen Stellen (Herstellung der Durchschnittsprobe).....	19
A.1 Verwendung der Tauchbombe (Bild 1) (vergleiche 4.1.4.1 b)).....	19
A.2 Verwendung der Pipette (Bild 3) (vergleiche 4.1.4.2).....	19
A.3 Verwendung des Siphons (Bild 4) (vergleiche 4.1.4.2)	19
Anhang B (informativ) Durchführung des Tests zur Zuverlässigkeit der Spritzen vor der Befüllung mit Öl (vergleiche Bild 5).....	20
Bild 1 – Tauchbombe	21
Bild 2 – Schöpflöffel	21
Bild 3 – Pipette	22
Bild 4 – Siphon	22
Bild 5 – Ölprobenahme durch Spritze	23
Bild 6 – Ölprobenahme durch Ampulle	24
Bild 7 – Ölprobenahme durch Flasche.....	25
Tabelle 1 – Probenarten bei neuen Isolierflüssigkeiten	8
Tabelle 2 – Probenbehälter, geeignet für Ölprüfungen (J = Ja)	12

Nationales Vorwort

Das internationale Dokument IEC 10/798/CD:2009 „Method of sampling liquid dielectrics“ (CD, en: Committee Draft) ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden. Dieser Norm-Entwurf enthält eine noch nicht autorisierte deutsche Übersetzung.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des CD entsprechend der diesbezüglich durch die IEC erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen IEC-Text.

Das internationale Dokument wurde vom TC 10 „Fluids for electrotechnical applications“ der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) erarbeitet und den nationalen Komitees zur Stellungnahme vorgelegt.

Die IEC und das Europäische Komitee für Elektrotechnische Normung (CENELEC) haben vereinbart, dass ein auf IEC-Ebene erarbeiteter Entwurf für eine Internationale Norm zeitgleich (parallel) bei IEC und CENELEC zur Umfrage (CDV-Stadium) und Abstimmung als FDIS (en: Final Draft International Standard) bzw. Schluss-Entwurf für eine Europäische Norm gestellt wird, um eine Beschleunigung und Straffung der Normungsarbeit zu erreichen. Dokumente, die bei CENELEC als Europäische Norm angenommen und ratifiziert werden, sind unverändert als Deutsche Normen zu übernehmen.

Da der Abstimmungszeitraum für einen FDIS bzw. Schluss-Entwurf prEN nur 2 Monate beträgt, und dann keine sachlichen Stellungnahmen mehr abgegeben werden können, sondern nur noch eine „JA/NEIN“-Entscheidung möglich ist, wobei eine „NEIN“-Entscheidung fundiert begründet werden muss, wird bereits der CD als DIN-Norm-Entwurf veröffentlicht, um die Stellungnahmen aus der Öffentlichkeit frühzeitig berücksichtigen zu können.

Für diesen Norm-Entwurf ist das nationale Arbeitsgremium K 182 „Flüssigkeiten und Gase für elektrotechnische Anwendung“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE (www.dke.de) zuständig.

Änderungen

Gegenüber DIN VDE 0370-3 (VDE 0370-3):1980-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) es wurden die Festlegungen, die Askarele betreffen, entfernt;
- b) die bestehenden Verfahren zur Ölprobenahme wurden aktualisiert;
- c) die Teile aus der IEC 60567, die die Ölprobenahme betreffen, wurden eingefügt und aktualisiert.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Zusammenhang mit Europäischen und Internationalen Normen

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf eine Norm ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils neueste gültige Ausgabe der in Bezug genommenen Norm.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe der Norm.

Eine Information über den Zusammenhang der zitierten Normen mit den entsprechenden Deutschen Normen ist in Tabelle NA.1 wiedergegeben.

Tabelle NA.1

Europäische Norm	Internationale Norm	Deutsche Norm	Klassifikation im VDE-Vorschriftenwerk
EN 60567:2005	IEC 60567:2005	DIN EN 60567 (VDE 0370-9):2006-05	VDE 0370-9
EN 60970:2007 + Cor.:2008	IEC 60970:2007	DIN EN 60970 (VDE 0370-14):2008-05	VDE 0370-14

Nationaler Anhang NB (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 60567 (VDE 0370-9):2006-05, *Ölgefüllte elektrische Betriebsmittel – Probenahme von Gasen und von Öl für die Analyse freier und gelöster Gase – Anleitung (IEC 60567:2005); Deutsche Fassung EN 60567:2005*

DIN EN 60970 (VDE 0370-14):2008-05, *Isolierflüssigkeiten – Verfahren zur Bestimmung der Anzahl und Größen von Teilchen (IEC 60970:2007); Deutsche Fassung EN 60970:2007 + Cor.:2008*

Probenahmeverfahren von flüssigen Dielektrika

Einleitung

Allgemeine Vorsichtsmaßnahmen – Gesundheits-, Sicherheits- und Umweltschutz

Diese Internationale Norm hat nicht die Aufgabe, auf alle Sicherheitsprobleme, die mit ihrer Anwendung entstehen können, hinzuweisen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, geeignete Gesundheits- und Sicherheitsmaßnahmen vorzusehen und die Anwendbarkeit von regulierenden Beschränkungen vor der Verwendung zu ermitteln.

Die Isolieröle nach dieser Norm sollten mit entsprechender Sorgfalt und Rücksichtnahme auf die persönliche Gesundheit gehandhabt werden. Direkter Kontakt mit dem Auge kann Reizungen auslösen. Im Falle von Augenkontakt sollte eine Augenspülung mit genügend sauberem, fließendem Wasser durchgeführt und ärztliche Hilfe in Anspruch genommen werden. Bei einigen der in dieser Norm beschriebenen Prüfungen werden Verfahren angewendet, die gefährlich sein können. Die entsprechenden Durchführungsbestimmungen sind dann zu beachten.

Diese Norm ist anwendbar für Mineralöle und Nicht-Mineralöle, Chemikalien und gebrauchte Probenbehälter.

Aufmerksamkeit muss der Tatsache gewidmet werden, dass zum Zeitpunkt der Erstellung dieses Standards viele Mineralöle, die im Einsatz sind, bekanntermaßen zu einem gewissen Grad mit PCBs verseucht sind. Falls dies der Fall ist, müssen Sicherheitsgegenmaßnahmen getroffen werden, um Risiken für Arbeiter, Öffentlichkeit und Umwelt während der Lebensdauer der Gerätschaft zu vermeiden, und zwar durch strenge Kontrolle von Verunreinigungen und Emissionen. Es sollte jede mögliche Vorsichtsmaßnahme getroffen werden, um ein Freisetzen von mineralischen und nicht-mineralischen Ölen in die Umwelt zu vermeiden.

1 Anwendungsbereich

Diese Empfehlung beschreibt das Verfahren, das zur Probenahme von Isolierflüssigkeiten aus Anliefercontainern und aus elektrischen Betriebsmitteln wie Leistungstransformatoren und Messwandlern, Drosselspulen, Durchführungen, ölgefüllten Kabeln und ölgefüllten Kesseltyp-Kondensatoren verwendet werden soll.

Die vorliegende Empfehlung ist anwendbar für Flüssigkeiten, deren Viskosität bei der Probenahmetemperatur weniger als 1 500 cSt oder mm²/s beträgt. Sie ist anwendbar für Mineralöle und Nicht-Mineralöle (wie synthetische Ester, natürliche Ester oder pflanzliche Öle, Silikonöle).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

IEC 60567, *Oil-filled electrical equipment – sampling of gases and analysis of the free and dissolved gases Guidance*

IEC 60970, *Insulating liquids – Method for counting and sizing particles*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokumentes gelten folgende Begriffe:

3.1

Anlieferbehälter

Behälter wie Fässer, Eisenbahn-Kesselwagen, Straßen-Kesselwagen oder flexible Kunststoffbehälter, die verwendet werden um Ölbatches zu lagern, zu transportieren oder anzuliefern

E DIN IEC 60475 (VDE 0370-3):2010-03

3.2

elektrisches Betriebsmittel

Betriebsmittel wie Leistungstransformatoren und Messwandler, Drosselpulen, Durchführungen, ölgefüllte Kabel und ölgefüllte Kesseltyp-Kondensatoren, gefüllt mit Isolierflüssigkeit

3.3

Probenahme-Gerätschaft

Gerätschaft verwendet zur Ölprobenahme aus Anliefercontainer (z. B. Probennehmer wie Schöpflöffel oder Siphon) und aus elektrischen Betriebsmitteln (z. B. Anschlussverrohrung und Ablassventiladapter). Dies beinhaltet auch Probenbehälter, Abfallölbehälter und anderes Zubehör

3.4

Probenbehälter

Behälter wie Spritzen, Flaschen, Ampullen oder andere Geräte, die verwendet werden um Ölproben für die Analyse aufzubewahren und zu transportieren. Dies beinhaltet Zubehör wie Ventile, Rohre oder Verschlüsse, die an dem Behälter angebracht sind

4 Allgemeine Grundsätze für die Probenahme von Isolierflüssigkeiten

4.1 Neue Isolierflüssigkeiten

4.1.1 Stelle der Probenahme

Die Probe ist aus dem Teil des Anlieferbehälters zu entnehmen, wo die Isolierflüssigkeit wahrscheinlich am stärksten kontaminiert ist. Zur Bewertung der Qualität einer Lieferung können normalerweise zwei Proben entnommen werden:

Gemischte Probe: Mischung von Proben, entnommen aus derselben Stelle von mehreren Behältern.

Einzelprobe: Probe oder Mischung von Proben, entnommen aus derselben Stelle von einem Behälter.

Aus einer Lieferung können aus verschiedenen Behältern Einzelproben von 1 Liter zur Bestimmung der elektrischen Festigkeit genommen werden. Weitere Prüfungen können an diesen Proben durchgeführt werden und eine komplette Untersuchung an der Mischung von diesen (gemischte Probe).

In manchen Fällen kann es zweckmäßig sein, eine Durchschnittsprobe eines Behälters herzustellen. Eine Durchschnittsprobe ist die Mischung von Proben, die aus einem Behälter an verschiedenen Stellen genommen werden.

Kesselwagen: Proben sind aus jedem Kesselwagen, wie in 4.1.4.1 beschrieben, zu entnehmen.

Fässer: Proben sind, wie in 4.1.4.2 beschrieben, zu entnehmen.

Im Falle eines einzigen Fasses ist aus diesem eine Probe zu entnehmen.

Im Falle von mehr als einem Fass von einem Los Öl sollte das Probenahmeverfahren zwischen Lieferant und Anwender vereinbart werden. Zum Beispiel könnten Proben von 10% der Fässer oder mindestens von 2 Fässern, je nachdem was zahlenmäßig größer ist, entnommen werden.

4.1.2 Menge der zu entnehmenden Probe

Dies hängt von den Prüfungen, die durchgeführt werden sollen, und den verwendeten Verfahren ab.

Typischerweise werden 2 Liter entnommen.

4.1.3 Gerätschaften zur Probenahme

4.1.3.1 Allgemeines

Da die Ergebnisse der Prüfungen, die in den IEC Empfehlungen für Isolierflüssigkeiten enthalten sind, sehr von den Verunreinigungen in der Probe abhängen können, ist es wichtig, die folgenden Vorsichtsmaßnahmen zu befolgen:

- Für jeden Typ von Flüssigkeit müssen getrennte Vorrichtungen zur Probenahme exklusiv bereitgestellt werden. Für Nicht-Mineralöle sollten die Dichtungen und Schläuche mit dem Öl kompatibel sein.
- Die Gerätschaft muss sauber und trocken sein, folgend den Reinigungsverfahren, die in 4.1.3.4 beschrieben sind. Besondere Sorgfalt sollte aufgewendet werden, um die Abwesenheit jeglicher Spuren von festen Verunreinigungen wie Staub, Fasern usw., sicher zu stellen. Die Verwendung von Lappen zur Reinigung ist nicht erlaubt.

4.1.3.2 Geräte zur Probenahme

Als Beispiel sind unten vier Arten von Geräten zur Probenahme beschrieben. Andere Geräte können auch verwendet werden, vorausgesetzt, dass sie keine Verunreinigungen einbringen. Nichtrostender Stahl und Aluminium sind geeignet. Wenn möglich ist Glas das bevorzugte Material für Geräte, die in Bild 3 und Bild 4 dargestellt sind.

Probenahme aus Kesselwagen

Die Tauchbombe, dargestellt in Bild 1, ist für die Probenahme vom Boden des Behälters geeignet. Dies ist eine Tauchbombe, hergestellt aus nichtrostenden Stahl- oder Aluminium-Rohren und –gussteilen, überall maschinell geglättet. Sie muss hinreichendes Gewicht haben, um in der Flüssigkeit zu sinken. Die Tauchbombe sollte immer an einem Metalldraht oder einer Kette hängen. Seile oder andere fasrige Materialien dürfen nicht verwendet werden.

Der Schöpflöffel wird zur Entnahme von Proben von der Oberfläche der Isolierflüssigkeit verwendet. Dieses Gerät muss nach Bild 2 konstruiert und aus nichtrostendem Stahl gefertigt sein.

Probenahme aus Fässern

Die Pipette, dargestellt in Bild 3, ermöglicht die Probenahme vom Boden des Fasses. Diese Pipette hat ein Fassungsvermögen von etwa 500 ml.

Ein anderes Gerät zur Probenahme vom Boden ist in Bild 4 dargestellt. Es ist ein Siphon zur Probenahme aus der Isolierflüssigkeit mit einem Rohr aus Glas, nichtrostendem Stahl oder Aluminium mit einem Innendurchmesser von etwa 13 mm und einem Metallrohr (Innendurchmesser 5 mm) zum Erzeugen von Überdruck. Beide Rohre sind in einem ölfestem Spundverschluss eingesetzt, dessen Abmessungen dem Durchmesser des Spundloches im Fass entsprechen. Käufliche Versionen dieses Gerätes sind verfügbar.

Der Schöpflöffel (Bild 2) kann zur Entnahme von Proben aus der Oberfläche der Isolierflüssigkeit verwendet werden.

4.1.3.3 Probenbehälter

Zur Aufbewahrung und zum Transport von Proben sind Probenbehälter von geeignetem Volumen zu verwenden. Die unterschiedlichen Arten von Probenbehältern, dargestellt in 4.2.1.5 können in Abhängigkeit der Ölprüfung die durchgeführt werden soll, verwendet werden.

Zum Mischen von verschiedenen Proben ist ein spezieller Probenbehälter aus Glas mit einem Fassungsvermögen von mindestens 6 Liter zu verwenden. Dieser spezielle Probenbehälter muss so verschlossen werden, dass er auch mittels ölbeständigen Kunststoff- oder kompatiblen Gummistopfen oder Drehdeckel, ausgestattet mit einer Polytetrafluorethylendichtung versiegelt werden kann. Naturgummistopfen und/oder Dichtungen sind nicht zulässig. Polytetrafluorethylen (PTFE) oder Polypropylen (PP) Dichtungen sind zulässig.

E DIN IEC 60475 (VDE 0370-3):2010-03

Jeder Probenbehälter muss mit einem Aufkleber versehen sein, auf dem alle zur Kennzeichnung der Probe und zur Identifikation des Inhaltes erforderlichen Angaben vermerkt sind, z. B. Bezeichnung der Fässer oder der Kesselwagen, Datum der Probenahme und Name des Empfängers.

4.1.3.4 Reinigung der Gerätschaft zur Probenahme

Die Gerätschaft zur Probenahme sollte gemäß den Verfahren, beschrieben in 4.2.1.6, gereinigt werden.

