

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60480

Deuxième édition
Second edition
2004-10

**Lignes directrices relatives au contrôle et au
traitement de l'hexafluorure de soufre (SF₆)
prélevé sur le matériel électrique et
spécification en vue de sa réutilisation**

**Guidelines for the checking and treatment
of sulfur hexafluoride (SF₆) taken from
electrical equipment and specification
for its re-use**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60480:2004

Numérotation des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000. Ainsi, la CEI 34-1 devient la CEI 60034-1.

Editions 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.

Informations supplémentaires sur les publications de la CEI

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 cette publication, y compris sa validité, sont disponibles dans le Catalogue des publications de la CEI (voir ci-dessous) en plus des nouvelles éditions, amendements et corrigenda. Des informations sur les sujets à l'étude et l'avancement des travaux entrepris par le comité d'études qui a élaboré cette publication, ainsi que la liste des publications parues, sont également disponibles par l'intermédiaire de:

- Site web de la CEI (www.iec.ch)
- Catalogue des publications de la CEI

Le catalogue en ligne sur le site web de la CEI (www.iec.ch/searchpub) vous permet de faire des recherches en utilisant de nombreux critères, comprenant des recherches textuelles, par comité d'études ou date de publication. Des informations en ligne sont également disponibles sur les nouvelles publications, les publications remplacées ou retirées, ainsi que sur les corrigenda.

- IEC Just Published

Ce résumé des dernières publications parues (www.iec.ch/online_news/justpub) est aussi disponible par courrier électronique. Veuillez prendre contact avec le Service client (voir ci-dessous) pour plus d'informations.

- Service clients

Si vous avez des questions au sujet de cette publication ou avez besoin de renseignements supplémentaires, prenez contact avec le Service clients:

Email: custserv@iec.ch
Tél: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

Publication numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series. For example, IEC 34-1 is now referred to as IEC 60034-1.

Consolidated editions

The IEC is now publishing consolidated versions of its publications. 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.

Further information on IEC publications

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 this publication, including its validity, is available in the IEC Catalogue of publications (see below) in addition to new editions, amendments and corrigenda. 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 also available from the following:

- IEC Web Site (www.iec.ch)
- Catalogue of IEC publications

The on-line catalogue on the IEC web site (www.iec.ch/searchpub) enables you to search by a variety of criteria including text searches, technical committees and date of publication. On-line information is also available on recently issued publications, withdrawn and replaced publications, as well as corrigenda.

- IEC Just Published

This summary of recently issued publications (www.iec.ch/online_news/justpub) is also available by email. Please contact the Customer Service Centre (see below) for further information.

- Customer Service Centre

If you have any questions regarding this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre:

Email: custserv@iec.ch
Tel: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60480

Deuxième édition
Second edition
2004-10

**Lignes directrices relatives au contrôle et au
traitement de l'hexafluorure de soufre (SF₆)
prélevé sur le matériel électrique et
spécification en vue de sa réutilisation**

**Guidelines for the checking and treatment
of sulfur hexafluoride (SF₆) taken from
electrical equipment and specification
for its re-use**

© IEC 2004 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, 3, rue de Varembé, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: www.iec.ch



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

V

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	6
INTRODUCTION	10
1 Domaine d'application	12
2 Références normatives	12
3 Termes et définitions	14
3.1 Termes généraux	14
3.2 Aspects liés aux matériaux	14
3.3 Aspects liés à l'environnement	16
4 Applications types du SF ₆	18
5 Impuretés et leurs sources	18
5.1 Remarque d'introduction	18
5.2 Impuretés du fait du traitement et en service	18
5.3 Impuretés dans le matériel possédant uniquement une fonction d'isolation	18
5.4 Impuretés dans le matériel de coupure	18
5.5 Impuretés dues à des arcs internes	20
6 Aspects liés à l'environnement	20
6.1 Remarque d'introduction	20
6.2 Impact sur l'écosystème	20
6.3 Appauvrissement en ozone	20
6.4 Effet de serre	20
6.5 Produits de décomposition	20
6.6 Conclusion	20
7 Santé et sécurité	22
7.1 Remarque d'introduction	22
7.2 Précautions nécessaires à prendre avec le SF ₆	22
7.3 Précautions nécessaires à prendre avec le SF ₆ usagé	22
7.4 Considérations d'ordre sanitaire	24
8 Spécification de la qualité pour la réutilisation de SF ₆ dans un appareillage nouveau ou existant	24
8.1 Logigramme de décision pour le SF ₆ retiré du matériel électrique pour le traitement	24
8.2 Niveaux d'impuretés maximum acceptables pour la réutilisation du SF ₆	28
9 Méthodes analytiques pour le SF ₆ et leur signification	28
9.1 Généralités	28
9.2 Analyse sur site	30
9.3 Analyse en laboratoire	32
10 Traitement, stockage et transport	34
10.1 Remarque d'introduction	34
10.2 Matériel de traitement du gaz	34
10.3 Prescriptions de sécurité générales	34
10.4 Condition du SF ₆ dans une enveloppe	36
10.5 Extraction de SF ₆ usagé d'une enveloppe	38
10.6 Stockage et transport du SF ₆ usagé	38

CONTENTS

FOREWORD.....	7
INTRODUCTION.....	11
1 Scope.....	13
2 Normative references.....	13
3 Terms and definitions	15
3.1 General terms.....	15
3.2 Material aspects	15
3.3 Environmental aspects.....	17
4 Typical applications of SF ₆	19
5 Impurities and their sources	19
5.1 Introductory remark	19
5.2 Impurities from handling and in service	19
5.3 Impurities in equipment having only an insulating function.....	19
5.4 Impurities in switching equipment.....	19
5.5 Impurities from internal arcs	21
6 Environmental aspects.....	21
6.1 Introductory remark	21
6.2 Impact on the ecosystem	21
6.3 Ozone depletion	21
6.4 Greenhouse effect.....	21
6.5 Decomposition products	21
6.6 Conclusion	21
7 Health and safety.....	23
7.1 Introductory remark	23
7.2 Precautions necessary with SF ₆	23
7.3 Necessary precautions with used SF ₆	23
7.4 Health considerations	25
8 Quality specification for re-use of SF ₆ in new or existing switchgear	25
8.1 Decision flowchart for SF ₆ removed from electrical equipment for treatment.....	25
8.2 Maximum acceptable impurity levels for re-use of SF ₆	29
9 Analytical methods for SF ₆ and their significance	29
9.1 General	29
9.2 On-site analysis.....	31
9.3 Laboratory analysis.....	33
10 Handling, storage and transportation.....	35
10.1 Introductory remark	35
10.2 Gas handling equipment	35
10.3 General safety requirements	35
10.4 Condition of the SF ₆ in an enclosure	37
10.5 Removing used SF ₆ from an enclosure	39
10.6 Storage and transportation of used SF ₆	39

Annexe A (informative) Variation maximale des niveaux d'humidité tolérables pour la réutilisation	40
Annexe B (informative) Description des différentes méthodes d'analyse (sur site et en laboratoire)	44
Annexe C (informative) Recommandations et procédures de régénération sur site	60
Bibliographie	66
Figure 1 – Logigramme de décision pour la destination du SF ₆ retiré	26
Figure 2 – Logigramme de décision pour une analyse sur site	30
Figure A.1 – Niveau d'humidité (ppmv) en fonction de la pression de gaz p	40
Figure B.1 – Montage d'échantillonnage du gaz SF ₆ : évacuation	44
Figure B.2 – Montage d'échantillonnage du gaz SF ₆ : purge	46
Figure B.3 – Chromatogramme de gaz type de SF ₆ décomposé (analyse réalisée avec une colonne Q Porapak)	52
Figure B.4 – Spectre IR du SF ₆ contaminé	58
Tableau 1 – Origine des impuretés du SF ₆	18
Tableau 2 – Niveaux d'impuretés acceptable maximum	28
Tableau 3 – Méthodes sur site	32
Tableau 4 – Méthodes de laboratoire	32
Tableau B.1 – Réponse relative du détecteur de conductivité thermique	54
Tableau B.2 – Fréquences des pics d'absorption pour le SF ₆ et ses impuretés	58
Tableau C.1 – Opérations suggérées de régénération	60
Tableau C.2 – Adsorbants types pour diverses impuretés du SF ₆	62
Tableau C.3 – Résumé des règles de transport du SF ₆	64

Annex A (informative) Derivation of maximum tolerable moisture levels for re-use	41
Annex B (informative) Description of the different methods of analysis (on-site and laboratory)	45
Annex C (informative) Reclaiming recommendations and procedures on-site	61
Bibliography	67
Figure 1 – Decision flow chart for the destination of removed SF ₆	27
Figure 2 – Decision flow chart for on-site analysis	31
Figure A.1 – Moisture levels (ppmv) as a function of gas pressure <i>p</i>	41
Figure B.1 – SF ₆ gas sampling set-up: evacuation	45
Figure B.2 – SF ₆ gas sampling set-up: purging	47
Figure B.3 – Typical gas chromatogram of decomposed SF ₆	53
(analysis performed with a Porapak Q column)	53
Figure B.4 – IR spectrum of contaminated SF ₆	59
Table 1 – Origin of SF ₆ impurities	19
Table 2 – Maximum acceptable impurity levels	29
Table 3 – On-site methods	33
Table 4 – Laboratory methods	33
Table B.1 – Thermal conductivity detector relative response factor	55
Table B.2 – Peak absorption of SF ₆ and contaminants	59
Table C.1 – Suggested reclaiming operations	61
Table C.2 – Typical adsorbents for various SF ₆ impurities	63
Table C.3 – Summary of SF ₆ transportation regulations	65

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

LIGNES DIRECTRICES RELATIVES AU CONTRÔLE ET AU TRAITEMENT DE L'HEXAFLUORURE DE SOUFRE (SF₆) PRÉLEVÉ SUR LE MATÉRIEL ÉLECTRIQUE ET SPÉCIFICATION EN VUE DE SA RÉUTILISATION

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme Internationale CEI 60480 a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette seconde édition annule et remplace la première édition publiée en 1974. Elle constitue une révision technique.

Les modifications principales par rapport à l'édition précédente sont indiquées ci-dessous:

- mise à jour des questions environnementales, de stockage et des méthodes analytiques;
- addition de spécification pour la réutilisation du gaz;
- incorporation du processus de régénération de l'hexafluorure de soufre prélevé sur le matériel électrique.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**GUIDELINES FOR THE CHECKING AND TREATMENT
OF SULFUR HEXAFLUORIDE (SF₆) TAKEN FROM ELECTRICAL
EQUIPMENT AND SPECIFICATION FOR ITS RE-USE**

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 60480 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

This second edition cancels and replaces the first edition, published in 1974, and constitutes a technical revision.

The main changes with respect to the previous edition are listed below:

- updating of standard as it relates to environmental issues, storage and analytical methods;
- addition of specification for the re-use of gas;
- inclusion of a regeneration process for sulfur hexafluoride taken from electrical equipment.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/611/FDIS	10/612/RVD

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

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de maintenance indiquée sur le site web de la CEI sous «<http://webstore.iec.ch>» dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite;
- supprimée;
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60480:2004

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

FDIS	Report on voting
10/611/FDIS	10/612/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 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 date 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.

INTRODUCTION

L'hexafluorure de soufre, SF₆, est un gaz essentiel pour le matériel électrique. Du fait des aspects d'environnement, la communauté internationale – et spécialement l'industrie électrique – a développé d'importants efforts pour contrôler les impacts du produit sur l'environnement à toutes les étapes de sa vie, «de bout en bout», comme il est défini dans l'ISO 14040 [5] ¹.

Dans le sens de ces efforts et en les complétant, une attention particulière a été accordée aux procédures de régénération. Ces procédures permettront la réutilisation des gaz lorsque le matériel est entretenu, réparé ou atteint la fin de sa durée de vie. Cela inclut la spécification des niveaux d'impuretés acceptables, conformément à l'expérience acquise par les utilisateurs principaux (fabricants et entreprises publiques électriques).

¹ Les références entre crochets renvoient à la bibliographie.

INTRODUCTION

Sulfur hexafluoride, SF₆, is an essential gas for electrical equipment. Influenced by environmental concerns, the international community, and especially the electrical industry, has made and is still making a substantial contribution towards controlling the environmental impact of the product at all stages of its life, from “the cradle to the grave”, as it is defined in ISO 14040 [5]¹.

In line with these efforts and as a complement to them, particular attention has been paid to reclaiming procedures of the SF₆ as used in electrical equipment. These procedures allow the re-use of the gas when equipment is maintained, repaired or reaches the end of its service life. This includes acceptable limits for impurity levels, according to experience gained by main users (manufacturers and electrical utilities).

¹ References in square brackets refer to the bibliography.

LIGNES DIRECTRICES RELATIVES AU CONTRÔLE ET AU TRAITEMENT DE L'HEXAFLUORURE DE SOUFRE (SF₆) PRÉLEVÉ SUR LE MATÉRIEL ÉLECTRIQUE ET SPÉCIFICATION EN VUE DE SA RÉUTILISATION

1 Domaine d'application

La présente Norme concerne l'hexafluorure de soufre (SF₆) que l'on retire du matériel électrique (pour la maintenance ou en fin de vie) en vue de sa réutilisation.

La présente norme recommande des procédures pour la régénération du SF₆ usagé et pour la restauration de sa qualité à un niveau acceptable, afin de permettre le remplissage de nouveaux matériels électriques ou de matériels déjà existants.

La présente norme fournit des lignes directrices pour que le personnel d'exploitation ou de maintenance réalise des essais ou traite le SF₆ usagé en toute sécurité.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60050(191):1990, *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) – Chapitre 191: Sûreté de fonctionnement et qualité de service*

CEI 60050(212):1990, *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) – Chapitre 212: Isolants solides, liquides et gazeux*

CEI 60050(441):1984, *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) – Chapitre 441: Appareillage et fusibles*

CEI 60050(826):1982, *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) – Chapitre 826: Installations électriques des bâtiments*

CEI 60376:1971, *Spécifications et réception de l'hexafluorure de soufre neuf*

CEI 60376A:1973, *Premier complément – Section treize: Taux d'huile minérale*

CEI 60376B:1974, *Deuxième complément – Article 26*

CEI 60694:1996, *Spécifications communes aux normes de l'appareillage à haute tension*

CEI 61634:1995, *Appareillage à haute tension – Utilisation et manipulation de gaz hexafluorure de soufre (SF₆) dans l'appareillage à haute tension*

GUIDELINES FOR THE CHECKING AND TREATMENT OF SULFUR HEXAFLUORIDE (SF₆) TAKEN FROM ELECTRICAL EQUIPMENT AND SPECIFICATION FOR ITS RE-USE

1 Scope

This International Standard concerns the re-use of sulfur hexafluoride (SF₆) after removal from electrical equipment (for maintenance, or at the end of life).

This standard recommends procedures for reclaiming used SF₆ and for restoring its quality to an acceptable level, which would allow the filling of new or existing electrical equipment.

