

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
60628**

Deuxième édition
Second edition
1985-01

**Gassing des isolants liquides
sous contrainte électrique et ionisation**

**Gassing of insulating liquids
under electrical stress and ionization**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60628: 1985

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- Catalogue des publications de la CEI
Publié annuellement et mis à jour régulièrement (Catalogue en ligne)*
- Bulletin de la CEI
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI).

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- IEC web site*
- Catalogue of IEC publications
Published yearly with regular updates (On-line catalogue)*
- IEC Bulletin
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV).

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60628

Deuxième édition
Second edition
1985-01

**Gassing des isolants liquides
sous contrainte électrique et ionisation**

**Gassing of insulating liquids
under electrical stress and ionization**

© IEC 1985 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembe Geneva, Switzerland
e-mail: inmail@iec.ch IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

Q

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

Publication 628 de la CEI
(Deuxième édition - 1985)

Gassing des isolants liquides sous
contrainte électrique et ionisation

IEC Publication 628
(Second edition - 1985)

Gassing of insulating liquids under
electrical stress and ionization

C O R R I G E N D U M 1

Correction du texte anglais seulement.

Correction of the English text only.

Page 17

Page 17

au lieu de:

instead of:

13.1.1 Glass cell precision bore (see Figure 4) made of borosilicate glass tubing with permittivity of 5 ± 0.2 (at 50 Hz and 80 °C) and dimensions as follows:

lire:

read:

13.1.1 Glass cell precision bore (see Figure 4) made of borosilicate glass tubing with a relative permittivity of 5 ± 0.2 (at 50 Hz and 80 °C) and dimensions as follows:

Octobre 1986

October 1986

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60628:1985

SOMMAIRE

PRÉAMBULE	Pages 4
PRÉFACE	4

SECTION UN — GÉNÉRALITÉS

Articles

1. Domaine d'application	6
2. Remarques générales sur les méthodes	6

SECTION DEUX — MÉTHODE A

3. Résumé de la méthode	8
4. Appareillage	8
5. Réactifs	10
6. Préparation de l'appareillage	10
7. Mode opératoire	12
8. Calcul des résultats	14
9. Nombre d'essais	14
10. Rapport	14
11. Fidélité	14

SECTION TROIS — MÉTHODE B

12. Résumé de la méthode	16
13. Appareillage	16
14. Réactifs	20
15. Préparation de l'appareillage	20
16. Mode opératoire	22
17. Calcul des résultats	24
18. Nombre d'essais	24
19. Rapport	24
20. Fidélité	26
FIGURES	28

CONTENTS

FOREWORD	Page 5
PREFACE	5

SECTION ONE — GENERAL

Clause

1. Scope	7
2. General notes on the methods	7

SECTION TWO — METHOD A

3. Outline of method	9
4. Apparatus	9
5. Reagents	11
6. Preparation of the apparatus	11
7. Procedure	13
8. Calculation of the results	15
9. Number of tests	15
10. Report	15
11. Precision	15

SECTION THREE — METHOD B

12. Outline of method	17
13. Apparatus	17
14. Reagents	21
15. Preparation of apparatus	21
16. Procedure	23
17. Calculation of the results	25
18. Number of tests	25
19. Report	25
20. Precision	27

FIGURES	28
-------------------	----

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

GASSING DES ISOLANTS LIQUIDES SOUS CONTRAINTE ÉLECTRIQUE ET IONISATION

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Sous-Comité 10A: Huiles isolantes à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes n° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette publication est la deuxième édition de la Publication 628 de la CEI.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

Règle des Six Mois	Rapport de vote
10A(BC)53	10A(BC)60

Pour de plus amples renseignements, consulter le rapport de vote mentionné ci-dessus.

Autres publications citées:

- | | |
|--------------------------|---|
| Norme ISO 653 (1980): | Thermomètres de précision, sur tige, type long. |
| Norme ISO 4803 (1978): | Verrerie de laboratoire — Tubes en verre borosilicaté. |
| Norme ISO 683/13 (1974): | Aciers pour traitement thermique. aciers alliés et aciers pour décolletage — Partie XIII:
Aciers corroyés inoxydables. |

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**GASSING OF INSULATING LIQUIDS
UNDER ELECTRICAL STRESS AND IONIZATION**

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This standard has been prepared by Sub-Committee 10A: Hydrocarbon Insulating Oils, of IEC Technical Committee No. 10: Fluids for Electrotechnical Applications.

This publication is the second edition of IEC Publication 628.

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

Six Months' Rule	Report on Voting
10A(CO)53	10A(CO)60

Further information can be found in the Report on Voting indicated in the table above.

Other publications quoted:

- ISO Standard 653 (1980): Long Solid-stem Thermometers for Precision Use.
ISO Standard 683/13 (1974): Heat-treated Steels, Alloy Steels and Free-cutting Steels — Part XIII: Wrought Stainless Steels.
ISO Standard 4803 (1978): Laboratory Glassware — Borosilicate Glass Tubing.

GASSING DES ISOLANTS LIQUIDES SOUS CONTRAINTE ÉLECTRIQUE ET IONISATION

SECTION UN — GÉNÉRALITÉS

1. Domaine d'application

La présente norme décrit deux méthodes, utilisant chacune des appareillages différents, pour évaluer la tendance des isolants liquides à émettre ou à absorber des gaz lorsqu'ils sont soumis, dans des cellules ayant des géométries spécifiées, à une contrainte électrique d'intensité suffisante pour provoquer une décharge électrique dans une phase gazeuse où est située une interface huile-gaz.

Les méthodes décrites dans cette norme sont appropriées pour l'établissement de cahiers des charges, la sélection des isolants liquides, le développement de produits et l'assurance qualité.

AVERTISSEMENT! L'attention est attirée sur les réglementations nationales concernant l'utilisation de la haute tension, de l'hydrogène et des solvants.

2. Remarques générales sur les méthodes

- 2.1 Ces méthodes indiquent, suivant les conditions d'essai, si les isolants liquides sont des absorbeurs ou des émetteurs de gaz. Le comportement au gassing d'un isolant liquide est principalement fonction de sa composition chimique, mais des variations de certains paramètres d'essai peuvent modifier les résultats de façon significative.
- 2.2 Ces méthodes peuvent être mises en œuvre en utilisant une variété de phases gazeuses, de températures et de contraintes de tension. Afin d'établir une uniformisation des critères de mesure, des conditions spécifiques d'essai sont spécifiées. L'expérience a montré qu'elles fournissent le plus d'information sur les performances attendues d'un diélectrique liquide dans un matériel électrique en cas d'ionisation.

Actuellement, et quoiqu'il soit généralement admis que l'absorptivité d'un imprégnant liquide présente un effet positif pour limiter les problèmes liés à l'ionisation dans les systèmes d'isolation imprégnée et travaillant sous contrainte électrique élevée, la corrélation entre les résultats obtenus dans les essais de gassing et le comportement dans les matériels est limitée. Le jugement d'un expert est nécessaire pour l'interprétation des résultats d'essais en relation avec une application donnée.