4.1.4 Durchführung der Probenahme

Gemäß den allgemeinen Grundsätzen zur Probenahme (vergleiche 4.1.1) sind Proben von neuen Isolierflüssigkeiten vom Boden des Anlieferbehälters, wo die Verunreinigung wahrscheinlich am größten ist, zu entnehmen. Aber in manchen Fällen ist eine Durchschnittsprobe ebenfalls von Interesse ¹⁾.

In Tabelle 1 werden verschiedene Fälle betrachtet:

Tabelle 1 – Probenarten bei neuen Isolierflüssigkeiten

Art der Anlieferung	Empfohlene Probenahme	Zu verwendende Gerätschaft	Durchführung	Empfohlene Menge
Fässer	Gemischt Einzel	Pipette (Bild 3) oder Siphon (Bild 4)	4.1.4.2 4.1.4.2	3 x 2 Liter 1 oder 2 Liter
Kesselwägen	Einzel	Tauchbombe (Bild 1) oder ohne (Ventil)	4.1.4.1 b) 4.1.4.1 a)	3 x 2 Liter
Fässer	Durchschnitt	Pipette (Bild 3) oder Siphon (Bild 4)	Anhang A	3 x 2 Liter
Kesselwägen	Durchschnitt	Tauchbombe (Bild 1) oder ohne (Ventil)	4.1.4.1 a)	

ANMERKUNG Vor der Probenahme aus Kesselwägen muss genügend Öl, wie in 4.1.4.1 gefordert, vom Ende der Lieferleitung abgepumpt werden.

Jegliche Vorsichtsmaßnahmen sind bei der Probenahme zu treffen, um die Isolierflüssigkeit vor Verunreinigungen oder Feuchtigkeit zu schützen. Eine Probenahme von Isolierflüssigkeiten im Freien ist bei Regen, Nebel oder starkem Wind nur zulässig, wenn alle Vorsichtsmaßnahmen getroffen worden sind, um eine Verunreinigung der Flüssigkeit zu vermeiden. In diesem besonderen Fall ist die Verwendung einer Abdeckung notwendig. Kondensation muss durch Anwärmen der Probenahmengerätschaft über die Umgebungstemperatur verhindert werden. Vor Gebrauch muss die Gerätschaft mit der zu entnehmenden Flüssigkeit gespült werden. Der Probennehmer ist zu unterweisen, dass es nicht erlaubt ist, die Oberflächen der Probenahmengerätschaft mit bloßen Händen zu berühren und zwar die Oberflächen, die in Kontakt mit Öl sind. Die Isolierflüssigkeit muss insbesondere während des Transportes und der Lagerung gegen Lichteinwirkung jeder Art geschützt werden.

Beim Eintreffen im Labor darf der Probenbehälter nicht sofort geöffnet werden. Es ist notwendig, so lange zu warten, bis die Temperatur der Probe gleich der Raumtemperatur ist.

4.1.4.1 Probenahme aus Kesselwägen

Proben der Isolierflüssigkeiten können entweder durch den Kesselwagen-Ablasse oder mit der Tauchbombe oder einem Schöpflöffel entnommen werden.

¹⁾ Um eine Durchschnittsprobe zu erhalten, werden Proben an mittigen Stellen von Kesselwagen und Fässern entnommen. Beispiele für Verfahren sind in Anhang A beschrieben. Ein Verfahren wurde bereits früher dargestellt (vergleiche Fußnote zu 4.1.4.1 a) und b)) um das Äquivalent einer Durchschnittsprobe zu erhalten.

a) *Probenahme durch den Kesselwagen-Ablass*

Dieses Verfahren ermöglicht die Entnahme einer Probe, die für die Beschaffenheit der Isolierflüssigkeit am Boden des Kesselwagens repräsentativ ist, nachdem der Kesselwagen nach dem Eintreffen die Möglichkeit hatte, mindestens eine Stunde zu stehen ²⁾.

In diesem Fall muss die Durchführung der Probenahme wie folgt durchgeführt werden:

- der Schutzdeckel am Ablassventil wird entfernt, sofern vorhanden;
- aller sichtbarer Schmutz und Staub wird vom Ventil mittels eines faserfreien Reinigungstuches oder ölfesten, synthetischen Schwammes entfernt;
- das Ablasssystem (Pumpe, Anlieferleitung), falls vorhanden, muss gestartet werden oder in geeigneter Weise geöffnet werden, damit eine Probe erhalten wird;
- das Ventil wird geöffnet und man lässt mindestens 10 Liter Isolierflüssigkeit langsam in einen Ölabfallbehälter fließen;
- die Probenflaschen werden mit der Isolierflüssigkeit gespült;
- die Probenflaschen werden gefüllt.

b) *Probenahme mit der Tauchbombe oder dem Schöpflöffel*

Diese Probenahme sollte vorgenommen werden, nachdem der Kesselwagen nach dem Eintreffen die Möglichkeit hatte, mindestens eine Stunde zu stehen.

Verfahren mit der Tauchbombe (Bild 1) (Proben vom Boden)

Zur Entnahme von Proben vom Boden (d. h. etwa 1 bis 2 cm oberhalb des Bodens des Kesselwagens) wird die Tauchbombe abgesenkt, bis das untere Ende der Ventilstange auf dem Boden des Kesselwagens aufstößt. Die Tauchbombe füllt sich dadurch. Sie ist vollständig gefüllt, wenn keine Luftblasen mehr aufsteigen. Die Tauchbombe wird dann herausgezogen und der Inhalt in den Probenbehälter (im Falle von Einzelproben) oder in den speziellen Glasprobenbehälter zum Sammeln und Mischen der verschiedenen, genommenen Proben (im Falle von gemischten Proben) gegossen. Im letzteren Fall werden mit der so erhaltenen Mischung der oder die Probenbehälter gefüllt. Während des Umgießens der Flüssigkeit muss vermieden werden, dass sich durch zu schnelles Gießen Luftblasen bilden.

Verfahren mit dem Schöpflöffel (Bild 2) (Proben von der Oberfläche)

Der Schöpflöffel wird gefüllt, indem er mit geschlossenem Ventil langsam in die Flüssigkeit eingetaucht wird, bis sein oberer Rand sich knapp unter der Flüssigkeitsoberfläche befindet, so dass die Flüssigkeit langsam in den Löffel fließt. Die erste Füllung wird verworfen. Dann wird der Schöpflöffel wie oben beschrieben erneut befüllt und die Probe in den Probenbehälter überführt. Dabei ist zu beachten, dass die Probe aus der Bodenöffnung des Löffels an die Seitenwand des Probenbehälters fließt und nicht direkt auf den Boden des Behälters strömt. Das Verfahren wird so oft wiederholt, bis genügend Flüssigkeit erhalten wurde, um den Probenbehälter (Einzelprobe) oder den speziellen Glasprobenbehälter, der zum Mischen der Proben, in Abhängigkeit der Probenart Verwendung findet, zu füllen.

4.1.4.2 Probenahme aus Fässern

Proben sollten erst entnommen werden, nachdem die Fässer mit nach oben gerichtetem Spundloch, geschützt gegen Regen und Spritzwasser, mindestens 8 Stunden die Gelegenheit hatten gelagert zu werden. Für die Probenahme vom Boden (d. h. 3 mm darüber) können Pipette (Bild 3) oder Siphon (Bild 4) verwendet werden.

Für die Probenahme von der Oberflächenschicht der Flüssigkeit kann der Schöpflöffel (Bild 2) verwendet werden.

²⁾ Es kann bei diesem Verfahren möglich sein, das Äquivalent einer Durchschnittprobe zu bekommen, falls die Probenahme direkt nachdem das Fahrzeug angekommen ist, erfolgte.

E DIN IEC 60475 (VDE 0370-3):2010-03

Verfahrensbeispiele

Verwendung der Pipette (Bild 3) (Proben vom Boden)

- Die obere Öffnung der Pipette wird mit dem Daumen verschlossen und die Pipette in die Flüssigkeit bis auf den Boden des Behälters getaucht;
- der Daumen wird entfernt, damit die Flüssigkeit in die Pipette eintreten kann;
- das obere Ende der Pipette wird wieder mit dem Daumen verschlossen und die Pipette wird herausgezogen;
- die erste Füllung wird zum Spülen der Pipette verwendet. Die nächste Füllung wird entweder in einen Probenbehälter (Einzelprobe) oder in den speziellen Glasprobenbehälter zum Mischen der Proben (gemischte Proben) (vergleiche 4.1.4.1 b)) überführt. Dabei wird darauf geachtet, dass sich beim Eingießen der Flüssigkeit keine Luftblasen bilden.

Verwendung des Siphons (Bild 4) (Proben vom Boden)

- Der Spundverschluss mit Steig- und Druckrohr wird in das Spundloch des Fasses eingesetzt und es wird sichergestellt, dass diese Abdichtung luftdicht ist;
- das untere Ende des Steigrohres wird bis etwa 3 mm über den Boden des Fasses eingetaucht;
- es wird genügend Flüssigkeit zum Spülen des Rohres ablaufen gelassen und dann wird die geforderte Menge direkt in den Probenbehälter (Einzelprobe) oder speziellen Glasprobenbehälter zum Mischen der Proben (gemischte Proben) (vergleiche 4.1.4.1 b)) einlaufen gelassen. Dabei wird darauf geachtet, dass sich beim Eingießen der Flüssigkeit keine Luftblasen bilden.

Verwendung des Schöpflöffels (Bild 2) (Proben von der Oberfläche)

Vergleiche dazu 4.1.4.1 b).

4.1.4.2.1 Bericht zur Probenahme

Der Bericht zur Probenahme muss alle Information enthalten, die für die Identifizierung der Proben notwendig sind, ebenso alle Einzelheiten oder besondere Informationen, die wahrscheinlich hilfreich für diejenigen sind, die mit den Prüfungen beauftragt sind. Die Art der Probe (z. B. gemischte, Einzel- oder Durchschnittsprobe) muss angegeben sein. Eine Kopie des Berichtes muss jeder Probe beigefügt sein. Die Verteilung der Proben muss mit dem vereinbarten Verfahren, z. B. wie im Verkaufsvertrag angegeben, übereinstimmen.

4.2 Probenahme von Öl aus ölgefüllten Betriebsmitteln

4.2.1 Allgemeine Hinweise

4.2.1.1 Sicherheit und Qualität der Probenahme

Den Anweisungen des Herstellers zur Probenahme von Öl aus den elektrischen Betriebsmitteln muss gefolgt werden. Besondere Aufmerksamkeit muss den Sicherheitsvorsichtsmaßnahmen, die angewandt werden müssen, gewidmet werden.

Es muss sichergestellt sein, dass sich das Öl im elektrischen Betriebsmittel im Betrieb nicht unter negativem Druck befindet, wenn eine Ölprobe entnommen wird, da hierdurch Luftblasen in das Öl eintreten und somit elektrische Kurzschlüsse im Betriebsmittel ausgelöst werden können und damit das Personal zur Probenahme einem Risiko ausgesetzt wird.

Bei einer Ölprobenahme sind alle Vorsichtsmaßnahmen dafür zu treffen, dass ein plötzlicher Ölaustritt beherrscht und somit eine Ölverschmutzung verhindert wird.

Es ist wichtig daran zu denken, dass das Ziehen einer qualitativen und repräsentativen Probe absolut bedeutsam für eine zuverlässige Diagnose des ölgefüllten Betriebsmittels ist. Selbst die allerbesten Extraktions- und Diagnoseverfahren können fehlerhafte Proben nicht ausgleichen.

Auf jeden Fall sollte die Ölprobenahme von erfahrener Personal durchgeführt werden.

4.2.1.2 Stelle der Probenahme

Die Auswahl der Stellen, an denen Proben gezogen werden, sollte mit Sorgfalt erfolgen. Normalerweise sollten Proben aus einer Stelle genommen werden, wo die Probe repräsentativ für die Ölmenge im Betriebsmittel ist (zum Beispiel vom Boden beim Ölablassventil oder Ölsammelventil). Es kann jedoch manchmal notwendig werden, absichtlich dort Proben zu nehmen, wo sie erwartungsgemäß nicht repräsentativ sind (zum Beispiel um zu versuchen, den Ort eines Fehlers zu lokalisieren, so zum Beispiel aus dem Lastschalter, Stufenschalter oder Gasrelais).

Das beschriebene Verfahren sind für Betriebsmittel mit großem Ölvolumen wie Leistungstransformatoren geeignet. Bei Betriebsmitteln mit kleinen Ölvolumina ist es notwendig sicherzustellen, dass das gesamte entnommene Ölvolumen nicht die Funktionsfähigkeit des Betriebsmittels gefährdet.

ANMERKUNG 1 Bei Transformatoren mit zwei Probenahmeventilen muss das folgende Verfahren angewandt werden: zuerst Öffnung des äußeren Ventils, danach das zweite. Dies ist insbesondere wichtig um zu vermeiden, dass Luft in den Transformator gelangt.

ANMERKUNG 2 Bei Probenahme aus Durchführungen, Messwandlern oder Kabeln, muss die Anleitung des Herstellers sorgfältig befolgt werden. Bei Missachtung kann dies zu ernststen Schäden und Fehlern des Betriebsmittels führen. Die Ölprobenahme muss an energiefreien Betriebsmitteln erfolgen. Bei einer Ölprobenahme sind alle Vorsichtsmaßnahmen dafür zu treffen, dass ein plötzlicher Ölaustritt beherrscht wird. Proben müssen bei abgeschaltetem Betriebsmittel unter seinen normalen Betriebsbedingungen genommen werden, um den Zustand des Betriebsmittels richtig zu bewerten.

Die Probenahme mittels Spritze ist das von IEC SC36A empfohlene Verfahren für Durchführungen. Im Falle von Durchführungen mit einer Probenahmestelle, angebracht am Durchführungsflansch, ist das beschriebene Verfahren anwendbar.

Im Falle von Durchführungen, die nicht mit einer Probenahmestelle am Durchführungsflansch ausgestattet sind, kann es möglich sein eine Probe vom oberen Ende der Durchführung zu nehmen. Die Anweisungen des Herstellers sollten durchgesehen werden um eine geeignete Position festzulegen. Ein Ende des Probenahmeröhrchens wird von oben in die Durchführung eingebracht und das andere Ende am Drei-Wege-Hahn der Spritze unter Verwendung von Kunststoffkupplungen befestigt. Dann folgt das gleiche Verfahren.

Im Falle von Durchführungen mit Überdruck bei Umgebungstemperatur ist das Verfahren nicht anwendbar und es sollte Bezug auf die Anweisungen des Betriebsmittelherstellers genommen werden.

4.2.1.3 Reinigung der Stelle der Probenahme

Der Reinigung der Gerätschaft zur Probenahme und Spülung der Stelle der Probenahme sollte besondere Aufmerksamkeit gewidmet werden, um Kontaminierung der Ölproben zu vermeiden.

Der Blindflansch oder die Abdeckung (11) des Probenahmeventils in den Bildern 5, 6 und 7a wird entfernt, und der Auslass mit einem fusselreinem Tuch oder ölbeständigen, synthetischen Schwamm gereinigt, um allen sichtbaren Schmutz zu entfernen.

Das Ablassventil wird mit einer genügenden Menge Öl (typisch 2 bis 5 Liter) unter turbulenter Strömung gespült, um jegliche Kontaminierungen (Wasser und Partikel), die sich möglicher Weise im Ablassventil und der Austrittsöffnung angereichert haben, zu entfernen.