This standard provides guidance to operational and maintenance personnel for the testing and safe handling of used SF₆.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60050(191):1990, *International Electrotechnical Vocabulary (IEV) – Chapter 191: Dependability and quality of service*

IEC 60050(212):1990, *International Electrotechnical Vocabulary (IEV) – Chapter 212: Insulating solids, liquids, gases*

IEC 60050(441):1984, *International Electrotechnical Vocabulary (IEV) – Chapter 441: Switchgear, controlgear and fuses*

IEC 60050(826):1982, *International Electrotechnical Vocabulary (IEV) – Chapter 826: Electrical installations of buildings*

IEC 60376:1971, *Specification and acceptance of new sulfur hexafluoride*

IEC 60376A:1973, First supplement, *Specification and acceptance of new sulfur hexafluoride – Section Thirteen: Mineral oil content*

IEC 60376B:1974, Second supplement, *Specification and acceptance of new sulfur hexafluoride – Clause 26*

IEC 60694:1996, *Common specifications for high-voltage switchgear and controlgear standards*

IEC 61634:1995, *High-voltage switchgear and controlgear – Use and handling of sulfur hexafluoride (SF₆) in high-voltage switchgear and controlgear*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de la CEI 60050(191), CEI 60050(212), CEI 60050(441) et CEI 60050(826) sont applicables, ainsi que les définitions suivantes:

3.1 Termes généraux

3.1.1

matériel électrique

tout matériel utilisé pour la production, la transformation, le transport, la distribution ou l'utilisation de l'énergie électrique, tel que machines, transformateur, appareillage, appareil de mesure, dispositif de protection, matériel de canalisation, appareil d'utilisation

[VEI 826-07-01]

3.1.2

enveloppe

élément assurant la protection des matériels contre certaines influences externes et, dans toutes les directions, la protection contre les contacts directs

[VEI 826-03-12]

3.1.3

maintenance

combinaison de toutes les actions techniques et administratives, y compris les opérations de surveillance, destinées à maintenir ou à remettre une entité dans un état lui permettant d'accomplir une fonction requise

[VEI 191-07-01]

3.2 Aspects liés aux matériaux

3.2.1

matériau isolant

solide de conductivité électrique faible pratiquement négligeable, utilisé pour séparer des pièces conductrices portées à des potentiels différents

[VEI 212-01-01]

3.2.2

isolant gazeux

gaz de conductivité électrique faible pratiquement négligeable, utilisé pour séparer des pièces conductrices portées à des potentiels différents

[VEI 212-01-03]

3.2.3

électrode

pièce conductrice destinée à être mise en contact avec un milieu de conductivité différente

3.2.4

réservoir

conteneur de stockage

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions contained in IEC 60050(191) IEC 60050(212), IEC 60050(441) and IEC 60050(826), as well as the following, apply.

3.1 General terms

3.1.1

electrical equipment

any item used for such purposes as generation, conversion, transmission, distribution or utilization of electrical energy, such as machines, transformers, apparatus, measuring instruments, protective devices, wiring materials, appliances

[IEV 826-07-01]

3.1.2

enclosure

part providing protection of equipment against certain external influences and, in any direction, against direct contact

[IEV 826-03-12]

3.1.3

maintenance

combination of all technical and administrative actions, including supervision actions, intended to retain an item in, or restore it to, a state in which it can perform a required function

[IEV 191-07-01]

3.2 Material aspects

3.2.1

insulating material

solid with negligible low electric conductivity, used to separate conducting parts of different electrical potentials

[IEV 212-01-01]

3.2.2

insulating gas

gas with negligible low electric conductivity, used to separate conducting parts of different electrical potentials

[IEV 212-01-03]

3.2.3

electrode

conducting part intended as a conducting interface with a medium of different conductivity

3.2.4

reservoir

storage container

3.3 Aspects liés à l'environnement

3.3.1

hexafluorure de soufre neuf

SF₆ conforme à la CEI 60376 et jamais utilisé précédemment

3.3.2

hexafluorure de soufre usagé

SF₆ introduit dans le matériel électrique

3.3.3

hexafluorure de soufre non usagé

SF₆ n'ayant jamais été introduit dans un matériel électrique (par exemple un gaz ayant été transféré dans un réservoir de stockage)

3.3.4

recyclage

opération consistant à passer par une série de modifications ou de traitements de manière à revenir à une phase antérieure dans un processus cyclique

3.3.5

régénération

élimination des contaminants solubles et insolubles d'un isolant liquide ou d'un gaz par des moyens d'adsorption chimique en plus des moyens mécaniques, afin de rétablir des propriétés se rapprochant le plus possible de leurs valeurs initiales ou des niveaux proposés dans la présente norme

[VEI 212-09-05, modifiée]

3.3.6

adsorbant solide

substances solides pouvant être utilisées pour adsorber les impuretés

3.3.7

dispositif de régénération

dispositif utilisé pour la purification des gaz usagés dans le but d'une réutilisation sur site [1]

3.3.8

réutilisation

utilisation de gaz régénérés pour le remplissage de matériels électriques neufs ou déjà existants

3.3.9

gaz régénéré

gaz ayant été traité par un dispositif de régénération [1]

3.3.10

reprise

transfert de gaz d'un matériel d'énergie électrique dans un dispositif de régénération ou un conteneur de stockage [1]

3.3.11

élimination finale

transformation de gaz en substances qui peuvent soit être utilisées à d'autres fins soit être éliminées d'une manière compatible avec l'environnement [1]

3.3 Environmental aspects

3.3.1

new sulfur hexafluoride

SF₆ complying with IEC 60376, and never used previously

3.3.2

used sulfur hexafluoride

SF₆ introduced into electrical equipment

3.3.3

unused sulfur hexafluoride

SF₆ never been introduced into electrical equipment (e.g. gas having been transferred into a storage tank)

3.3.4

recycling

operation to pass through a series of changes or treatment so as to return to a previous stage in a cyclic process

3.3.5

reclaiming

elimination of soluble and insoluble contaminants from an insulating liquid or gas by chemical adsorption means, in addition to mechanical means, in order to restore properties as close as possible to the original values or to the levels proposed in this standard

[IEV 212-09-05, modified]

3.3.6

solid adsorbent

solid substances that can be used for adsorbing impurities

3.3.7

reclaimer

device for the purification of used gas for the purpose of re-use on-site [1]

3.3.8

re-use

use of reclaimed gas for filling new or existing electrical equipment

3.3.9

reclaimed gas

gas that has been processed by a reclaimer [1]

3.3.10

recovery

transfer of gas from electrical power equipment into a reclaimer or storage container [1]

3.3.11

final disposal

transformation of gas into substances which can either be used for other purposes or which can be disposed of in an environmentally compatible way [1]

4 Applications types du SF₆

Les applications types du SF₆ sont décrites dans la CEI 60376 et la CEI 61634.

5 Impuretés et leurs sources

5.1 Remarque d'introduction

Le SF₆ prélevé sur le matériel électrique en service contient plusieurs types d'impuretés. Certaines d'entre elles étaient déjà présentes dans le gaz neuf, à la suite du processus de fabrication. La nature de ces impuretés et les quantités acceptables sont exposées dans la CEI 60376 et la CEI 61634. Les impuretés supplémentaires attendues dans le SF₆ prélevé sur le matériel proviennent à la fois du traitement du gaz et du fonctionnement du matériel. Le Tableau 1 résume les principales impuretés et leurs sources [1][2].

Tableau 1 – Origine des impuretés du SF₆

Situation et utilisation du SF ₆	Sources des impuretés	Impuretés éventuelles
Pendant le traitement et en service	Fuites et évacuations incomplètes Désorption	Air, Huile, H ₂ O
Fonction isolante	Décharges partielles: effet de couronne et émission d'étincelles	HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂
Matériel de coupure	Erosion d'arc de coupure	H ₂ O, HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , CuF ₂ , SF ₄ , WO ₃ , CF ₄ , AlF ₃
	Erosion mécanique	Poussières de métal, particules
Arc interne	Fusion et décomposition de matériaux	Air, H ₂ O, HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , SF ₄ , CF ₄ Poussières de métal, particules AlF ₃ , FeF ₃ , WO ₃ , CuF ₂

5.2 Impuretés du fait du traitement et en service

Les matériels de remplissage et de vidange peuvent conduire à l'addition d'air et de vapeurs d'eau.

L'humidité peut également être désorbée des surfaces internes du matériel et des parties en polymères. Il se peut aussi que de l'huile provenant de la manutention du matériel (pompes et compresseurs) soit introduite par inadvertance dans le SF₆.

5.3 Impuretés dans le matériel possédant uniquement une fonction d'isolation

Le processus essentiel est la décomposition du SF₆ par décharges partielles (effet de couronne et amorçages). Les impuretés directement produites sont des fragments de SF₆ tels que SF₅, SF₄ et F, qui se combinent à O₂ et H₂O pour former des composés, principalement HF, SO₂, SOF₂, SOF₄ et SO₂F₂. En raison de la faible énergie des décharges partielles, les quantités accumulées de ces composés sont habituellement négligeables.

5.4 Impuretés dans le matériel de coupure

Pendant la coupure du courant, l'existence d'arcs à haute température entraîne la formation de produits de décomposition du SF₆, du métal d'électrode vaporisé, du plastique et des impuretés. De plus, des réactions chimiques ont lieu entre les produits formés (Tableau 1).

4 Typical applications of SF₆

The typical applications of SF₆ are described in IEC 60376 and IEC 61634.

5 Impurities and their sources

5.1 Introductory remark

SF₆ taken from electrical equipment in operation contains several kinds of impurities. Some of them are already present in the new gas, as a result of the manufacturing process. The nature of these impurities and the quantities admissible are reported in IEC 60376 and IEC 61634. The expected additional impurities in SF₆ taken from equipment come from both gas handling and the operation of the equipment. Table 1 summarizes the main impurities and their sources [1][2].

Table 1 – Origin of SF₆ impurities

SF ₆ situation and use	Sources of impurities	Possible impurities
During handling and in service	Leaks and incomplete evacuation Desorption	Air, Oil, H ₂ O
Insulating function	Partial discharges: Corona and sparking	HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂
Switching equipment	Switching arc erosion	H ₂ O, HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , CuF ₂ , SF ₄ , WO ₃ , CF ₄ , AlF ₃
	Mechanical erosion	Metal dusts, particles
Internal arc	Melting and decomposition of materials	Air, H ₂ O, HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , SF ₄ , CF ₄
		Metal dusts, particles, AlF ₃ , FeF ₃ , WO ₃ , CuF ₂

5.2 Impurities from handling and in service

Filling and emptying equipment may lead to the addition of air and water vapour.

Moisture can also be desorbed from internal surfaces of the equipment and from polymeric parts. Oil from handling equipment (pumps and compressors) may also be inadvertently introduced to SF₆.

5.3 Impurities in equipment having only an insulating function

The essential process is the decomposition of SF₆ by partial discharges (corona and sparking). The immediate products are fragments of SF₆, such as SF₅, SF₄ and F, that combine with O₂ and H₂O to form compounds, mainly HF, SO₂, SOF₂, SOF₄ and SO₂F₂. Due to low energy of the partial discharges, the accumulated quantities of these compounds are usually negligible.

5.4 Impurities in switching equipment

During current interruption, the existence of high temperature arcs leads to the formation of decomposition products of SF₆, vaporized electrode metal, plastics and impurities. In addition, chemical reactions take place between the products formed (see Table 1).

La quantité de ces sous-produits est fonction du nombre de coupures, de la conception du matériel et de l'utilisation ou non d'adsorbants (adsorbants solides).

Le matériel de coupure peut également contenir des particules et des poussières de métal provenant du frottement des contacts.

5.5 Impuretés dues à des arcs internes

L'occurrence d'un arc interne est extrêmement rare. Les impuretés auxquelles il faut s'attendre dans le SF₆ du matériel en défaut sont similaires à celles que l'on trouve normalement dans le matériel de coupure. La différence réside dans la quantité de composés qui devient suffisamment élevée pour créer un risque toxique (voir la CEI 61634). De plus, une vaporisation significative de matériau métallique se produit et crée des produits réactionnels supplémentaires.

6 Aspects liés à l'environnement

6.1 Remarque d'introduction

Les activités humaines ont un effet sur l'environnement. L'impact d'une activité donnée dépend de son ampleur et des matériaux concernés. Il est de ce fait nécessaire d'examiner l'influence éventuelle du SF₆ sur l'environnement.

6.2 Impact sur l'écosystème

Le SF₆ est un gaz inerte [3]. Comme sa solubilité dans l'eau est très faible [3], il ne présente aucun danger pour l'eau de surface, les nappes phréatiques ou encore le sol. Une accumulation biologique dans la chaîne alimentaire n'a pas lieu. Par conséquent, le SF₆ ne nuit pas à l'écosystème.

6.3 Appauvrissement en ozone

Le SF₆ ne contribue pas à la destruction de l'ozone de la stratosphère [3].

6.4 Effet de serre

Le SF₆ contribue à l'effet de serre. Cependant, les quantités relatives utilisées sont telles que la contribution à l'effet de serre est dans un rapport de 1 à plus de 1 000 lorsque l'on le compare à d'autres agents. L'effet de serre du SF₆ dans l'atmosphère est négligeable. De bonnes pratiques de manipulation comme celles définies dans la présente norme contribuent à assurer un impact très faible et à le maintenir d'une façon durable [3].

6.5 Produits de décomposition

Les produits de décomposition du SF₆ ne sont pas dégagés dans l'atmosphère en quantités significatives [2]. A l'issue de la durée de vie normale d'un équipement, les produits de décomposition peuvent être convertis en éléments neutres présents dans la nature sans effets néfastes sur l'environnement local.

6.6 Conclusion

L'utilisation du SF₆ dans le matériel électrique a un impact négligeable sur l'environnement et l'écosystème à l'échelle planétaire. Cependant cela ne pourra être durable que si les utilisateurs respectent des règles de bonne gestion du SF₆ utilisé dans le matériel électrique.

The quantity of these by-products is controlled by the number of operations, the design of equipment and the use of adsorbers (solid adsorbents).

Switching equipment may also contain particles and metal dust coming from the rubbing of contacts.

5.5 Impurities from internal arcs

The occurrence of an internal arc is extremely rare. The expected impurities in SF₆ in faulted equipment are similar to those normally found in switching equipment. The difference lies in the quantity of compounds, which becomes high enough to create a potential toxic risk (see IEC 61634). In addition, significant vaporization of metallic material occurs and creates additional reaction products.

6 Environmental aspects

6.1 Introductory remark

Human activities have an effect on the environment. The impact of a given activity depends on its scale and on the materials involved. It is therefore necessary to consider the possible influence of SF₆ on the environment.

6.2 Impact on the ecosystem

SF₆ is an inert gas [3]. As its solubility in water is very low [3], it presents no danger to surface and ground water or the soil. A biological accumulation in the nutrition cycle does not occur. Therefore, SF₆ does not harm the ecosystem.

6.3 Ozone depletion

SF₆ does not contribute to the destruction of stratospheric ozone [3].

6.4 Greenhouse effect

SF₆ contributes to the greenhouse effect. However, the relative amounts used are such that its contribution is less than 1 to 1 000 in comparison with other agents. Its effect is very small. Good handling practices such as those defined in this standard contribute to ensuring that a very small impact is effectively maintained over a long period of time [3].

6.5 Decomposition products

Decomposition products of SF₆ are not released into the atmosphere in significant quantities [2]. At the end of the service life of an item of equipment, they can be converted into naturally occurring neutral products with no adverse impact on the local environment.

6.6 Conclusion

The use of SF₆ in electrical equipment has a negligible impact on the global environment and ecosystem. However, this will only remain so provided that due regard is paid by users to the containment and management of SF₆ when used in electrical equipment.

7 Santé et sécurité

7.1 Remarque d'introduction

Le SF₆ est inodore, insipide et incolore. Il est chimiquement stable à température ambiante et non combustible.