- 2.3 A l'origine, les deux méthodes ont été conçues pour être appliquées à la gamme des caractéristiques de gassing des huiles minérales isolantes. L'utilisation de ces méthodes pour d'autres liquides peut nécessiter certaines modifications des cellules d'essai.

GASSING OF INSULATING LIQUIDS UNDER ELECTRICAL STRESS AND IONIZATION

SECTION ONE — GENERAL

1. Scope

This standard describes two procedures each using different apparatus to measure the tendency of insulating liquids to evolve or absorb gas when subjected, in cells having specific geometries, to electrical stress of sufficient intensity to cause an electric discharge through a gas phase in which a gas-oil interface is located.

The methods described in this standard are suitable for purchase specifications, general selection of insulating liquids, product development and quality assurance.

WARNING! Attention is called to national regulations associated with the use of high voltage, hydrogen and solvents.

2. General notes on the methods

- 2.1 These methods indicate whether insulating liquids are gas absorbing or gas evolving under the test conditions. The gassing behaviour of any one insulating liquid is primarily a function of its chemistry but changes in certain test parameters can modify the results significantly.
- 2.2 These methods can operate under a variety of gas phase, temperature and voltage stress conditions. In order to establish uniform criteria of measurement, specific test conditions are specified which experience has shown to be most informative of the general performance expected from the liquid dielectric in electrical equipment should ionization occur.

At present, however, though it is generally agreed that gas absorbency of the impregnant has a positive effect in minimizing ionization problems in impregnated insulation systems used at high electrical stress, correlation of gassing-cell test results with equipment performance is limited. Engineering judgement is necessary in interpreting the test results in relation to any intended application.

- 2.3 Both methods, have been originally designed for the range of gassing rates characteristic of mineral insulating liquids. The use of these methods with other liquids may require some adaptations in the dimensions of the test cell.

SECTION DEUX — MÉTHODE A

3. Résumé de la méthode

Cette méthode permet de déterminer la tendance au gassing d'un isolant liquide en présence d'hydrogène, le résultat s'exprimant par une vitesse de gassing mesurée pendant une durée d'essai relativement courte.

Après avoir été séché et saturé avec de l'hydrogène, l'isolant liquide et le volume d'hydrogène au-dessus du liquide sont soumis dans la cellule d'essai spécifiée à une contrainte électrique radiale dans les conditions expérimentales suivantes:

- tension: 10 kV;
- fréquence: 50 Hz ou 60 Hz;
- température: 80 °C;
- durée de l'essai: 120 min à 50 Hz ou 100 min à 60 Hz.

La vitesse d'émission ou d'absorption des gaz, résultant de réactions à l'interface liquide-gaz, est exprimée en variation de volume par unité de temps et calculée à partir de la variation de pression dans le temps.

4. Appareillage

4.1 Ensemble cellule de gassing et burette à gaz

La cellule de gassing, représentée à la figure 1, page 28, dont les dimensions sont données à la figure 2, page 29, est constituée des éléments suivants:

- Une cellule en verre borosilicaté dont la permittivité relative est de $5 \pm 0,2$ à 80 °C mesurée à une fréquence donnée (50 Hz ou 60 Hz). La partie sous contrainte est constituée d'un tube de précision à paroi mince, sélectionné et répondant à la Norme ISO 4803. Le diamètre intérieur est de $16 \pm 0,2$ mm, le diamètre extérieur de $18 \pm 0,2$ mm. Cette cellule possède une électrode extérieure (terre) de 60 mm de haut, réalisée à l'aide d'une peinture à l'argent résistant aux solvants, pourvue d'une fente verticale permettant d'observer le niveau d'huile et d'une tresse en cuivre pour la liaison à la terre.
- Une électrode creuse pour la haute tension, faite d'un tube en acier inoxydable n° 11 selon Norme ISO 683/XIII, de diamètre extérieur $10 \pm 0,1$ mm, sans soudure, rectifié et contenant un tube capillaire en acier inoxydable de 1,0 mm de diamètre pour le passage du gaz.

L'électrode est supportée et centrée par un rodage mâle 24/29 en polytétrafluoréthylène, évidé et usiné avec précision.

L'électrode est surmontée d'une vanne à aiguille (E), d'ouverture 3,0 mm pour l'entrée du gaz.

Note. — Après plusieurs essais à 80 °C, il est conseillé de vérifier la forme du rodage en polytétrafluoréthylène parce qu'il peut se déformer et ne plus être étanche.

- Une burette à gaz (figure 1) comprenant un tube en verre borosilicaté d'un diamètre extérieur de 7 mm, avec une échelle gravée (mm), un rodage conique en verre 10/19 (G) pour la liaison à la cellule de gassing, un robinet de dérivation (D) et trois ampoules en verre (A, B et C). La relation entre la lecture (mm) et le volume (mm³) doit être connue.

Note. — Pour les liquides fortement absorbants, il est nécessaire d'utiliser une burette à gaz de plus grand volume.

SECTION TWO — METHOD A

3. Outline of method

This method determines the gassing tendency of an insulating liquid under a hydrogen atmosphere and expresses the results in terms of gassing rate over a relatively short test period.

After being dried and saturated with hydrogen gas, the insulating liquid and the hydrogen pocket above the liquid are subjected in the specified cell to a radial electrical stress under the following experimental conditions:

- voltage: 10 kV;
- frequency: 50 Hz or 60 Hz;
- temperature: 80 °C;
- test duration: 120 min at 50 Hz or 100 min at 60 Hz.

The rate of evolution or absorption of gas resulting from reactions at the gas-oil interface, is calculated as volume per unit of time from changes in pressure with time.

4. Apparatus

4.1 Gassing-cell and gas-burette assembly

The gassing-cell illustrated in Figure 1, page 28, with dimensions given in Figure 2, page 29, consists of the following components:

- Cell made of borosilicate glass with a relative permittivity of 5 ± 0.2 at 80 °C measured at a stated frequency (50 Hz or 60 Hz). The part under stress is constructed of 16 ± 0.2 mm inside diameter and 18 ± 0.2 mm outside diameter precision selected lightwall tubing according to ISO Standard 4803. This cell has an outer electrode (earth) 60 mm high made of solvent-resistant silver paint with a vertical slit for observing the oil level and a copper band for earth connection.
- Hollow high-voltage electrode made of 10 ± 0.1 mm outside diameter centreless-ground and polished stainless steel seamless tubing No. 11 according to ISO Standard 683/XIII and containing a 1.0 mm stainless steel capillary tubing as a gas passage.

The electrode shall be supported and centred by a precision machined 24/29 recessed polytetrafluoroethylene plug.

A 3.0 mm needle valve (E) with gas inlet is on top of the electrode.

Note. — After repeated tests at 80 °C, the shape of the polytetrafluoroethylene plug should be checked because it may deform and no longer be leak-tight.

- Gas burette (Figure 1) made of 7 mm outside diameter borosilicate glass tubing with an etched scale (mm), tapered glass joint 10/19 (G) for connecting to the gassing-cell, a by-pass stopcock (D) and three glass bulbs (A, B and C). The correlation between the reading (mm) and the volume (mm³) must be known.