Schutzhandschuhe, vorzugsweise aus Nitrilgummi, und ein Eimer für Abfallöl werden verwendet. Die Stelle zur Probenahme sollte jedes Mal, wenn eine neue Ölprobe genommen wird, gereinigt werden.

Zur Bestimmung des Wassergehaltes in Öl sollte die Probenahme nur während trockenen Tagen erfolgen, speziell in nördlichen Ländern, um Feuchtigkeitskondensation an der Gerätschaft zur Probenahme und eine Kontamination der Ölprobe zu vermeiden.

Die Temperatur des Öls an der Stelle zur Probenahme sollte im Abfalleimer gemessen werden und an der Probe angezeigt werden um die Berechnung der relativen Feuchtigkeit des Öls berechnen zu können. Es sollte auch angezeigt werden, ob die Lüfter und Pumpen im Betrieb waren oder nicht.

— Entwurf —

E DIN IEC 60475 (VDE 0370-3):2010-03

4.2.1.4 Verbindung zwischen Stelle der Probenahme und Gerät zur Probenahme

Die Verbindung zwischen der Anschlussverrohrung und dem elektrischen Betriebsmittel wird von der Gerätschaft abhängen. Falls ein Probenventil zum Anschluss der Anschlussverrohrung nicht angebracht ist, kann es notwendig werden, einen Flansch mit Bohrung oder eine gebohrte, ölfeste Gummidichtung an einer Ablass- oder Befüllverbindung zu verwenden. Spezielle Adapter für Ablassventile können, falls verfügbar, verwendet werden.

Ein Stück einer öl-kompatiblen Kunststoff- oder Gummiverrohrung wird angebracht, um die Stelle der Probenahme mit dem Gerät zur Probenahme zu verbinden. Diese Verrohrung sollte so kurz wie möglich sein. Um eine Kontaminierung durch die vorangegangene Ölprobe zu vermeiden, wird ein neues Stück der Verrohrung verwendet oder das Rohr gut gespült und seine Außenfläche mit dem nächsten Öl, das gesammelt werden soll, gewaschen.

Bei Mineralölen sollte die Kunststoffverrohrung aus perfluoriertem Gummi (z. B. Tygon®) oder Silikongummi bestehen, nicht aber aus PVC, das möglicherweise das Öl kontaminieren kann.

Bei Nicht-Mineralölen (z. B. natürliche oder synthetische Ester) sollte die Verrohrung aus Tygon, PTFE oder Metall bestehen.

4.2.1.5 Wahl des Probenbehälters

Tabelle 2 zeigt die unterschiedlichen Typen von Probenbehältern an, die in Abhängigkeit der Ölanalyse, die durchgeführt werden soll, verwendet werden können.

Tabelle 2 – Probenbehälter, geeignet für Ölprüfungen (J = Ja)

Probenbehälter	Spritze	Flexible Flasche	Flasche	Flexible Flasche	Ampulle	Ampulle	Ölvolumen
Material	Glas	Metall	Glas	Kunststoff	Glas	Metall	ml
Ölprüfung:							
gelöste Gase	J	J	J		J	J	25 - 100
Wasser	J	J	J				10
dielektr. Verlustfaktor	J	J	J	J			150
Partikel		J	J	J			100
dielektr. Festigkeit		J	J	J			500 - 1 000
andere chemische und physikalische Prüfungen		J	J	J			250
alle Prüfungen							1 000 - 2 000
Volumen (ml)	25 - 250	250 - 2 000			125		

Metall- oder Kunststoffbehälter können dort bevorzugt sein, wo passender Schutz von Glasbehältern zum Transport der Ölproben nicht verfügbar ist.

Um Verluste der leichten Gase (H_2 und CO) und die Aufnahme von Luft bei geringen Gesamtgasgehalten für die Gas-in-Öl-Analyse (DGA) zu minimieren, ist es dringend notwendig, strikt den Verfahren zur Probenahme nach 4.2.2 bis 4.2.5 zu folgen und zwar besonders bei Flaschen und Ampullen im Falle von H_2 . Auch sollte nur das empfohlene Material für Verschlüsse, Dichtungen, Ventile und die Verrohrung von Probenbehältern durch gut geschultes und erfahrenes Personal, das mit dem Umgang mit den Behältern vertraut ist, verwendet werden.

Falls Flaschen für DGA, Wasser und dielektrische Festigkeit verwendet werden, sollte Sorgfalt darauf angewandt werden, Luftkontakt mit der Ölprobe während der Probenahme und Analyse zu minimieren.

Die Verwendung von Kunststoffflaschen für die DGA und Wasser wird nicht empfohlen, da Kontaminierung mit Umgebungsluft und Gasverluste durch Diffusion durch Kunststoff stattfinden kann. Für die anderen Prüfungen sollten Kunststoffflaschen aus kompatibelem Kunststoff (wie Polyethylen mit hoher Dichte (HDPE), PP oder Polycarbonat) hergestellt sein, damit das Öl nicht mit Additiven, die in dem Kunststoff enthalten sind, kontaminiert werden. Jeder neue Typ von Kunststoffflaschen sollte auf Kompatibilität mit Öl geprüft werden.

Den Empfehlungen von 4.2.1.3 und 4.2.1.6 (Reinigung der Stelle der Probenahme und Gerätschaft zur Probenahme) sollte unbedingt bezüglich Wassergehalt, dielektrischer Festigkeit, dielektrischem Verlustfaktor, Oberflächenspannung und Partikelgehalt Folge geleistet werden.

Die anderen physikalischen und chemischen Prüfungen (Viskosität, Dichte, Säuregehalt, DBPC, Furane und PCB-Gehalt) werden weniger durch die Probenbehälter und Verfahren zur Probenahme, die Verwendung finden, beeinflusst. Jedoch werden bei hohen Furan-Gehalten ($> 1 \mu\text{l/l}$) HDPE-Flaschen eher als Glasflaschen empfohlen, um Absorption von Furanen an Glasoberflächen zu vermeiden.

4.2.1.6 Reinigung der Gerätschaft zur Probenahme

4.2.1.6.1 Verwendung von wegwerfbaren Probenbehältern

Die Verwendung von wegwerfbaren, vorgereinigten Metall-, Kunststoff- und Glasflaschen, die einen bekannten Grad an Reinheit für Staub und Feuchtigkeit haben, hat sich bei mehreren Anwendern als zweckmäßiger erwiesen, als die Reinigung derselben. Solche Gerätschaften zur Probenahme sind relativ kostengünstig und verfügbar von mehreren Lieferanten für Laborgeräte oder veterinärische Gerätschaften. Um nachzuweisen, dass die Reinheit der wegwerfbaren Flaschen akzeptabel ist, können einige nicht-gereinigte und gereinigte Flaschen parallel geprüft werden.

4.2.1.6.2 Reinigungsverfahren

Nicht-wegwerfbare Gerätschaften zur Probenahme können in einer Spülmaschine, die ein Spülmittel verwendet und mit Trinkwasser spült (ohne Verwendung eines Spülmittels im Spülgang der Spülmaschine) gereinigt werden. Ein letzter, optionaler Spülgang mit deionisiertem Wasser kann durchgeführt werden.

Die Gerätschaften zur Probenahme und die Probenbehälter können auch mit n-Heptan gereinigt werden.

Nach dem Reinigen werden die Gerätschaften zur Probenahme in einem Ofen, typischer Weise bei $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, bis zur kompletten Trocknung getrocknet. Danach im Ofen oder in der Trockenkammer auskühlen lassen.

Nach dem Trocknen müssen sie sofort vor Kontaminierung geschützt und erst kurz vor Verwendung geöffnet werden.

Die zweckmäßige Reinigung der Probenbehälter ist kritisch für den $\tan \delta$ und die Oberflächenspannung, die besonders empfindlich bezüglich einer Kontaminierung sind. Sie sollten nicht mit Lösungsmitteln gereinigt werden.

Geeignete Glasflaschen, gereinigt nach IEC 60970 und von zertifizierter ISO-Reinheit, werden für die Messung des Partikelgehaltes im Öl empfohlen.

4.2.2 Ölprobenahme durch Spritze

4.2.2.1 Gerät zur Probenahme

- a) Graduierte, gasdichte Spritzen mit einer Größe, die geeignet ist ein passendes Ölprobenvolumen (20 ml bis 250 ml) aufzunehmen und die mit einem Drei-Wege-Kunststoffventil ausgerüstet sind, hergestellt aus einem Nylon-Körper und PP-Kolben. Die Verwendung von Spritzen mit passendem Kolben und Gehäuse wird bevorzugt, wenn Probenahme für DGA erfolgt, um dem Kolben zu gestatten, sich frei mit den Ölvolumenschwankungen zu bewegen und um Druck- und Vakuumaufbau in der Spritze und ein Brechen durch die Handhabung zu vermeiden.

Ein neues Ventil sollte jedes Mal, wenn eine Ölprobe genommen wird, verwendet und nicht recycled werden, denn es könnte durch die vorangegangene Ölprobe kontaminiert sein und könnte seine Gasdichte verlieren, wenn es mehrer Male verwendet wird. Zum zusätzlichen Schutz während des Transportes kann ein nichtrostender Luer-Verschluss oben auf das 3-Wege-Ventil gesetzt werden. Dieser Verschluss kann nach Gebrauch recycled werden.

ANMERKUNG Benetzen des Kolbens mit sauberem, entgastem Öl hat sich als brauchbar erwiesen, um die Bildung von Blasen entlang des Kolbens beim Einfüllen der Ölprobe für die DGA-Analyse zu vermeiden.

Die Menge der Probe, die verlangt wird, hängt von der wahrscheinlichen Gas-Konzentration in der Probe, der analytischen Technik und der geforderten Empfindlichkeit ab. Für die DGA nach der Werksprüfung hat sich eine 250 ml Spritze als verwendbar erwiesen.

- b) Transportbehälter, die dafür konstruiert sind, die Spritze während des Transportes in ihrer Position zu halten, aber dem Spritzenkolben erlauben, sich frei zu bewegen und seine Spitze vor Kontaktierung des Behälters zu schützen, wie auch immer die Lage während des Transportes ist. Pappkarton-Schachteln mit entfernbaren, inneren Pappkarton-Einlagen, die den Behälter am Platz halten, haben sich als geeignet für diesen Zweck erwiesen. Metall- oder Kunststoffzylinder, innen mit Schaumverpackung haben sich auch für den Transport als geeignet erwiesen. Für die Probenahme für die DGA sollte die Spritze vorzugsweise in vertikaler Lage transportiert werden, Kolben nach oben um die Bildung von Blasen im Öl zu vermeiden.

4.2.2.2 Durchführung der Probenahme

Siehe Bild 5.

- a) Das elektrische Betriebsmittel wird, wie in Bild 5a) dargestellt, angeschlossen und das Probenahmeventil (5) geöffnet.
- b) Der Drei-Wege-Hahn (4) wird so eingestellt (Stellung A), dass 1 l bis 2 l Öl in den Ölabbfallbehälter (7) fließen können.
- c) Der Drei-Wege-Hahn (4) wird dann so eingestellt (Stellung B), dass das Öl langsam in die Spritze fließen kann (Bild 5b)). Am Kolben sollte nicht gezogen werden, aber er sollte sich unter dem Öldruck zurückbewegen können.
- d) Der Drei-Wege-Hahn (4) wird dann so eingestellt (Stellung C), dass das Öl in der Spritze in den Ölabbfallbehälter (7) fließen kann, und der Kolben wird gedrückt, um die Spritze zu entleeren. Um sicherzustellen, dass die gesamte Luft aus der Spritze gedrückt wurde, sollte diese wie in Bild 5c) gezeigt, nahezu senkrecht gehalten werden, wobei die Spritzenöffnung nach oben zeigt. Man vergewissere sich, dass die Innenflächen der Spritze und der Kolben vollständig mit Öl benetzt sind.
- e) Die in den Schritten c) und d) dieses Abschnitts beschriebene Durchführung wird so oft wiederholt, bis keine Gasblasen mehr vorhanden sind. Dann wird der Drei-Wege-Hahn (4) in Stellung B gebracht und die Spritze mit Öl gefüllt (Bild 5d)).
- f) Danach werden der Hahn (2) an der Spritze und das Probenahmeventil (5) geschlossen.
- g) Der Drei-Wege-Hahn (4) wird in Stellung C gebracht und die Spritze abgenommen (Bild 5).
- h) Wenn für die DGA Proben genommen werden und falls das Öl, das aus dem elektrischen Betriebsmittel genommen wird, heiß ist, wird die Spritze in ihre Schutzschachtel in vertikaler Position, stehend auf dem Kolben und mit der Spitze der Spritze nach oben zeigend, gestellt, bis das Öl sich langsam abgekühlt hat. Danach wird die Spritze zurück in die Haltevorrichtung der Schutzschachtel für den Transport gebracht. Dies verhindert die Bildung von Blasen im Öl.

Die Probe ist sorgfältig zu kennzeichnen (siehe 4.4).

ANMERKUNG 1 Es ist üblich, dass Verunreinigungen der äußeren Oberfläche des Kolbens und der inneren Oberflächen der Spritze mit Staub oder Sand vermieden werden. Jene Partikel können die Dichtheit der Spritze beeinflussen. Diese Art von Verunreinigungen kann von staubhaltigem Wind oder von der Handhabung der Spritze stammen.

ANMERKUNG 2 Falls Gasblasen direkt nach Probenahme bei hermetisch geschlossenen Transformatoren in der Spritze erscheinen, wird empfohlen die Probenahme zu wiederholen.

4.2.3 Ölprobenahme durch Ampulle

4.2.3.1 Gerät zur Probenahme

- a) Glas- oder Metallampulle mit einem typischen Volumen von 125 ml bis 1 l. Sie kann entweder durch Hähne oder Quetschhähne an ölverträglicher Kunststoffverrohrung oder durch Ventile verschlossen werden. Glasampullen sind üblicherweise aus Pyrex-Glas hergestellt. Metallampullen sind aus nichtrostendem Stahl hergestellt und können Federventile anstelle von Kunststoffrohren als Ausdehnungsgerätschaft haben.

Die ölverträgliche Kunststoffverrohrung, die für Ampullen verwendet wird, sollte nur ein Mal verwendet und nicht recycled werden, da sie einen Memory-Effekt hat und möglicherweise die Ölprobe, die für die DGA genommen wird, kontaminiert. Die Typen von kompatibler Kunststoffverrohrung sind in 4.2.1.4 dargestellt.

Das Design einer Probenampulle und seiner Dichtung ist akzeptierbar, wenn der Verlust von Wasserstoff, den die Probe enthält, weniger als 2,5 % pro Woche beträgt.

Die Größe der geforderten Probe hängt von den Prüfungen ab, die durchgeführt werden sollen und, im Falle einer DGA, von der wahrscheinlichen Konzentration des Gases in der Probe, der analytischen Technik und der geforderten Empfindlichkeit.

- b) Transportbehälter, die so ausgelegt sind, die Probenampullen während des Transportes in ihrer Position zu halten.

4.2.3.2 Durchführung der Probenahme

Siehe Bild 6.

