

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Specifications for the re-use of sulphur hexafluoride (SF₆) and its mixtures
in electrical equipment**

**Spécifications pour la réutilisation de l'hexafluorure de soufre (SF₆)
et des mélanges contenant du SF₆ dans le matériel électrique**



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2019 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, 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 either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigendum or an amendment might have been published.

IEC publications search - webstore.iec.ch/advsearchform

The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and once a month by email.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: sales@iec.ch.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary on electrotechnology, containing more than 22 000 terminological entries in English and French, with equivalent terms in 16 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

67 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and Definitions clause of IEC publications issued since 2002. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

A propos de l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC

Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Recherche de publications IEC -

webstore.iec.ch/advsearchform

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et une fois par mois par email.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: sales@iec.ch.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire d'électrotechnologie en ligne au monde, avec plus de 22 000 articles terminologiques en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 16 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

67 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et Définitions des publications IEC parues depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Specifications for the re-use of sulphur hexafluoride (SF₆) and its mixtures
in electrical equipment**

**Spécifications pour la réutilisation de l'hexafluorure de soufre (SF₆)
et des mélanges contenant du SF₆ dans le matériel électrique**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 29.040.20; 29.130.01

ISBN 978-2-8322-6697-7

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD	5
1 Scope	7
2 Normative references	7
3 Terms and definitions	8
4 Contaminants and their sources	9
4.1 General	9
4.2 Contaminants from handling and use	9
4.3 SF ₆ by-products in equipment that only have an insulating function	9
4.4 SF ₆ by-products in switching equipment	10
4.5 SF ₆ by-products from internal arcs	10
4.6 SF ₆ mixtures specific by-products	10
5 Specifications for re-use of SF ₆	10
6 Specifications for re-use of SF ₆ mixtures	11
7 Reclaiming of SF ₆ and SF ₆ mixtures	11
7.1 Feasibility and process	11
7.2 Detection techniques for checking the quality of the gases	14
7.2.1 General	14
7.2.2 On-site analysis	14
7.2.3 Laboratory analysis	15
8 Handling, storage and transportation (informative)	16
9 Safety and first aid	16
9.1 General safety rules	16
9.1.1 General	16
9.1.2 Protection of personnel	17
9.1.3 Handling of contaminated safety equipment and tools	18
9.1.4 Pressurized equipment and tools or measuring devices	19
9.1.5 Personal safety and protective equipment	19
9.1.6 Facilities and services	20
9.2 Additional safety measures in case of abnormal release of SF ₆ due to external fire or internal arc fault	20
9.3 First aid equipment and treatment	21
9.3.1 General	21
9.3.2 Irritation of the skin	21
9.3.3 Irritation of the eyes	22
9.3.4 Breathing difficulty	22
10 Environmental aspects	22
Annex A (informative) Description of methods of analysis (on-site and laboratory)	23
A.1 Sampling	23
A.1.1 General	23
A.1.2 On-site sampling connection	23
A.1.3 Sample cylinder for laboratory analysis	23
A.1.4 Sampling methods for laboratory analysis	24
A.2 On-site analysis	25
A.2.1 General	25
A.2.2 SF ₆ concentration meter	25