En principe, un mélange de 20 % d'oxygène et 80 % de SF₆ peut être inhalé sans effet néfaste. Cependant, il est généralement recommandé que la concentration maximale de SF₆ dans l'environnement de travail soit maintenue à un niveau inférieur à 1 000 µl/l. Il s'agit de la valeur acceptée pour un horaire de travail à temps complet (8 h/jour, 5 jours/semaine). Elle n'est pas liée à la toxicité, mais constitue une limite établie pour tous les gaz non toxiques qui ne sont pas normalement présents dans l'atmosphère.

7.2 Précautions nécessaires à prendre avec le SF₆

Outre les informations données ci-dessus, il convient de prendre plusieurs précautions simples lorsque l'on utilise le SF₆. Les principaux domaines d'importance sont les suivants.

7.2.1 Diminution d'oxygène

Le SF₆ est environ 5 fois plus lourd que l'air et s'il est dégagé en grandes quantités dans un environnement de travail, il peut s'accumuler dans les sous-sols.

Ce faisant, l'air est déplacé et en conséquence la quantité d'oxygène disponible diminue.

Si la concentration en oxygène diminue en dessous de 16 % (voir la CEI 61634), un danger d'asphyxie existe pour tout le personnel travaillant dans ces zones. Les zones particulièrement sensibles sont celles qui se trouvent au-dessous du niveau du sol, mal ventilées ou non ventilées, telles que les caniveaux, les tranchées de câbles, les fosses de réparation et les systèmes d'évacuation.

Cependant, après une période de temps et en fonction du mouvement de l'air et de la ventilation, le SF₆ se mélange à l'air et sa concentration locale diminue pour atteindre des niveaux acceptables.

7.2.2 Mécanique

Dans de nombreuses applications la pression du SF₆ se situe au-dessus de la pression atmosphérique. Cela implique que des précautions spéciales doivent être prises lors de la manipulation du matériel pour éviter d'exposer les travailleurs aux risques liés à une défaillance mécanique des enveloppes.

7.2.3 Congélation

Si du SF₆ comprimé est rapidement dégagé, l'expansion soudaine réduit sa température. La température du gaz peut tomber à un niveau bien au-dessous de 0 °C.

Un travailleur accidentellement soumis à un jet de gaz, au cours d'un remplissage de matériel par exemple, court le risque de sérieuses brûlures par le froid s'il n'est pas équipé de vêtements de protection et de lunettes de sécurité.

7.3 Précautions nécessaires à prendre avec le SF₆ usagé

Dans certaines conditions, le SF₆ utilisé dans le matériel électrique peut contenir des produits de décomposition aux propriétés toxiques potentielles.

La décomposition peut se produire par deux biais principaux: les décharges électriques et l'élévation de température.

7 Health and safety

7.1 Introductory remark

SF₆ is odourless, tasteless and colourless. It is chemically stable at room temperature and is non-combustible.

In principle, a mixture of 20 % of oxygen and 80 % SF₆ can be inhaled without adverse effect. However, it is generally recommended that the maximum concentration of SF₆ in the working environment should be kept lower than 1 000 µl/l. This is the value accepted for a full time (8 h/day, 5 day/week) work schedule. This is not related to toxicity, but is an established limit for all non-toxic gases which are not normally present in the atmosphere.

7.2 Precautions necessary with SF₆

In addition to the information given above, several simple precautions should be observed when SF₆ gas is employed. The following are the main areas of importance.

7.2.1 Oxygen depletion

SF₆ gas is about 5 times heavier than air and if released in large quantities into the working environment may accumulate in low-lying areas.

In doing so the air is displaced and consequently the quantity of available oxygen will fall.

If the oxygen concentration falls below 16 % (see IEC 61634), a danger of asphyxiation will exist for any personnel working in these areas. Particularly sensitive areas are those below ground level, poorly or not ventilated, such as cable ducts, trenches, inspection pits and drainage systems.

However, after a period of time and depending upon air movement and ventilation, the SF₆ will become mixed with the working environment air and its local concentration will fall to acceptable levels.

7.2.2 Mechanical

In many applications the pressure of SF₆ gas employed is above atmospheric pressure. This implies that special precautions have to be taken when handling the equipment, to avoid exposing workers to the risks associated with mechanical failure of the enclosure walls.

7.2.3 Freezing

If compressed SF₆ is released rapidly, the sudden expansion reduces its temperature. The gas temperature may fall to well below 0 °C.

A worker accidentally subjected to a jet of gas, during equipment filling for example, runs a risk of serious freezing burns, if he is not equipped with protective clothing and eye protection.

7.3 Necessary precautions with used SF₆

Under certain conditions, the SF₆ gas used in electrical equipment can contain decomposition products with potential toxic properties.

Decomposition can occur in two ways: electrical discharges and heating.

7.3.1 Décomposition par décharges électriques

Toutes formes d'étincelles électriques dans le SF₆ tend à dissocier la molécule en ses constituants. Cependant, à la suite de cette dissociation chimique, la grande majorité des produits de décomposition se recombinent pour reformer du SF₆.

Comme mentionné à l'Article 5, la présence d'oxygène et de vapeur d'eau (et de surfaces métalliques) rendent possibles d'autres réactions. Certaines de ces réactions entraînent l'apparition de petites quantités de sous-produits qui peuvent avoir des propriétés toxiques.

7.3.2 Décomposition thermique

Au-dessus de 500 °C environ, le SF₆ commence subir une dissociation de ses éléments constitutifs.

De telles températures peuvent provenir par exemple d'incendies, d'éléments de chauffage, de fumée de cigarette, etc.

La présence de surfaces métalliques peut accroître cet effet par le biais de réactions catalytiques. Les produits de décomposition peuvent apparaître par des mécanismes similaires à ceux cités en 7.3.1.

7.4 Considérations d'ordre sanitaire

En exploitation normale, le SF₆ est confiné à l'intérieur des matériels électriques et les produits de décomposition toxiques stables sont piégés par des adsorbants ou par les surfaces internes de l'enveloppe.

Le SF₆ peut s'échapper du matériel électrique par trois biais principaux:

- une fuite structurelle;
- des procédures de traitement inappropriées;
- une défaillance de l'enveloppe.

Il existe un risque pour la santé uniquement si une quantité suffisante des produits de décomposition est présente dans l'environnement de travail, en fonction du temps d'exposition. Ces situations sont traitées en détail dans la CEI 61634.

8 Spécification de la qualité pour la réutilisation de SF₆ dans un appareillage nouveau ou existant

8.1 Logigramme de décision pour le SF₆ retiré du matériel électrique pour le traitement

Pour guider les opérateurs, le logigramme suivant (Figure 1) définit la procédure de choix pour déterminer la meilleure façon de manipuler le SF₆ après l'avoir retiré du matériel pour un traitement éventuel [1] [2].

7.3.1 Electrical discharge decomposition

Any form of electrical sparking in SF₆ gas will tend to break the molecule down into its constituent parts. Following this chemical breakdown however, the vast majority of the break-down products recombine back to SF₆.

As mentioned in Clause 5, the presence of oxygen and water vapour (and metal surfaces), render other reaction paths possible. Some of these paths lead to the appearance of small quantities of by-products, which may have toxic properties.

7.3.2 Thermal decomposition

Above about 500 °C SF₆ gas begins to break down into its constituent elements.

Such temperatures may result, for example, from fires, heating elements, cigarette smoking, etc.

The presence of metallic surfaces can enhance this effect through catalytic reactions. Decomposition products can appear by similar mechanisms to those cited in 7.3.1.

7.4 Health considerations

During normal service, the SF₆ gas remains inside the electrical equipment and the stable toxic decomposition products are trapped by adsorbents or on the internal surfaces of the enclosure.

SF₆ can escape from the electrical equipment in three ways:

- leakage;
- inadequate handling procedures;
- enclosure failure.

A risk to health exists only if a sufficient quantity of the decomposition products are present in the working environment coupled with the exposure time. These situations are treated in detail in IEC 61634.

8 Quality specification for re-use of SF₆ in new or existing switchgear

8.1 Decision flowchart for SF₆ removed from electrical equipment for treatment

As a guide for the operator, the following flowchart (Figure 1) defines the selection procedure to determine the best use of SF₆ after removing it from equipment for potential treatment [1][2].

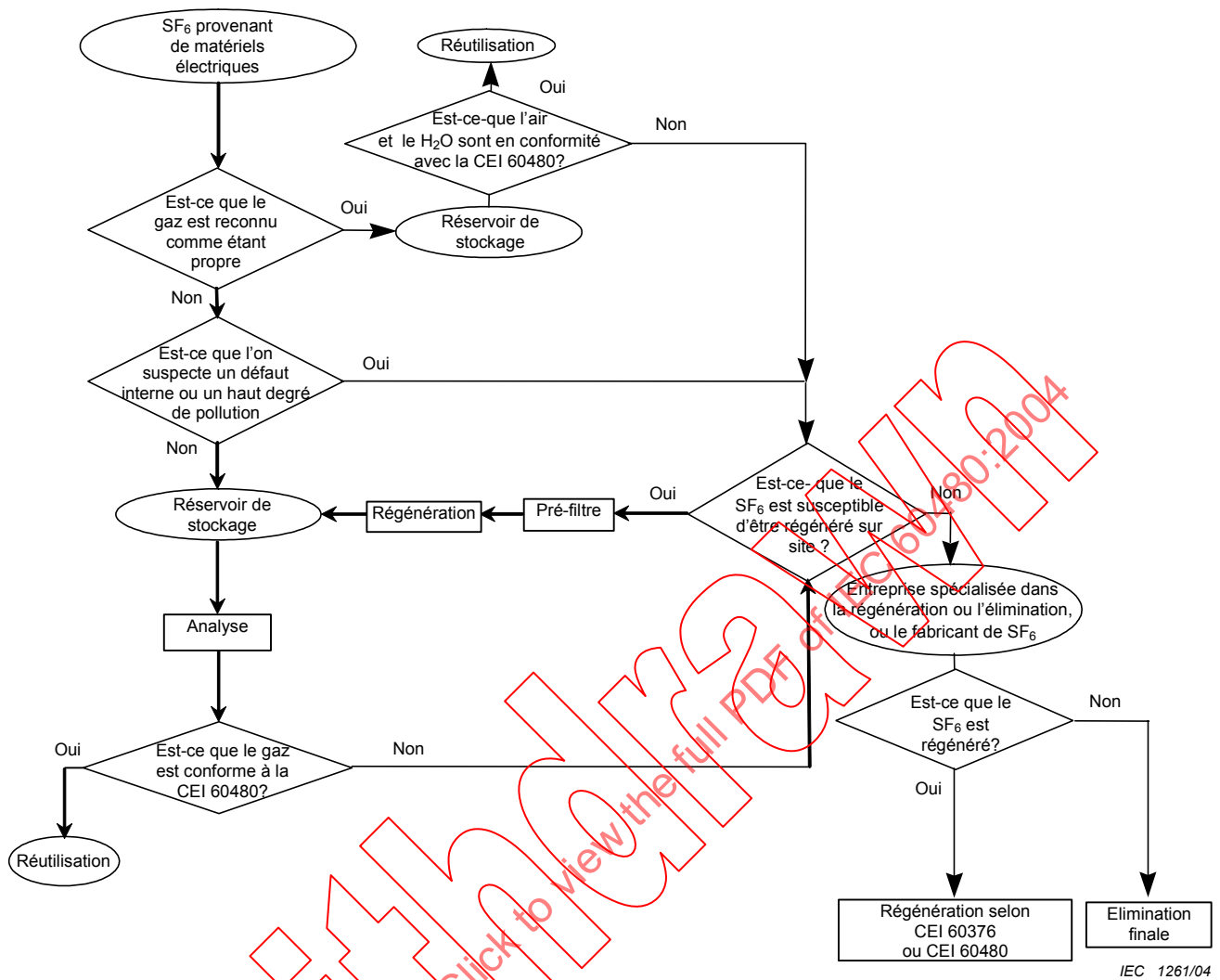


Figure 1 – Logigramme de décision pour la destination du SF₆ retiré

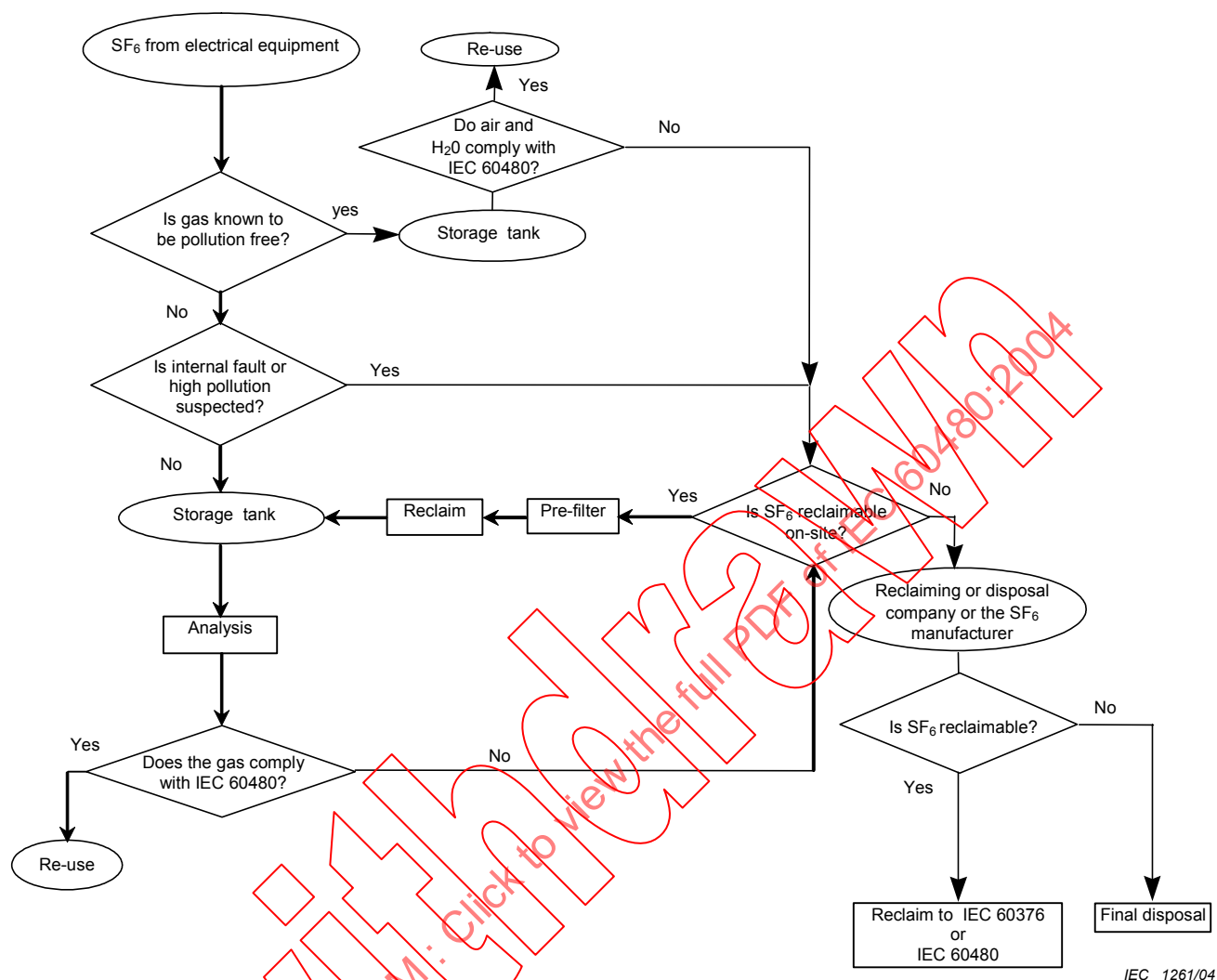


Figure 1 – Decision flow chart for the destination of removed SF₆

8.2 Niveaux d'impuretés maximum acceptables pour la réutilisation du SF₆

Tableau 2 – Niveaux d'impuretés acceptable maximum

Impureté	Niveaux acceptables maximaux	
	Pression absolue assignée < 200 kPa ^a	Pression absolue assignée > 200 kPa ^a
Air et/ou CF ₄	Volume 3 % ^b	Volume 3 % ^b
H ₂ O	95 mg/kg ^{c,d}	25 mg/kg ^{d,e}
Huile minérale	10 mg/kg ^f	
Produits de décomposition gazeux réactifs totaux	50 µl/l total ou 12 µl/l pour (SO ₂ + SOF ₂) ou 25 µl/l HF	

^a Dans la plage complète de pressions de réutilisation couvrant toutes les applications possibles (tant les systèmes d'isolation HT que MT ainsi que les disjoncteurs), une plage de pression d'utilisation faible $p < 200$ kPa a été définie pour tenir compte des systèmes d'isolation à basse pression (applications rencontrées dans la distribution MT).