- a) Die Gerätschaft wird wie in Bild 6 dargestellt angeschlossen.
- b) Die Hähne (2) an der Kunststoffverrohrung der Ampulle zur Probenahme (28) werden geöffnet und das Probenahmeventil des Betriebsmittels (5) wird vorsichtig geöffnet, so dass Öl durch die Ampulle zur Probenahme in den Abfall (7) fließt. Wenn für die DGA Probe genommen wird, sollte das Öl nicht-turbulent fließen (solange bis sich keine Luftblasen mehr im Öl befinden), um die Bildung von Blasen im Öl und Austreten von gelösten Gasen aus dem Öl zu vermeiden.
- c) Nachdem die Ampulle zur Probenahme (28) komplett mit Öl gefüllt ist, lässt man 1 l bis 2 l in den Abfall (7) fließen.
- d) Der Ölfluss wird dann durch Schließen zuerst des äußeren Hahnes (2), dann des inneren Hahnes (2) und schließlich des Probenahmeventiles (5) angehalten.
- e) Die Ampulle zur Probenahme (28) wird dann abgetrennt und die Probe sorgfältig gekennzeichnet (vergleiche 4.4).

ANMERKUNG Falls Glasampullen mit integrierten Glashähnen zur Probenahme verwendet werden, ist es zu bevorzugen, 1 ml bis 2 ml des Öls vor Rücktransport zum Labor ausfließen zu lassen, um ein Brechen der Ampulle im Falle des Kontaktes mit steigender Umgebungstemperatur zu vermeiden. An der Kennzeichnung der Probe wird vermerkt, wenn das durchgeführt wurde.

4.2.4 Ölprobenahme durch flexible Metallflaschen

4.2.4.1 Gerät zur Probenahme

- a) Flexible Metallflaschen, die gasdicht verschließbar sind, mit einem typischen Volumen von 250 ml bis 2,5 l Metallflaschen sollten nicht gelötet sein, da das Material, das für das Lötten verwendet wurde, das Öl kontaminieren könnte. Absorption von Wasser, das im Öl enthalten ist, an Aluminium-Oberflächen ist möglich. Metallflaschen aus gezogenem Aluminium oder geschweißtem Zinn sind flexibel und benötigen keine Ölausdehnungsgerätschaften. Sie sollten komplett mit Öl gefüllt werden, indem die Flaschenseiten vor Verschließen der Flasche gepresst werden.

Die Metallflaschen sollten mit einem Drehverschluss, ausgerüstet mit einer nicht-porösen, fusselfreien, ölkompatiblen Dichtung, verschlossen werden. Die Dichtungen sollten nur ein Mal benutzt und nicht recycled werden, ausgenommen, wenn sie an der Ölseite mit einer Aluminium-Folie ausgerüstet sind.

Für die DGA- und Wasser-Analyse sollte die Porosität der Dichtungen, die verwendet werden, gemessen werden, indem mindestens 6 Ölproben aus einem Transformator in identische Flaschen genommen werden. Der Wasserstoff-Gehalt des Öls sollte mindestens 100 µl/l betragen. Die Proben werden in Intervallen über einen Monat auf Wasserstoff-Gehalt analysiert, die erste sobald wie möglich nach der Probenahme. Das Design einer Flasche und ihrer Dichtung ist akzeptabel, wenn es Verluste von Wasserstoff von weniger als 2,5 % pro Woche zulässt. Geeignete Flaschen haben, zum Beispiel, verschraubbare Kunststoffkappen mit konischer Polyethylen-Dichtung (PE) oder flexibler Dichtung (vergleiche Bild 7).

Für andere analytische Prüfungen als auf DGA und Wasser sind die obigen Anforderungen zur Gasdichtheit nicht anwendbar.

Für Mineralöle sollten die Dichtungen aus PE, PTFE oder Nitril-butadien-Gummi (NBR) (der mehr als 30 % an Nitril-Gehalt hat) hergestellt sein.

Für Nicht-Mineralöle (z. B. natürliche und synthetische Ester) sollten die Dichtungen aus PTFE (nicht aus NBR oder Silikongummi) hergestellt sein.

- b) Transportbehälter, die dafür konstruiert sind, die Flasche während des Transports in ihrer Position zu halten und zu schützen.

4.2.4.2 Durchführung der Probenahme

Siehe Bild 7a.

- a) Das Probenahmeventil (5) wird vorsichtig geöffnet und ungefähr 1 l bis 2 l Öl sollen unter laminarer Strömung durch die Verrohrung (3) in den Abfall (7) fließen unter Sicherstellung, dass alle Gasblasen entfernt sind, bevor die Ölprobe gesammelt wird, und dass Gase durch die Ölströmung nicht aus dem Öl austreten.
- b) Das Ende der Verrohrung (3) wird bei fließendem Öl auf den Boden der Flasche zur Probenahme gebracht und es wird zugelassen, dass die Flasche von unten nach oben gefüllt wird. Die Flasche wird mit 1/3 Öl gespült und dann das Öl in den Abfall gegeben.

Wenn für die DGA Proben genommen werden, wird das Öl unter ständigem, nicht-turbulentem Fließen solange eingeleitet, bis keine Gasblasen im Öl, wenn es aus der Flasche herausfließt, beobachtet werden, um die Bildung von Blasen im Öl und das Austreten von gelösten Gasen aus dem Öl zu vermeiden (andernfalls können signifikante Gasverluste auftreten). Das Befüllen der Flasche sollte langsam genug sein, um laminares Fließen des Öls zu gestatten und so schnell wie möglich sein um Gasverluste an die Atmosphäre (und Kontamination aus der Atmosphäre) zu vermeiden. Wenn die Zeit zur Befüllung der Flasche einige Minuten überschreitet, dann sollte eine neue Probe genommen werden.

Wenn eine Probenahme für Wasser erfolgt, dann sind die Empfehlungen nach 4.2.1.3 strikt zu befolgen.

- c) Es wird gestattet ungefähr zwei Flaschenvolumina in den Abfall (7) abfließen zu lassen. Dann wird die Verrohrung (3) langsam unter ständigem Ölfluss herausgezogen. Die Seiten der Flasche werden leicht gedrückt, so dass sie vollständig mit Öl gefüllt ist, und dann sicher mit der Kappe verschlossen.
- d) Das Probenahmeventil (5) wird geschlossen und die Verrohrung abgetrennt. Die Probe wird gekennzeichnet (vergleiche 4.4).

Die Kappe wird, nachdem das Öl sich auf Umgebungstemperatur abgekühlt hat, nochmals angezogen.

4.2.5 Ölprobenahme durch Glas- und feste Metallflaschen

4.2.5.1 Gerät zur Probenahme

- a) Glas- oder feste Metallflaschen, die gasdicht verschließbar sind, mit einem typischen Volumen von 250 ml bis 2,5 l. Klare Glasflaschen müssen vor Sonnenlicht geschützt werden. Daher wird die Verwendung von dunklen Flaschen dringend empfohlen. Sogar solche sollten für die Proben zur DGA einen zusätzlichen Schutz vor Licht während Transport und Aufbewahrung erhalten.
Kappen und Dichtungen wie für flexible Metallflaschen nach 4.2.4.1 sind für Glas- und feste Metallflaschen geeignet.
- b) Transportbehälter, die dafür konstruiert sind, die Flasche während des Transports in ihrer Position zu halten und zu schützen.

4.2.5.2 Durchführung der Probenahme

Siehe Bild 7a.

Die Durchführungen der Probenahme sind die gleichen wie für flexible Metallflaschen nach 4.2.4.2 mit Ausnahme, dass die Glas- und festen Metallflaschen nicht ganz mit Öl gefüllt werden sollten.

Stattdessen wird dem Ölspiegel gestattet, einige Zentimeter vom Rand zu fallen und zwar in der Art, dass ein kleines Luftausdehnungsvolumen (typischer Weise 3,5 ml bis 7 ml oder 1,5 cm bis 3 cm Luftraum) übrig bleibt, das eine Ölausdehnung mit steigenden Temperaturen erlaubt. Es wird mit nicht weniger als 90 % des Öls gefüllt, um Luftausdehnung zu gestatten wenn die Temperaturen abnehmen und so eine Implosion der Glasflasche zu vermeiden. Die Kappe der Flasche wird sicher verschraubt und die Probe gekennzeichnet (vergleiche 4.4). Das ungefähre Luftausdehnungsvolumen wird auf der Kennzeichnung angegeben. Die Korrektur für den Gasverlust in das kleine Headspace-Luftvolumen in der Flasche wird durch das Labor, wie in Anhang D der IEC 60567 beschrieben ausgeführt.

Dort wo Transport- und Lagerbedingungen nicht besonders beschwerlich sind, bevorzugen manche Unternehmen die Flaschen komplett befüllt zu haben und leicht handfest mit einer verschraubbaren Kunststoffkappe, die eine konische Polyethylen Dichtung hat, zu verschließen. Im Falle der Expansion des Öls durch Wärme fungieren diese Kappen als nicht wieder verwendbares Ventil, das einem kleinen Ölvolumen gestattet herauszutreten. Dort wo Kontraktion durch Abkühlung auftritt, schützt die Dichtung vor Eintritt von Luft. Im letzteren Fall benötigt die Flasche eine Erwärmung auf die Temperatur der Probenahme, um die Gase vor der Analyse auf gelöste Gase wieder zu lösen.

Für andere analytische Prüfungen kann ein Luftraum oberhalb des Öls gelassen werden.

4.2.6 Ölprobenahme durch Kunststoffflaschen

4.2.6.1 Gerät zur Probenahme

Kunststoffflaschen sollten aus kompatibelem Kunststoff (vergleiche 4.2.1.5) hergestellt sein, damit das Öl nicht mit Additiven, die in dem Kunststoff enthalten sind, kontaminiert wird. Jeder neue Typ von Kunststoffflasche sollte auf Kompatibilität mit Öl geprüft werden. Die Verwendung von reinem Kunststoff ohne Füllstoffe und Pigmente wird dringend empfohlen.

Kunststoffflaschen sollten nicht für die DGA, Wasser und dielektrische Durchschlagsspannung verwendet werden. Kappen und Dichtungen, die in 4.2.4.1 für Metallflaschen beschrieben sind, sind für Kunststoffflaschen geeignet. Geformte, reine Kunststoffkappen nach oben geeigneter Zusammensetzung sind verwendbar.

4.2.6.2 Durchführung der Probenahme

Siehe Bild 7a.

Die Durchführungen der Probenahme sind die gleichen wie für flexible Metallflaschen nach 4.2.3.2.

4.3 Lagerung und Transport der Proben

Ein Teil des gelösten Sauerstoffs, der in der Ölprobe vorhanden ist, kann durch Oxidation verbraucht werden, und Kohlenwasserstoffe und Kohlenstoffoxide gebildet werden. Diese Reaktion wird durch Aussetzen an Licht beschleunigt. Daher sollten Gerätschaften für die Probenahme, die aus transparentem Material (Spritzen, Glasflaschen und Ampullen) hergestellt sind, geschützt sein (z. B. für den Transport durch Einwickeln in undurchsichtiges Material oder durch Stellen in eine Schachtel).

Auf jeden Fall sollte die Analyse so schnell wie möglich nach der Probenahme erfolgen, um Oxidationsreaktionen und Gasverluste oder –Gasaufnahme durch die Gerätschaft zur Probenahme zu vermeiden.

Ölspritzen (und andere Gerätschaften zur Probenahme) sollten in abgedichteten Behältern aufbewahrt werden um das Risiko der Bildung von Blasen bei wichtigen DGA-Ölproben während des Transportes in Flugzeugen aufgrund von reduziertem Druck und Übersättigung von Gasen im Öl vollkommen auszuschließen. Zollbeamte werden diese Behälter zwar öffnen, aber sie nach der Inspektion wieder verschließen.

4.4 Kennzeichnung der Proben

Die Öl- und Gasproben müssen vor dem Versand in das Labor richtig gekennzeichnet werden.

Die folgenden Angaben sind notwendig (sofern bekannt):

Transformator oder anderes Betriebsmittel	Probenahme
– Betreiber	– Datum der Probenahme
– Anlage	– Ort der Probenahme
– Identifikationsnummer	– Name des Probennehmers
– Hersteller	– Grund für Analyse (Routine oder anderer)
– Typ allgemein (Transformator (Maschinen- oder Übertragungstransformator, Messwandler, Industrietransformator), Drossel, Kabel, Lastschalter, etc.)	– Transformator außer Betrieb, ohne Last oder mit Last
– Leistung in MVA	– Öltemperatur oben bei Probenahme
– Betriebsspannung	– Feuchte: trocken - nass - Nebel - Innenraum
– Typ des Stufenschalters	
– Datum der Inbetriebsetzung	
	Öl
– Art des Öls (Mineral- oder Nicht-Mineral-)	– Gewicht des Öls
– Produktname	– Datum der letzten Ölaufbereitung

Die folgenden, zusätzlichen Angaben sind wünschenswert:

- Umgebungstemperatur, Anzeige des Wicklungstemperaturanzeigers, Anzeige der MVA oder des Laststroms oder %-Last, Betriebszustand der Pumpen, Art der Kommunikation des Stufenschalters mit dem Hauptkessel, Ölkonservierungssystem (Ausdehner, Stickstoffpolster usw.) und jegliche Änderungen im Betriebszustand oder irgendwelche Wartungen, die seit der letzten Probenahme erfolgten.
- Temperatur des Öls am Ort der Probenahme für die Analyse des Wassers im Öl (gemessen im Abfall-eimer) und (um den relativen Feuchtegehalt im Öl berechnen zu können) ob die Lüfter und Pumpen in Betrieb sind oder nicht in Betrieb sind.
- Zeit der Probenahme, wenn mehr als eine Probe genommen wird.

Anhang A

Durchführung der Probenahme an mittigen Stellen (Herstellung der Durchschnittsprobe)

A.1 Verwendung der Tauchbombe (Bild 1) (vergleiche 4.1.4.1 b))

Die Tauchbombe wird bis zur geforderten Tiefe eingetaucht. Die Kette, die an der zentralen Stange angebracht ist, wird gezogen und dabei sorgfältig darauf geachtet, dass die vertikale Auslenkung der Stange nicht 50 mm nicht überschreitet. Die Tauchbombe füllt sich dadurch. Sie ist vollständig gefüllt, wenn keine Luftblasen mehr aufsteigen. Die Tauchbombe wird dann herausgezogen und der Inhalt in den Mischbehälter gegossen.

A.2 Verwendung der Pipette (Bild 3) (vergleiche 4.1.4.2)

Die Pipette wird bis zur geforderten Tiefe eingetaucht.

A.3 Verwendung des Siphons (Bild 4) (vergleiche 4.1.4.2)

Der Siphon wird bis zur geforderten Tiefe eingetaucht.

Allgemeine Anmerkung

Die Proben, die an mittigen Stellen genommen werden um die Durchschnittsprobe herzustellen, werden in den Mischbehälter zur Sammlung der Proben, sobald sie genommen sind, überführt. Die Mischung wird dann verwendet, um die Flaschen zur Probenahme zu befüllen.

Anhang B
(informativ)

**Durchführung des Tests zur Zuverlässigkeit der Spritzen vor der
Befüllung mit Öl (vergleiche Bild 5)**

- a) Der Hahn wird in die offene Stellung gedreht (Stellung B oder C).
- b) Der Kolben wird maximal in die Spritze gepresst.
- c) Der Hahn wird durch Drehen in Stellung A geschlossen.
- d) Es wird versucht den Kolben aus der Spritze zu ziehen, und der Kolben wird für 30 s unter Zugspannung gehalten.
- e) Nach dem Loslassen sollte der Kolben in seine Ursprungsposition zurückkehren.
- f) Der Hahn wird erneut in die offene Stellung (Stellung B oder C) gedreht.
- g) Der Kolben wird schnell maximal in die Spritze gepresst.
- h) Falls irgendwelche Luftmengen zwischen Kolben und Spritzenkörper eingeschlossen waren, dann sind Spritze oder Kolben nicht luftdicht abgeschlossen und es wird empfohlen, sie durch eine neue Spritze zu ersetzen.