A.2.3	Hygrometers	25
A.3	Laboratory analysis	26
A.3.1	Gas chromatography	26
A.3.2	Infrared spectroscopy	28
Annex B (informative)	By-products of SF ₆ and its mixtures	31
B.1	Decomposition of SF ₆ and its mixtures	31
B.1.1	General	31
B.1.2	Behaviour of SF ₆ in an electric arc	31
B.1.3	SF ₆ decomposition with low current discharges	33
B.1.4	Catalytic decomposition of SF ₆ (high-temperature behaviour)	33
B.2	Corrosion behaviour of SF ₆ and its by-products	33
B.3	Measures for the removal of by-products	33
B.4	Physiological characteristics of by-products	34
Annex C (informative)	Procedures for evaluating the potential effects on health from by-products of SF ₆ and its mixtures	35
C.1	General	35
C.2	Formation and health effects of SF ₆ by-products	35
C.2.1	Formation of SF ₆ by-products	35
C.2.2	Effects of SF ₆ by-products on health	36
C.2.3	Quantitative estimation of gaseous by-products	37
C.2.4	Procedures for health risk evaluation	38
C.3	Conclusion	40
Annex D (informative)	Reclaiming recommendations	42
D.1	General	42
D.2	Filtering recommendations	42
D.3	Transport of used SF ₆ in gas cylinders and containers by road	42
Annex E (informative)	Cryogenic reclaiming of SF ₆	43
E.1	General	43
E.2	Applications	43
E.3	Physical background	43
E.4	Cryogenic processes	44
E.5	Description of a cryogenic reclaimer	44
Bibliography		47
Figure 1	– Decision flow chart for recovered SF ₆	13
Figure A.1	– One-sampling cylinder method set-up	24
Figure A.2	– Two-sampling cylinder method set-up	24
Figure A.3	– Example of a gas chromatogram in one print out showing the different possible by-products after decomposition	27
Figure A.4	– Typical GCMS chromatogram of decomposed SF ₆ /CF ₄ mixture	28
Figure A.5	– IR spectrum of contaminated SF ₆	30
Figure C.1	– Procedure for the evaluation of the potential effects on health due to arcing	39
Figure C.2	– Procedure for the evaluation of the potential effects on health due to low energy discharges	40
Figure D.1	– Saturated vapour pressure of various gases as a function of temperature	43
Figure D.2	– Typical cryogenic reclaimer for SF ₆ recovery on site	45
Figure D.3	– Typical cryogenic reclaimer for removing contaminants	45

Table 1 – SF ₆ contaminants	9
Table 2 – Specifications for re-use of SF ₆	10
Table 3 – Specifications for re-use of SF ₆ /N ₂ mixtures	11
Table 4 – Specifications for re-use of SF ₆ /CF ₄ mixtures	11
Table 5 – General contaminants and methods for their removal	12
Table 6 – Typical adsorbents for various SF ₆ contaminants	12
Table 7 – On-site methods	15
Table 8 – Laboratory methods	16
Table 9 – Measures when working with SF ₆ electric power equipment	17
Table 10 – Safety measures when opening or accessing gas compartments	18
Table 11 – Neutralizing solutions	19
Table 12 – Additional safety measures	21
Table A.1 – Peak absorption of SF ₆ and contaminants	29
Table C.1 – OELs for SO ₂ , HF, and S ₂ F ₁₀	37
Table C.2 – SOF ₂ production rate	37

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60480:2019

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SPECIFICATIONS FOR THE RE-USE OF SULPHUR HEXAFLUORIDE (SF₆)
AND ITS MIXTURES IN ELECTRICAL EQUIPMENT**

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 itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 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 third edition cancels and replaces the second edition, published in 2004. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

- specifications for the re-use of SF₆ have been confirmed;
- specifications for the re-use of SF₆ mixtures, namely SF₆/N₂ and SF₆/CF₄ mixtures are included;
- as a result of a new repartition of annexes in IEC 60376, IEC 60480 and IEC 62271-4, this new edition now contains the following five annexes:
 - Annex A: Description of methods of analysis (on-site and laboratory);
 - Annex B: By-products of SF₆ and its mixtures;

- Annex C: Procedure for evaluating the potential effects on health from by-products of SF₆ and its mixtures;
- Annex D: Reclaiming recommendations.
- Annex E: Cryogenic reclaiming of SF₆;

The text of this International Standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
10/1075/FDIS	10/1080/RVD

Full information on the voting for the approval of this International Standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This document has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific document. At this date, the document will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

SPECIFICATIONS FOR THE RE-USE OF SULPHUR HEXAFLUORIDE (SF₆) AND ITS MIXTURES IN ELECTRICAL EQUIPMENT

1 Scope

This document provides criteria for the re-use of sulphur hexafluoride (SF₆) and its mixtures after recovery and reclaiming from electrical equipment (e.g. for maintenance, at the end-of-life).

Sulphur hexafluoride (SF₆), nitrogen (N₂) and carbon tetrafluoride (CF₄), are gases commonly used for electrical equipment. Taking into account environmental concerns, particular attention is paid to re-use criteria for SF₆ and its mixtures with N₂ and CF₄ for its use in electrical equipment. Procedures for recovering and reclaiming used SF₆ and its mixtures are outside the scope of this document and are described in IEC 62271-4.