^b Dans le cas de SF₆ mélangé à d'autres gaz, les proportions de ces gaz doivent être spécifiées par le fabricant de matériels.

^c 95 mg/kg (95 ppmw) est équivalent à 750 ppmv (750 µl/l) et à un point de rosée de –23 °C, mesuré à 100 kPa et 20 °C.

^d Convertis en ppmv ces niveaux doivent également s'appliquer aux mélanges en attendant qu'une norme appropriée soit disponible.

^e 25 mg/kg (25 ppmw) est équivalent à 200 ppmv (200 µl/l) et à un point de rosée de –36 °C, mesuré à 100 kPa et 20 °C.

^f Si un matériel de traitement du gaz (pompe, compresseur) contenant de l'huile est utilisé, il peut être nécessaire de mesurer la teneur en huile du SF₆. Dans le cas contraire, il n'est pas nécessaire de faire cette mesure.

Concernant l'analyse, la réalisation de la prise d'échantillon est une question délicate (voir l'Article B.1: Echantillonnage).

- Pour les impuretés d'eau ou produits de décomposition, la possibilité d'effectuer une régénération sur site dépend uniquement de la performance des filtres disponibles. Si le SF₆ ne peut être régénéré sur site, il doit être retourné au fabricant de SF₆ ou envoyé à une entreprise spécialisée dans sa régénération ou son élimination.
- Le cas de la contamination avec l'air et/ou le CF₄ doit être pris en compte séparément. Si la concentration d'air et/ou CF₄ dépasse le niveau maximal d'impureté acceptable donné dans le Tableau 2, et si le réservoir d'où a été prélevé l'échantillon contient du SF₆ en phase liquide, on peut transférer le SF₆ depuis la phase gazeuse dans un second réservoir. Il convient de continuer le transfert jusqu'à ce qu'un échantillon provenant du premier réservoir réponde au niveau maximal acceptable. Le contenu du second réservoir ne peut pas être régénéré sur site. Tout réservoir ne contenant pas de SF₆ liquide, c'est-à-dire uniquement la phase gazeuse, nécessite l'analyse d'un seul échantillon d'air et de CF₄ pour déterminer s'il est adapté à la réutilisation ou ne peut pas être régénéré sur site.

9 Méthodes analytiques pour le SF₆ et leur signification

9.1 Généralités

Les méthodes pour l'analyse du SF₆ doivent être utilisées sur des échantillons de gaz. Les détails des procédures pour l'obtention d'un échantillon et des méthodes analytiques sont fournis dans l'Annexe B.

8.2 Maximum acceptable impurity levels for re-use of SF₆

Table 2 – Maximum acceptable impurity levels

Impurity	Maximum acceptable levels	
	Rated absolute pressure <200 kPa ^a	Rated absolute pressure >200 kPa ^a
Air and/or CF ₄	3 % volume ^b	3 % volume ^b
H ₂ O	95 mg/kg ^{c,d}	25 mg/kg ^{d,e}
Mineral oil	10 mg/kg ^f	
Total reactive gaseous decomposition products	50 µl/l total or 12 µl/l for (SO ₂ +SOF ₂) or 25 µl/l HF	

^a Within the complete range of re-use pressures, covering all possible applications (both HV and MV insulation systems as well as all circuit-breakers), the low re-use pressure range $p < 200$ kPa has been defined to highlight low pressure insulation systems (typically applied in MV distribution).
^b In the case of SF₆ mixtures, the levels for these gases shall be specified by the equipment manufacturer.
^c 95 mg/kg (95 ppmw) is equivalent to 750 ppmv (750 µl/l) and to a dew point of –23 °C, measured at 100 kPa and 20 °C.
^d Converted to ppmv these levels shall also apply to mixtures until a suitable standard becomes available.
^e 25 mg/kg (25 ppmw) is equivalent to 200 ppmv (200 µl/l) and to a dew point of –36 °C, measured at 100 kPa and 20 °C.
^f If gas handling equipment (pump, compressor) containing oil is used, it may be necessary to measure the oil content of the SF₆. If all equipment in contact with the SF₆ is oil-free, then it is not necessary to measure oil content.

For the analysis, the sampling is a critical issue (see Clause B.1: Sampling).

- For impurities of water or decomposition products, the question of whether the SF₆ is reclaimable on-site depends only on the performance of the filters available. If the SF₆ is not reclaimable on-site, then it shall be returned to the SF₆ manufacturer or sent to a reclaiming or disposal company.
- The case of contamination with air and/or CF₄ shall be considered separately. If the concentration of air and/or CF₄ exceeds the maximum acceptable impurity level as given in Table 2, and if the reservoir from which the sample has been taken contains liquid SF₆, then transfer SF₆ from the gas phase into a second reservoir. The transfer should be continued until a sample from the first reservoir satisfies the maximum acceptable level. The contents of the second reservoir cannot be reclaimed on-site. Any reservoir that contains no liquid SF₆, i.e. only the gas phase, requires the analysis of only one sample for air and CF₄ to determine if it is suitable for re-use or cannot be reclaimed on-site.

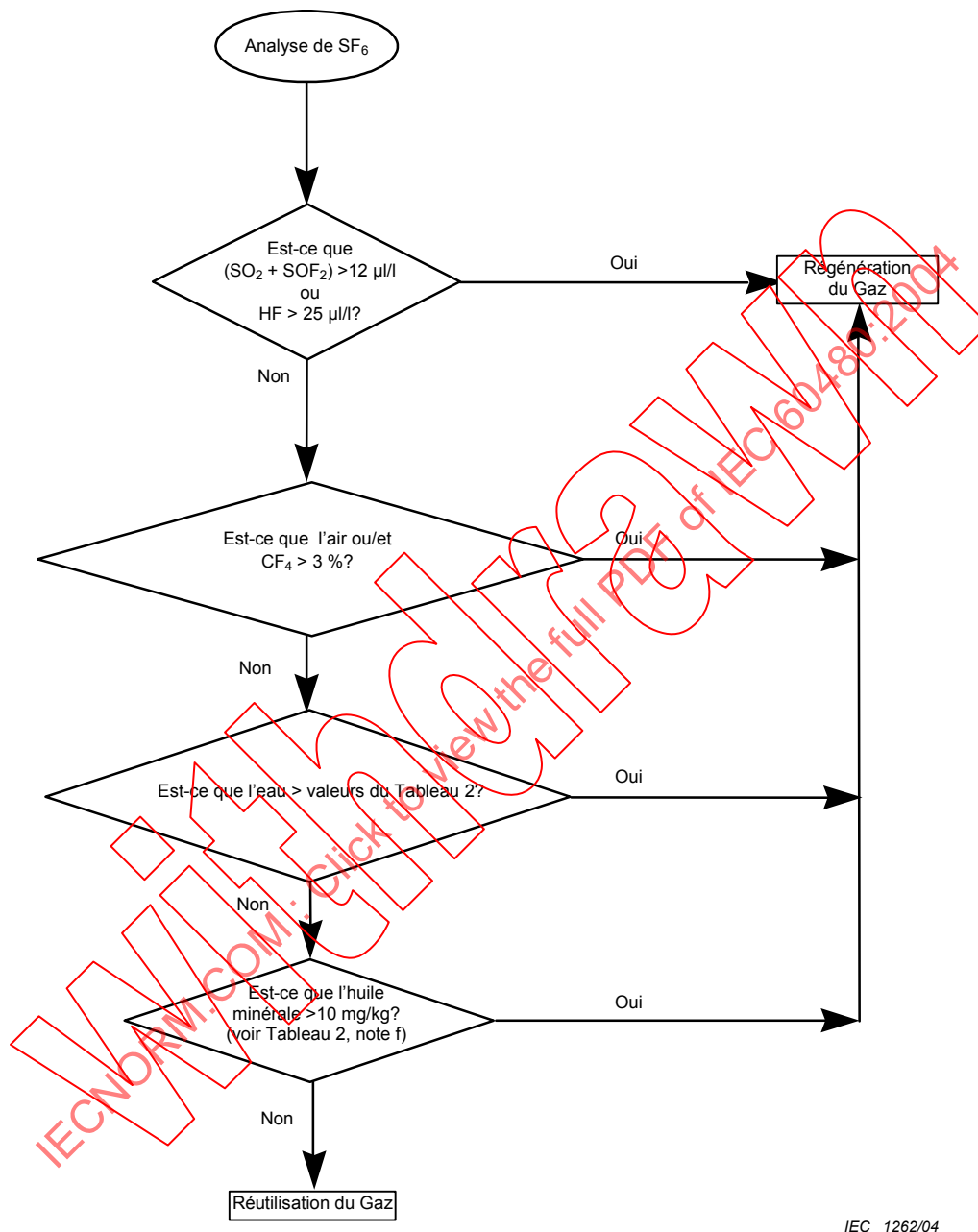
9 Analytical methods for SF₆ and their significance

9.1 General

The methods for analysis of SF₆ shall be used on gas samples. Details of the procedures for obtaining a sample and of the analytical methods are provided in Annex B.

9.2 Analyse sur site

Ces méthodes sont prévues pour être rapides et simples pour examiner le gaz. L'ordre dans lequel les analyses sont proposées permet de déterminer, aussi vite que possible, si le gaz est réutilisable ou peut être régénéré sur site (Figure 2).



IEC 1262/04

Figure 2 – Logigramme de décision pour une analyse sur site

Si les analyses sont faites sur site, on doit utiliser la quantité la plus faible possible de SF₆ pour éviter tout dégagement dans l'atmosphère et pour préserver la santé et la sécurité du personnel. L'ordre dans lequel les analyses doivent être faites et les méthodes analytiques sur site sont illustrés respectivement dans la Figure 2, le Tableau 3 et l'Annexe B.

Pour toute analyse sur site, l'opérateur doit suivre les instructions du fabricant concernant la précision du matériel analytique.

9.2 On-site analysis

These methods are intended to be quick and simple for screening the gas. The order of analysis has been set to determine, as quickly as possible, if the gas is re-usable or reclaimable on-site (Figure 2).

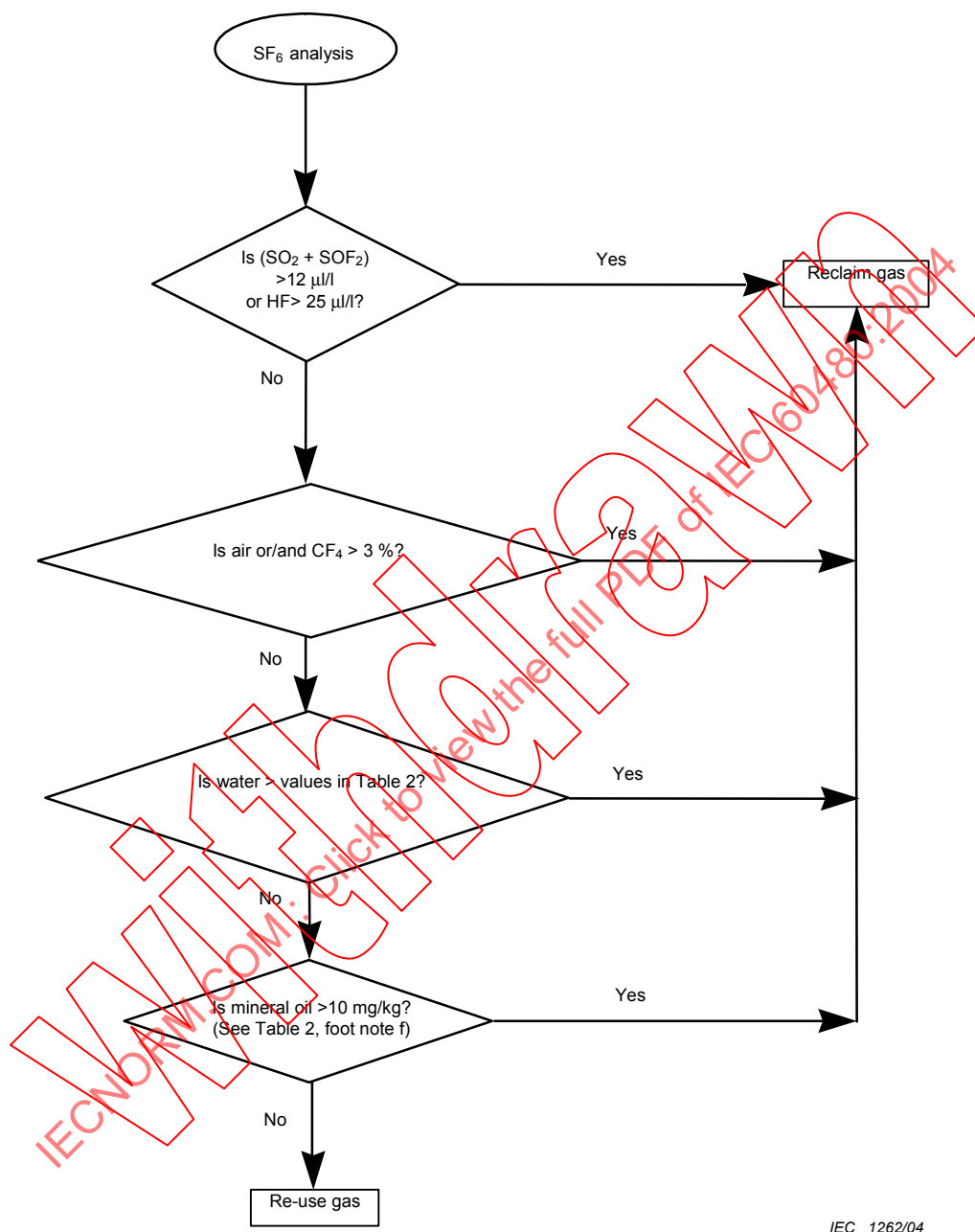


Figure 2 – Decision flow chart for on-site analysis

If on-site analysis systems are available, the specification requires the use of the lowest possible amount of SF₆, to avoid any release of SF₆ to the atmosphere, and to ensure the health and safety of personnel. The order of the gas screening analysis and the on-site available analytical methods are shown respectively in Figure 2, Table 3 and Annex B.