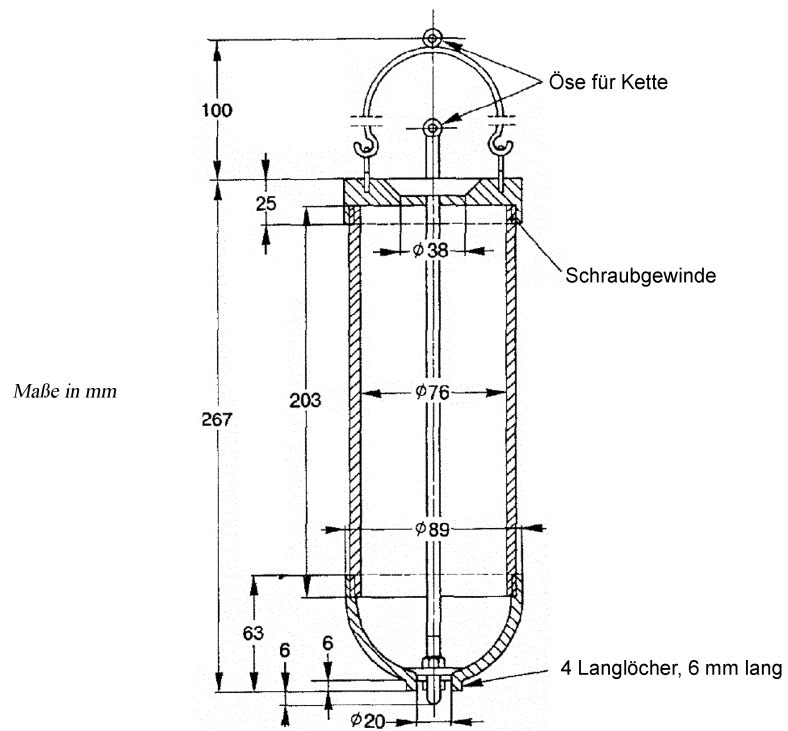


Bild 1 – Tauchbombe

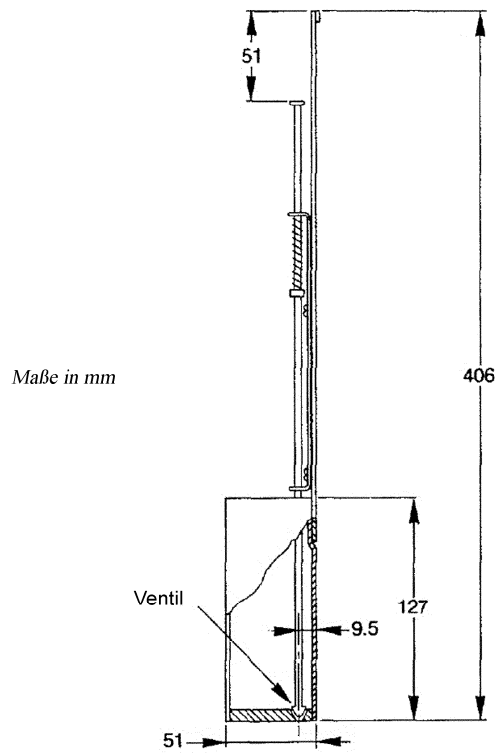


Bild 2 – Schöpflöffel

— Entwurf —

E DIN IEC 60475 (VDE 0370-3):2010-03

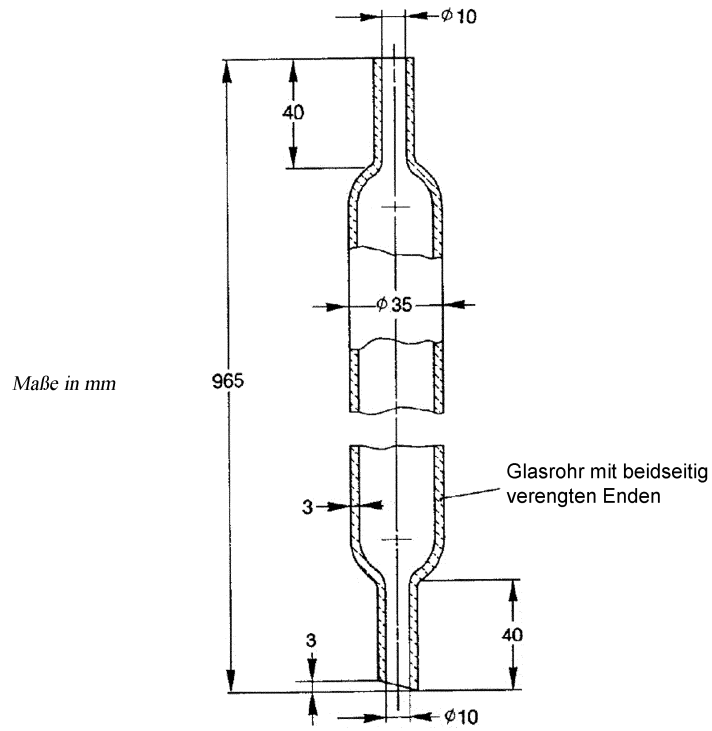


Bild 3 – Pipette

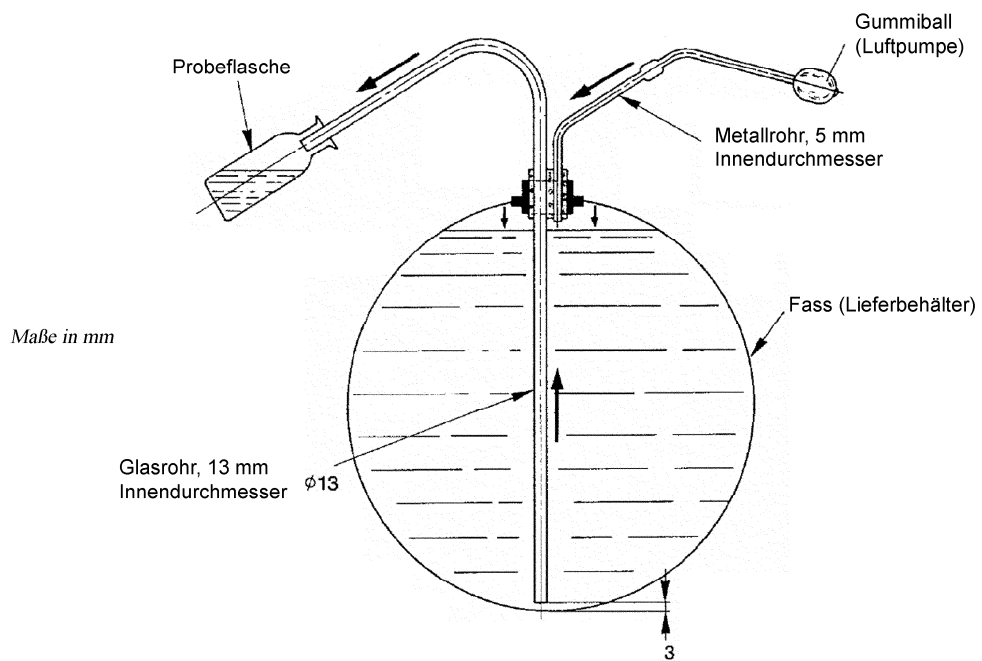
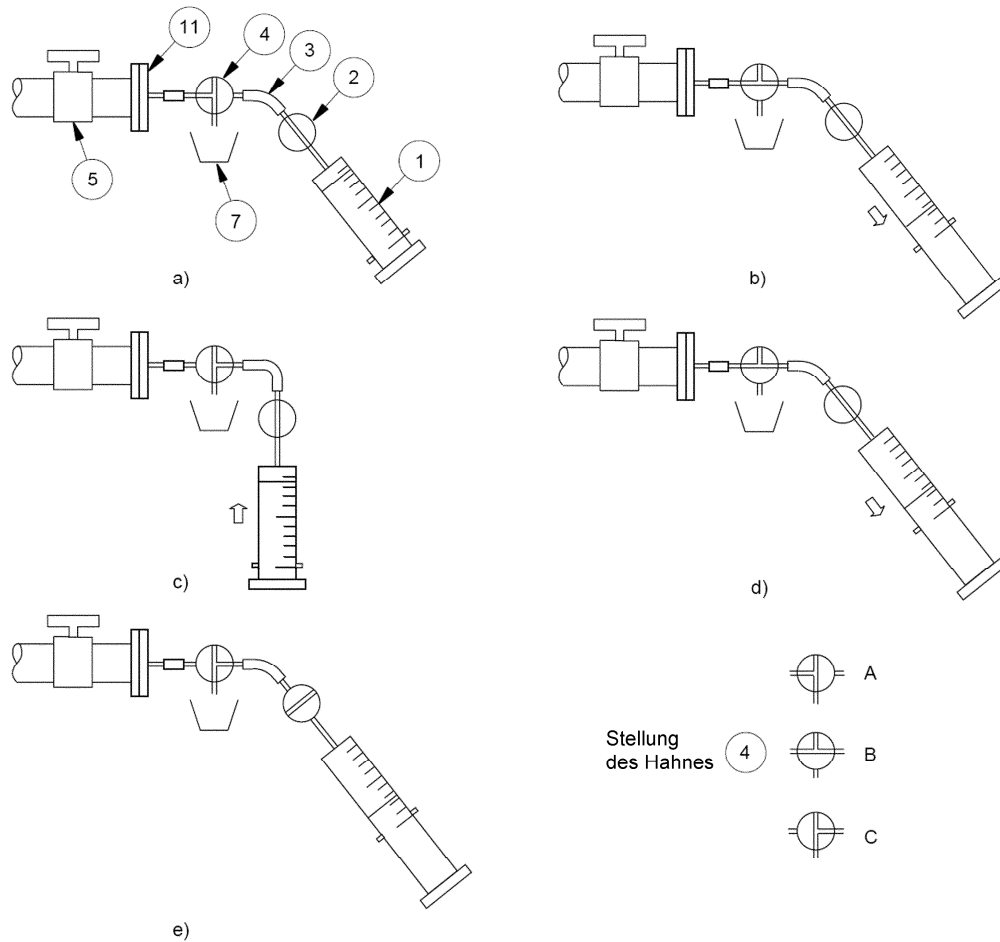


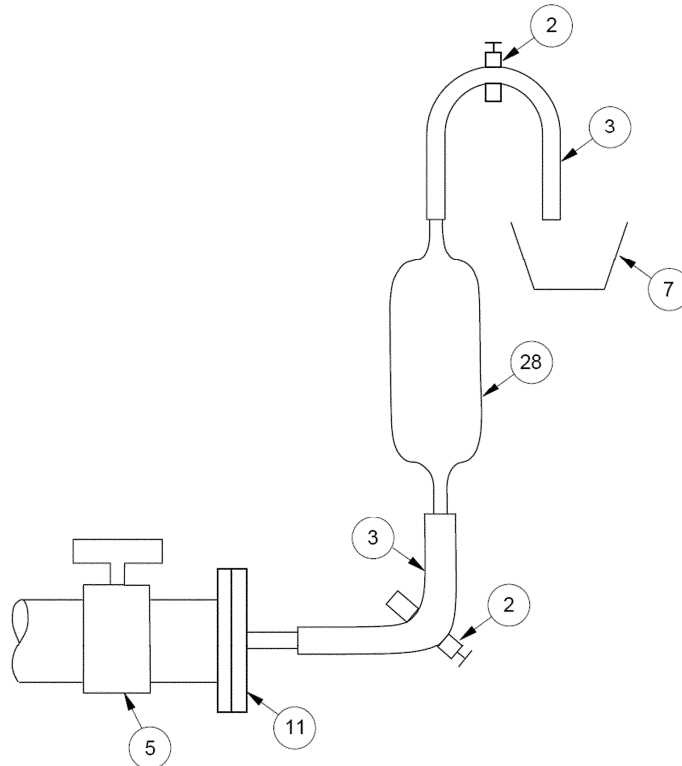
Bild 4 – Siphon



Legende

- | | |
|-----------------------------------|---------------------------------|
| a Spülstellung | 1 Spritze |
| b Benetzen und Spülen der Spritze | 2 Hahn |
| c Leeren der Spritze | 3 Verbindungsschlauch aus Gummi |
| d Probenahme | 4 Dreiwegehahn |
| e Abnehmen der Spritze | 5 Probenahmeventil |
| | 7 Ölabbfallbehälter |
| | 11 Blindflansch |

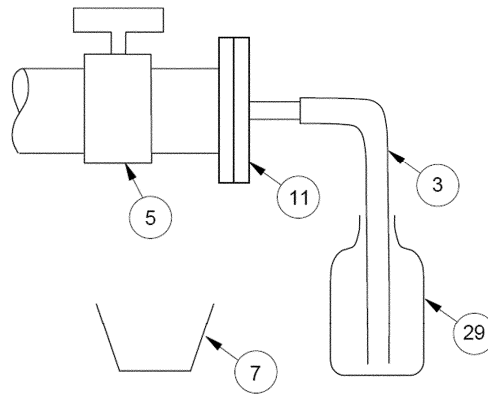
Bild 5 – Ölprobenahme durch Spritze



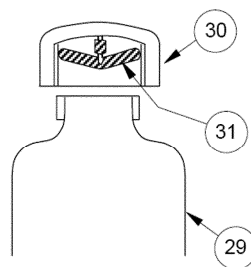
Legende

- | | |
|--|------------------|
| 2 Hahn | 7 Abfallbehälter |
| 3 Flexible Verrohrung | 11 Blindflansch |
| 5 Probenahmeventil des Betriebsmittels | 28 Probenrohr |

Bild 6 – Ölprobenahme durch Ampulle



a) Beispiel der Probennahme mit Flasche



b) Beispiel der Dichtkappe für die Flasche

Legende

- | | |
|--|---------------------------------------|
| 3 Flexible Verrohrung | 29 Flasche |
| 5 Probenahmeventil des Betriebsmittels | 30 Hartkunststoff-Schraubkappe |
| 7 Abfallbehälter | 31 konische Weichpolyethylen-Dichtung |
| 11 Blindflansch | |

Bild 7 – Ölprobenahme durch Flasche

CONTENTS

1	Scope.....	6
2	Normative references	6
3	Terms and definitions	6
4	General principles for the sampling of insulating liquids.....	7
4.1	New insulating liquids in delivery containers.....	7
4.1.1	Place of sampling	7
4.1.2	Quantity of sample to be taken	7
4.1.3	Sampling equipment.....	7
4.1.4	Sampling procedure.....	9
4.2	Sampling of oil from oil-filled equipment	11
4.2.1	General remarks.....	11
4.2.2	Sampling of oil by syringe.....	14
4.2.3	Sampling of oil by ampoule.....	15
4.2.4	Sampling of oil by flexible metal bottles	16
4.2.5	Sampling of oil by glass and rigid metal bottles	17
4.2.6	Sampling of oil by plastic bottles.....	18
4.3	Storage and transportation of samples	18
4.4	Labeling of samples	18
Annex A	Procedure for sampling at intermediate levels (Making up of the average sample).....	20
A.1	Use of the thief dipper (Figure 1) (see 4.1.4.1.b)	20
A.2	Use of the pipette (Figure 3) (see 4.1.4.2)	20
A.3	Use of the siphon (Figure 4) (see 4.1.4.2)	20
Annex B (informative)	Procedure for testing the integrity of the syringes before filling with oil (see Figure 5).....	21
Figure 1	– Thief dipper.....	22
Figure 2	– Cream dipper	22
Figure 3	– Pipette	23
Figure 4	– Siphon	23
Figure 5	– Sampling of oil by syringe	24
Figure 6	– Sampling of oil by ampoule	25
Figure 7	– Sampling of oil by bottle.....	26
Table 1	– Types of samples of new insulating liquids	9
Table 2	- Different types of sample containers that can be used depending on the oil analysis to be made (Y = Yes).....	13

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

METHOD OF SAMPLING INSULATING LIQUIDS

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 60475 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

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

FDIS	Report on voting
XX/XX/FDIS	XX/XX/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 second edition cancels and replaces the first edition published in 1974. This edition constitutes a technical revision. The main changes with respect to the previous edition are listed below.