Note. — Increased capacity of gas-burette is required for highly gas absorbing liquids.

4.2 *Système de chauffage*

Bain d'huile transparent, de préférence rempli de liquide silicone, équipé d'une régulation thermostatique et d'un système de circulation d'huile qui permettent de maintenir le bain à $80 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Le bain peut être pourvu d'un système approprié pour supporter l'ensemble cellule de gassing et burette à gaz.

Note. — La haute tension devra être interrompue automatiquement au moyen d'interrupteurs de sécurité, en cas de manque d'huile de remplissage. Le bain peut être pourvu d'un dispositif permettant un refroidissement rapide après l'essai.

4.3 *Ecran protecteur transparent*

Ecran protecteur, muni d'interrupteurs de sécurité pour protéger l'opérateur du contact avec des pièces sous haute tension.

4.4 *Transformateur haute tension*

La conception et les dimensions du transformateur et de son équipement de commande doivent être telles qu'avec la cellule de gassing remplie dans le circuit, le facteur de crête (rapport de la valeur de crête à la valeur efficace) de la tension d'essai ne diffère pas de plus de $\pm 5\%$ de celui d'une onde sinusoïdale pendant que l'on applique $10 \text{ kV} \pm 2\%$.

4.5 *Thermomètre*

Tout thermomètre permettant de mesurer une température de $80 \pm 0,1^\circ\text{C}$ (par exemple: Norme ISO 653 - STL/0.1/60/85).

4.6 *Seringue*

Seringue appropriée en verre, d'un volume de 10 cm^3 .

5. **Réactifs**

- 5.1 Hydrogène de teneur en oxygène inférieure à $10 \text{ mm}^3/\text{dm}^3$ et de teneur en eau inférieure à $2 \text{ mm}^3/\text{dm}^3$ provenant d'une bouteille munie d'un détendeur à double détente et d'une vanne de réglage fin du débit.
- 5.2 Dibutyle phthalate, qualité technique.
- 5.3 1,1,1-trichloroéthane, qualité technique.
- 5.4 n-heptane, réactif pour analyse.
- 5.5 Graisse silicone pour vide.

6. **Préparation de l'appareillage**

Remarque générale:

La tendance au gassing des liquides peut être fortement influencée par les solvants. Il est donc important que toute trace de solvant soit éliminée à la fin de l'opération de nettoyage.

4.2 *Heating device*

A transparent oil bath, preferably filled with silicone liquid, with thermostatic control and liquid circulating system to maintain the bath medium at $80 \pm 0.5^\circ\text{C}$. The bath may be equipped with suitable supports for holding the gassing-cell and gas burette.

Note. — If the level of the oil filling drops below a defined minimum, the high voltage should be disconnected automatically by safety switches. The bath may be provided with an effective circulating cooling system to allow rapid cooling after the test.

4.3 *Transparent safety shield*

Fitted with safety electrical interlock switches to protect the operator from parts under high voltage.

4.4 *High-voltage transformer*

The transformer and its controlling equipment shall be of such size and design that, with a filled gassing-cell in the circuit, the peak factor (ratio of peak value to r.m.s. value) of the test voltage shall not differ by more than $\pm 5\%$ from that of a sinusoidal wave while maintaining $10\text{ kV} \pm 2\%$.

4.5 *Thermometer*

Any convenient thermometer for measuring a temperature of $80 \pm 0.1^\circ\text{C}$ (e.g. ISO Standard 653 - STL/0.1/60/85).

4.6 *Syringe*

A convenient glass syringe, volume 10 cm^3 .

5. **Reagents**

5.1 Hydrogen with oxygen content less than $10\text{ mm}^3/\text{dm}^3$ and water content less than $2\text{ mm}^3/\text{dm}^3$ from a cylinder with two-stage pressure reducer and a fine flow regulator.

5.2 Dibutyl phthalate, technical grade.

5.3 1,1,1-trichloroethane, technical grade.

5.4 n-heptane, analytical grade.

5.5 Silicone vacuum grease.

6. **Preparation of the apparatus**

General remark:

As the gassing tendency of liquids may be strongly influenced by solvents, it is important that no traces of solvent remain after the cleaning procedure.

- 6.1 Nettoyer d'abord l'intérieur et l'extérieur de la cellule en verre, en rinçant avec du 1,1,1-trichloroéthane, ensuite avec du n-heptane. Ensuite, remplir à nouveau la cellule avec du n-heptane et frotter avec une brosse dure en fibres de polyamide pour éliminer les dépôts de l'essai précédent.

Introduire dans le rodage (G) une brosse plus petite et éliminer la graisse silicone, en prenant soin de ne pas introduire de graisse dans la cellule. Rincer à nouveau avec du n-heptane et sécher à l'air comprimé propre.

Vérifier l'état de l'électrode en peinture à l'argent, et effectuer des retouches si nécessaires.

- 6.2 Nettoyer l'électrode creuse en soufflant de l'air comprimé propre dans le tube capillaire, éliminer l'huile de l'électrode en rinçant avec du 1,1,1-trichloroéthane et éliminer tout dépôt avec du papier mousseline.

Polir le corps en acier inoxydable de l'électrode avec un dispositif approprié tel qu'un disque de polissage; éliminer soigneusement le produit de polissage à l'aide d'un papier mousseline imbibé de 1,1,1-trichloroéthane. Rincer à nouveau avec du 1,1,1-trichloroéthane, ensuite avec du n-heptane. Sécher en soufflant avec de l'air comprimé, achever le séchage dans une étuve à 80 °C.

- 6.3 Appliquer un léger film de graisse silicone sur la carotte du robinet (D) et sur le rodage normalisé (G), assembler la cellule en verre et la burette, mais ne pas introduire l'électrode dans la cellule en verre.

- 6.4 Remplir la burette jusqu'à mi-hauteur avec du dibutyle phtalate.

- 6.5 Nettoyer la seringue avec du n-heptane, ensuite sécher en soufflant de l'air comprimé.

7. Mode opératoire

- 7.1 Filtrer environ 10 cm³ de l'échantillon d'huile sur un papier filtre préalablement séché et introduire rapidement dans la cellule en verre 5 ± 0,1 cm³ d'huile filtrée au moyen de la seringue hypodermique.
- 7.2 Enduire légèrement le rodage en polytétrafluoréthylène de l'électrode au moyen de l'huile à essayer pour le rendre étanche au gaz et introduire l'électrode dans la cellule en verre.
- 7.3 Vérifier la température du bain qui doit être maintenue à 80 ± 0,5 °C pendant l'essai.
- 7.4 Suspendre l'ensemble cellule de gassing et burette à gaz dans le bain d'huile jusqu'au niveau indiqué dans la figure 1, page 28, et assurer la liaison de l'électrode extérieure à la terre.
- 7.5 Raccorder l'arrivée et la sortie de gaz. La sortie de gaz doit déboucher à l'extérieur du bâtiment, soit directement, soit par l'intermédiaire d'une hotte.
- 7.6 Fermer le robinet (D) et ouvrir la vanne (E), laisser barboter le gaz saturant dans l'huile à essayer et dans le liquide manométrique à un débit constant de 3 dm³/h pendant 60 min.
- 7.7 Ouvrir le robinet (D) et laisser barboter le gaz saturant dans l'huile à essayer pendant encore 5 min.
- 7.8 Après 65 min de barbotage, fermer la vanne (E) et ensuite le robinet (D), s'assurer que le liquide est au même niveau dans les deux branches de la burette.