For all on-site analysis, the operator shall follow the manufacturer's instructions concerning the accuracy of analytical equipment.

Les analyses du SO_2 , SOF_2 et HF sont faites en premier pour deux raisons: premièrement pour une raison de sécurité, afin de permettre au personnel d'évaluer le risque encouru lors du traitement du SF_6 usagé, et en second lieu pour protéger le matériel d'analyse contre la corrosion.

Tableau 3 – Méthodes sur site

Ordre d'analyse		Impuretés	Méthodes disponibles
1	a	Produits de décomposition: SO_2 , SOF_2 , SO_2F_2 (Voir note)	Tube pour SO_2 + SOF_2 Chromatographe portatif pour phase gazeuse avec détecteur de conductivité thermique (GC-TCD)
	b	HF	Tube pour HF
2		Air et CF_4	Densimètre (pour le % de SF_6) GC-TCD portatif
3		Eau (humidité)	Tube pour eau Hygromètre électronique Hygromètre à miroir refroidi Capteur électrochimique
4		Huile	Tube pour huile minérale

NOTE Le SO_2F_2 peut être présent dans le gaz mais ne peut pas être mesuré avec les tubes détecteurs. Pour réaliser le filtrage de ce sous-produit, se reporter à l'Annexe C.

9.3 Analyse en laboratoire

Si aucun matériel n'est disponible sur site, les techniques suivantes doivent être utilisées. Les analyses en laboratoire sont destinées à fournir une évaluation quantitative des impuretés dans un échantillon de gaz.

L'eau est le seul contaminant que l'on ne peut déterminer avec précision à partir d'un échantillon. La teneur en eau d'un échantillon prélevée d'un contenant n'est pas représentative de la teneur en eau du contenant car l'eau s'adsorbe sur toutes les surfaces. Par conséquent, il convient de toujours effectuer l'analyse de l'eau directement dans le contenant sur site. En laboratoire, aucun ordre d'analyse n'est recommandé.

Tableau 4 – Méthodes de laboratoire

Impuretés	Méthodes disponibles
Air, oxygène et azote	Chromatographe pour phase gazeuse avec détecteur de conductivité thermique (GC-TCD)
CF_4	Chromatographe pour phase gazeuse (GC-TCD) Absorption dans l'infrarouge
Huile	Absorption dans l'infrarouge Chromatographe pour phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme (GC-FID)
Produits de décomposition: SO_2 , SOF_2 , SO_2F_2 , SF_4 , HF	Chromatographe pour phase gazeuse (GC-TCD) Chromatographie ionique Absorption dans l'infrarouge

The analysis for SO_2 , SOF_2 and HF are required first for two reasons: firstly for safety, to allow personnel to assess the risk involved in handling used SF_6 , and secondly to protect the analytical equipment against corrosion.

Table 3 – On-site methods

Order of analysis		Impurities	Methods available
1	a	Decomposition products: SO_2 , SOF_2 , SO_2F_2 (See note)	Tube for $\text{SO}_2 + \text{SOF}_2$ Portable gas chromatograph with thermal conductivity detector (GC-TCD)
	b	HF	Tube for HF
2		Air and CF_4	Density meter (for the % of SF_6) Portable GC-TCD
3		Water (moisture)	Tube for water Electronic hygrometer Chilled mirror hygrometer Electrochemical sensor
4		Oil	Tube for mineral oil
NOTE SO_2F_2 may be present in the gas but cannot be measured with detector tubes. To ensure the removal of this by-product, see Annex C.			

9.3 Laboratory analysis

If no equipment is available on-site, the following recommended techniques shall be used. Laboratory methods are intended to provide a quantitative assessment of the impurities in a gas sample.

Water is the only contaminant that cannot be determined accurately from a sampling cylinder. The water content of a sample in a cylinder taken from a reservoir is not representative of the water content in the reservoir because water adsorbs on all surfaces. Therefore, the water analysis should always be carried out directly on the reservoir on-site. There is no recommended order of analysis.

Table 4 – Laboratory methods

Impurities	Methods available
Air: oxygen and nitrogen	Gas chromatograph with thermal conductivity detector (GC-TCD)
CF_4	Gas chromatograph (GC-TCD) Infrared absorption
Oil	Infrared absorption Gas chromatograph with flame ionization detector (GC-FID)
Decomposition products: SO_2 , SOF_2 , SO_2F_2 , SF_4 , HF	Gas chromatograph (GC-TCD) Ion chromatography Infrared absorption

10 Traitement, stockage et transport

10.1 Remarque d'introduction

L'Article 10 traite des opérations concernant le SF₆ qui a séjourné dans un matériel électrique et qui est susceptible d'avoir été partiellement décomposé ou contaminé. De telles opérations comprennent l'enlèvement et le remplacement du SF₆ pendant des opérations de maintenance ou de modification de matériel [2][3].

La nécessité de traiter le SF₆ usagé survient lorsque

- a) la pression de gaz est complétée dans des enveloppes fermées,
- b) le gaz doit être extrait d'une enveloppe pour permettre la maintenance, une réparation ou une modification,
- c) le gaz doit être extrait à la fin de vie d'un élément du matériel,
- d) des échantillons du gaz doivent être prélevés ou la pression de gaz mesurée, par une connexion temporaire d'un dispositif de mesure.

Les dispositions de sécurité de cet article sont applicables à toutes ces situations; les deux premières situations apparaissent principalement pour des matériels haute tension mais peuvent également se produire avec du matériel GIS moyenne tension, en particulier s'il est nécessaire d'étendre un tableau de distribution existant. Elles ne se produisent pas pour le matériel utilisant des systèmes scellés.

10.2 Matériel de traitement du gaz

Lorsque le SF₆ usagé doit être extrait d'une enveloppe, des précautions doivent être prises pour prévenir un dégagement du gaz dans l'atmosphère, et en particulier dans le poste de travail.

Un matériel de récupération du gaz doit être utilisé dans la mesure du possible pour permettre le stockage sous pression du gaz. Il convient qu'un tel matériel soit capable de mettre en dépression l'enveloppe pour retirer autant de gaz que possible.

Des équipements de récupération de gaz sont disponibles sur le marché et certains sont spécialement conçus pour une utilisation avec du SF₆; il sont équipés d'installations de régénération pour filtrer les produits de décomposition gazeux et solides. Ce type de matériel est à privilégier, en particulier pour l'extraction du SF₆ le plus pollué, par exemple celui des disjoncteurs.

10.3 Prescriptions de sécurité générales

Des consignes pour travailler en toute sécurité avec le SF₆ doivent être données pour anticiper les risques suivants:

- a) la diminution d'oxygène (voir 7.2.1);
- b) la congélation (voir 7.2.3);
- c) l'exposition aux produits de décomposition (voir 7.3).

Les travailleurs chargés du traitement de SF₆ usagé doivent être équipés de matériels de protection individuelle (gants, lunettes, etc.). Les instructions du fabricant et des modes opératoires doivent préciser quels matériels sont nécessaires pour réaliser chaque opération énumérée en 10.1 (voir la CEI 61634).

Les travailleurs traitant le SF₆ usagé doivent être familiarisés avec les propriétés des produits de décomposition du SF₆ (Article 5) et doivent être informés des risques pour leur santé (par exemple contact, inhalation, etc.) et des précautions nécessaires pour les réduire. Les recommandations de sécurité générales sont fournies à l'Article 7 (voir également la CEI 61634).

10 Handling, storage and transportation

10.1 Introductory remark

Clause 10 deals with operations involving SF₆ that has been in an electrical equipment enclosure and that may have been partially decomposed or contaminated. Such operations include removing and replacing the SF₆ during maintenance or extension [2][3].

The need to handle used SF₆ arises when

- a) the gas pressure is topped up in closed pressure systems,
- b) the gas has to be removed from an enclosure to allow for maintenance, repair or extension,
- c) the gas has to be removed at the end of the life of an item of equipment,
- d) samples of the gas need to be obtained, or the gas pressure measured, through temporary connection of a measuring device.

Safety provisions in this clause are applicable to all these situations; the two first situations arise mainly with respect to high-voltage equipment and may occur with medium-voltage GIS equipment, in particular if it is required to extend an existing switchboard. They do not arise with equipment using sealed pressure systems.

10.2 Gas handling equipment

When used SF₆ has to be removed from an enclosure, caution shall be taken to prevent any avoidable release of the gas into the atmosphere and in particular into the work area.

Gas recovery equipment shall be used wherever possible to allow the gas to be stored, usually under pressure. Such equipment should be capable of evacuating the enclosure to remove as much of the gas as possible.

Gas recovery equipment is available which is specially designed for use with SF₆ and is provided with reclaiming facilities for removing gaseous and solid decomposition products. This type of equipment is preferred, particularly for the removal of more heavily contaminated SF₆, for example from circuit-breaker enclosures.

10.3 General safety requirements

Guidance for working safely with SF₆ is required in order to anticipate the following hazards:

- a) oxygen depletion (see 7.2.1);
- b) freezing (see 7.2.3);
- c) exposure to decomposition products (see 7.3).

Workers engaged in handling used SF₆ shall be provided with personal safety equipment (gloves, safety glasses, etc.). The manufacturer's instructions and user's codes of practice shall specify which items of equipment are required for each situation listed in 10.1 (see IEC 61634).

Workers handling used SF₆ shall be familiar with the properties of SF₆ decomposition products (Clause 5) and shall be aware of the risks to health (e.g. contact, inhalation, etc.) and the cautions necessary to minimize them. General safety recommendations are given in Clause 7 (see also IEC 61634).

10.3.1 Formation des travailleurs

Une formation spécifique de sécurité doit être donnée aux travailleurs chargés de traiter le SF₆ usagé. Il n'est pas considéré comme nécessaire que ces travailleurs possèdent une formation de pré-qualification ou des qualifications particulières.

Les travailleurs doivent être formés à l'utilisation de l'équipement de traitement du SF₆ utilisé pour transférer le gaz d'une enveloppe dans un moyen de stockage. Il convient que les instructions de fonctionnement du fabricant pour un tel matériel soient suivies toutes les fois qu'on l'utilise.

Les instructions de premier secours doivent être incluses dans la formation de sécurité.

10.3.2 Installations et services

Lorsque des enveloppes contenant du SF₆ usagé doivent être vidées et ouvertes, il convient que des installations appropriées soient disponibles pour les travailleurs pour qu'ils puissent se laver.

10.3.3 Travaux à l'extérieur

En extérieur, lors d'une extraction de gaz usagé d'une enveloppe, aucune précaution spéciale autre que d'éviter que le personnel soit exposé directement à d'éventuels produits de décomposition, et d'éviter le dégagement de SF₆, n'est à prendre.

10.3.4 Travaux à l'intérieur

Il convient que des installations intérieures soit équipées de ventilation appropriée.

Lorsque le SF₆ usagé doit être extrait d'une enveloppe dans une installation intérieure, il est nécessaire de s'assurer que les concentrations des produits de décomposition potentiellement toxiques (par exemple HF, SO₂, SOF₂, SO₂F₂) demeurent à des niveaux acceptables dans la zone de travail.

Pratiquement, cela est obtenu par une mesure directe des concentrations des principaux agents de toxicité, le SOF₂ fluorure de thionyle, les produits d'hydrolyse du SOF₂, l'anhydride sulfureux SO₂ et le fluorure d'hydrogène HF. Pour un niveau moyen de décomposition, les niveaux de sécurité de ces composés sont respectés lorsque la concentration maximale de 200 µl/l de SF₆ dans la zone (voir la CEI 61634) n'est pas dépassée. Néanmoins, il est rappelé que le plus important est d'éviter tous les dégagements de SF₆ à l'atmosphère.

Une information doit être affichée pour indiquer que les feux directs, le fait de fumer, de chauffer à plus de 200 °C et de souder sans précautions spéciales est prohibé, et pour donner des instructions de premier secours (voir la CEI 61634) lorsque que du SF₆ est extrait dans un endroit fermé.

10.4 Condition du SF₆ dans une enveloppe

Le mode de conditionnement du SF₆ usagé dans une enveloppe dépend du type et des énergies de décharges électriques ou d'arc qu'il a supporté. Les trois situations communément rencontrées sont les suivantes:

- a) Le SF₆ est contenu dans une enveloppe qui n'enferme pas de parties actives de disjoncteur et qui n'est pas reliée à une enveloppe de disjoncteur de sorte qu'un échange de gaz ne puisse pas se produire.

Les gaz: décomposition nulle à faible.

Les solides: dépôts de poudre faibles à nuls.

10.3.1 Training of workers

Specific safety training shall be given to workers required to handle used SF₆. It is not considered necessary that such workers have any pre-qualifying training or qualifications.

Workers shall be trained in the use of SF₆ handling equipment used to transfer gas from an enclosure into a storage vessel. The manufacturer's operating instructions for such equipment should be complied with whenever it is used.

First-aid instructions shall be included in the safety training.

10.3.2 Facilities and services

Where enclosures containing used SF₆ have to be emptied and opened, adequate washing facilities for workers should be available.

10.3.3 Outdoor working

When working outdoors, while removing used SF₆ from an enclosure, no special precautions are necessary other than to prevent personnel from being exposed directly to its decomposition products, and to avoid release of SF₆.

10.3.4 Indoor working

Indoor installations should be provided with adequate ventilation.

When used SF₆ has to be removed from an enclosure in an indoor installation, it is necessary to ensure that the concentrations of potentially toxic decomposition products (e.g. HF, SO₂, SOF₂, SO₂F₂) remain at safe levels in the working area.

Ideally, this is achieved by direct measurement of the concentrations of the main contributor to toxicity, thionyl fluoride SOF₂, and of the products of SOF₂ hydrolysis, sulfur dioxide SO₂ and hydrogen fluoride HF. For a medium level of decomposition, safe levels of these compounds are indicated by a maximum concentration of 200 µl/l of SF₆ in the area (see IEC 61634). Nevertheless, this should not preclude the more important concern: avoiding the release of SF₆.

A notice stating that open fires, smoking, heating to more than 200 °C and welding without special precautions are prohibited and giving first-aid instructions (see IEC 61634) should be displayed while SF₆ is being handled in an indoor location.

10.4 Condition of the SF₆ in an enclosure

The condition of the used SF₆ in an enclosure will depend on the types and energies of electrical discharges or arc that have occurred within it. Three situations are commonly found as follows:

- a) SF₆ is in an enclosure which does not contain active parts of a circuit-breaker and that is not linked to a circuit-breaker enclosure so that an exchange of gas cannot occur.

Gas: zero to low decomposition.

Solids: little or no powder deposits.

- b) Le SF₆ est contenu dans une enveloppe enfermant les parties actives d'un disjoncteur, ou est relié à un tel compartiment.

Le gaz: décomposition moyenne (la teneur de sous-produit dépend de l'efficacité du matériau absorbant utilisé dans ce type d'enveloppe).

Les solides: la quantité de dépôts dépendra de l'historique d'interruption de courant.

- c) Le SF₆ se situe dans un équipement où il y a eu un amorçage sans ouverture de l'enveloppe par une vanne de décharge de pression ou par percement. Dans ce cas, un défaut interne s'est produit mais un disjoncteur a éliminé le défaut avant que la pression dans l'enveloppe n'ait augmenté suffisamment pour provoquer un dégagement de SF₆.