Since the publication of the first edition of this Standard, askarels have been banned and therefore have been withdrawn from this second edition. Recommendations concerning general health, safety and environmental protection are added in the Scope. The first edition

E DIN IEC 60475 (VDE 0370-3):2010-03

was mainly about sampling from drums and tank cars. This second edition addresses in more details the sampling of oil from electrical equipment, using various types of sampling devices appropriate for the different types of oil tests to be performed in the laboratory, including dissolved gas analysis (DGA).

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 date¹⁾ 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.

¹⁾ The National Committees are requested to note that for this publication the maintenance result date is 20xx.

INTRODUCTION

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.

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

Attention is drawn to the fact that, some mineral oils in service may still be contaminated to some degree by PCBs. If 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 and non-mineral oil into the environment.

METHOD OF SAMPLING INSULATING LIQUIDS

1 Scope

This recommendation describes the procedure to be used for sampling insulating liquids in delivery containers and in electrical equipment such as power and instrument transformers, reactors, bushings, oil-filled cables and oil-filled tank-type capacitors.

The present recommendation applies to liquids whose viscosity at the sampling temperature is less than 1500 cSt or mm²/s. It applies to mineral oils and non-mineral oils (such as synthetic esters, natural esters or vegetable oils, silicones).

2 Normative references

The following referenced document is indispensable for the application of this document. The latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60567, *Oil-filled electrical equipment - sampling of gases and analysis of free and dissolved gases – Guidance*

IEC 60970, *Insulating liquids – Methods for counting and sizing particles*

3 Terms and definitions

For the purpose of this document, the following definitions apply:

3.1

Delivery containers

Containers such as drums, rail tankers, road tankers or flexible plastic bags used to store, transport and deliver batches of oil

3.2

Electrical equipment

Equipment filled with insulating oil such as power and instrument transformers, reactors, bushings, oil-filled cables and oil-filled tank-type capacitors

3.3

Sampling equipment

Equipment used for sampling oil from delivery containers (e.g. sampling probes, such as dippers or siphons) and from electrical equipment (e.g. connecting tubing and drain valve adapters). This also includes sample containers, waste oil containers and other accessories.

3.4

Sample containers

Containers such as syringes, bottles, ampoules or other devices used to store and transport samples of oil for analysis. This includes accessories such as valves, tubing or caps attached to the container.

4 General principles for the sampling of insulating liquids

4.1 New insulating liquids in delivery containers

4.1.1 Place of sampling

The sample shall be taken from the part of the delivery container where the insulating liquid is likely to be most heavily contaminated. To evaluate the quality of a consignment, two types of samples may be normally taken:

Composite sample: mixture of samples taken at the same level in several containers.

Individual sample: sample or mixture of samples taken at the same level in one container.

From a delivery, individual samples of 1 litre may be taken from different containers for the electric strength test. Further tests may be carried out on these samples and a complete examination on the mixture of these (composite sample).

In certain cases, it may be useful to constitute an *average sample* within the container. An average sample is a mixture of samples taken at different levels in one container.

Tankers: samples should be taken from each tanker as described in subclause 4.1.4.1 below.

Drums: samples should be taken as described in subclause 4.1.4.2 below.

In the case of a single drum, this shall be sampled.

In case there is more than one drum of a lot of oil, sampling procedures should be negotiated between supplier and user. For example, samples could be taken from 10% of drums or at least 2 drums, whichever the largest.

4.1.2 Quantity of sample to be taken

This depends on the tests to be performed and the procedures used.

Typically, 2 liters are taken.

4.1.3 Sampling equipment

4.1.3.1 General

Since the results of the tests included in I E C recommendations for insulating liquids can greatly depend on the impurities in the sample, it is essential to observe the following precautions:

- separate sampling equipment shall be reserved exclusively for each type of liquid. For non-mineral oil, seals and tubing used should be compatible with the oil.
- the equipment shall be clean and dry, following the cleaning procedures described in 4.1.3.4. Particular care should be taken to ensure the absence of any traces of solid impurities, such as dust, fibres, etc. The use of rags for cleaning is not permitted.

4.1.3.2 Sampling probes

As examples, four types of sampling probes are described below. Other probes may also be used, provided they do not introduce any contamination. Stainless steel and aluminium are suitable. When possible, glass is preferable for probes illustrated in Figures 3 and 4.

Sampling from tankers

The thief dipper shown in Figure 1 is suitable for taking samples at the *bottom* of the container. This is a dipper constructed of stainless steel or aluminum tubes and castings, machine-finished all over. It shall be sufficiently heavy to sink in the liquid. It should always be suspended by means of a metal wire or chain. String or other fibrous materials shall not be used.

The cream dipper is used for taking *top* samples of insulating liquids. This probe shall be constructed as shown in Figure 2 and shall be of stainless steel.

Sampling from drums

The pipette shown in Figure 3 enables samples to be taken at the *bottom* of drums. This pipette has a capacity of about 500 ml.

Another probe to take samples at the bottom is shown in Figure 4; it is a syphon with a glass, stainless steel or aluminum tube having an internal diameter of about 13 mm for taking off the sample liquid, and a metal tube (internal diameter 5 mm) for applying pressure. Both tubes are set in an oil-resistant bung whose dimensions correspond to the diameter of the bung hole in the drum. Commercial versions of this equipment are available.

The cream dipper (Figure 2) may be used for taking *top* samples.

4.1.3.3 Sample containers

For storing and transporting samples: sample containers of appropriate volume. The different types of sample containers indicated in 4.2.1.5 may be used, depending of the oil test to be performed.

For the mixing of different samples: a special sample container made of glass with a capacity of at least 6 litres. These special sample containers shall be closed in a manner that allows them also to be sealed, by means of oil-resistant plastic or compatible rubber tubing or screw caps equipped with a polytetrafluoroethylene lining. Natural rubber tubing and/or seals are not permitted. Polytetrafluoroethylene (PTFE) and polypropylene (PP) seals are acceptable.

Each sample container shall have a label on which are marked all the indications necessary to identify the contents, i.e. the markings of the drums or tanks, date of sampling and the name of the recipient.

4.1.3.4 Cleaning of sampling equipment

Sampling equipment should be cleaned following the procedures described in 4.2.1.6.

4.1.4 Sampling procedure

According to general principles for sampling (see 4.1.1), samples of new insulating liquid are to be taken from the bottom of the delivery container, where the contamination is likely to be the greatest. But in certain cases, an average sample is also of interest.²

In Table 1, different cases are considered:

Table 1 – Types of samples of new insulating liquids

Type of delivery	Recommended sampling	Equipment to be used	Procedure	Recommended quantity
Drums	composite	} pipette (Figure 3) or siphon (Figure 4)	4.1.4.2	3 × 2 liters
	individual		4.1.4.2	1 or 2 liters
Tankers	individual	} thief dipper (Figure 1) or none (valve)	4.1.4.1 b)	3 × 2 liters
			4.1.4.1 a)	
Drums	average	} pipette or siphon (Figs 3 and 4)	} Annex A	} 3 × 2 liters
Tankers	average			

NOTE: Before sampling from tankers, sufficient oil shall be pumped from the end of the delivery pipe, as required by 4.1.4.1.

Every precaution shall be taken when sampling not to contaminate or moisten the insulating liquids. Outdoor sampling of insulating liquids in rain, fog or high wind is only permitted if all precautions have been taken to avoid contamination of the liquid. In this special case, the use of a cover is necessary. Condensation shall be avoided by warming the sampling equipment so as to be above the ambient air temperature. Before use, the equipment shall be rinsed with the liquid being sampled. The operator shall be warned not to permit his hands to come in contact with the surfaces of sampling equipment subsequently in contact with the oil. The insulating liquids shall be protected against all kinds of light radiation during transportation and storage.

On arrival at the laboratory, the sampling container shall not be opened immediately: it is necessary to wait until the temperature of the sample is the same as the room temperature.

4.1.4.1 Sampling from tankers

Insulating liquids may be sampled either through the tank outlet or by a thief dipper or by a cream dipper.

a) Sampling through the tank outlet

By this procedure, it is possible to obtain a sample representative of the bottom of the tank after this has been allowed to stand for at least one hour after the vehicle has arrived.³

In this case, the sampling procedure shall be as follows:

² To obtain an average sample, samples are taken at intermediate levels in tanks or drums. Examples of procedure are given in Annex A. A procedure has been indicated earlier (see footnote to 4.1.4.1a) and b)) for obtaining the equivalent of an average sample.

³ It may be possible, by this procedure, to obtain the equivalent of an average sample, if the sampling is done directly after the vehicle has arrived.

- remove the outlet valve shield, if fitted;
- remove all visible dirt and dust from the valve by means of lint-free clean cloths or oil-resistant synthetic sponges;
- the outlet system (pump, delivery pipe), if incorporated, must be started or opened as appropriate in order to get a sample;
- open the valve and allow to flow, slowly, at least 10 litres of insulating liquid into a waste oil container;
- rinse sampling bottles with the insulating liquid;
- fill sampling bottles.

b) *Sampling with a thief dipper or a cream dipper*

This sampling should be done after the tank has been allowed to stand for at least one hour after the vehicle has arrived.

Procedure with the thief dipper (Figure 1) (bottom samples)

For taking bottom samples (i.e. within 1-2 cm from the bottom of the tank) the dipper is lowered until the projecting stem of the valve rod strikes the bottom of the tank. The dipper then fills; filling is complete when no more air bubbles escape. The dipper is then withdrawn and its contents poured into the sample container (in the case of an individual sample) or into the special glass sample container for collecting and mixing the various samples taken (in the case of a composite sample). In this latter case, the sample container(s) is (are) filled with the mixture so obtained. During pouring the liquid, avoid forming air bubbles by pouring too fast.

Procedure with the cream dipper (Figure 2) (top samples)

With the valve closed, fill the cream dipper by slowly immersing it in the liquid to be sampled until the rim is just below the surface of the liquid so that it will flow slowly into the dipper. Discard the first filling. Refill the dipper as above and transfer the sample to the sample container by allowing it to flow from the bottom orifice against the side of the sample container and not in a stream into the bottom of the sample container. Repeat the operation until sufficient liquid is obtained to fill the sample container (individual sample) or the special glass sample container used for mixing samples depending on the type of sample to be obtained.

4.1.4.2 Sampling from drums

Samples should be taken after the drums have been allowed to stand for at least 8 h with the bung uppermost, protected against rain and rainwater. For sampling the bottom (i.e. 3 mm up), the pipette (Figure 3) or the siphon pressure thief (Figure 4) may be used.

For taking a sample from the surface layer of the liquid, the cream dipper (Figure 2) may be used.

Examples of procedure

Use of pipette (Figure 3) (bottom samples)

- block the upper orifice of the pipette with the thumb, and then immerse the pipette in the liquid to the bottom of the drum;
- remove the thumb to allow liquid to enter the pipette;
- again close the upper end of the pipette with the thumb and withdraw the pipette;

- the first filling is used for rinsing the pipette; transfer the next fillings into either a sample container (individual sample) or the special glass sample container for mixing samples (composite sample) (see 4.1.4.1.b)) taking care not to form air bubbles during pouring the liquid.

Use of siphon (Figure 4) (bottom samples)

- fit the bung in which are set the riser and pressure tubes into the bung hole of the drum and ensure that this seal is airtight;
- dip the lower end of the riser tube to about 3 mm from the bottom of the drum.
- raise the pressure inside the drum by means of the air bulb;
- run off enough liquid to rinse the tube and then run off the required quantity directly into the sample container (individual sample) or the special glass sample container for mixing samples (composite sample) (see 4.1.4.1.b)) taking care not to form air bubbles during pouring the liquid.

Use of cream dipper device (Figure 2) (top samples)

See 4.1.4.1 b).

4.1.4.2.1 Sampling report

The sampling report shall give all the information necessary for identifying the sample as well as any details or special information likely to be of help to those entrusted with the tests. The type of sample (i.e. composite, individual or average sample) must be specified. A copy of the report shall accompany each sample. The distribution of samples shall be in accordance with the agreed procedure, e.g. as given in the sales contract.

4.2 Sampling of oil from oil-filled equipment

4.2.1 General remarks

4.2.1.1 Safety and quality of sampling

The manufacturer's instructions for taking oil samples from the electrical equipment shall be followed. Particular attention shall be paid to the safety precautions to be taken.

Make sure that the oil in the energized electrical equipment is not under a negative pressure when taking an oil sample, since this could introduce air bubbles in the oil, induce electrical short circuits in the equipment and put the sampling personnel at risk.

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

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

In all cases, oil sampling should be performed by experienced personnel.

4.2.1.2 Place of sampling

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 (for example, from the bottom oil drain valve or the oil sampling valve). 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, such as from the tap changer, selector switch or gas relay).

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.

NOTE1: 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.

NOTE2: When sampling from bushings or from instrument transformers or cables, the manufacturer's instructions should be followed carefully. Failure to do so may lead to serious damage and equipment failure. The oil sampling should be carried out on de-energized equipment. 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 equipment condition.

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.

4.2.1.3 Cleaning of sampling point

Cleaning of the sampling equipment and flushing of the sampling point should be given particular attention to prevent contamination of oil samples.

The blank flange or cover (11) of the sampling valve in Figures 5, 6 and 7a is removed and the outlet cleaned with a lint-free cloth or oil-resistant synthetic sponge to remove all visible dirt.

The drain valve is flushed with a sufficient quantity of oil (typically, 2 to 5l), under a turbulent flow, to eliminate any contaminants (water and particles) that might have accumulated in the drain valve and at its orifice.

Use protection gloves, preferably made of nitrile rubber, and a bucket for waste oil. Sampling point should be cleaned each time a new sample of oil is taken.

For measuring water content in oil, sampling should be done only during dry days, especially in wet Northern countries, to prevent moisture condensation on sampling equipment and contamination of the oil sample.

The temperature of the oil at sampling point should be measured in the waste bucket and indicated on the sample to be able to calculate the relative humidity of oil. Also, whether or not the fans and pumps are running.

4.2.1.4 Connection between sampling point and sampling device

The connection between the tubing and the electrical equipment will depend upon the equipment. If a sampling valve suitable for fitting to 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. Special drain valve adapters may be used if available.

Attach a piece of oil-compatible plastic or rubber tubing to connect the sampling point to the sampling device. This tubing should be as short as possible. To avoid contamination by the

previous oil sample, use a new piece of tubing, or flush the tube well and wash its outer surface with the next oil to be sampled.