- 6.1 Clean the glass cell by first rinsing it inside and outside with 1,1,1-trichloroethane then with n-heptane. Then, refill the cell with n-heptane and scrub with a stiff brush of polyamide fibres to remove deposits from previous test.

Insert a smaller brush into the tapered joint (G) and scrub out silicone grease, taking care that none of the grease enters the cell. Again rinse with n-heptane and blow dry with clean compressed air.

Check the painted-on silver electrode, and touch up if necessary.

- 6.2 Clean the hollow electrode by blowing out the capillary tube with clean compressed air, rinsing the oil off the entire electrode with 1,1,1-trichloroethane and wiping off any deposit with tissue paper.

Polish the surface of the stainless steel shaft of the electrode with a suitable device, such as a buffing wheel; wipe off the buffing compound carefully with tissue paper moistened with 1,1,1-trichloroethane. Rinse again first with 1,1,1-trichloroethane, then with n-heptane. Blow dry with clean compressed air and complete drying in an oven at 80 °C.

- 6.3 Apply a light coat of silicone vacuum grease to the stopcock (D) and the standard tapered joint (G) and assemble the glass cell and burette, but do not insert the electrode into the glass cell.

- 6.4 Fill the burette to the half-full mark with dibutyl phthalate.

- 6.5 Clean the syringe with n-heptane then blow dry with compressed air.

7. Procedure

- 7.1 Filter about 10 cm³ of the oil sample through a previously dried filter paper and rapidly introduce 5 ± 0.1 cm³ of the filtered oil into the glass cell by means of the hypodermic syringe.
- 7.2 Lightly coat the polytetrafluoroethylene plug of the electrode with the test liquid (to act as a gas-seal) and insert the electrode into the glass cell.
- 7.3 Check the bath temperature, which shall be maintained at 80 ± 0.5 °C during the test.
- 7.4 Suspend the gassing-cell and gas burette assembly in the oil bath at the level indicated in Figure 1, page 28, and connect the lead from the outside electrode to earth.
- 7.5 Attach the gas inlet and outlet connections. The gas outlet should lead outside the building, either directly or through a fume hood.
- 7.6 Close the stopcock (D) and open the valve (E) to allow the saturating gas to bubble through the test oil and the burette liquid at a steady rate of 3 dm³/h for 60 min.
- 7.7 Open the stopcock (D) and continue bubbling the saturating gas through the test oil for an additional 5 min.
- 7.8 After a total of 65 min of gas bubbling, first close the valve (E) and then the stopcock (D), making certain the liquid levels in the two legs of the burette are equal.

- 7.9 Raccorder la haute tension à l'électrode centrale.
- 7.10 Mettre en place l'écran de protection transparent et noter le niveau du liquide dans la burette après avoir contrôlé la température du bain.
- 7.11 Enclencher la haute tension et ajuster à 10 kV.
- 7.12 Noter l'heure et le niveau du liquide dans la burette, contrôler la réaction de gassing à travers la fente de l'électrode extérieure.
- 7.13 Après 10 min, noter le niveau du liquide dans la burette.
- 7.14 Après 120 min (à 50 Hz) ou 100 min (à 60 Hz) supplémentaires, noter de nouveau le niveau du liquide dans la burette et ensuite déconnecter la haute tension.

8. Calcul des résultats

Calculer la tendance au gassing, en présence d'hydrogène, de la manière suivante:

$$G = (B_{130 \text{ (ou } 110)} - B_{10}) K/t$$

où:

- G = tendance au gassing, en millimètres cubes par minute
 $B_{130 \text{ (ou } 110)}$ = niveau dans la burette, en millimètres, après 130 (ou 110) min d'essai
 B_{10} = niveau de la burette, en millimètres, après 10 min d'essai
 K = constante de la burette = millimètres cubes par millimètre de hauteur dans la burette
 t = durée de l'essai pour calculer la vitesse de gassing
 $t \text{ (min)} = 130 - 10 = 120 \text{ min si } 50 \text{ Hz}$
 $t \text{ (min)} = 110 - 10 = 100 \text{ min si } 60 \text{ Hz}$

La valeur de G est positive si du gaz est libéré et négative si du gaz est absorbé.

9. Nombre d'essais

Deux essais sont effectués.

10. Rapport

Le rapport doit comporter ce qui suit:

- Publication 628 de la CEI — Méthode A;
- degré de gassing (mm^3/min), moyenne des deux mesures;
- tension d'essai;
- la tension d'essai (50 Hz ou 60 Hz);
- température d'essai;
- durée de l'essai;
- phase gazeuse.

11. Fidélité

Répétabilité:

Les résultats devront être considérés comme suspects s'ils diffèrent du plus de $0,3 + 0,26|G|$. ($|G|$ est la valeur absolue de la moyenne arithmétique des deux résultats exprimés en millimètres cubes par minute).

Note. — Les résultats obtenus avec des huiles au comportement indifférent n'atteignent pas une telle répétabilité.

- 7.9 Connect the high-voltage lead to the centre electrode.
- 7.10 Place the transparent safety shield in position and take the burette reading after checking the bath temperature.
- 7.11 Turn on the high-voltage and adjust to 10 kV.
- 7.12 Record the time and the burette level and check the observation slit on the outer electrode for onset of the gassing reaction.
- 7.13 After 10 min, record the burette level.
- 7.14 After an additional 120 min (if 50 Hz) or 100 min (if 60 Hz) again record the burette level and then turn off the high-voltage.

8. Calculation of the results

Calculate the gassing tendency in the presence of hydrogen as follows:

$$G = (B_{130 \text{ (or } 110)} - B_{10}) K/t$$

where:

- G = gassing tendency, in cubic millimetres per minute
- $B_{130 \text{ (or } 110)}$ = burette reading, in millimetres, at 130 (or 110) min of test
- B_{10} = burette reading, in millimetres, at 10 min of test
- K = burette constant = cubic millimetres per millimetre burette reading
- t = test time of computed gassing rate
 - $t \text{ (min)} = 130 - 10 = 120 \text{ min if } 50 \text{ Hz}$
 - $t \text{ (min)} = 110 - 10 = 100 \text{ min if } 60 \text{ Hz}$

Value of G will be positive if gas is evolved and negative if gas is absorbed.

9. Number of tests

Tests should be run in duplicate.

10. Report

The report shall include the following:

- IEC Publication 628 — Method A;
- gassing tendency (mm^3/min), mean value of duplicate tests;
- test voltage;
- test voltage frequency (50 Hz or 60 Hz);
- test temperature;
- test duration;
- gas phase.