Le gaz: il convient de s'attendre à une décomposition élevée.

Les solides: une grande quantité de dépôts solides est prévisible. Leurs compositions dépendent de la nature des matériaux qui ont été chauffés par l'arc.

Les informations sur l'échantillonnage et les essais de SF₆ prélevés d'une enveloppe sont fournies dans l'Annexe A.

10.5 Extraction de SF₆ usagé d'une enveloppe

Le matériel de récupération du gaz, décrit dans l'Annexe C, doit être disponible pour permettre au SF₆ d'être extrait en minimisant les fuites dans l'atmosphère et il comprendra de préférence un dispositif destiné à régénérer le gaz. Un tel équipement sera constitué d'une pompe à vide, d'une cartouche filtrante, d'un compresseur, d'un dispositif adapté pour réguler le débit de gaz, et d'un réservoir.

Le gaz qui n'a pas été régénéré sur site par un matériel de récupération doit être envoyé au fabricant de gaz, à l'entreprise de régénération ou à l'opérateur chargé de l'élimination (voir Figure 1).

10.6 Stockage et transport du SF₆ usagé

Le stockage et le transport de SF₆ neuf, inutilisé ou usagé, doivent toujours être effectués en conformité avec les réglementations nationales.

Le SF₆ est toujours stocké temporairement dans des bouteilles ou des sphères, pendant les procédures de régénération et le transport à d'autres emplacements pour la réutilisation dans d'autres équipements.

Il convient que ces contenants portent un code couleur spécial pour éviter la confusion entre le SF₆ neuf et le SF₆ usagé (voir Article C.3).

Il convient que les contenants étiquetés pour renfermer du SF₆ neuf ne soient pas utilisés pour le stockage de SF₆ usagé.

Pour le stockage, la plupart des matériels de récupération de gaz peuvent utiliser le même type de contenants que ceux utilisés pour le gaz neuf, à condition qu'ils puissent mettre le SF₆ sous une pression de 5 MPa. Par cette méthode, le SF₆ usagé peut être stocké d'une manière sûre dans un rapport de 1 kg de SF₆ par litre sans nécessiter une manipulation contraignante du contenant.

- b) SF₆ is in an enclosure containing active parts of a circuit-breaker, or linked to such a compartment.

Gas: medium decomposition (by-product contents depend on the efficiency of the absorbent material used in this type of enclosure).

Solids: quantity of deposits will depend upon the current interruption history.

- c) SF₆ is in any enclosure in which abnormal arcing occurred but where the enclosure did not open to the atmosphere through pressure relief valve or burn-through. In this case, an internal fault has occurred but a circuit-breaker has cleared the fault before the pressure in the enclosure has risen sufficiently to cause a release of SF₆.

Gas: high decomposition should be expected.

Solids: a large quantity of deposits is expected. Their compositions depend on which materials have been heated by the arc.

Information on sampling and testing SF₆ taken from an enclosure is given in Annex A.

10.5 Removing used SF₆ from an enclosure

Gas recovery equipment, as described in Annex C, shall be provided to allow SF₆ to be removed whilst minimizing leakage to the atmosphere, and will preferentially contain means for reclaiming used SF₆. Such equipment would normally comprise at least a vacuum pump, filter cartridge, compressor, suitable means for controlling the flow of the gas and a reservoir.

Gas that is not reclaimed on-site within the recovery equipment shall be sent to the gas manufacturer, reclaiming company or disposal operator (see Figure 1).

10.6 Storage and transportation of used SF₆

Storage and transportation of new, un-used and used SF₆ shall always be carried out fully in accordance with the local regulations.

Unavoidably, SF₆ is temporarily stored in vessels, preferably cylinders, during reclaiming procedures and transportation to other locations for re-use in other equipment.

These cylinders should be specially colour-coded to avoid confusion between used and new SF₆ (see Clause C.3).

The use of cylinders that were shipped with new SF₆, or are labelled to have new SF₆ in them, should not be used for storage of used SF₆ at any time.

Most gas recovery equipment can use the same type of gas cylinders for storage as those supplied with new gas, provided they can pressurize the SF₆ to 5 MPa. With this method, used SF₆ gas can be stored at a safe ratio of 1 kg SF₆ per litre volume without requiring special handling of the reservoir.

Annexe A (informative)

Variation maximale des niveaux d'humidité tolérables pour la réutilisation

Concernant l'humidité, trois niveaux de base sont essentiels, à savoir [1]:

- Le niveau d'humidité au-dessus duquel la condensation de liquide se produit et qui, en termes de pression de vapeur d'eau partielle, est de 611 Pa (voir la CEI 61634).
- Le niveau maximal acceptable dans l'équipement selon la CEI 60694, qui a été choisi pour exclure de façon certaine la condensation de liquide. Celui-ci est défini par un point de rosée de -5 °C qui correspond à une pression de vapeur d'eau de 400 Pa (voir la CEI 61634), qui est environ les deux tiers du niveau de condensation liquide de $P_{\text{H}_2\text{O}} = 611\text{ Pa}$.
- Le niveau d'humidité de base dans l'équipement qui est typiquement dans la gamme de quelques 100 ... 300 Pa [4]. Ce niveau est établi comme résultat des processus d'adsorption/désorption sur les surfaces intérieures de l'équipement et des adsorbants et est ainsi une caractéristique de la conception et de l'état de l'enveloppe. Il ne peut pas être réduit en remplissant du gaz sec car l'humidité contenue sur les surfaces et dans l'adsorbant représente environ deux ordres de grandeur de plus que l'humidité qui pourrait être transportée par le gaz humide [1].

Il est cependant considéré comme approprié d'exiger, comme critère pour la réutilisation, que la pression de vapeur d'eau dans le gaz ne dépasse pas 150 Pa (voir la CEI 61634), ce qui correspond à un point de rosée de -15 °C . Ce niveau fournit une marge de sécurité d'un facteur de 2,7 par rapport au niveau maximum admissible par l'appareil (400 Pa) et une marge d'un facteur de 4 par rapport au niveau au-dessus duquel la condensation liquide se produirait (611 Pa).

La Figure A.1 indique les niveaux d'humidité présentés ci-dessus en termes d'unité de mesure préférentielle recommandée ppmv, en fonction de la pression de fonctionnement p .

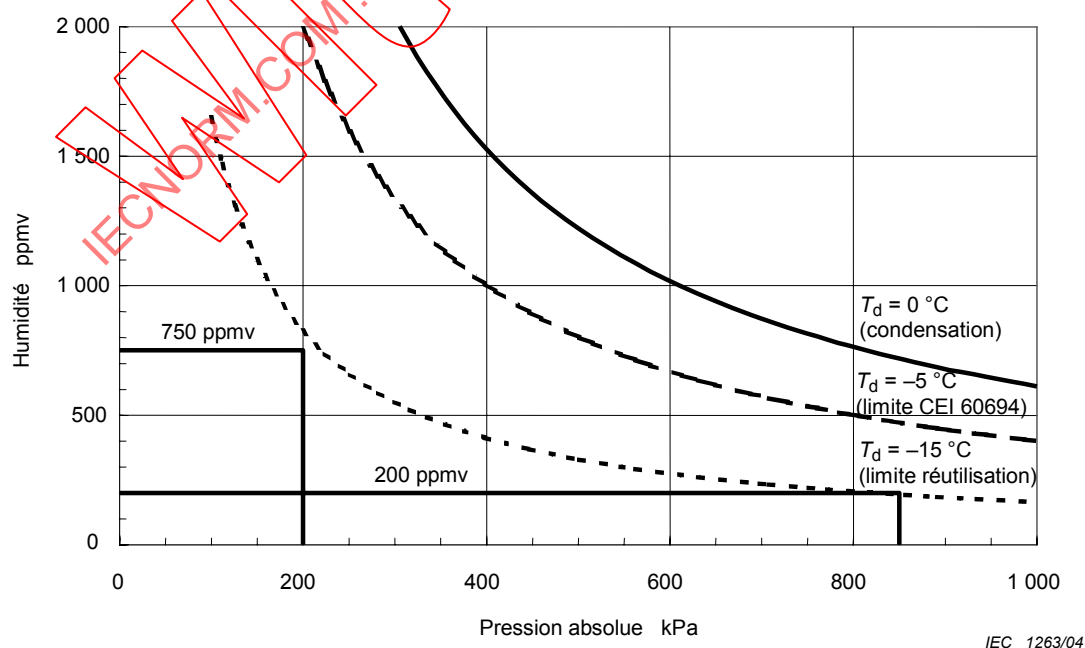


Figure A.1 – Niveau d'humidité (ppmv) en fonction de la pression de gaz p

Annex A (informative)

Derivation of maximum tolerable moisture levels for re-use

For an understanding of moisture as it relates to this standard, three basic levels are discussed, namely [1]:

- a) The moisture level above which liquid condensation occurs and which, in terms of the partial water vapour pressure, is 611 Pa (see IEC 61634).
- b) The maximum tolerable level in equipment according to IEC 60694, which was chosen to safely exclude liquid condensation. It is specified by a dew point of -5 °C which corresponds to a water vapour pressure of 400 Pa (see IEC 61634), which is about two-thirds of the liquid condensation level of $P_{\text{H}_2\text{O}} = 611\text{ Pa}$.
- c) The basic moisture level in equipment which is typically in the range of some 100 ... 300 Pa [4]. This level is established as a result of sorption-desorption processes at the inner surfaces of the equipment and the adsorbers and thus is a characteristic of the enclosure design and state. It cannot be reduced by filling in dry gas because the surfaces and adsorber contain about two orders of magnitude more moisture than could be carried in by moist gas [1].

It is therefore considered as adequate to require, as criterion for reuse, that the water vapour pressure in the gas should not exceed 150 Pa (see IEC 61634), which corresponds to a dew point of -15 °C . This level provides a safety margin of a factor of 2,7 with respect to the maximally admissible level in equipment (400 Pa) and a margin of a factor of 4 with respect to the level above which liquid condensation would occur (611 Pa).

Figure A.1 reports the above discussed moisture levels in terms of the recommended preferential measurement unit, ppmv, and the operating pressure p .

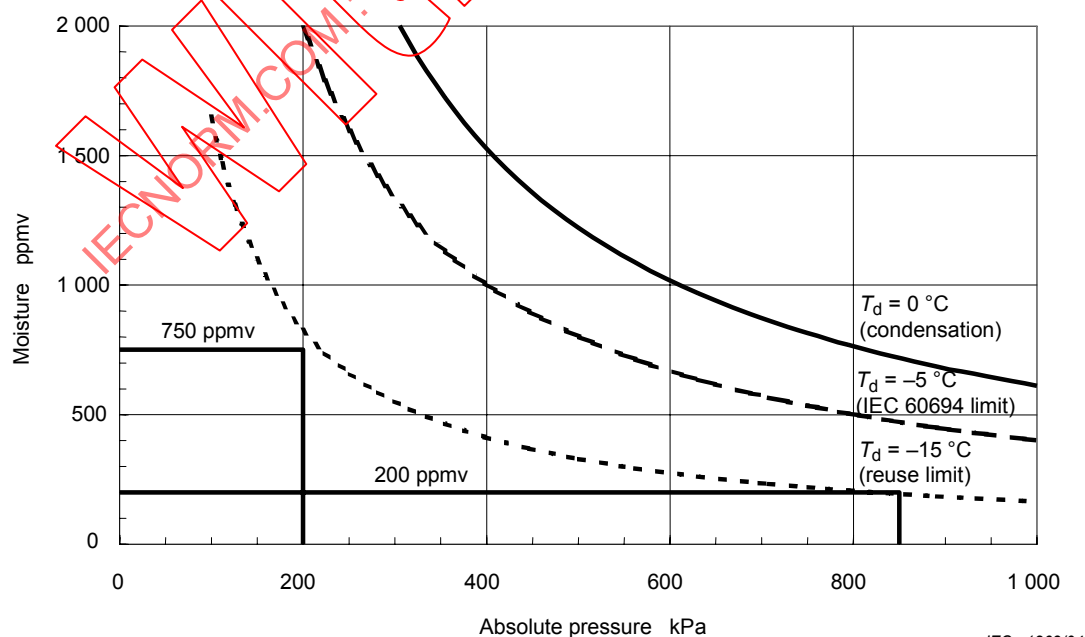


Figure A.1 – Moisture levels (ppmv) as a function of gas pressure p

- Courbe du haut: Limite de condensation de liquide (611 Pa, $T_d = 0\text{ °C}$).
- Courbe du milieu: Concentration maximale dans l'appareil selon la CEI 60694 (400 Pa, $T_d = -5\text{ °C}$).
- Courbe du bas: Niveau tolérable maximal proposé pour la réutilisation (150 Pa, $T_d = -15\text{ °C}$).
- Paliers: Proposition pour la simplification distinguant entre la gamme de pression de réutilisation faible ($p < 200\text{ kPa}$) et la gamme de pression de réutilisation complète ($p < 850\text{ kPa}$).

Etant donné que les valeurs de ppmv représentent le rapport de la pression de vapeur d'eau p_{H_2O} par rapport à la pression de gaz p , celles-ci sont inversement fonction de la pression de gaz p . L'échelle de ppmv permet à lire directement les marges de sécurité entre les trois courbes pour la condensation liquide, la CEI 60694 et le niveau d'impureté maximum proposé pour la réutilisation.

Pour des raisons pratiques, il est considéré comme gênant de déterminer les niveaux de ppmv pour réutilisation pour chaque pression séparément. Ainsi, il est proposé de simplifier le critère d'humidité pour la réutilisation en définissant la gamme basse des pressions de réutilisation dans la gamme complète des pressions de réutilisation comme indiqué par les paliers.

La gamme complète de pression de réutilisation du SF_6 , inférieure à 850 kPa, couvre aussi bien les systèmes d'isolation haute et moyenne tension que tous les disjoncteurs. Dans ce cas, l'usage général exige des appareils de régénération qu'ils compriment le SF_6 jusqu'à la liquéfaction.

La plage basse de pression de réutilisation du SF_6 , inférieure à 200 kPa, est établie uniquement pour les systèmes d'isolation moyenne tension. Des dispositifs de régénération de faible coût sont disponibles et peuvent être utilisés, car il n'est pas nécessaire de comprimer le SF_6 jusqu'à la liquéfaction, ce qui permet d'avoir un meilleur bilan économique dans ce cas.

Pour les deux gammes de pression, les critères de réutilisation sont choisis de telle façon que la courbe limite correspondant à une pression de vapeur d'eau de 150 Pa soit pratiquement atteinte à la pression de réutilisation la plus élevée de la gamme de pression, à savoir 200 kPa pour la gamme basse pression et à 850 kPa pour la gamme de pression complète.

Uppermost curve: Liquid condensation limit (611 Pa, $T_d = 0\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Middle curve: Maximum concentration in equipment according to IEC 60694 (400 Pa, $T_d = -5\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Lower curve: Proposed maximum tolerable level for re-use (150 Pa, $T_d = -15\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Step curve: Proposal for simplification, distinguishing between low (<200 kPa) and complete (<850 kPa) range of re-use pressures

As the ppmv values are obtained as the ratio of the water vapour pressure $p_{\text{H}_2\text{O}}$ to the gas pressure p they inversely depend on the gas pressure p . The ppmv scale allows for a direct reading of the safety margins between the three curves for liquid condensation, IEC 60694 and the proposed maximum impurity level for re-use.

