

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

376A

1973

Premier complément à la Publication 376 (1971)
Spécifications et réception de l'hexafluorure de soufre neuf
Section treize: Taux d'huile minérale

First supplement to Publication 376 (1971)
Specification and acceptance of new sulphur hexafluoride
Section Thirteen: Mineral oil content



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 376A: 1973

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 auprès du Bureau Central de la CEI.

Les renseignements relatifs à ces révisions, à l'établissement des éditions révisées et aux amendements peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et dans les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement

Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 50: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI), qui se présente sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande. Voir également le dictionnaire multilingue de la CEI.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit tirés du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera:

- la CEI 27: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*;
- la CEI 417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*;
- la CEI 617: *Symboles graphiques pour schémas*;

et pour les appareils électromédicaux,

- la CEI 878: *Symboles graphiques pour équipements électriques en pratique médicale*.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit tirés de la CEI 27, de la CEI 417, de la CEI 617 et/ou de la CEI 878, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Publications de la CEI établies par le même comité d'études

L'attention du lecteur est attirée sur les listes figurant à la fin de cette publication, qui énumèrent les publications de la CEI préparées par le comité d'études qui a établi la présente publication.

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 from the IEC Central Office.

Information on the revision work, the issue of revised editions and amendments may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
Published yearly
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates

Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC 50: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field. Full details of the IEV will be supplied on request. See also the IEC Multilingual Dictionary.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV or have been specifically approved for the purpose of this publication.

Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications:

- IEC 27: *Letter symbols to be used in electrical technology*;
- IEC 417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets*;
- IEC 617: *Graphical symbols for diagrams*;

and for medical electrical equipment,

- IEC 878: *Graphical symbols for electromedical equipment in medical practice*.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC 27, IEC 417, IEC 617 and/or IEC 878, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

IEC publications prepared by the same technical committee

The attention of readers is drawn to the end pages of this publication which list the IEC publications issued by the technical committee which has prepared the present publication.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
376A**

1973

**Premier complément à la Publication 376(1971)
Spécifications et réception de l'hexafluorure de soufre neuf
Section treize: Taux d'huile minérale**

**First supplement to Publication 376(1971)
Specification and acceptance of new sulphur hexafluoride
Section Thirteen: Mineral oil content**

© CEI 1973 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

Bureau central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembé Genève Suisse



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

H

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

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4

SECTION TREIZE — TAUX D'HUILE MINÉRALE

Articles

43. Domaine d'application	6
44. Principe de la méthode	6
45. Appareillage	6
45.1 Spectrophotomètre d'absorption dans l'infrarouge	6
45.2 Cellules d'absorption	6
45.3 Dispositif d'échantillonnage	6
45.4 Dispositif d'absorption	8
45.5 Compteur à gaz	8
45.6 Capsule d'évaporation	8
45.7 Flacons jaugés	8
46. Réactifs	8
46.1 Tétrachlorure de carbone	8
46.2 Sulfate de sodium	8
46.3 Tétrachloroéthylène	8
47. Mode opératoire	8
47.1 Préparation de la courbe d'étalonnage	8
47.2 Détermination de la teneur en huile	8
48. Calcul des résultats	12
49. Sensibilité et précision	12
50. Valeur limite	12
FIGURES	14

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5

SECTION THIRTEEN — MINERAL OIL CONTENT

Clause	
43. Scope	7
44. Principle of the method	7
45. Apparatus	7
45.1 Infrared spectrophotometer	7
45.2 Absorption cells	7
45.3 Sampling line	7
45.4 Absorption train	9
45.5 Gas-meter	9
45.6 Evaporating crucible	9
45.7 Graduated flasks	9
46. Reagents	9
46.1 Carbon tetrachloride	9
46.2 Sodium sulphate	9
46.3 Tetrachloroethylene	9
47. Procedure	9
47.1 Preparation of the calibration curve	9
47.2 Determination of oil content	9
48. Calculation of results	13
49. Sensitivity and precision	13
50. Permissible concentration	13
FIGURES	14

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

PREMIER COMPLÈMENT À LA PUBLICATION 376 (1971)

Spécifications et réception de l'hexafluorure de soufre neuf

Section treize: Taux d'huile minérale

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 recommandation a été établie par le Sous-Comité 10C: Diélectriques gazeux, du Comité d'Etudes N° 10 de la CEI: Diélectriques liquides et gazeux.