11. Precision

Repeatability:

The results should be considered suspect if they differ by more than $0.3 + 0.26|G|$ (where $|G|$ is the absolute value of the average of the duplicate results in cubic millimetres per minute).

Note. — Results on oils which are about neutral, will not achieve this repeatability.

SECTION TROIS — MÉTHODE B

12. Résumé de la méthode

Cette méthode permet de déterminer les caractéristiques de gassing d'un isolant liquide. Les résultats sont exprimés en variation de volume de la phase gazeuse pour une durée d'essai spécifiée.

Après avoir été séché et saturé avec de l'azote, l'isolant liquide et un volume d'azote au-dessus du liquide sont soumis dans la cellule spécifiée à une contrainte électrique radiale dans les conditions expérimentales suivantes:

- Tension: 12 kV;
- Fréquence: 50 Hz ou 60 Hz;
- Température: 80 °C;
- Durée de l'essai: 18 h à 50 Hz ou
15 h à 60 Hz.

La caractéristique la plus significative de cette cellule est le faible volume de gaz en contact avec le liquide, de sorte que les différents produits gazeux libérés au cours des étapes initiales du gassing peuvent modifier de façon significative la composition chimique de la phase gazeuse et influencer à la fois les vitesses et l'effet des différentes réactions se produisant à l'interface huile-gaz.

La quantité de gaz absorbée ou émise est déduite des variations de volume de gaz observées.

13. Appareillage

13.1 Ensemble cellule de gassing et burette à gaz

La cellule de gassing est représentée à la figure 3, page 30; les dimensions sont données aux figures 4 et 5, pages 31 et 32, elle comprend les éléments suivants:

13.1.1 Une cellule constituée d'un tube en verre borosilicaté rectifié (voir figure 4) dont la permittivité relative est de $5 \pm 0,2$ (à 50 Hz et 80 °C) et dont les dimensions sont les suivantes:

- longueur du tube: 180 ± 1 mm;
- diamètre intérieur du tube: $16 \pm 0,02$ mm;
- diamètre extérieur du tube: $20,8 \pm 0,02$ mm.

La surface intérieure est polie au feu, la surface extérieure rectifiée est polie mécaniquement. Le tube est muni à une extrémité d'un fond en verre, de même composition que celle du tube, soudé à angle droit sur celui-ci, poli mécaniquement et transparent, et d'une épaisseur de $6 \pm 0,1$ mm.

Le fond du tube est pourvu d'un cône de centrage dont le diamètre de la base est de 4 mm et l'angle au sommet de 90 °.

L'extrémité ouverte du tube est pourvue d'un petit rebord extérieur.

13.1.2 Une électrode extérieure (haute tension) en feuille d'aluminium:

- épaisseur de la feuille: 0,1 mm;
- hauteur de la feuille: 110 mm.

SECTION THREE — METHOD B

12. Outline of method

This method determines the gassing characteristics of an insulating liquid and expresses the results in terms of the change in gas volume after a specified test period.

After being dried and saturated with nitrogen gas, the insulating liquid and a nitrogen pocket above the liquid are subjected in the specified cell to a radial electrical stress under the following conditions:

- Voltage: 12 kV;
- Frequency: 50 Hz or 60 Hz;
- Temperature: 80 °C;
- Test duration: 18 h at 50 Hz or
15 h at 60 Hz.

The most significant single feature of the cell is the limited gas volume in contact with the liquid. Because of this factor, gaseous species evolved during the early stages of the gassing test can substantially modify the chemical nature of the gas phase and consequently influence both the rates and the net effect of competitive reactions at the oil-gas interface.

The quantity of gas absorbed or evolved is obtained from the observed changes in gas volume.

13. Apparatus

13.1 *Gassing-cell and burette assembly*

The gassing-cell shown in Figure 3, page 30, with dimensions as given in Figures 4 and 5, pages 31 and 32, consists of the following components:

13.1.1 Glass cell precision bore (see Figure 4) made of borosilicate glass tubing with permittivity of 5 ± 0.2 (at 50 Hz and 80 °C) and dimensions as follows:

- tube length: 180 ± 1 mm;
- tube inside diameter: 16 ± 0.02 mm;
- tube outside diameter: 20.8 ± 0.02 mm.

The inner surface is fire-polished, the outside surface ground and machine-polished. The tube is provided with a machine-polished, optically clear plane bottom plate 6 ± 0.1 mm thick, fused on square with tube axis and made of glass of the same composition as the tube.

A centring cone groove let into the bottom plate has a base of 4 mm and an angle of 90° at the tip of the corner.

The open end of the tube has a small beaded rim.

13.1.2 Outer (high voltage) electrode made of aluminium foil:

- foil thickness: 0.1 mm;
- foil width: 110 mm.

La feuille est enroulée autour du tube, l'arête supérieure affleurant le bord du fond du tube. Elle est fixée d'une manière appropriée (par exemple au moyen d'un ruban de plastique adhésif).

La liaison entre la feuille d'aluminium et la haute tension est assurée au moyen d'une tresse de cuivre se terminant par une pince.

- 13.1.3 Une électrode interne (terre), voir figure 5, page 32, faite en acier de décolletage, usinée avec précision et polie suivant les dimensions données à la figure 5.

Le cône de centrage, en saillie sur la face supérieure de l'électrode, possède une base de 4 mm de diamètre et un angle au sommet de 90°. La pointe est légèrement arrondie.

Tous les angles sont légèrement arrondis et la surface de l'électrode ne présente aucune bavure, griffure ou autre défaut. L'électrode doit être manipulée avec le plus grand soin et toujours déposée sur des surfaces recouvertes de papier-filtre.

Il est conseillé d'utiliser des joints toriques de diamètre intérieur 11,3 mm et de 2,4 mm d'épaisseur, réalisés en un matériau approprié pour assurer l'étanchéité de la cellule.

L'électrode est reliée à la terre au moyen d'une tresse en cuivre se terminant par une pince.

Note. — L'acier de décolletage, étiré à froid, a de préférence la composition suivante:

C: max. 0,13%	Si: max. 0,05%	P: max. 0,1%	Mn: 0,6% à 1,2%
S: 0,18% à 0,25%			

- 13.1.4 Une burette à gaz, d'un volume de 20 cm³, et dont l'échelle gravée est graduée de 0,1 en 0,1 cm³:

- diamètre extérieur: 13 mm;
- diamètre intérieur: 11 ± 0,5 mm.

- 13.1.5 Un tube de liaison, en un matériau flexible approprié, de préférence en élastomère fluoré, pour relier l'électrode centrale à la burette à gaz:

- longueur du tube: 150 mm;
- diamètre intérieur du tube: 6 mm;
- épaisseur de paroi: 2 mm.

- 13.1.6 Un tube capillaire en polyéthylène pour introduire le gaz d'essai (azote) dans la cellule en verre:

- longueur du tube: 750 mm;
- diamètre intérieur: 0,4 mm;
- diamètre extérieur: 1,1 mm.

- 13.1.7 Une seringue en verre d'un volume de 5 cm³.