For practical reasons it is considered cumbersome to determine the ppmv levels for reuse for each pressure separately. It is therefore proposed to simplify the moisture criterion for reuse by defining the low range of reuse pressures within the complete range of reuse pressures as indicated by the step curve.

The complete SF_6 reuse pressure range below 850 kPa covers both HV and MV insulation systems as well as all circuit-breakers. The required general purpose reclaiming equipment has to compress SF_6 to liquefaction.

The low SF_6 re-use pressure range below 200 kPa is only for the MV insulation systems. Low cost reclaiming devices are available and can be utilized, as there is no need to compress SF_6 to liquefaction and therefore provides better economy for this application.

The re-use criteria for both pressure ranges are chosen such that the limit curve corresponding to a water vapour pressure of 150 Pa is practically fulfilled at the highest re-use pressure in the range, namely, at 200 kPa for the low pressure range and at 850 kPa for the complete pressure range.

Annexe B (informative)

Description des différentes méthodes d'analyse (sur site et en laboratoire)

B.1 Echantillonnage

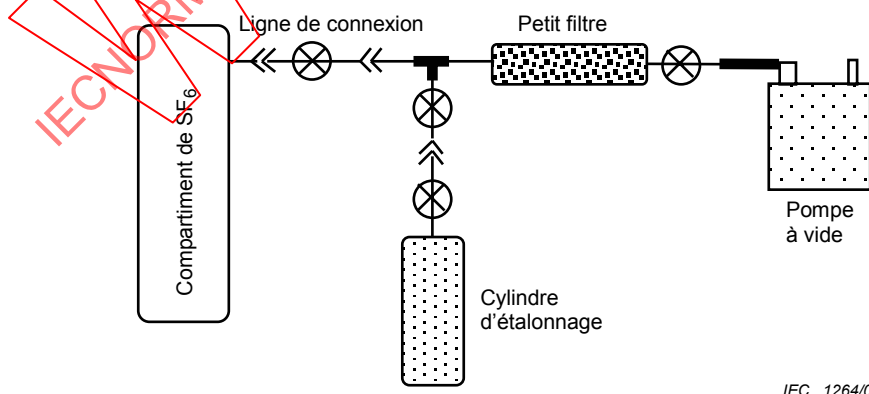
Il faut que l'échantillon prélevé soit représentatif de la composition du gaz contenu dans le réservoir. Il convient de prélever l'échantillon sur la phase liquide si le réservoir contient du liquide. Si le réservoir ne contient pas de liquide, alors l'échantillon de gaz sera représentatif du produit.

Avant de prélever l'échantillon dans le réservoir, il convient que le volume de tous les tuyaux de raccordement du réservoir au matériel d'analyse ou au cylindre de prise d'échantillon soit évacué avec une pompe à vide. Sur le réservoir, si la vanne pour prise d'échantillon est connectée à la chambre principale par une longue section de tuyau étroit, il convient que les tuyaux de raccordement soient purgés avec du gaz provenant du réservoir pour s'assurer que l'échantillon analysé est représentatif du SF₆ contenu dans le réservoir.

Dans la mesure du possible, il convient que les composants des matériels de prélèvement en contact avec le SF₆ soient construits en acier inoxydable ou autres matériaux résistant aux produits chimiques pour éviter les réactions et la contamination durant le processus d'échantillonnage. Il ne faut pas que l'échantillon à analyser passe par un filtre actif (tamis moléculaire, oxyde d'aluminium) qui pourrait modifier la composition du gaz. Cependant, un filtre à particules peut être nécessaire pour s'assurer que l'échantillon n'est pas contaminé par des particules.

Pour réduire l'émission du SF₆ dans l'atmosphère et limiter l'exposition du personnel aux produits de décomposition toxiques, il convient d'utiliser un sac collecteur ou un matériel similaire (Figures B.1 et B.2). Il convient de régénérer le gaz du sac collecteur.

Ces figures peuvent servir à illustrer la procédure d'échantillonnage sur site.



IEC 1264/04

Figure B.1 – Montage d'échantillonnage du gaz SF₆: évacuation

Annex B (informative)

Description of the different methods of analysis (on-site and laboratory)

B.1 Sampling

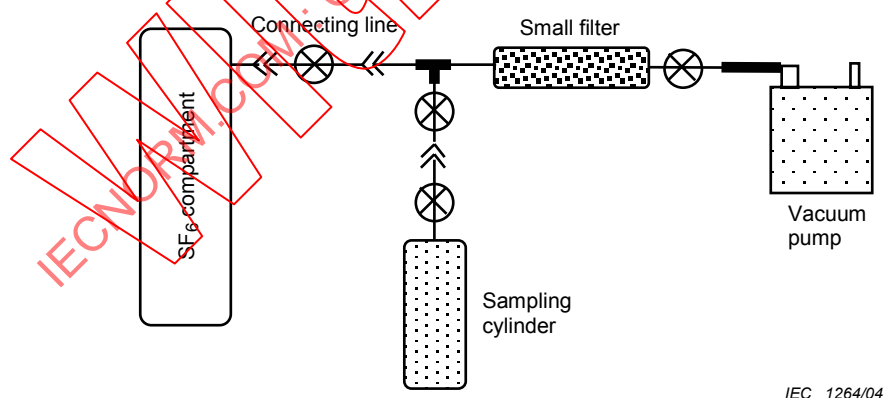
A sample must be representative of the gas composition in a reservoir. The sample should be taken from the liquid phase. If there is no liquid SF_6 in the reservoir then the sample will be truly representative of the gas.

Before taking a sample from the reservoir, the volume of all the connections from the reservoir to the analytical equipment or sample cylinder should be evacuated with a vacuum pump. On the reservoir, if the sampling port is connected to the main chamber by a long section of narrow pipe, then the pipe connection should be purged with gas from the reservoir, to ensure that the sample is representative of the SF_6 in the reservoir.

As far as possible, the components in contact with the SF_6 should be constructed of stainless steel or other chemically resistant material to minimize reactions and contamination during the sampling process. The sample to be analysed must not pass through an active filter (molecular sieve, aluminium oxide) that could alter the gas composition. However, a particle filter may be necessary to ensure that the sample is not contaminated with particles.

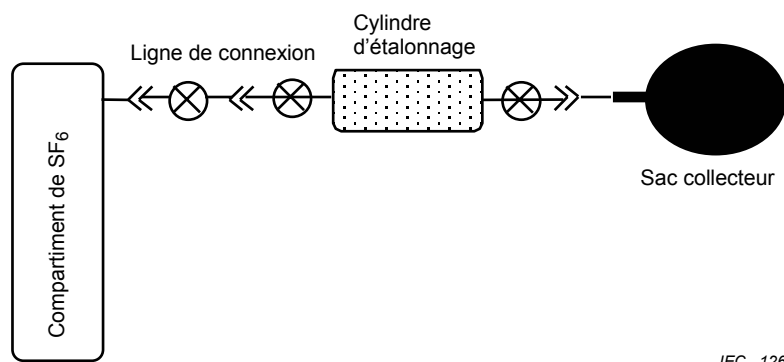
To minimize the release of SF_6 into the atmosphere and to limit the exposure of personnel to toxic decomposition products, a collecting bag, or similar equipment should be used (Figures B.1 and B.2). The gas in the collecting bag should be reclaimed.

These figures can serve to illustrate the field sampling procedure.



IEC 1264/04

Figure B.1 – SF_6 gas sampling set-up: evacuation



IEC 1265/04

Figure B.2 – Montage d'échantillonnage du gaz SF₆: purge

B.1.1 Connexion d'échantillonnage sur site

Une connexion directe est nécessaire pour toutes les méthodes d'analyse sur site. Il convient que le tuyau de raccordement soit un tube en acier inoxydable, de 3 mm à 6 mm de diamètre extérieur (nominal), et d'une longueur inférieure à 2 m. Il convient que les extrémités du tuyau possèdent des accessoires ou des robinets anti-retour pour rendre le tuyau étanche à la contamination de l'air ambiant lorsqu'il n'est pas utilisé.

B.1.2 Échantillonnage pour analyse en laboratoire

Le volume du cylindre doit se situer dans la plage comprise entre 150 ml et 500 ml (un volume plus grand, jusqu'à 1 000 ml, peut être nécessaire pour l'analyse infrarouge par transformée de Fourier (FTIR)). Tous les matériaux du cylindre et de la vanne en contact avec l'échantillon doivent être en acier inoxydable ou en matériaux résistant aux produits chimiques, tels que le PTFE (polytétrafluoroéthylène). Le cylindre et les raccords seront construits pour résister à une haute pression (5 MPa).

La procédure suivante est recommandée afin d'éliminer toute impureté (Figure B.1):

- chauffer le cylindre à 100 °C et vidanger pendant 1 h (vide primaire);
- fermer le robinet et refroidir le cylindre complètement à température ambiante avant utilisation;
- purger avec de l'azote sec (N₂) et évacuer le gaz;
- répéter l'opération et laisser le cylindre sous vide.

Connecter le cylindre à la vanne pour prise d'échantillons du réservoir comme pour une connexion directe. Remplir le cylindre une fois et attendre 1 min pour permettre le conditionnement de la paroi intérieure, vidanger et remplir de nouveau. Après le remplissage du cylindre avec l'échantillon, boucher l'ouverture de la vanne pour s'assurer que l'échantillon n'est pas perdu du fait d'une ouverture par mégarde de la vanne pendant le transport vers le laboratoire. Un accessoire anti-retour est bien adapté pour servir de bouchon et facilite tous les aspects de traitement du gaz échantillon.

Dans le cas de purge (Figure B.2), il convient d'utiliser un sac collecteur ou un matériel similaire afin d'éviter toute émission de SF₆. On peut passer quelques litres de SF₆ par le cylindre pour conditionner ses parois internes. Après analyse, il convient de régénérer les échantillons de SF₆.

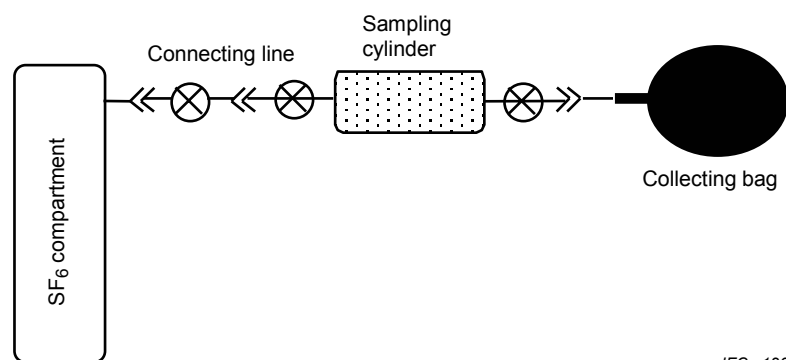


Figure B.2 – SF₆ gas sampling set-up: purging

B.1.1 On-site sampling connection

A direct connection is required for all on-site methods of analysis. The connecting line should be stainless steel tubing, 3 mm to 6 mm (nominal) outer diameter in size, and no more than 2 m long. The ends of the line should have self-sealing fittings or valves to seal the line from ambient air contamination when not in use.

B.1.2 Sampling for laboratory analysis

The cylinder volume shall be in the range of 150 ml to 500 ml (a larger volume, up to 1 000 ml, may be needed for the Fourier transformed infra-red analysis (FTIR)). All materials of the cylinder and valve in contact with the sample shall be stainless steel or chemically resistant materials, such as PTFE (polytetrafluoro-ethylene). The cylinder and connections need to operate at high pressure (5 MPa).

The following procedure is recommended in order to remove any impurity (Figure B.1):

- heat the cylinder to 100 °C and evacuate for 1 h (primary vacuum);
- close the valve and cool the cylinder completely to room temperature before using;
- flush with dry N₂ and evacuate the gas;
- repeat the operation and keep the cylinder evacuated.

Connect the cylinder to the sampling port of the reservoir as for a direct connection. Fill the cylinder once and wait 1 min to allow the conditioning of the inside wall, evacuate and fill it again. After filling the cylinder with the sample, plug the valve opening to ensure the sample is not lost due to inadvertent opening of the valve during transport to the laboratory. A self-sealing fitting is suitable for a plug and facilitates all aspects of sample handling.

In case of purging (Figure B.2), a collecting bag or similar equipment should be used in order to avoid any release of SF₆. A few litres of SF₆ can then be passed through the cylinder to condition its internal walls. After analysis, SF₆ samples should be reclaimed.

B.2 Analyse sur site

B.2.1 Tubes détecteurs

B.2.1.1 Principe de fonctionnement

Des tubes détecteurs sont disponibles pour mesurer les concentrations de gaz spécifiques.

Une réaction chimique produit un changement de couleur dans le tube. Une quantité spécifiée de gaz doit passer à travers le tube. Une échelle étalonnée indique la concentration du composé choisi.

L'étendue de la modification de couleur depuis l'entrée du tube le long d'une échelle étalonnée marquée sur le tube indique la concentration du composé choisi mesuré.

B.2.1.2 Conditions d'application

Les fabricants de tubes détecteurs fournissent des instructions pour chaque type de tube par rapport à la quantité de gaz, au débit et aux conditions ambiantes. Comme la détection repose sur une modification de couleur d'une zone révélatrice, on note au mieux la longueur de la zone révélatrice dont la couleur a été modifiée par comparaison avec un tube neuf. Les tubes ont une durée de vie limite précise par une date de péremption et doivent être stockés conformément aux instructions du fabricant.

Des tubes qui détectent la vapeur d'eau, HF, SO₂ et l'huile minérale sont disponibles chez plusieurs fabricants.

La précision de mesure attendue se situe à environ $\pm 15\%$ à $\pm 25\%$ de la lecture.

Dans tous les cas, les instructions et le mode d'emploi du fabricant doit être suivis.

B.2.2 Appareil de mesure de la concentration en SF₆

Avec ce dispositif, la concentration en SF₆ est déterminée par un densimètre, qui mesure la vitesse du son dans un échantillon de gaz. Ce type d'appareil de mesure est habituellement étalonné pour la mesure du pourcentage de SF₆ pur dans l'air avec une précision d'environ $\pm 1\%$; cependant, cette précision peut être affectée par la présence d'autres gaz (par exemple le CF₄, produit de décomposition).

Dans tous les cas, les instructions du fabricant doivent être suivies.

B.2.3 Hygromètres

Les types suivants d'appareils sont disponibles:

Hygromètre à miroir refroidi

Un hygromètre à miroir refroidi détermine le point de rosée en mesurant la température à laquelle la condensation de l'eau se produit sur un miroir. La température à laquelle le voile apparaît sur le miroir est appelée «point de rosée». Suivre les instructions de la CEI 60376 (deuxième supplément B) afin de convertir le point de rosée de vapeur d'eau en concentration massique d'humidité.

Hygromètre électronique

Un hygromètre électronique est un capteur qui mesure la pression partielle de vapeur d'eau dans un mélange de gaz, généralement par une modification de la capacité électrique lors du passage du gaz à travers une couche semi-perméable. Le point de rosée de l'eau est lié invariablement à la pression partielle de l'eau dans le gaz analysé.

B.2 On-site analysis

B.2.1 Detector tubes

B.2.1.1 Principle of operation

Detector tubes are available for measuring concentrations of specific gases.

A chemical reaction produces a colour change in the tube. A specified quantity of gas is passed through the tube. A calibrated scale indicates the concentration of the chosen compound.

The extent of the colour change from the entrance of the tube along a calibrated scale marked on the tube indicates the concentration of the chosen compound being measured.