Elle forme le premier complément à la Publication 376 de la CEI: Spécifications et réception de l'hexafluorure de soufre neuf, et comprend la section treize: Taux d'huile minérale.

A la suite de la réunion tenue à Bruxelles en octobre 1970, un projet définitif, document 10C(Bureau Central)8, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en novembre 1971.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Afrique du Sud	Japon
Allemagne	Pays-Bas
Australie	Portugal
Belgique	Roumanie
Danemark	Royaume-Uni
France	Suisse
Inde	Tchécoslovaquie
Israël	Turquie
Italie	Union des Républiques Socialistes Soviétiques

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

FIRST SUPPLEMENT TO PUBLICATION 376 (1971)

Specification and acceptance of new sulphur hexafluoride

Section Thirteen: Mineral oil content

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 recommendations and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This recommendation has been prepared by Sub-Committee 10C, Gaseous Insulants, of IEC Technical Committee No. 10, Liquid and Gaseous Dielectrics.

It forms the first supplement to IEC Publication 376, Specification and Acceptance of New Sulphur Hexafluoride, and contains Section Thirteen, Mineral Oil Content.

As a result of the meeting held in Brussels in October 1970, a final draft, document 10C(Central Office)8, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in November 1971.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia	Japan
Belgium	Netherlands
Czechoslovakia	Portugal
Denmark	Romania
France	South Africa
Germany	Switzerland
India	Turkey
Israel	Union of Soviet Socialist Republics
Italy	United Kingdom

PREMIER COMPLÉMENT À LA PUBLICATION 376 (1971)

Spécifications et réception de l'hexafluorure de soufre neuf

Section treize: Taux d'huile minérale

SECTION TREIZE — TAUX D'HUILE MINÉRALE

43. Domaine d'application

La méthode décrite s'applique au cas de la détermination de l'huile minérale présente dans l'hexafluorure de soufre neuf. Elle n'est pas applicable, sous la forme décrite, à la détermination des lubrifiants de synthèse.

44. Principe de la méthode

L'huile minérale en suspension dans l'hexafluorure de soufre est absorbée par barbotage d'un volume connu de gaz, dans du tétrachlorure de carbone contenu dans deux tubes absorbeurs. La concentration en huile minérale dans le tétrachlorure de carbone est ensuite déterminée par spectrophotométrie d'absorption dans l'infrarouge de la solution à 2930 cm^{-1} correspondant à la bande d'absorption des groupements méthyle et méthylène paraffiniques.

Note. — Le tétrachlorure de carbone est très toxique et des réglementations sanitaires de nombreux pays en interdisent l'usage industriel. Cependant, le tétrachlorure de carbone est largement utilisé dans les laboratoires analytiques, spécialement en spectroscopie infrarouge. Là où une législation locale interdit, même dans un laboratoire, l'usage du tétrachlorure de carbone, on remplacera pour la méthode décrite ci-dessous le tétrachlorure de carbone par le tétrachloroéthylène ayant une toxicité inférieure. Dans ce cas, compte tenu de l'absorption du tétrachloroéthylène lui-même dans la région de 2930 cm^{-1} , la précision de la méthode est diminuée principalement pour les faibles teneurs en huile. Les valeurs de précision données dans l'article 49 sont applicables aux essais réalisés avec du tétrachlorure de carbone.

45. Appareillage

45.1 Spectrophotomètre d'absorption dans l'infrarouge

Tout spectrophotomètre d'absorption dans l'infrarouge convenable.

45.2 Cellules d'absorption

Deux types de cellules pour liquides avec fenêtres en chlorure de sodium peuvent être utilisés:

Type 1: épaisseur entre parois d'au moins 3 mm pour essais suivant le procédé A;

Type 2: épaisseur entre parois d'au moins 20 mm pour essais suivant le procédé B.

45.3 Dispositif d'échantillonnage

Le dispositif d'échantillonnage qui relie le dispositif d'absorption à la bouteille de gaz sera conforme à l'article 17.

Toutes les parties de la conduite d'échantillonnage doivent être susceptibles d'être rincées au tétrachlorure de carbone (ou au tétrachloroéthylène) comme il est dit au paragraphe 47.2.1. Pour cette raison, afin d'assurer un contrôle fin du débit gazeux, il est préférable d'utiliser une vanne à aiguille tout en métal plutôt qu'un détendeur (voir aussi la note sous le paragraphe 45.4).