This document provides several annexes on the description of the different methods of analysis, on by-products, on the procedure for evaluating the potential health effects from by-products, on cryogenic reclaiming of SF₆, and on reclaiming recommendations.

Storage, transportation and disposal of SF₆ and its mixtures are outside the scope of this document and are covered by IEC 62271-4. Procedures to determine SF₆ leakages are described in IEC 60068-2-17 [4]¹.

For the purposes of this document, the complementary gases used in SF₆ mixtures will be limited to N₂ or CF₄.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements 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 60050-192, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 192: Dependability* (available at <http://www.electropedia.org>)

IEC 60050-212, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 212: Electrical insulating solids, liquids and gases* (available at <http://www.electropedia.org>)

IEC 60050-441, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 441: Switchgear, controlgear and fuses* (available at <http://www.electropedia.org>)

IEC 60050-826, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 826: Electrical installations* (available at <http://www.electropedia.org>)

IEC 62271-4:2013, *High-voltage switchgear and controlgear – Part 4: Handling procedures for sulphur hexafluoride (SF₆) and its mixtures*

¹ Numbers in square brackets refer to the bibliography.

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 60050-192, IEC 60050-212, IEC 60050-441 and IEC 60050-826, and the following apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia: available at <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: available at <http://www.iso.org/obp>

3.1

electrical equipment

item used for such purposes as generation, conversion, transmission, distribution or utilization of electrical energy, such as electric machines, transformers, switchgear and controlgear, measuring instruments, protective devices, wiring systems, current-using equipment, insulated bushings, surge arresters

[SOURCE: IEC 60050-826:2004, 826-16-01, modified – "insulated bushings, surge arresters" has been added.]

3.2

container

vessel (cylinder) suitable for the containment of pressurized gases either in gaseous or liquid phase, according to local and/or international safety and transportation regulations

3.3

used sulphur hexafluoride

SF₆ which has been introduced into electrical equipment

3.4

reclaiming

process of contaminants removal from an insulating liquid or gas

3.5

recovery

process of transferring gas from electrical equipment to an alternate container

3.6

SF₆ mixture

gas mixture formed by SF₆ and a complementary gas, typically N₂ or CF₄

3.7

contaminant

foreign substance or material in an insulating liquid or gas which usually has a deleterious effect on one or more properties

[SOURCE: IEC 60050-212:2010, 212-17-27, modified – "or solid" has been deleted.]

3.8

by-products

contaminants which are formed by the degradation of SF₆ and its mixtures by electrical arcs or sparks

3.9

ambient air

normal atmosphere surrounding the equipment

[SOURCE: IEC 60079-29-2:2015, 3.1.1]

4 Contaminants and their sources

4.1 General

SF₆ recovered from electrical equipment in operation contains several kinds of contaminants. Contaminants in recovered SF₆ come both from gas handling and from use.

Table 1 summarizes the main contaminants and their sources. Additional information is available in Annex B.

Table 1 – SF₆ contaminants

SF ₆ situation and use	Origin	Possible contaminant
Handling and in service	Leaks and incomplete evacuation	For pure SF ₆ : Air, oil, H ₂ O
	Desorption	For SF ₆ mixtures: Air, oil, H ₂ O, N ₂ , CF ₄
Insulating function	Partial discharges (e.g. corona) and low energy flashovers and sparkovers	Gaseous by-products: HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂
		For SF ₆ mixtures: HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , NO _x , NF _x
Switching equipment	Switching arc erosion	Gaseous by-products: HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , SF ₄ , CF ₄ , WF ₆ Solid by-products: Metal dusts, particles, AlF ₃ , FeF ₃ , WO ₃ , CuF ₂ For SF ₆ mixtures: HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , NO _x , NF _x
	Mechanical erosion	Metal dusts, particles
Internal arc	Melting and decomposition of materials	Gaseous by-products: HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , SF ₄ , CF ₄ , WF ₆ Solid by-products: Metal dusts, particles, AlF ₃ , FeF ₃ , WO ₃ , CuF ₂ For SF ₆ mixtures: HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , NO _x , NF _x

4.2 Contaminants from handling and use

Filling and recovering gas leads to the additional contamination with ambient air and water (humidity).

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

When using gas mixtures, the possibility of cross contamination shall be considered (contaminating one gas mixture by another).