- 13.1.8 Un support (voir figure 6, page 33) de préférence en stratifié de papier-résine avec des vis en polyamide ou en polyméthacrylate de méthyle destiné à maintenir la cellule d'essai:

- a) durant l'assemblage de l'appareillage et le remplissage, en position inversée,
- b) pendant l'essai, dans le bain thermostatique, en position normale.

Le support doit être muni de guides, d'un système de fixation à ressort pour la cellule de gassing et d'une plaquette de soutien pour maintenir l'appareil en position centrale correcte. Il doit être aussi muni de douilles pour la liaison à la haute tension et la mise à la terre. La construction est telle qu'elle permet d'appliquer une tension de 20 kV entre les douilles de haute tension et de mise à la terre.

The foil is wound around the tube with its edge terminating flush with the edge of the end plate and fixed by any convenient manner (e.g. by a suitable plastic adhesive tape).

The high voltage supply is connected to the foil by a braided copper lead with a clamp at the end.

- 13.1.3 Inner (earth) electrode (see Figure 5, page 32) made of free-cutting steel, precision machined and polished to the dimensions shown in Figure 5.

The centring cone protruding from the upper face of the electrode has a base of 4 mm diameter and an angle of 90° at the tip of the cone. The tip is slightly rounded.

All edges are slightly rounded and the electrode surface free from burrs, scratches, or other flaws. The electrode shall be handled with great care and only placed on surfaces covered with filter paper.

O-rings made of suitable resistant material, 11.3 mm inside diameter and 2.4 mm thick should be used to seal the cell.

The electrode is earthed by a braided copper lead with a clamp at the end.

Note. — Free-cutting steel, cold drawn, recommended limits of alloying constituents:

C: max. 0.13%	Si: max. 0.05%	P: max. 0.1%	Mn: 0.6% to 1.2%
S: 0.18% to 0.25%			

- 13.1.4 Gas-burette, volume 20 cm^3 , graduated in 0.1 cm^3 , with an etched scale:

- outside diameter: 13 mm;
- inside diameter: $11 \pm 0.5\text{ mm}$.

- 13.1.5 Connecting hose made of suitable resistant flexible material, preferably fluorinated elastomer, for connecting the inner electrode to the gas-burette:

- hose length: 150 mm;
- hose inside diameter: 6 mm;
- wall thickness: 2 mm.

- 13.1.6 Capillary tubing made of polyethylene, for introducing the test gas (nitrogen) into the glass cell:

- tube length: 750 mm;
- tube inside diameter: 0.4 mm;
- tube outside diameter: 1.1 mm.

- 13.1.7 Glass syringe, volume 5 cm^3 .

- 13.1.8 Holding device (see Figure 6, page 33) preferably made of resin-bonded laminated paper with polyamide screws or of polymethylmethacrylate resin, for holding the test tube:

- a) during the filling and assembly of the whole apparatus in the inverse position,
- b) during the test, in the normal position, in the oil bath.

The holding device shall be equipped with guides and a resilient mounting for the gassing-cell, with a spring-loaded thrust plate and a retainer to hold it in a correct central position, and with guides and sockets for the high voltage and earth potential leads. The design shall be such as to withstand a voltage of 20 kV between high voltage and earth sockets.

13.2 *Système de chauffage*

Voir paragraphe 4.2.

13.3 *Ecran protecteur transparent*

Voir paragraphe 4.3.

13.4 *Transformateur haute tension*

La conception et les dimensions du transformateur et de son équipement de commande doivent être telles qu'avec la cellule de gassing remplie dans le circuit, le facteur de crête (rapport de la valeur de crête à la valeur efficace) de la tension d'essai ne diffère pas de plus de $\pm 5\%$ de celui d'une onde sinusoïdale pendant que l'on applique $12 \text{ kV} \pm 2\%$ (valeur efficace).

13.5 *Thermomètre*

Tout thermomètre permettant de mesurer une température de $80 \pm 0,1^\circ\text{C}$ (par exemple: Norme ISO 653-STL/0.1/60/85).

14. **Réactifs**

14.1 1,1,1-trichloroéthane, qualité technique.

14.2 n-heptane, réactif pour analyse.

14.3 Azote, dont la teneur en oxygène est inférieure à $10 \text{ mm}^3/\text{dm}^3$ et la teneur en eau inférieure à $2 \text{ mm}^3/\text{dm}^3$, provenant d'une bouteille munie d'un détendeur à double détente et d'une vanne de réglage fin du débit.

15. **Préparation de l'appareillage**

Remarque générale:

La tendance au gassing des liquides peut être fortement influencée par les solvants. Il est donc important que toute trace de solvant soit éliminée à la fin de l'opération de nettoyage.

15.1 Démonter la cellule de gassing et la burette.

15.2 Nettoyer la cellule d'essai, l'électrode interne, la burette à gaz et le tube de liaison en les rinçant à l'intérieur comme à l'extérieur avec du 1,1,1-trichloroéthane, ensuite avec du n-heptane.

Normalement, l'intérieur de la cellule d'essai doit être frotté à l'aide d'une brosse dure en fibres de polyamide pour éliminer les dépôts de cire de l'essai précédent. De plus, il est utile de polir soigneusement, de temps en temps, la surface de l'électrode interne au moyen d'un produit de polissage et de l'essuyer au moyen d'un papier mousseline imbibé de 1,1,1-trichloroéthane.

Ensuite, rincer d'abord à l'aide de 1,1,1-trichloroéthane, puis avec du n-heptane.

Sécher en soufflant de l'air comprimé sec, achever le séchage dans une étuve à 80°C .

15.3 Nettoyer la seringue en la rinçant avec du n-heptane, ensuite la sécher en soufflant de l'air comprimé sec.

13.2 *Heating device*

See Sub-clause 4.2.

13.3 *Transparent safety shield*

See Sub-clause 4.3.

13.4 *High voltage transformer*

The transformer and its controlling equipment shall be of such size and design that, with a filled gassing-cell in the circuit, the peak factor of the voltage (ratio of peak to r.m.s. voltage) shall not differ by more than $\pm 5\%$ from that of a sinusoidal wave while maintaining 12 kV (r.m.s.) $\pm 2\%$.

13.5 *Thermometer*

Any convenient thermometer for measuring a temperature of $80 \pm 0.1^\circ\text{C}$ (e.g. ISO Standard 653-STL/0.1/60/85).

14. **Reagents**

14.1 1,1,1-trichloroethane (technical grade).

14.2 n-heptane (analytical grade).

14.3 Nitrogen, oxygen content less than $10 \text{ mm}^3/\text{dm}^3$ and water content less than $2 \text{ mm}^3/\text{dm}^3$, from a cylinder with 2-stage pressure reducer and a fine flow regulator.

15. **Preparation of apparatus**

General remark:

As the gassing tendency of liquids may be strongly influenced by solvents, it is important that no traces of solvent remain after the cleaning process.

15.1 Dismantle the gassing-cell and burette.

15.2 Clean the test tube, the inner electrode, the gas-burette and the connecting tube by rinsing them inside and outside first with 1,1,1-trichloroethane then with n-heptane.