FIRST SUPPLEMENT TO PUBLICATION 376 (1971)

Specification and acceptance of new sulphur hexafluoride

Section Thirteen: Mineral oil content

SECTION THIRTEEN — MINERAL OIL CONTENT

43. Scope

This method covers the determination of the amount of mineral oil in new sulphur hexafluoride. It does not apply, as written, to the determination of synthetic lubricants.

44. Principle of the method

Mineral oil dispersed in sulphur hexafluoride is absorbed in carbon tetrachloride by bubbling a known volume of gas through the solvent contained in two absorption tubes. The concentration of mineral oil in carbon tetrachloride is then determined by the infrared absorbance of the solution at 2930 cm^{-1} corresponding to the absorption band of paraffinic methyl and methylene groups.

Note. — Carbon tetrachloride is highly toxic and health regulations of many countries prohibit its industrial use. However, carbon tetrachloride is widely used in analytical laboratories, especially in connection with infrared spectroscopy. Even where local legislation prohibits the laboratory use of carbon tetrachloride the method described below can be followed by replacing carbon tetrachloride with less toxic tetrachloroethylene. In this case, on account of the absorption of tetrachloroethylene itself in the region of 2930 cm^{-1} , the accuracy of the method is decreased, especially for lower oil contents. The estimate of precision given in Clause 49 only applies to tests performed with carbon tetrachloride.

45. Apparatus

45.1 Infrared spectrophotometer

Any suitable infrared spectrophotometer.

45.2 Absorption cells

Two types of fixed cells for liquids provided with sodium chloride windows may be used:

Type 1: with a sample path length of at least 3 mm, is suitable for use with Procedure A;

Type 2: with a sample path length of at least 20 mm, is suitable for use with Procedure B.

45.3 Sampling line

The sampling line, which connects the absorption train to the gas cylinder, shall be in accordance with Clause 17.

All parts of the sample line must be suitable for rinsing with carbon tetrachloride (or tetrachloroethylene) as described in Sub-clause 47.2.1. For this reason, to provide fine control of gas flow, an all-metal needle valve is preferred to a pressure reducing valve (see also the note under Sub-clause 45.4).

45.4 Dispositif d'absorption

Le dispositif d'absorption comprend deux flacons laveurs d'un volume de 100 ml, en verre borosilicaté, du type décrit à la figure 6, page 14. Des flacons d'absorption du type Drechsel, à joints rodés, peuvent également être utilisés si leur étanchéité peut être obtenue sans l'utilisation de graisse. Le tube d'arrivée de gaz dans le flacon est pourvu, à son extrémité, d'une plaque de verre fritté de porosité grade 1 (diamètre moyen des pores compris entre 90 μm et 150 μm). Les pièces à raccorder sont juxtaposées aussi près que possible et jointes par du tube flexible en caoutchouc au silicone ou en élastomère fluoré.

Note. — Pour vérifier la convenance des tubes utilisés comme manchons, immerger un échantillon d'une longueur de 3 cm dans 50 ml de tétrachlorure de carbone durant 30 min. Mesurer l'absorptivité du solvant après cet essai à 2930 cm^{-1} par rapport au solvant neuf. On ne doit déceler aucune absorption.

45.5 Compteur à gaz

Compteur à gaz utilisable pour mesurer un volume de l'ordre de 30 l de gaz SF_6 avec une précision de $\pm 2\%$.

45.6 Capsule d'évaporation

Capsule en verre borosilicaté ou en porcelaine, d'une capacité de 50 ml à 250 ml.

45.7 Flacons jaugés

Flacons jaugés de 10 ml et de 100 ml en verre borosilicaté.

46. Réactifs

46.1 Tétrachlorure de carbone

Tétrachlorure de carbone, pour analyse, fraîchement distillé (point d'ébullition 76-77 °C).

46.2 Sulfate de sodium

Sulfate de sodium, anhydre.

46.3 Tétrachloroéthylène (facultatif)

Tétrachloroéthylène, pour analyse (point d'ébullition 120-121 °C).

47. Mode opératoire

47.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

Préparer des solutions normalisées contenant approximativement 10 mg, 20 mg, 50 mg, 100 mg et 200 mg d'huile minérale paraffinique par litre de tétrachlorure de carbone. L'huile doit être pesée à $\pm 0,2$ mg près.