4.3 SF₆ by-products in equipment that only have an insulating function

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

4.4 SF₆ by-products in switching equipment

During current interruption, the existence of high temperature arcs leads to the formation of by-products of SF₆, vaporized electrode metal, polymeric materials and contaminants. In addition, chemical reactions take place among the products formed (see Table 1).

The quantity of these by-products depends on the number of operations, the cumulative short circuit current, 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.

4.5 SF₆ by-products from internal arcs

The occurrence of an internal arc is extremely rare. The expected contaminants in SF₆ in faulted equipment are similar to those normally found in switching equipment. The difference lies in the quantity of compounds, which create a potential toxic risk (see Clause 9). In addition, significant vaporization of metallic material occurs and creates additional reaction products such as dust.

4.6 SF₆ mixtures specific by-products

For SF₆ mixtures, the usual SF₆ by-products mentioned in Table 1 and specific mixture by-products, such as nitrogen oxide(s) and nitrogen fluoride(s) for SF₆/N₂ and fluorocarbon(s) for SF₆/CF₄, are produced. The quantities depend on the mixture composition, contaminants and energy introduced. For typical SF₆ mixtures, the gas decomposition rates are not expected to exceed those for SF₆.

Within the by-products generated in mixtures, SF₆ by-products are generally predominant in terms of quantity and toxicity. Safety procedures related to the presence of the usual SF₆ by-products shall also apply in applications with SF₆ mixtures.

5 Specifications for re-use of SF₆

Table 2 – Specifications for re-use of SF₆

Substance ^a	Concentration
SF ₆	> 97 % volume
Air and/or CF ₄	< 30 000 µl/l (i.e. 3 % volume)
H ₂ O	< 200 µl/l (i.e. 200 ppmv)
Mineral oil	< 10 mg/kg ^b (i.e. 10 ppmw)
Acidity	< 50 µl/l total (i.e. 50 ppmv) or 12 µl/l (i.e. 12 ppmv) for (SO ₂ +SOF ₂) or 25 µl/l (i.e. 25 ppmv) HF
Key ppmv = part per million by volume ppmw = part per million by weight ^a H ₂ S and CO have been considered irrelevant due to lack of valuable data. ^b If gas handling equipment (pump, compressor) containing oil is used, it may be necessary to measure the oil content of the SF ₆ . If all equipment in contact with the SF ₆ is oil-free, then it is not necessary to measure the oil content.	

For the determination of total acidity, the sum of all acidic compounds is reported as one value. Alternatively, total acidity can be measured in terms of (SO₂ + SOF₂) or in terms of HF with a limit value of 12 µl/l and 25 µl/l respectively.

6 Specifications for re-use of SF₆ mixtures

Table 3 – Specifications for re-use of SF₆/N₂ mixtures

Substance	Concentration
N ₂	As per OEM specifications
SF ₆ percentage	±5 % volume of the specified percentage ^a
Air and CF ₄	< 30 000 µl/l (i.e. 3 % volume) ^a
H ₂ O	< 200 µl/l (i.e. 200 ppmv)
Mineral oil	< 10 mg/kg ^b (i.e. 10 ppmw)
Total acidity	< 50 µl/l total (i.e. 50 ppmv) or 12 µl/l (i.e. 12 ppmv) for (SO ₂ +SOF ₂) or 25 µl/l (i.e. 25 ppmv) HF
Storage conditions	
Shall comply with IEC 62271-4:2013, Clause J.7 in order to prevent liquefaction of SF ₆ .	
Key ppmv = part per million by volume ppmw = part per million by weight ^a Or unless otherwise specified by the original equipment manufacturer (OEM). ^b If gas handling equipment (pump, compressor) containing oil is used, it may be necessary to measure the oil content of the SF ₆ . If all equipment in contact with the SF ₆ is oil-free, then it is not necessary to measure the oil content.	