B.2.1.2 Application conditions

The tube manufacturers provide instructions for each type of tube with respect to the amount of gas, the flow rate and ambient conditions. As the detection relies on a change of colour, the length of colour change is best noted by comparison with a new tube. Tubes have a finite shelf life and shall be stored following the manufacturer's instructions.

Tubes that detect water vapour, HF, SO₂ and mineral oil are available from several manufacturers.

The expected measurement accuracy is between $\pm 15\%$ to $\pm 25\%$ of the reading.

In all cases manufacturer's instructions shall be followed.

B.2.2 SF₆ concentration meter

With this device, the SF₆ concentration is determined by a density meter which measures the speed of sound in a gas sample. This type of meter is usually calibrated for measuring pure SF₆ percentage in air with a precision of about $\pm 1\%$; however, this accuracy may be affected by the presence of other gases (for example CF₄, decomposition product).

In all cases the manufacturer's instructions shall be followed.

B.2.3 Hygrometers

The following types of apparatus are available:

Chilled mirror hygrometer

A chilled mirror hygrometer determines the dew point by measuring the temperature at which condensation occurs on a mirror. The temperature at which the mirror is just fogged is called the dew point. Follow the IEC 60376 (second supplement B). Instructions in order to convert the dew point of water vapour to mass concentration.

Electronic hygrometer

An electronic hygrometer is a sensor which measures the partial pressure of water vapour in a gas mixture, generally by a change in electric capacitance as the gas passes through a semi-permeable layer. The dew point of the water is univocally set by its partial pressure.

Hygromètre à capteur électrochimique

L'hygromètre électrochimique détermine l'humidité en mesurant le courant stable nécessaire pour électrolyser l'eau contenue dans l'écoulement gazeux.

Avertissement: Des mesures de SF_6 contenant de l'HF peuvent endommager le matériel. Dans tous les cas, les instructions du fabricant doivent être suivies.

B.3 Analyse en laboratoire

B.3.1 Chromatographie gazeuse

L'instrumentation chromatographique moderne est capable d'analyser toutes les impuretés gazeuses du SF_6 à toutes les teneurs spécifiées dans la présente norme.

Un chromatographe sert à séparer les composants d'un échantillon dans une longueur de tuyau capillaire appelée «colonne analytique». Chaque composé chimique nécessite un temps différent pour traverser la colonne. Le résultat est un chromatogramme, qui est une série de temps de pics correspondant aux composants présents dans l'échantillon. La hauteur ou la surface d'une zone est proportionnelle à la quantité du composant (Figure B.3).

B.3.1.1 Chromatographe pour phase gazeuse avec détecteur de conductivité thermique (TCD)

L'air, le CF_4 , le CO_2 , le SF_6 et le SO_2F_2 sont aisément analysés. Cependant la mesure quantitative du SO_2F_2 et du SO_2 peut être difficile. Le HF n'est pas détectable au moyen de cette technique chromatographique.

B.3.1.1.1 Avertissements

Se reporter à la CEI 60376 pour obtenir la description de cette méthode analytique, qui met en œuvre un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur de conductivité thermique. La précision de la méthode recommandée peut être améliorée comme suit:

- Une unité d'injection automatique, utilisant une boucle d'échantillonnage (de 0,1 ml à 1 ml) et une vanne de commutation à accès multiples, est préférée à l'injection manuelle à l'aide d'une seringue en verre. Il convient que le chromatographe soit équipé d'un orifice d'entrée auquel la bouteille d'échantillonnage est fixée.
- Une meilleure séparation des impuretés en quantités de traces est obtenue en programmant la température du four (généralement 60 °C à 180 °C), plutôt que de manière isothermique. Dans ce cas, un pic correspondant à la vapeur d'eau présente dans l'échantillon de gaz peut être visible sur le chromatogramme. Cependant, la teneur en humidité peut être seulement déterminée semi-quantitativement dans ce cas.
- Il est important de noter que cette méthode chromatographique donne des mesures quantitatives appropriées si et seulement si les systèmes chromatographes sont bien conditionnés. De ce fait, il convient que l'instrumentation soit maintenue en fonctionnement et soit utilisée systématiquement. Sinon, avant utilisation, elle nécessitera un pré-conditionnement approfondi par l'injection de mélanges de gaz adaptés contenant plusieurs centaines de ppmv de SO_2 et/ou de SO_2F_2 et/ou HF dans l'air (ou SF_6) suivies par une série de passages de mélanges talons. En effet, il n'existe aucun autre moyen connu pour détecter et pour quantifier les faibles concentrations de produits de décomposition avec la précision spécifiée dans cette norme.

Electrochemical sensor hygrometer

The electrochemical hygrometer determines the humidity by measuring the steady current needed to electrolyze the water in the gas flow.

Caution: Measurements of SF₆ with HF content can damage the equipment. In all cases, the manufacturer's instructions shall be followed.

B.3 Laboratory analysis**B.3.1 Gas chromatography**

Modern chromatographic instrumentation is capable of analysing all the SF₆ gaseous impurities at the levels specified in this standard.

A chromatograph acts to separate the components of a sample in a piece of tubing called an analytical column. Each different compound requires a different time to traverse the column. The result is a chromatogram, which is a time series of peaks corresponding to the components of the sample. The height or area of a peak is proportional to the quantity of the component (Figure B.3).

B.3.1.1 Gas chromatography with thermal conductivity detector (TCD)

Air, CF₄, CO₂, SF₆ and SOF₂ are readily analysed. However, the quantitative measurement of SO₂F₂ and SO₂ may be difficult. The analysis of HF is not possible, as it is not detectable with this chromatographic technique.

B.3.1.1.1 Cautions

Refer to IEC 60376 to obtain the description of this analytical method, which uses a gas chromatograph equipped with a thermal conductivity detector. The accuracy of the recommended method can be improved as follows:

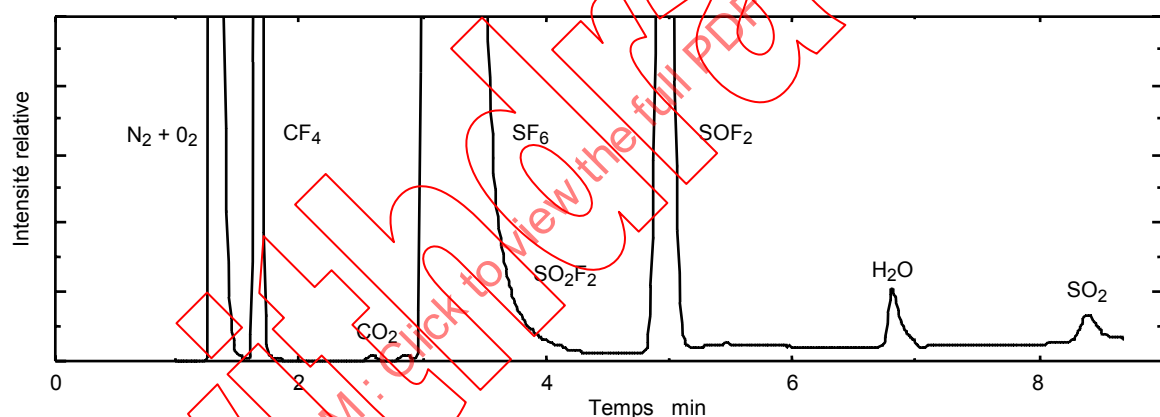
- An automatic injection unit, using a sampling loop (0,1 ml to 1 ml) and a multi-port switching valve, is preferred to the manual injection with a glass syringe. The chromatograph should be equipped with an inlet port to which the sampling bottle is attached.
- An improved separation of trace impurities is obtained with a temperature gradient (typically 60 °C to 180 °C), rather than by isothermal. In this case, a peak corresponding to the water vapour present in the gas sample can be seen in the chromatogram. However, moisture content can only be determined semi-quantitatively in this case.
- It is important to note that this chromatographic method will produce adequate quantitative measurements if, and only if, the chromatograph systems are well conditioned. This means that the instrumentation should be kept running and used routinely. Otherwise, prior to use, it will need a thorough preconditioning by injecting suitable gas mixtures containing several hundreds ppmv of SO₂ and/or SOF₂ and/or HF in air (or SF₆) followed by a series of calibration runs. Indeed, there is no other known means of detecting and quantifying low concentrations of decomposition products with the confidence specified in this standard.

B.3.1.1.2 Montage représentatif de chromatographe

Des résultats fiables sont obtenus avec les paramètres suivants:

- Gaz vecteur:
Hélium ou hydrogène (10-25 ml/min, une résolution légèrement meilleure peut être obtenue avec le H_2); il convient d'optimiser le débit pour le type de colonne utilisé.
- Colonne analytique:
Tube en acier inoxydable revêtu avec des polymères poreux type Porapak Q (ouverture de maille 80/100 mesh), 3-4 m x 3 mm;
capillaire grand diamètre (type Poraplot), 20-30 m, 0,53 mm;
nouveau GS GasPro (J&W), 60 m, 0,32 mm.
- Programme du four:
température initiale: 60-80 °C;
température finale : 120-180 °C;
vitesse de chauffage: 10-20 °C/min.

Un chromatogramme type des impuretés du SF_6 et des sous-produits de décomposition est illustré à la Figure B.3



IEC 1266/04

Figure B.3 – Chromatogramme de gaz type de SF_6 décomposé
(analyse réalisée avec une colonne Q Porapak)

B.3.1.1.3 Etalonnage

Il convient que la réponse du chromatographe soit étalonnée pour toutes les impuretés et les sous-produits de décomposition du SF_6 . Du fait de l'instabilité et de l'indisponibilité de certains composants, cet étalonnage peut être difficile.

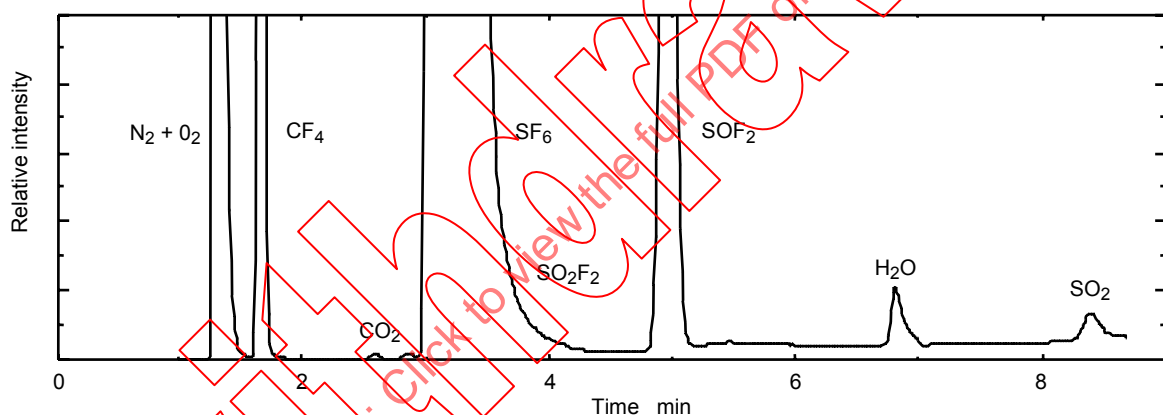
Une procédure d'étalonnage alternée peut être suivie. Elle nécessite simplement l'étalonnage de la réponse du détecteur dans des conditions analytiques spécifiées pour l'air, le SF_6 et peut-être le CF_4 . La réponse individuelle du système pour les autres composés peut être obtenue à partir de la réponse relative (voir le Tableau B.1 ci-dessous).

B.3.1.1.2 Representative chromatograph set-up

If the following condition is used, reliable results are expected with the following parameters:

- Carrier gas:
helium or hydrogen (10-25 ml/min, a slightly better resolution can be obtained with H₂); flow rate should be optimized for the type of column used.
- Analytical column:
stainless steel tube packed by porous polymers type Porapak Q (80/100 mesh), 3-4 m × 3 mm;
wide-bore capillary (Poraplot type), 20-30 m, 0,53 mm;
new GS GasPro (J&W), 60 m, 0,32 mm.
- Oven programme:
initial temperature: 60-80 °C;
final temperature: 120-180 °C;
heating rate: 10-20 °C/min.

A typical chromatogram of SF₆ impurities and decomposition by-products is shown in Figure B.3.



IEC 1266/04

Figure B.3 – Typical gas chromatogram of decomposed SF₆
(analysis performed with a Porapak Q column)

B.3.1.1.3 Calibration

The response of the chromatographic detector should be calibrated for all the above impurities and SF₆ by-product gases. Due to the instability and unavailability of these compounds, this calibration may be difficult.

An alternate calibration procedure can be followed. It simply requires the calibration of the detector response under the specified analytical conditions for air, SF₆ and maybe CF₄. The individual response of the system for the other compounds can be obtained from the relative response (see Table B.1 below).

Tableau B.1 – Réponse relative du détecteur de conductivité thermique

Gaz	TCD (voir la note) Réponse relative
Air	0,48 ± 0,08
CF ₄	0,76 ± 0,06
CO ₂	0,56 ± 0,08
SF ₆	1 ± 0
SO ₂ F ₂	0,78 ± 0,08
SOF ₂	0,68 ± 0,08
SO ₂	0,45 ± 0,05
H ₂ O	0,5 ± 0,2
NOTE Données obtenues de Hydro Québec, Schneider Electric et EDF.	

B.3.1.1.4 Chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme (FID)

La teneur en huile dans le SF₆ peut être mesurée à l'aide de la méthode suivante, qui est utilisée pour l'analyse des hydrocarbures de pétrole de C₁₀ à C₅₀. L'huile peut être obtenue à partir d'un filtre placé dans une conduite de transfert, ou directement à partir d'un réservoir, par un lavage avec du cyclohexane. Avec un détecteur à ionisation de flamme haute température, la limite de détection minimale est d'environ 4 µg d'huile pour 1 ml de cyclohexane. La limite de détection minimale d'huile dans le SF₆ dépend de la masse de SF₆ qui est passée à travers le filtre ou a été dans le réservoir et du volume de cyclohexane utilisé pour extraire l'huile.

Les conditions suivantes constituent un exemple correspondant aux résultats attendus:

Colonne analytique: une colonne megabore en acier inoxydable, 5 m de longueur × 0,53 mm de diamètre interne, avec une épaisseur de couche de 0,15 µm.

Gaz vecteur et gaz d'appoint : hélium ultra pur à 15 ml/min chacun, pour un débit total au détecteur à ionisation de flamme de 30 ml/min.

Gaz de détecteur à ionisation de flamme: hydrogène de pureté ultra-élevée à 30 ml/min, et air à 300 ml/min.

Le chromatogramme est constitué par un groupement de pics dans la zone des gammes d'hydrocarbures de pétrole C₁₀-C₂₄ et C₂₄-C₅₀. Ces deux gammes sont étalonnées respectivement avec n-hexadécane (n-C₁₆) et n-hexatriacontane (n-C₃₆).

B.3.1.2 Chromatographie ionique

La chromatographie ionique met en œuvre des colonnes d'échanges d'ions. Elle peut être utilisée pour l'analyse des produits de décomposition suivants: le SO₂, SOF₂, SO₂F₂, SF₄, HF. L'éluant utilisé, une solution de carbonate, possède un rendement de base très bas et une excellente sensibilité. Cette méthode a été validée pour une variété de matrices d'environnement utilisant l'ION PAC AS4A. On peut trouver des précisions supplémentaires dans le catalogue EPA US [4].