Remplir la cellule d'épaisseur entre parois désirée avec les solutions normalisées et mesurer les absorptions à 2930 cm^{-1} . Mesurer dans les mêmes conditions l'absorptivité du tétrachlorure de carbone pur. Mettre en graphique les valeurs nettes des absorptivités mesurées en fonction de la concentration de l'huile. On obtient ainsi la courbe d'étalonnage.

47.2 Détermination de la teneur en huile

47.2.1 Absorption de l'huile présente dans le gaz SF_6

Ajouter 35 ml de tétrachlorure de carbone dans chacun des deux flacons laveurs préalablement nettoyés et séchés. Rincer convenablement les tuyauteries, la vanne et les connexions avec du tétrachlorure de carbone et assembler ensuite tout le dispositif d'absorption comme

45.4 *Absorption train*

The absorption train consists of two gas wash bottles, 100 ml capacity, made of borosilicate glass and dimensioned as in Figure 6, page 14. Ground joint Drechsel-type absorption tubes are also allowed provided that they can be used without any sealing grease. The inlet tubing is fitted at its end with a fritted glass disk of porosity Grade 1 (average pore diameter 90 μm to 150 μm). Connections to the sampling line and between the components of the absorption train shall be butt-jointed, the flexible tubing used as sleeving being made of silicone rubber or fluorinated elastomers.

Note. — To check the suitability of the tubing used as sleeving, immerse a 3 cm long specimen in 50 ml of carbon tetrachloride for 30 min. Obtain the absorbance of the washing liquid at 2930 cm^{-1} against unused solvent. No absorption should be detected.

45.5 *Gas-meter*

A gas-meter to measure 30 l of SF_6 gas to an accuracy of $\pm 2\%$.

45.6 *Evaporating crucible*

A borosilicate glass or porcelain crucible, capacity 50 ml to 250 ml.

45.7 *Graduated flasks*

One 10 ml and one 100 ml borosilicate glass graduated flask.

46. **Reagents**

46.1 *Carbon tetrachloride*

Carbon tetrachloride, analytical grade, freshly distilled (boiling point 76-77 $^{\circ}\text{C}$).

46.2 *Sodium sulphate*

Sodium sulphate, anhydrous.

46.3 *Tetrachloroethylene (optional)*

Tetrachloroethylene, analytical grade (boiling point 120-121 $^{\circ}\text{C}$).

47. **Procedure**

47.1 *Preparation of the calibration curve*

Prepare a number of standard solutions of paraffinic mineral oil per litre of carbon tetrachloride containing approximately 10 mg, 20 mg, 50 mg, 100 mg and 200 mg. The oil should be weighed to the nearest 0.2 mg.

Transfer the standard solutions to the cell of the desired path length and read the absorbances at 2930 cm^{-1} . Repeat the measure on the carbon tetrachloride. Plot the net absorbance values against the concentrations of oil to obtain the calibration curve.

47.2 *Determination of oil content*

47.2.1 *Removal of oil from SF_6 gas*

Add 35 ml of carbon tetrachloride to each of the two clean and dry wash bottles. Carefully rinse the pipework, the valve and the connections with carbon tetrachloride and assemble the sampling line and the absorption train as indicated in Figure 7, page 15.

représenté à la figure 7, page 15. Placer les flacons laveurs dans un bain d'eau et de glace à 0 °C. Vérifier que la vanne à pointeau (V_1) est bien en position fermée et ensuite ouvrir la vanne installée sur la bouteille du gaz à analyser. Noter le volume indiqué au compteur à gaz, la température au compteur à gaz et la pression atmosphérique.

Ouvrir avec prudence la vanne V_1 de façon à établir un débit de gaz de l'ordre de 10 l par heure (maximum) à travers les flacons laveurs.

Note. — Si l'on utilise des flacons Drechsel, on vérifiera l'étanchéité de leurs joints en les plongeant dans le bain réfrigérant.

Après avoir débité environ 30 l de SF_6 , fermer la vanne de la bouteille et maintenir le barbotage du gaz jusqu'au moment où le débit devient nul.

Fermer la vanne V_1 et noter, d'après la lecture au compteur à gaz, le volume débité à $\pm 0,2$ l près, la température au compteur à gaz et la pression atmosphérique.

Enlever le bain réfrigérant, déconnecter les flacons laveurs et transvaser quantitativement le liquide dans un flacon jaugé de 100 ml.

Rincer séparément les flacons laveurs et séparément toutes les tuyauteries et connexions avec 10 ml de tétrachlorure de carbone. Ajouter ces fractions de lavage dans le flacon jaugé et ensuite amener à un volume exact de 100 ml par addition de tétrachlorure de carbone.