Table 4 – Specifications for re-use of SF₆/CF₄ mixtures

Substance	Concentration
CF ₄	As per OEM specifications
SF ₆ percentage	±5 % volume of the specified percentage ^a
Air and N ₂	< 30 000 µl/l (i.e. 3 % volume) ^a
H ₂ O	< 200 µl/l (i.e. 200 ppmv)
Mineral oil	< 10 mg/kg ^b (i.e. 10 ppmw)
Total acidity	< 50 µl/l total (i.e. 50 ppmv) or 12 µl/l (i.e. 12 ppmv) for (SO ₂ +SOF ₂) or 25 µl/l (i.e. 25 ppmv) HF
Storage conditions	
Shall comply with IEC 62271-4:2013, Clause J.7 in order to prevent liquefaction of SF ₆ .	
Key ppmv = part per million by volume ppmw = part per million by weight ^a Or unless otherwise specified by the original equipment manufacturer (OEM). ^b If gas handling equipment (pump, compressor) containing oil is used, it may be necessary to measure the oil content of the SF ₆ . If all equipment in contact with the SF ₆ is oil-free, then it is not necessary to measure the oil content.	

7 Reclaiming of SF₆ and SF₆ mixtures

7.1 Feasibility and process

The quality of reclaimed SF₆ shall meet the requirements of this document.

All occurring contaminants are formed in normal operation and can generally be eliminated on-site. Table 5 lists methods recommended for removing the contaminants as given in Table 1.

Table 5 – General contaminants and methods for their removal

Contaminant	Humidity (water vapour)	Gaseous by-products	Solid by-products	Air, N ₂ , CF ₄	Mineral oil
Removal method	Adsorption with molecular sieve	Adsorption with activated aluminium oxide	Retaining with solid filters	Separation by cryogenic process or membrane filtration	Adsorption with activated charcoal filter
For SF ₆ and its mixtures, these gaseous contaminants cannot be removed easily on-site. In each situation, an evaluation of the reclaiming options should be done to determine if the SF ₆ and its mixture could be reclaimed on-site.					

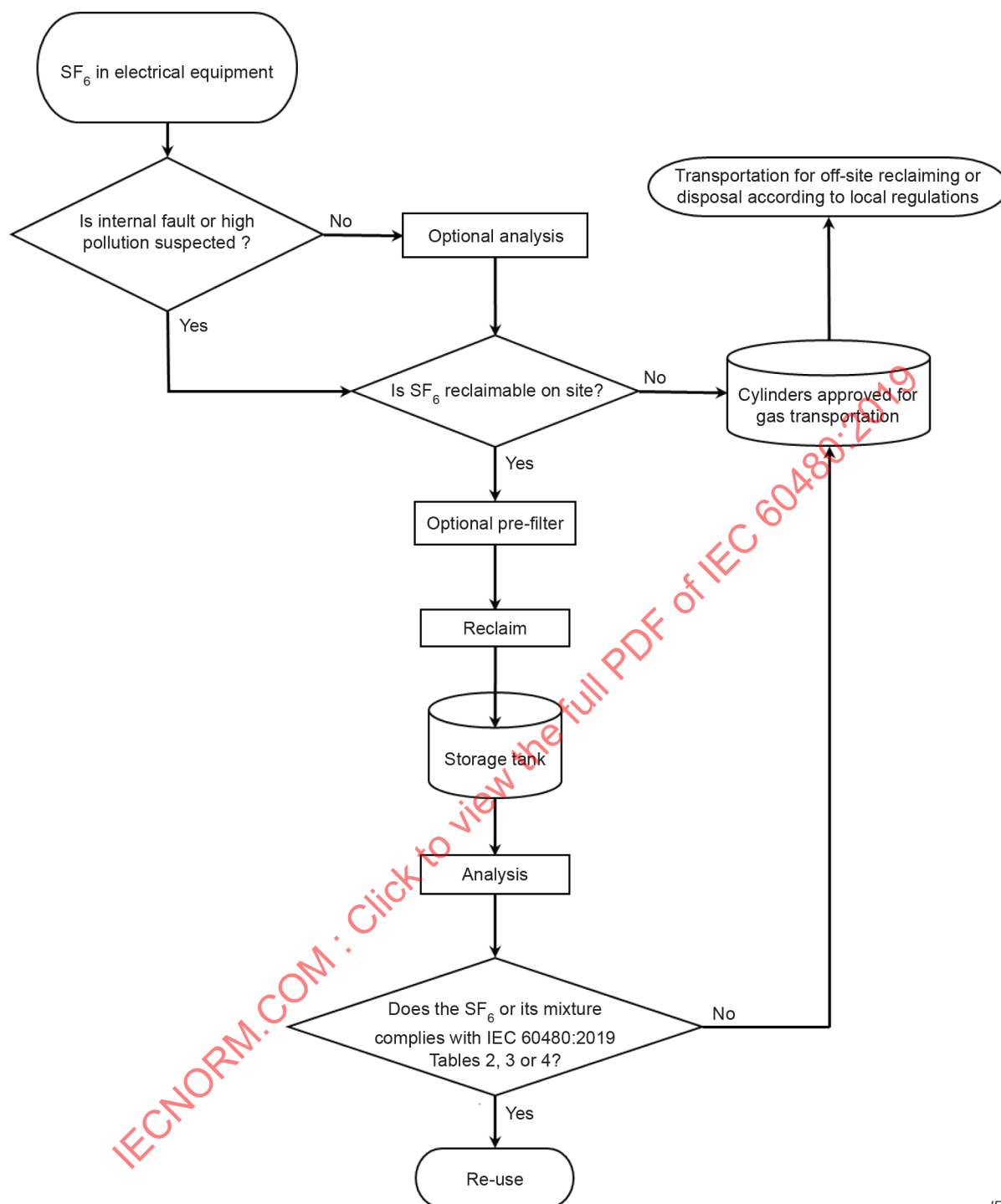
Various types of adsorbent materials are available to remove contaminants from SF₆ gas (see Table 6).