With mineral oils, plastic tubing should be made of perfluorinated (e.g., Tygon®) or silicone rubber, not of PVC, which may contaminate the oil.

With non mineral oils (e.g., natural and synthetic esters), tubing should be made of Tygon, PTFE or metal.

4.2.1.5 Choice of sample container

Table 2 indicates the different types of sample containers that can be used depending on the oil analysis to be made.

Table 2 - Sample containers appropriate for oil tests (Y = Yes).

Sample container:	Syringe	Flexible Bottle	Bottle	Flexible Bottle	Ampoule	Ampoule	Oil volume:
Material	Glass	Metal	Glass	Plastic	Glass	Metal	ml
Oil test:							
Dissolved gases	Y	Y	Y		Y	Y	25-100
Water	Y	Y	Y				10
Diel.diss.factor	Y	Y	Y	Y			150
Particles		Y	Y	Y			100
Dielectric strength		Y	Y	Y			500-1000
Other chemical and physical tests		Y	Y	Y			250
All tests							1000-2000
Volume (ml)	25-250	250-2000			125		

Metal or plastic containers may be preferred where adequate protection of glass containers is not available for the transportation of oil samples.

For dissolved gas analysis (DGA), to minimize losses of the light gases (H₂ and CO) and pick-up of air at low total gas contents, it is critical to strictly follow the sampling procedures of 4.2.2 to 4.2.5, particularly with bottles and ampoules in the case of H₂. Also only the materials recommended for caps, gaskets, valves and tubing of sample containers should be used by well trained and experienced personnel familiar with those containers.

When using bottles for DGA, water and dielectric strength, care should be taken to minimize air contact with the oil sample during sampling and analysis.

The use of plastic bottles is not recommended for DGA and water, since ambient air contamination and gas losses may occur by diffusion through the plastic. For the other tests, plastic bottles should be made of a compatible plastic (such as high-density polyethylene (HDPE), PP or polycarbonate), which does not contaminate the oil with additives contained in the plastic. Each new type of plastic bottle should be tested for compatibility with oil.

The recommendations of 4.2.1.3 and 4.2.1.6 (cleaning of sampling point and sampling equipment) should be followed strictly for water content, dielectric strength, dielectric dissipation factor, interfacial tension and particles content.

The other physical and chemical tests (viscosity, density, acidity, DBPC, furans and PCB contents) are less affected by the sample containers and sampling procedures used. At high furans contents (> 1µl/l), however, HDPE bottles are more recommended than glass bottles to avoid absorption of furans on glass surfaces.

4.2.1.6 Cleaning of sampling equipment

4.2.1.6.1 Use of disposable sample containers

Use of disposable, pre-cleaned metal, plastic and glass bottles having a known level of cleanliness for dust and humidity has been found by several users more convenient than cleaning them. Such sampling devices are relatively inexpensive and available from several vendors of labware or veterinarian equipment. To verify that the cleanliness of disposable bottles is acceptable, a few un-cleaned and cleaned bottles can be tested in parallel.

4.2.1.6.2 Cleaning procedures

Non-disposable sampling devices may be cleaned in a dishwasher using a detergent, and rinsed with tap water (without detergent in the rinse aid compartment of the dishwasher). A last, optional rinse with de-ionized water may be used.

Sampling equipment and containers may also be cleaned with normal heptane.

After cleaning, the sampling devices are dried in an oven at typically 100°C until full dryness, then allowed to cool in the oven or a dry box.

After drying, they shall be immediately protected from contamination and not opened until just before use.

Appropriate cleaning of sample containers is critical for DDF and interfacial tension, which are particularly sensitive to contamination. They should not be cleaned with solvents.

Dedicated glass bottles cleaned according to IEC 60970, and of certified ISO cleanliness, are recommended for measuring particles content in oil.

4.2.2 Sampling of oil by syringe

4.2.2.1 Sampling equipment

a) Graduated gas-tight syringes of a size suitable for containing adequate oil sample volume (20 ml to 250 ml), and equipped with a three-way plastic valve made of nylon body and PP barrel. The use of syringes with matched piston and barrel is preferred when sampling for DGA in order to allow the piston to flow freely with oil volume variations, and to avoid pressure and vacuum build-up in the syringe and breakage during handling. Plastic syringes should not be used.

A new valve should be used each time an oil sample is taken and not recycled, because it may be contaminated with the previous oil sample and lose its gas tightness when used several times. For added protection during transportation, a stainless steel Luer-lock cap may be placed on top of the 3-way valve. This cap may be recycled after use.

NOTE: Priming the piston with clean, degassed oil has been found useful to avoid the formation of bubbles along the piston when introducing the oil sample for DGA analysis. The use of a low viscosity water-soluble lubricant has also been found useful for DGA.

The size of sample required depends on the likely concentration of gas in the sample, the analytical techniques and the sensitivity required. For DGA after factory tests, a 250ml syringe has been found convenient.

b) 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. Cardboard boxes with removable inner cardboard flaps holding the barrel in place have been found convenient for that purpose. Metal or plastic cylinders with inside foam packing have also been found appropriate for transportation. When sampling for DGA, the syringe should preferably be transported in the vertical position, piston upwards, to avoid the formation of bubbles in oil.

4.2.2.2 Sampling procedure

See Figure 5.

- a) The electrical equipment is connected as shown in Figure 5a, and its sampling valve (5) opened.
- b) The three-way valve (4) is adjusted (position A) to allow 1 l to 2 l of oil to flow to waste (7).
- c) The three-way valve (4) is then turned (position B) to allow oil to enter the syringe slowly (Figure 5b). The plunger should not be withdrawn but allowed to move back under the pressure of the oil.
- d) The three-way valve (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 5c. Confirm that the inner surfaces of the syringe and plunger are completely oiled.
- e) The procedure described in steps c) and d) of this subclause is then repeated until no gas bubble is present. Then the three-way valve (4) is turned to position B and the syringe filled with oil (Figure 5d).
- f) The three-way valve (2) on the syringe and the sampling valve (5) are then closed.
- g) The three-way valve (4) is turned to position C and the syringe disconnected (Figure 5).
- h) When sampling for DGA, if the oil taken from the electrical equipment is hot, place the syringe in its protective box in the vertical position, standing on the piston and with the syringe tip upwards, until the oil has slowly cooled down, then install the syringe back into the holding flaps of the protective box for transportation. This will prevent the formation of bubbles in oil.

Label carefully the sample (see Clause 4.4).

NOTE1: 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.

NOTE2: In the case of sealed transformers, if a bubble appears in the syringe directly after sampling, it is recommended to resample.

4.2.3 Sampling of oil by ampoule

4.2.3.1 Sampling equipment

a) Glass or metal ampoule, typically of volume 125 ml to 1 l. It may be closed either by stopcocks or pinchcocks on oil compatible plastic tubing or by valves. Glass ampoules are usually made of Pyrex glass. Metal ampoules are made of stainless steel and may use spring-loaded valves instead of plastic tubing as expansion devices.

The oil-compatible plastic tubing used for ampoules should be used only once, not recycled, since it has a memory effect and may contaminate the oil sample when sampling for DGA. The types of compatible plastic tubing are indicated in 4.2.1.4.

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 tests to be carried out and, for DGA, the likely concentration of gas in the sample, the analytical technique and the sensitivity required.

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

4.2.3.2 Sampling procedure

See Figure 6.

- a) The device is connected as shown in Figure 6.
- b) The cocks (2) on the plastic tubing of sampling ampoule (28) are opened and the equipment sampling valve (5) is carefully opened so that oil flows through the sampling ampoule to waste (7). When sampling for DGA, oil should flow under a non-turbulent flow (until there are no air bubbles in the oil), to avoid the formation of bubbles in oil and the stripping of dissolved gases out of oil.
- c) After the sampling ampoule (28) has been completely filled with oil, about 1 l to 2 l are allowed to flow to waste (7).
- 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 4.4).

NOTE: If a glass sampling ampoule 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 ampoule in the event of it being exposed to a rise in ambient temperature. Record on the label that this has been done.

4.2.4 Sampling of oil by flexible metal bottles

4.2.4.1 Sampling equipment

- a) Flexible metal bottles capable of being sealed gas-tight, typically of volume 250 ml to 2,5 l.

Metal bottles should not be soldered, as materials used for soldering may contaminate the oil. Absorption on aluminium surfaces of water contained in oil is possible. Metal bottles made of drawn aluminium or of welded tin are flexible and do not need oil expansion devices. They should be filled completely with oil by pressing on the bottle sides before closing the bottle.

Metal bottles should be closed with a screw cap lined with a non-porous, leak-free gasket compatible with oil. Gaskets should be used only once, not recycled, except if they are lined with aluminium foil on the oil side.

For DGA and water analysis, the porosity of gaskets used should be measured by taking at least 6 samples of oil from a transformer into identical bottles. The hydrogen content of the oil should be at least 100 µl/l. Analyze samples for hydrogen content at intervals over a month, the first being as soon as possible after taking the samples. A bottle and seal design is acceptable if it permits losses of hydrogen of less than 2.5 % per week. Suitable bottles have, for example, screwed plastic caps holding a conical polyethylene (PE) seal or flexible gasket (see Figure 7).

For analytical tests other than DGA and water, the above requirement for gas tightness does not apply.

For mineral oils, gaskets should be made of PE, PTFE or nitrile-butadiene rubber (NBR) (containing more than 30% of nitrile component).

For non mineral oils (e.g., natural and synthetic esters), gaskets should be made of PTFE (not NBR or silicone rubber).

b) Transport containers, designed to protect the bottle during transport.

4.2.4.2 Sampling procedure

See Figure 7a.

a) The sampling valve (5) is carefully opened and about 1 l to 2 l of oil allowed to flow under a laminar flow to waste (7) through the tubing (3) ensuring that all gas bubbles are eliminated before the oil sample is collected and gases are not stripped out of the oil by the oil flow

b) 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 from bottom up. Rinse the bottle with 1/3 of oil then send the oil to waste.

When sampling for DGA, introduce the oil under a continuous, non-turbulent flow, until no gas bubbles are observed in oil when it flows out of the bottle to avoid the formation of bubbles in oil and the stripping of dissolved gases out of oil (otherwise significant gas loss may occur). Filling the bottle should be slow enough to allow laminar flow of oil and as fast as possible to avoid gas loss to (and contamination from) the atmosphere. If the time to fill the bottle exceeds a few minutes, a new sample should be taken.

When sampling for water, strictly follow the recommendations of 4.2.1.3.

c) Allow about two bottle volumes to overflow to waste (7), then withdraw the tubing (3) slowly with the oil still flowing. Slightly squeeze the sides of the bottle so it is entirely filled with oil, then securely close with the cap.

d) Close the sampling valve (5) and disconnect the tubing. Label the sample (see Clause 4.4). Tighten the cap again after the oil has cooled to ambient temperature

4.2.5 Sampling of oil by glass and rigid metal bottles

4.2.5.1 Sampling equipment

a) Glass or rigid metal bottles capable of being sealed gas-tight, typically of volume 250 ml to 2,5 l. Clear glass bottles must be protected from sunlight, so the use of dark bottles is highly recommended. Even so, for samples for DGA, extra protection from light should be provided during transport and storage.

Caps and gaskets described for flexible metal bottles in 4.2.4.1 are suitable for glass and rigid metal bottles.

b) Transport containers, designed to protect the bottle during transportation.

4.2.5.2 Sampling procedure

See Figure 7a.

Sampling procedures are the same as for flexible metal bottles in 4.2.4.2, except that glass and rigid metal bottles should not be filled entirely with oil.

Instead, allow the oil level to fall a few centimetres from the rim so as to leave a small expansion volume of air (typically, 3.5 to 7 ml, or 1.5 to 3 cm of airspace), to allow for oil expansion with increasing temperatures. Fill with no less than 90% of oil to allow for air expansion when temperatures decrease and avoid implosion of the glass bottle. Place the

bottle cap securely in position and label the sample (see Clause 4.4). Indicate the approximate expansion volume of air on the label. Correction for gas loss to the small headspace volume of air in the bottle will be calculated by the laboratory as indicated in Annex D of IEC 60567.

Where transport and storage conditions are not particularly onerous, some companies prefer to have the bottles filled completely and closed lightly finger-tight with a screwed plastic cap having a conical polyethylene seal. In the event of expansion of the oil by heat, these caps act as a non-return valve, allowing a small amount of oil to escape. Where contraction by cooling occurs, the seal will prevent ingress of air. In the latter case, the bottle will need to be warmed up to the sampling temperature to re-dissolve the gases prior to analyzing for dissolved gases.

For other analytical tests, an air space can be left above the oil.

4.2.6 Sampling of oil by plastic bottles

4.2.6.1 Sampling equipment

Plastic bottles should be made of a compatible plastic (see 4.2.1.5), which does not contaminate the oil with additives contained in the plastic. Each new type of plastic bottle should be tested for compatibility with oil. Use of virgin plastic without fillers or pigments is strongly recommended.

Plastic bottles should not be used for DGA, water content and dielectric breakdown. Caps and gaskets described for metal bottles in 4.2.4.1 are suitable for plastic bottles. Moulded all-plastic caps, of suitable composition as above, are suitable.

4.2.6.2 Sampling procedure

See Figure 7a.

Sampling procedures are the same as for flexible metal bottles in 4.2.3.2.

4.3 Storage and transportation of samples

Some of the dissolved oxygen present in the oil sample may be consumed, and hydrocarbons and carbon oxides formed, by oxidation. This reaction is accelerated by exposure to light, therefore sampling devices made of transparent materials (syringes, glass bottles and ampoules) should be protected (for example, by wrapping them in an opaque material or placing them in a box for transportation).

In any case, the analysis should be carried out as soon as possible after sampling to avoid oxidation reactions and gas losses or pick-ups from the sampling devices.

Oil syringes (and other oil sampling devices) may be placed in sealed boxes to fully eliminate the risk of formation of bubbles in important DGA oil samples during transportation in planes, due to reduced pressure and over-saturation of gases in the oil. Customs officers may open such boxes but will close them after inspection.

4.4 Labeling 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 or other equipment	Sampling
- customer	- sampling date
- location	- sampling point
- identification number	- sampling person
- manufacturer	- reason for analysis (routine or other)
- general type (transformer (generation or transmission, instrument, industrial), reactor, cable, switchgear, etc)	- transformer non-energized, off-load energized or on-load
- rated MVA	- oil temperature when sampling
- main voltage	- humidity: Dry – Wet- Fog - Indoors
- type of OLTC	
- date of commissioning	
	Oil
- type of oil (mineral or non-mineral)	- weight of oil
- product name	- 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
- for water in oil analysis, temperature of oil at the sampling point (measured in the waste bucket), and whether or not the fans and pumps are running (to be able to calculate the relative humidity of oil)
- time of sampling where more than one sample is taken

Annex A Procedure for sampling at intermediate levels (Making up of the average sample)

A.1 Use of the thief dipper (Figure 1) (see 4.1.4.1.b)

The thief dipper is immersed to the required depth. The chain attached to the central rod is then pulled, care being taken that vertical displacement of the rod does not exceed 50 mm. The dipper then fills; filling is complete when no more air bubbles escape. The dipper is then withdrawn and its contents poured into the mixing container.

A.2 Use of the pipette (Figure 3) (see 4.1.4.2)

The pipette is immersed to the required depth.

A.3 Use of the siphon (Figure 4) (see 4.1.4.2)

The siphon is immersed to the required depth.