Mesurer l'absorptivité de la solution à 2930 cm^{-1} suivant l'un des procédés décrit aux paragraphes 47.2.2 ou 47.2.3.

47.2.2 *Mesure de l'absorption dans l'infrarouge. Procédé A (cellule de 3 mm d'épaisseur entre parois)*

Transférer la solution du flacon jaugé dans la capsule d'évaporation et évaporer jusqu'à ce que le volume résiduel soit d'environ 5 ml.

Notes 1. — En variante, la solution peut être concentrée par distillation. Dans ce cas, on veillera à ne pas graisser les joints rodés de l'appareil. On peut utiliser une gaine en PTFE.

2. — Enlever toute eau visible, s'il y en a, à la surface de la solution après concentration en y ajoutant 1-2 g de sulfate de sodium anhydre. Filtrer la solution et laver le résidu sur le filtre avec quelques ml de tétrachlorure de carbone distillé afin d'éviter toute rétention d'huile.

Transvaser quantitativement le résidu d'évaporation dans le flacon jaugé de 10 ml. Rincer la capsule avec 3 ml de tétrachlorure de carbone. Ajouter la solution de rinçage au résidu d'évaporation et remplir jusqu'au trait avec du tétrachlorure de carbone.

Remplir la cellule de 3 mm (type 1) avec la solution à l'aide d'une pipette et lire l'absorption à 2930 cm^{-1} .

Faire un essai à blanc en évaporant 100 ml de tétrachlorure de carbone (tétrachloroéthylène) jusqu'à 5 ml environ et mesurer l'absorptivité du résidu.

Calculer la concentration de l'huile à l'aide de la courbe d'étalonnage.

47.2.3 *Mesure de l'absorption dans l'infrarouge. Procédé B (cellule de 20 mm d'épaisseur entre parois)*

A l'aide d'une pipette, transférer la solution contenue dans le flacon jaugé de 100 ml dans la cellule du type 2 dont l'épaisseur entre parois est au moins de 20 mm.

Lire l'absorption à 2930 cm^{-1} .

Mesurer l'absorption du solvant pur dans les mêmes conditions. La concentration en huile minérale est obtenue de la courbe d'étalonnage.

Place the wash bottles in a cooling bath at 0 °C made up with ice and water. Check that the needle valve V_1 is closed and open the main valve on the cylinder. Note the gas-meter reading, the temperature at the gas-meter and the atmospheric pressure.

Carefully open and adjust valve V_1 to allow the gas to flow through the gas wash bottles at a slow steady rate of 10 l per hour maximum.

Note. — If Drechsel-type wash bottles are used, check the tightness of the ground joint by sinking it into the cooling bath.

After passing about 30 l of SF_6 through, close the main valve and continue bubbling as long as the flow continues by itself.

Close valve V_1 and record the new reading of the gas-meter (to the nearest 0.2 l), the temperature at the gas-meter and the atmospheric pressure.

Remove the cooling bath, disconnect the wash bottles and quantitatively transfer the liquid into a 100 ml graduated flask.

Separately rinse the wash bottles and all pipework and connections with 10 ml portions of carbon tetrachloride. Add the washings to the graduated flask and make up to the 100 ml mark with carbon tetrachloride.

Measure the absorbance of the solution at 2930 cm^{-1} in accordance with either Sub-clause 47.2.2 or 47.2.3.

47.2.2 *Infrared determination. Procedure A (3 mm length cell)*

Transfer the solution from the graduated flask to the crucible and evaporate it to a volume of about 5 ml.

Notes 1. — As an alternative, the solution may be concentrated by distillation. In this case, no grease shall be used on the ground joints of the equipment. PTFE sleeves may be used.

2. — Remove water visible on the surface of the solution after the concentration, if any, by adding 1-2 g of anhydrous sodium sulphate. Filter the solution and wash the residue on the filter with a few ml of distilled carbon tetrachloride to avoid any retention of oil.

Quantitatively transfer the residue to a 10 ml calibrated flask. Rinse the crucible with 3 ml of carbon tetrachloride, add the washings to the residue and make up to the mark with carbon tetrachloride.

Fill the 3 mm cell (Type 1) with the solution by means of a pipette and read the absorbance at 2930 cm^{-1} .