Table 6 – Typical adsorbents for various SF₆ contaminants

Adsorbent	Contaminants removed
Molecular sieve 4A	Water, SO ₂ , SOF ₂ , SF ₄
Molecular sieve 13X	Water, SO ₂ , SOF ₂ , SF ₄ (also adsorbs some SF ₆)
Activated aluminium oxide	Water, SO ₂ , SOF ₂ , SF ₄ , HF
Soda lime (CaO-NaOH)	Water, SO ₂ F ₂ , HF
Activated charcoal	Oil vapour

If the results of the gas analysis exceed the specifications for re-use of SF₆ and its mixtures given in Table 2, Table 3 or Table 4, a decision regarding the reclaiming method has to be made depending on the level and type of contamination. In general, re-purifying the gas on-site with a service device plus a separation device will be the most favourable way. However, if re-use is not possible, reclaiming by the gas manufacturer or disposal will be necessary. In this case, the gas shall be sent to the SF₆ manufacturer or reclaiming.

Figure 1 defines the selection procedure to determine the best use of SF₆ after recovery for potential treatment.



IEC

Figure 1 – Decision flow chart for recovered SF₆

- For contaminants of water or by-products, the question of whether the SF₆ is reclaimable on-site depends only on the performance of the filters available. The addition of external pre-filters may be required to increase the efficiency of the reclaiming process. 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, N₂ and/or CF₄ shall be considered separately.
- For non-mixed SF₆, if the concentration of air and/or CF₄ exceeds the maximum acceptable contaminant level as given in Table 2, and if the container from which the sample has been taken contains liquid SF₆, then transfer SF₆ from the gas phase into a second container. The transfer should be continued until a sample from the first reservoir satisfies the maximum acceptable level. The contents of the second container cannot be

reclaimed on-site. Any container 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.

- For mixed SF₆, if the concentration of air, N₂ and/or CF₄ exceeds the maximum acceptable contaminant level as given in Table 3 or Table 4, an evaluation of the reclaiming options should be done to determine if the mixture could be reclaimed on-site.

7.2 Detection techniques for checking the quality of the gases

7.2.1 General

The detection techniques shall be used on gas samples. Details of the procedures for obtaining a sample and of the analytical methods are provided in Annex A.

7.2.2 On-site analysis

If on-site analysis systems are used, they shall be equipped with a gas recovery system. The release of SF₆ into the atmosphere shall be avoided and the safety of personnel shall be ensured. On-site available analytical methods are shown respectively in Table 7 and Annex A.