Normally, the inside of the test tube shall be scrubbed with a stiff polyamide brush to remove waxy deposits from the previous test. Moreover it is useful to polish the surface of the inner electrode carefully from time to time with buffing compound and then with tissue paper moistened with 1,1,1-trichloroethane.

Rinse again first with 1,1,1-trichloroethane, then with n-heptane.

Blow dry with dry compressed air and complete drying in an oven at 80°C .

15.3 Clean the syringe with n-heptane and then blow dry with dry compressed air.

16. Mode opératoire (voir figure 7, page 34)

- 16.1 Enrouler l'électrode haute tension autour de la cellule en verre et la fixer au moyen d'un ruban adhésif approprié. L'électrode doit être bien ajustée à l'électrode en verre. L'arête supérieure affleure le bord du fond de la cellule d'essai.
- 16.2 Fixer la cellule d'essai, verticalement dans le support, l'ouverture dirigée vers le haut.
- 16.3 Adapter le tube de liaison d'une part à la burette à gaz, d'autre part à l'électrode interne et le fixer à l'aide de colliers.
Introduire le tube capillaire dans la burette et le pousser jusqu'à ce qu'il sorte par l'orifice du canal d'huile de l'électrode interne et parvienne à l'extrémité de cette électrode.
- 16.4 Filtrer environ 50 cm³ de l'échantillon d'huile sur un papier-filtre préalablement séché et introduire rapidement dans la cellule en verre 20 cm³ d'huile filtrée.
- 16.5 Introduire délicatement l'électrode interne jusqu'au fond de la cellule en verre de manière que l'huile s'élève lentement, par le canal d'huile, dans le tube de liaison et la burette.
Le tube capillaire (voir paragraphe 16.3) doit atteindre le fond de la cellule d'essai.
Fixer la burette à un statif de laboratoire, de sorte que l'ensemble soit en position verticale, la burette en haut, la cellule en verre et les électrodes en bas. Ensuite, au moyen d'une seringue, introduire dans la burette 5 cm³ d'huile filtrée.
- 16.6 Raccorder l'extrémité libre du tube capillaire à la bouteille d'azote, après avoir purgé soigneusement la canalisation avec l'azote.
- 16.7 Saturer l'huile avec l'azote sec à un débit de 3 dm³/h pendant 1 h et à température ambiante. Ensuite, fermer la bouteille d'azote et éliminer soigneusement les bulles d'azote restant dans la cellule d'essai, le canal d'huile et le tube de liaison, en pressant ce dernier à plusieurs reprises.
- 16.8 Retirer la burette du statif tout en maintenant la liaison avec la bouteille d'azote.
Fixer la cellule en verre et l'électrode interne au support au moyen de la plaquette de soutien. Retourner sans dessus dessous le support tout en maintenant la burette à gaz en position verticale, ensuite attacher la burette au support.
- 16.9 Noter le niveau d'huile dans la burette.
Introduire dans la cellule d'essai 3 cm³ d'azote directement de la bouteille d'azote au moyen du tube capillaire, en notant le volume injecté indiqué sur la burette.
Ensuite enlever le tube capillaire.
- 16.10 Au moyen de tresses de cuivre, relier, d'une part, le connecteur haute tension (sur le support) à l'électrode haute tension et, d'autre part, le connecteur de terre (sur le support) à la base de l'électrode interne et maintenir ces tresses en position.
- 16.11 Placer l'ensemble d'essai dans le bain d'huile à température ambiante (voir note). L'amener en 1 h environ, à la température d'essai ($80 \pm 0,5^\circ\text{C}$).

Note. — Ne pas placer l'appareillage dans un bain déjà chaud, sinon le verre pourrait se briser.

16. Procedure (see Figure 7, page 34)

16.1 Wrap the high-voltage electrode round the outside of the glass cell and fix it with suitable adhesive tape. The electrode shall embrace the glass cell tightly and its top edge shall terminate level with the top edge of the end plate of the glass cell.

16.2 Insert the glass cell vertically in the holding device with the open end up.

16.3 Fit the connecting hose on to the gas-burette and the inner electrode and secure it with clamping rings.

Insert the capillary tube into the burette and push it through until it projects out of the mouth of the oil duct of the inner electrode and extends to the electrode.

16.4 Filter about 50 cm³ of the oil sample through a previously dried filter paper and rapidly introduce 20 cm³ of the filtered oil into the glass cell.

16.5 Carefully insert the inner electrode to the end plate of the tube in such a way that the oil slowly rises through the oil duct in the inner electrode and the connecting hose into the burette.

The capillary tube (see Sub-clause 16.3) shall extend to the bottom of the test tube.

Clamp the gas-burette to a tripod so that the entire set-up is in a vertical position with the burette at the top and the cell and electrodes at the bottom. Then pour 5 cm³ of the filtered oil into the burette by means of a syringe.

16.6 Connect the free end of the capillary tube to the nitrogen supply. Before doing this, thoroughly purge the connecting line with nitrogen.

16.7 Saturate the oil with dry nitrogen at a flow rate of 3 dm³/h for 1 h and at room temperature. After that, shut off the nitrogen supply and carefully remove the nitrogen bubbles remaining in the test tube, the oil duct and the connecting hose by repeatedly squeezing the connecting hose.

16.8 Disconnect the burette from the tripod without separating the nitrogen connections.

Clamp the glass cell with the inner electrode to the holding device by means of the retainer and then turn the holding device upside down, keeping the gas-burette vertical. Then clamp the burette to the holding device.

16.9 Record the oil level in the burette.

Inject 3 cm³ of the nitrogen directly from the nitrogen supply through the capillary tube into the test tube recording the volume injected from the indication on the burette.

Then remove the capillary tube.

16.10 Connect the high-voltage socket (on the holding device) to the high-voltage electrode and the earth potential socket (on the holding device) to the shank of the inner electrode by means of braided copper leads and clamp the latter in position.

16.11 Place the test apparatus in the oil bath at room temperature (see note), raise the temperature in about 1 h to the test temperature ($80 \pm 0.5^\circ\text{C}$).

Note. — Do not place the test apparatus in a hot bath, otherwise the glass might break.

- 16.12 Environ 1 h après que la température a été atteinte, c'est-à-dire lorsqu'on ne note plus de variation du niveau d'huile, noter le niveau dans la burette ($a \text{ cm}^3$, temps t_0).

Établir les connexions avec la haute tension et la terre.

Mettre l'écran protecteur en place et appliquer une tension de 12 kV.

- 16.13 Après 18 h (à 50 Hz) ou 15 h (à 60 Hz), noter à nouveau le niveau d'huile dans la burette ($b \text{ cm}^3$, temps t_1).

- 16.14 Déconnecter la haute tension, couper le chauffage et mettre le refroidissement du bain en service.

- 16.15 Avant d'enlever l'appareillage du bain d'huile, attendre qu'il se refroidisse à une température inférieure à 40 °C.

Note. — Ne pas enlever l'appareillage lorsque le bain est chaud, sinon le verre pourrait se briser.