Run a blank by evaporating 100 ml of pure carbon tetrachloride (tetrachloroethylene) to 5 ml and measure the absorbance of the residue.

Calculate the concentration of oil from the calibration curve.

47.2.3 *Infrared determination. Procedure B (20 mm path length cell)*

By means of a pipette transfer the solution contained in the 100 ml graduated flask into the Type 2 test cell having a path length of at least 20 mm. Read the absorbance at 2930 cm^{-1} .

Measure the absorbance of the solvent in the same cell at 2930 cm^{-1} .

Obtain the concentration of mineral oil in the solution from the calibration curve.

48. **Calcul des résultats**

Calculer le volume corrigé V_c à 20 °C et sous 760 torr, comme suit:

$$V_c = \frac{\frac{1}{2} (p_1 + p_2) 293}{760 \left[273 + \frac{1}{2} (t_1 + t_2) \right]} (V_2 - V_1)$$

où:

p_1 et p_2 = pressions atmosphériques (torr) avant et après essai;

t_1 et t_2 = températures (°C) au compteur à gaz avant et après essai;

V_1 et V_2 = volumes (litres) indiqués au compteur à gaz avant et après essai.

Calculer, comme suit, la quantité d'huile minérale présente dans l'échantillon d'hexafluorure de soufre, en parties par million (ppm):

Procédé A (Paragraphe 47.2.2)

$$C = \frac{(a - b) 10}{6,16 V_c}$$

Procédé B (Paragraphe 47.2.3)

$$C = \frac{(a - b) 100}{6,16 V_c}$$

où:

C = ppm (en masse) d'huile minérale dans le SF_6 ;

a = concentration en mg/l d'huile minérale dans la solution;

b = concentration en mg/l d'huile minérale dans le solvant (essai à blanc);

V_c = volume corrigé (litres) de SF_6 utilisé dans l'essai.

49. **Sensibilité et précision**

Par le procédé A, on peut détecter une quantité d'huile minérale de 0,1 mg dissoute dans 10 ml de tétrachlorure de carbone avec une précision de $\pm 25\%$.

Par le procédé B, on peut détecter, avec la même précision, une quantité d'huile minérale de 0,1 mg dissoute dans 100 ml de tétrachlorure de carbone.

On peut déduire de ces données que, pour un volume de gaz prélevé de 30 l, il est possible de doser une quantité d'huile correspondant à 0,5 ppm (masse) avec une précision de $\pm 25\%$.

Si la quantité d'huile recueillie est plus importante, la précision est améliorée, comme suit:

Quantité d'huile (mg)	Précision
0,1	$\pm 25\%$
0,5	$\pm 15\%$
1,0	$\pm 10\%$

50. **Valeur limite**

L'hexafluorure de soufre neuf ne doit pas contenir plus de 10 ppm en masse d'huile.

48. **Calculation of results**

Calculate the corrected volume V_c at 20 °C and 760 torr, as follows:

$$V_c = \frac{\frac{1}{2}(p_1 + p_2) 293}{760 \left\{ 273 + \frac{1}{2}(t_1 + t_2) \right\}} (V_2 - V_1)$$

where:

p_1 and p_2 = initial and final atmospheric pressures (torr);

t_1 and t_2 = initial and final temperatures at the gas-meter (degrees centigrade);

V_1 and V_2 = initial and final gas-meter readings (litres).

Calculate the amount of mineral oil present in the sample of sulphur hexafluoride in parts per million (ppm), as follows:

Procedure A (Sub-clause 47.2.2)

$$C = \frac{(a - b) 10}{6.16 V_c}$$

Procedure B (Sub-clause 47.2.3)

$$C = \frac{(a - b) 100}{6.16 V_c}$$

where:

C = ppm by mass of mineral oil in SF_6 ;

a = concentration in mg/l of mineral oil in the solution;

b = concentration in mg/l of mineral oil in the solvent (blank determination);

V_c = corrected volume (litres) of SF_6 gas used in the test

49. **Sensitivity and precision**

Procedure A allows the determination of 0.1 mg of mineral oil dissolved in 10 ml of carbon tetrachloride with a precision of $\pm 25\%$.

Procedure B allows the determination of 0.1 mg of mineral oil in 100 ml carbon tetrachloride to the same precision.