In case of high concentration of by-products (see Clause 4), care should be taken to avoid damage to the measuring instrument.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60480:2019

Table 7 – On-site methods

Substance	Detection technique
SF ₆	Portable gas chromatography with thermal conductivity detector (GC-TCD) Infrared absorption Condensation method Speed of sound method
N ₂ in SF ₆ mixture	Portable gas chromatography with thermal conductivity detector (GC-TCD) Infrared absorption (NOTE 1) Speed of sound method (NOTE 1) (NOTE 2)
CF ₄ in SF ₆ mixture	Portable gas chromatography with thermal conductivity detector (GC-TCD) Infrared absorption Speed of sound method (NOTE 1) (NOTE 2)
By-products: SO ₂ , SOF ₂ , SO ₂ F ₂	Portable gas chromatography with thermal conductivity detector (GC-TCD) Infrared absorption Electrochemical sensor
HF	Infrared absorption Electrochemical sensor
Air and CF ₄	Density meter (for the % of SF ₆) Portable gas chromatography with thermal conductivity detector (GC-TCD) (NOTE 3) Infrared absorption
Water (humidity)	Electronic hygrometer Chilled mirror hygrometer Infrared absorption Electrochemical sensor
Mineral oil	Tube for mineral oil
NOTE 1 Indirect quantification done by the subtraction of the SF ₆ content.	
NOTE 2 Applicable only to known mixture composition.	
NOTE 3 Gas chromatography is only used to determine the concentration of N ₂ or CF ₄ in SF ₆ mixtures.	

7.2.3 Laboratory analysis

If no equipment is available on-site, the following recommended techniques should be used (see Table 8). Laboratory methods are intended to provide a quantitative assessment of the contaminants 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 container is not representative of the water content in the container because water adsorbs on all surfaces. Therefore, the water analysis shall always be carried out directly on the container on-site. There is no recommended order of analysis.

Table 8 – Laboratory methods

Contaminants	Methods available
SF ₆	Gas chromatograph (NOTE 2). Infrared absorption
N ₂ in gas mixture	Gas chromatograph (NOTE 2)
CF ₄ in gas mixture	Gas (NOTE 2). Infrared absorption
Air: oxygen and nitrogen	Gas chromatograph (NOTE 2)
CF ₄ as contaminant	Gas chromatograph (NOTE 2). Infrared absorption
Oil	Infrared absorption Gas chromatograph (NOTE 2)
Decomposition products (total acidity): SO ₂ , SOF ₂ , SO ₂ F ₂ , SF ₄ , HF (NOTE 1)	Gas chromatograph (NOTE 2) Ion chromatography Infrared absorption Wet chemistry
NOTE 1 Ion chromatography, infrared absorption and wet chemistry are the only methods available to quantify HF.	
NOTE 2 Gas chromatography can be performed by using adequate detectors for the determination of contaminants or to control the mixing gas concentrations.	

More information about reclaiming recommendations can be found in Annex D. Information about cryogenic reclaiming, an example of reclaiming technique, can be found in Annex E.

8 Handling, storage and transportation (informative)

Refer to IEC 62271-4.

9 Safety and first aid

9.1 General safety rules

9.1.1 General

Before starting any maintenance/service work on electric power equipment, a detailed inspection of the state of the equipment shall be carried out and documented. In addition to the local safety regulations, at least the following general safety rules shall be followed:

- switch off and isolate;
- secure against re-closing;
- verify that equipment is de-energized;
- earth and short-circuit the equipment;
- cover or fence off nearby live parts.

Written documents giving permission to work on the electric power equipment should be agreed and signed by both the owner/user of the equipment and the service provider.

Table 9 lists the major issues to consider when working with SF₆ electric power equipment.

Table 9 – Measures when working with SF₆ electric power equipment

Item	Work in the vicinity of equipment (operation of equipment, visual check, room-cleaning)	Filling, recovery, evacuation of gas compartments	Opening of gas compartments, work on open compartments
Material safety data sheet/operational manuals	Not required	Applicable	Applicable
Training	Applicable ^a	Applicable	Applicable
SF ₆ handling equipment	Not required	Applicable	Applicable
Cleaning/neutralizing equipment	Not required	Not required	Applicable
Personal protection equipment	Not required	Not required	Applicable
^a General information should be specified according to the type of work and installation, in accordance with local safety regulations.			

A notice stating that open fire, naked flames (e.g. matches), smoking, use of heat engines, heating to more than 200 °C and welding without special precautions are prohibited and instructions for giving first-aid (see 9.3) should be displayed while SF₆ is being handled in any location.