General remark

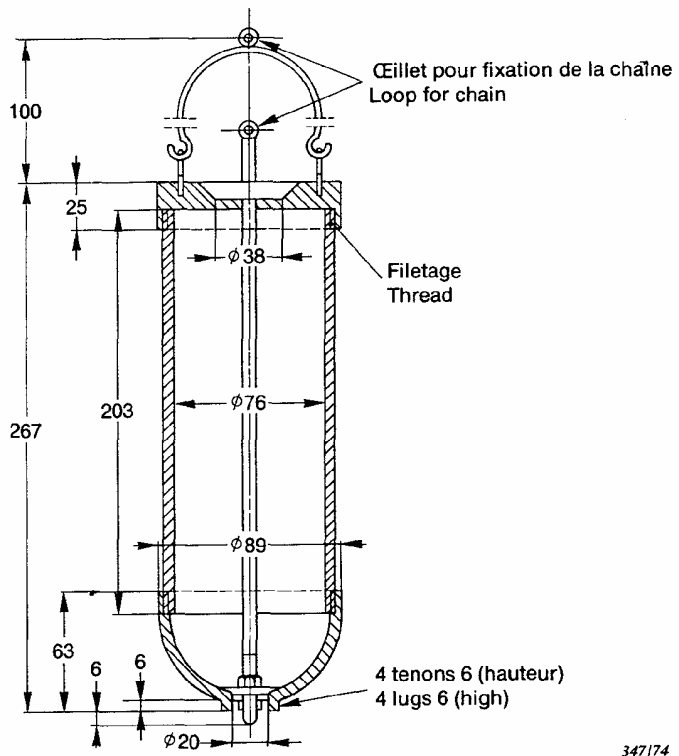
The samples taken at intermediate levels for making up the average sample are transferred in the mixing container for collecting the samples as soon as they are taken. The mixture is then used to fill sampling bottles.

**Annex B
(informative)**

**Procedure for testing the integrity of the syringes
before filling with oil (see Figure 5)**

- a) Move the stopcock to open position (position B or C).
- b) Press the piston fully into the syringe.
- c) Close the stopcock by adjusting in position A.
- d) Try to pull the piston from the syringe and hold it under tension for about 30 seconds.
- e) After releasing the piston, it should return in the original position.
- f) Move the stopcock again to open position (position B or C).
- g) Quickly press the piston fully into the syringe.
- 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 new ones.

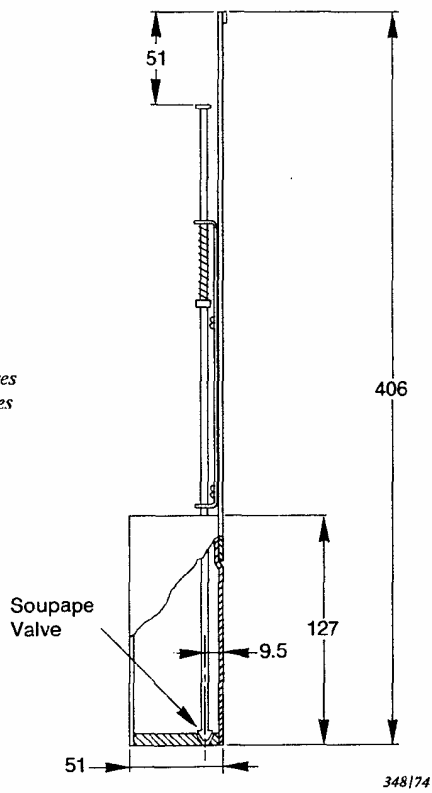
*Dimensions en millimètres
Dimensions in millimetres*



347174

Figure 1 – Thief dipper

*Dimensions en millimètres
Dimensions in millimetres*



348174

Figure 2 – Cream dipper

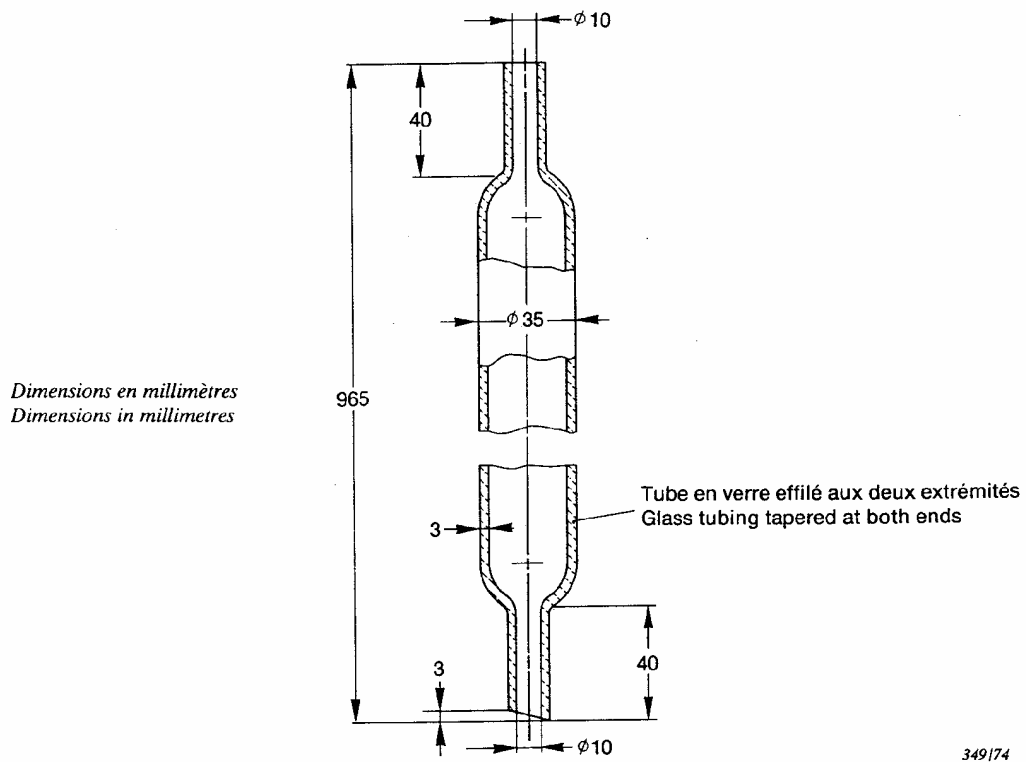


Figure 3 – Pipette

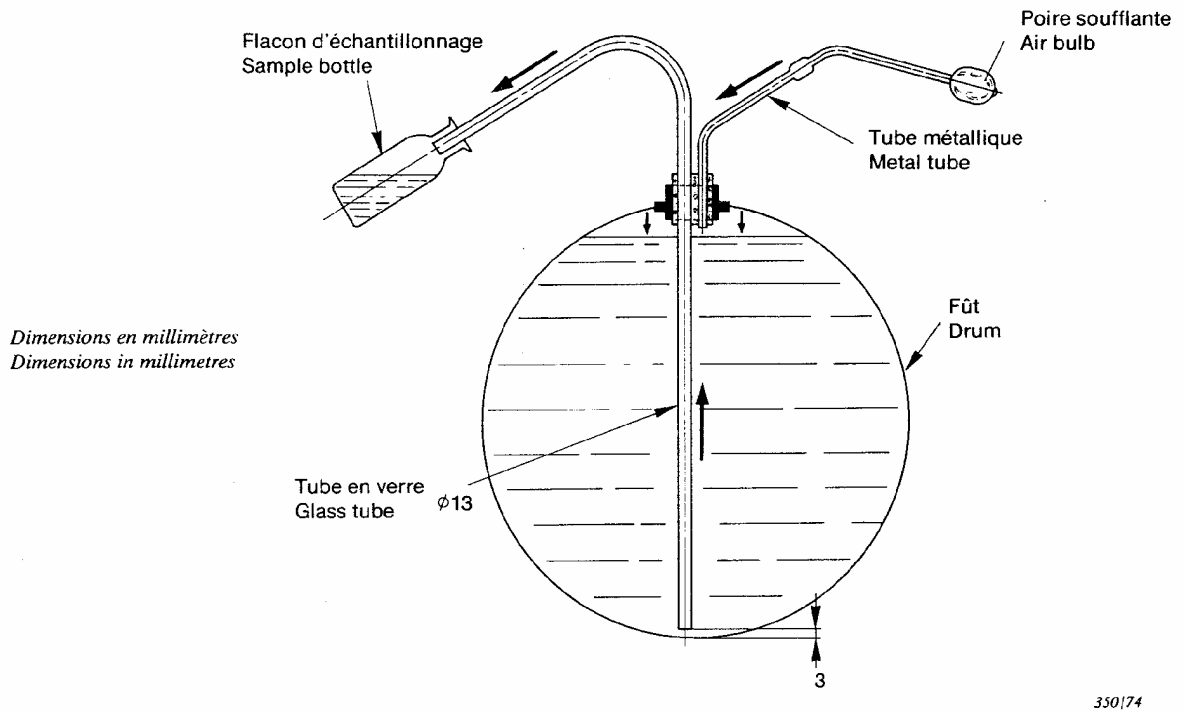
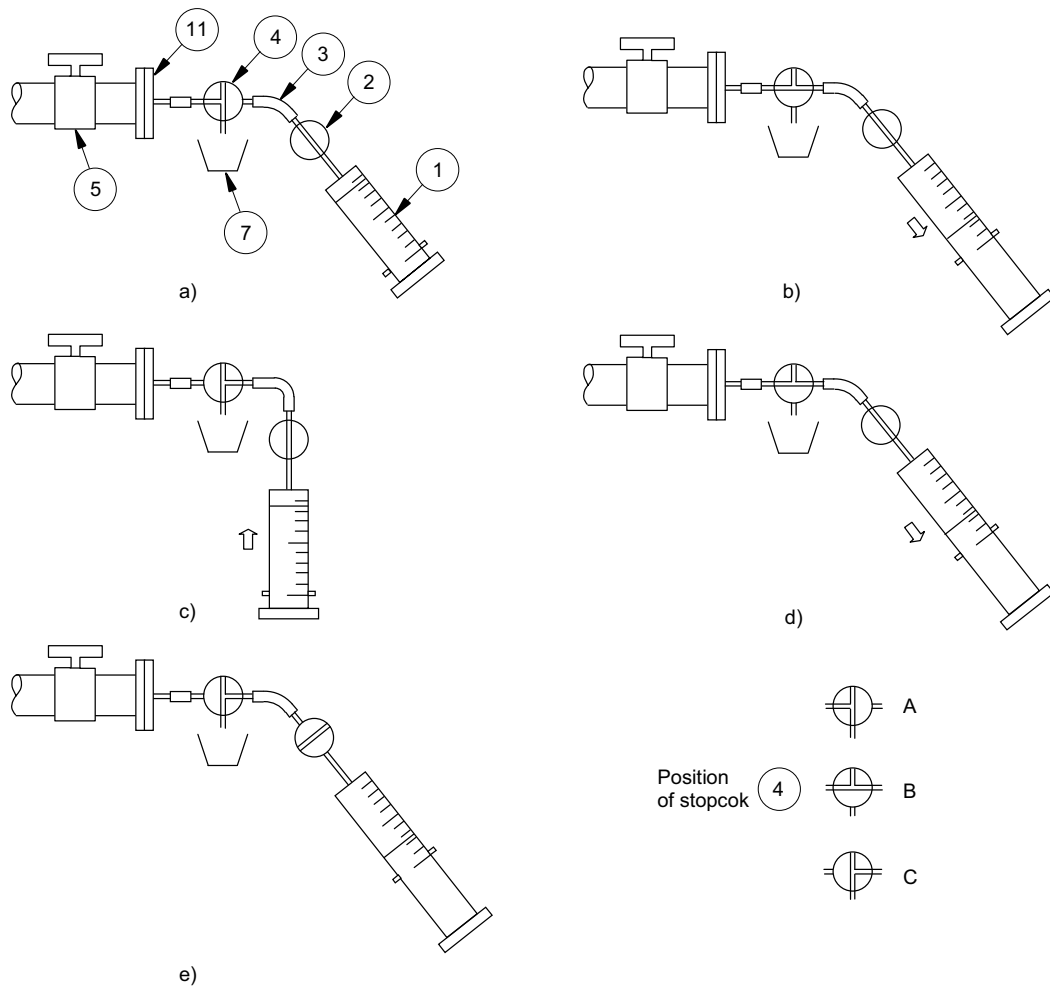
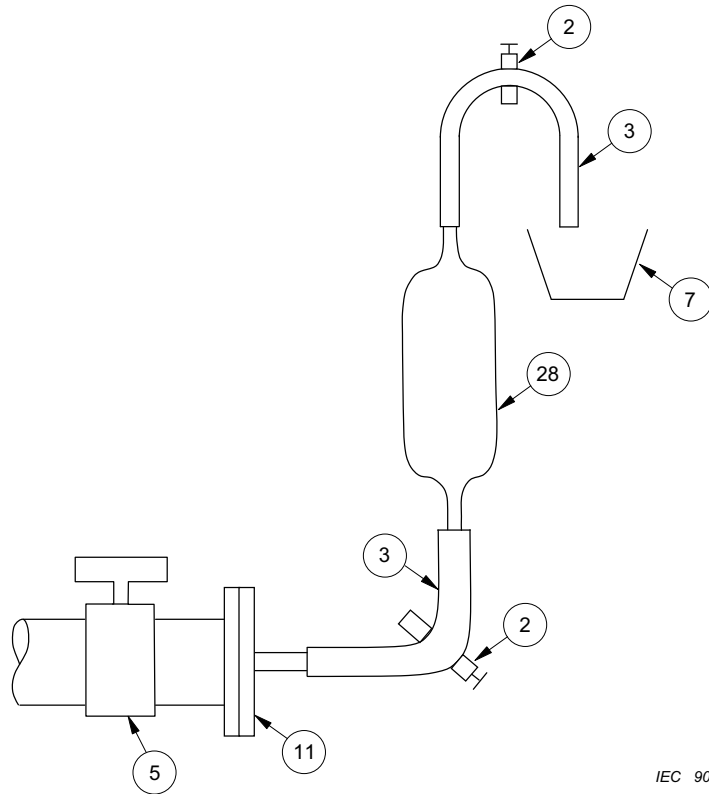


Figure 4 – Siphon



IEC 908/05

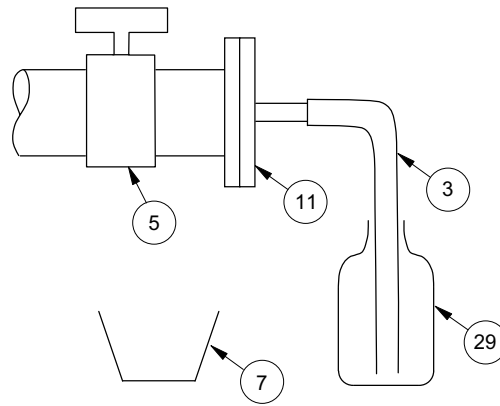
Figure 5 – Sampling of oil by syringe



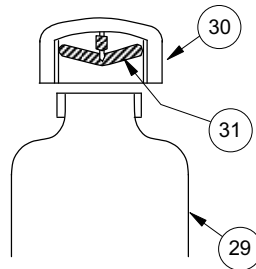
Key

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

Figure 6 – Sampling of oil by ampoule



a) Example of sampling by bottle



b) Example of seal cap for bottle

IEC 910/05

Key

- | | | | |
|----|----------------------------|----|--------------------------------|
| 3 | Flexible 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 7 – Sampling of oil by bottle