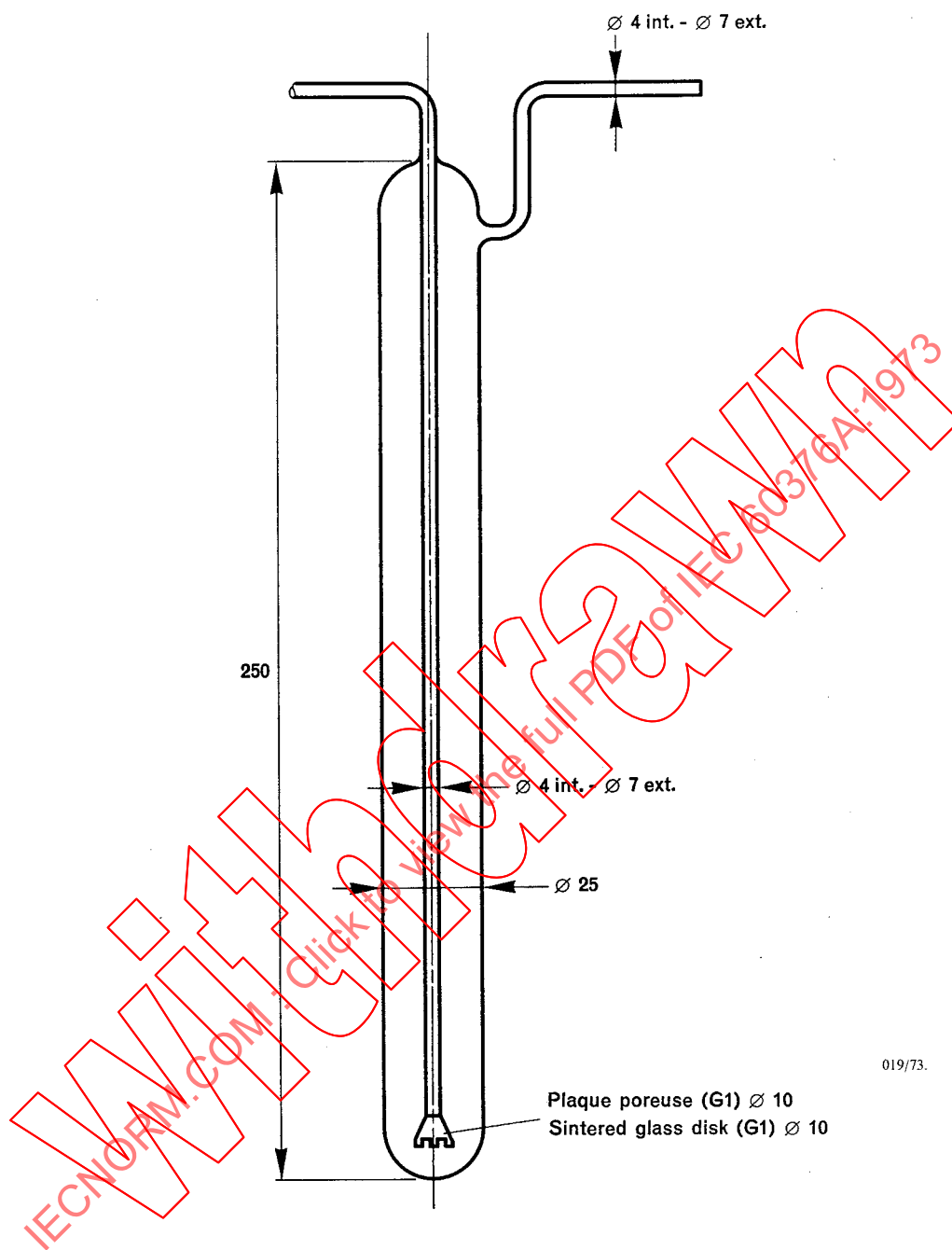
From the above sensitivity and the amount of SF_6 used (30 l), it is possible to calculate that 0.5 ppm by mass of oil in SF_6 may be determined according to either procedure with a precision of $\pm 25\%$.

The precision of the method is better when the amount of oil collected is greater, as follows:

Amount of oil (mg)	Precision
0.1	$\pm 25\%$
0.5	$\pm 15\%$
1.0	$\pm 10\%$

50. **Permissible concentration**

New sulphur hexafluoride shall not contain more than 10 ppm by mass of oil.



019/73.

(Dimensions en mm)
(Dimensions in mm)

FIG. 6. — Flacon laveur pour l'absorption de l'huile présente dans le gaz SF_6 .
Gas wash bottle for absorption of oil from SF_6 gas.