17. Calcul des résultats

Calculer le degré de gassing, en présence d'azote, de la manière suivante:

$$G = (a - b) \cdot \frac{p}{101,3}$$

où:

G = tendance au gassing, en centimètres cubes

a = niveau dans la burette, en centimètres cubes, au début de l'essai (au temps t_0)

b = niveau dans la burette, en centimètres cubes, à la fin de l'essai (au temps t_1)

p = pression atmosphérique en kPa

La valeur de G est positive si du gaz est émis, négative si du gaz est absorbé.

Note. — Le volume sous contrainte dans cette cellule est de l'ordre de 10 cm³. Les résultats peuvent donc être compris entre -3,0 cm³ et +7,0 cm³.

18. Nombre d'essais

Deux essais sont effectués.

19. Rapport

Le rapport doit comporter ce qui suit:

- Publication 628 de la CEI — Méthode B;
- tendance au gassing (cm³), valeur moyenne des deux mesures;
- tension d'essai;
- fréquence de la tension d'essai (50 Hz ou 60 Hz);
- température d'essai;
- durée d'essai;
- phase gazeuse.

- 16.12 About 1 h after the test temperature has been reached, i.e. no further change is noticeable in the oil level, record the oil level in the burette ($a \text{ cm}^3$, time t_0).

Connect the high-voltage and earth potential leads.

Place the safety shield in position and then apply a voltage of 12 kV.

- 16.13 After 18 h (if 50 Hz) or 15 h (if 60 Hz) record again the burette level ($b \text{ cm}^3$, time t_1).

- 16.14 Disconnect the test voltage, switch off the heater and start the circulating cooling system.

- 16.15 Before taking the test apparatus out of the oil bath, allow to cool to a temperature below 40°C .

Note. — Do not remove the test apparatus from the hot bath, otherwise the glass might break.

17. Calculation of the results

Calculate the degree of gassing in the presence of nitrogen according to the following formula:

$$G = (a - b) \cdot \frac{p}{101.3}$$

where:

G = gassing tendency, in cubic centimetres

a = burette reading at the beginning of the test (time t_0) in cubic centimetres

b = burette reading at the end of the test (time t_1), in cubic centimetres

p = barometer reading in kPa

Value G will be positive if gas is evolved and negative if gas is absorbed.

Note. — The stressed volume in the specified cell is about 10 cm^3 . Accordingly, test results can range between -3.0 cm^3 and $+7.0 \text{ cm}^3$.

18. Number of tests

Tests should be run in duplicate.

19. Report

The report shall include the following:

- IEC Publication 628 — Method B;
- gassing tendency (cm^3), mean value of duplicate tests;
- test voltage;
- test voltage frequency (50 Hz or 60 Hz);
- test temperature;
- test period;
- gas phase.

20. Fidélité

La fidélité n'est pas encore complètement établie.

Cependant, les valeurs suivantes peuvent fournir une indication pour évaluer les résultats obtenus.

Répétabilité

Les résultats des deux essais effectués par le même opérateur doivent être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus de 0,5 cm³.

Reproductibilité:

Les résultats obtenus par deux laboratoires différents doivent être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus de 1 cm³.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60628:1985

20. Precision

Not yet adequately defined.

However the following figures may be considered indicative for judging the acceptability of results.

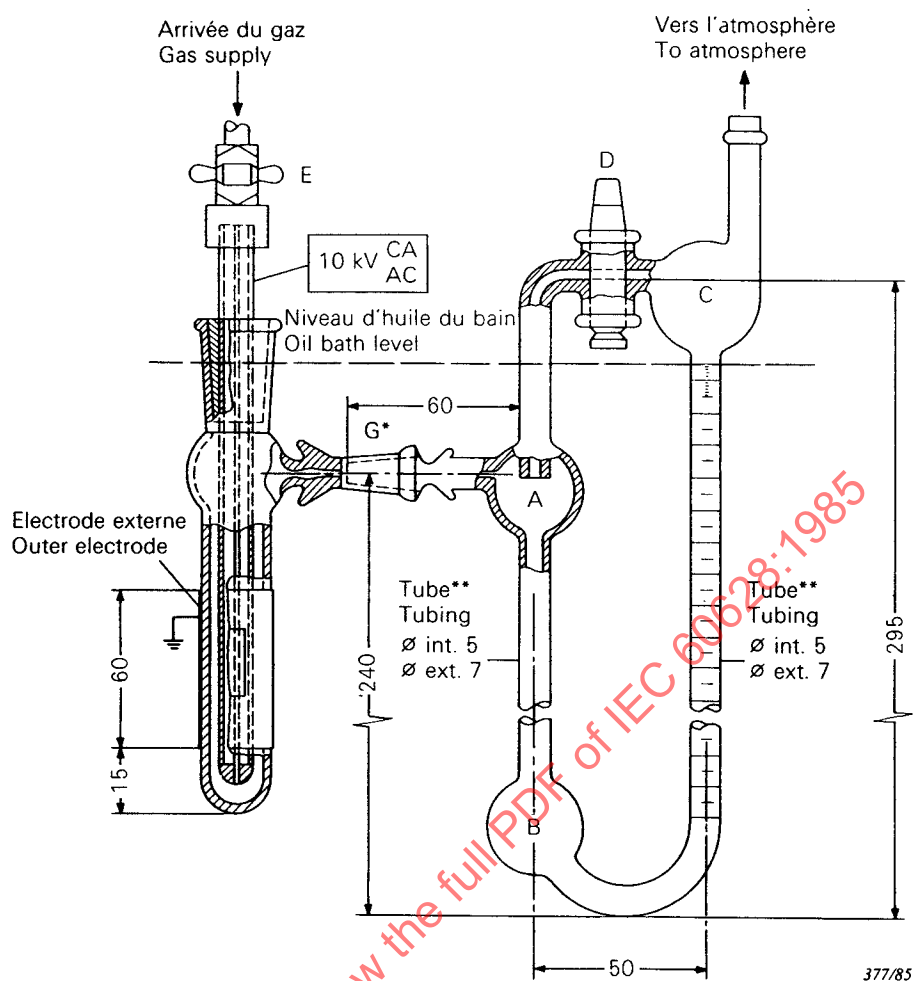
Repeatability:

Replicate results by the same operator should not be considered suspect unless they differ by more than 0.5 cm^3 .

Reproducibility:

The results submitted by each of two laboratories should not be considered suspect unless they differ by more than 1 cm^3 .

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60628:1985



Dimensions en millimètres

Dimensions in millimetres

- A, B, C = Ampoules en verre
Glass bulbs
- D = Robinet de dérivation
By-pass stopcock
- E = Vanne à aiguille
Needle valve
- G = Rodage conique en verre 10/19
Tapered glass joint 10/19

* Norme ISO 383
ISO Standard 383

** Tube faible épaisseur suivant la Norme ISO 4803
Light wall tubing complying with ISO Standard 4803

FIG. 1. — Représentation de l'ensemble cellule de gassing et burette à gaz.
Schematic diagram of gassing-cell and gas-burette assembly.