When a gas compartment is opened after the electric power equipment has been in service, in order to avoid contact with the fine solid by-products, which may be present, personnel should wear suitable protective clothing. Particular attention should be given to protecting the eyes and the respiratory tract. Personnel working in or near to opened gas compartments, which have contained normally arced or heavily arced SF₆ should:

- use suitable tools and equipment;
- wear suitable protective clothing (see Table 10 and 9.1.5);
- observe high standards of personal hygiene;
- clean themselves and their equipment using disposable materials, before leaving the work area;
- remove protective clothing and wash them thoroughly as soon as possible after having left the work area;
- ensure that clothing, tools and components that have been in contact with by-products are securely packed in sealed bags or other sealed containers and are subsequently treated to neutralize any residues.

9.1.2 Protection of personnel

SF₆ is handled by certified personnel only. Local regulations regarding SF₆ handling may apply. Different training modules may be adopted, depending on the kind of work to be performed on the electric power equipment.

Specific training covering the recovery of used SF₆ from a gas-filled compartment is required for personnel opening or entering the gas compartment. The operating instruction manual of the equipment provided by the original equipment manufacturer should be strictly followed.

Table 10 gives an overview of the potential risks, safety precautions as well as safety equipment and tools required when opening or entering a gas compartment. No substantial difference between indoor and outdoor conditions is given as the operator opens or enters the compartment.

Table 10 – Safety measures when opening or accessing gas compartments

Item	Any compartment which contained normally or heavily arced SF ₆	Any compartment which contained non-arc'd SF ₆
Potential risk	Fumes of cleaning substances O ₂ starvation Remaining used SF ₆ Residual reactive gaseous by-products Solid by-products and adsorber materials	Fumes of cleaning substances O ₂ starvation Remaining used SF ₆ or other gas from production process
Safety precaution	Removal of solid by-products and adsorber materials Ventilation Measurement of O ₂ concentration when entering Wear personal protective equipment Protect solid by-products against hydrolysis	Ventilation Measurement of O ₂ concentration before entering
Safety equipment and tools	Suction ventilator or vacuum cleaner O ₂ concentration measuring device Single use protective overalls, protective footwear, hair cap Acid proof safety gloves Full face mask (preferred) or, at least, breathing protective mask Protective goggles Environmental protection against rain or wind (outdoors only)	Suction ventilator or vacuum cleaner O ₂ concentration measuring device

If the oxygen concentration falls below 160 ml/l (16 % by volume) then the risk of asphyxiation arises. As a consequence, to mitigate the risk, the oxygen content in the gas compartment and the confined spaces should be checked prior to accessing or entering.

Eating, drinking and smoking are prohibited when accessing or entering a gas compartment. It is recommended that clothes are changed and the skin is washed as soon as possible after the work to prevent potential danger of irritation or burns.

9.1.3 Handling of contaminated safety equipment and tools

Equipment and tools, which have been in contact with solid by-products or adsorber materials are considered to be contaminated. They are collected afterwards and placed in plastic bags. The plastic bags are sealed with tape and labelled. Disposal is done according to the local regulations.

Reusable equipment and tools should be washed and neutralized in a water/soda solution with 10 % by weight liquid soda or equivalent and then rinsed with clean water. Examples of neutralizing solutions are given in Table 11.

Disposal of both the waste water/soda solution and the waste washing water is done according to the local regulations.

Table 11 – Neutralizing solutions

Active agent	Formula	Concentration kg/100 l	T1 ^a h	T2 ^b h	Reference ^e
Lime	Ca(OH) ₂	Saturated	Not applicable	24	[9]
Sodium carbonate (washing soda)	Na ₂ CO ₃	1, 1 3 10 ^c 10 to 14 ^c 3	Not applicable Wash not applicable 1 Not applicable	24 Not applicable 0,25 48 Not applicable	[10] [9] [11] [12] [13]
Sodium bicarbonate	NaHCO ₃	1 ^d	Not applicable	Not applicable –	[9]

^a Reusable safety equipment, tools, gas compartments, and internal parts of compartments which contained normally arced SF₆ should, where practicable, be treated with a neutralizing solution for a time period T1. They should then be rinsed with clean water.

^b Reusable safety equipment, tools, gas compartments, and internal parts of compartments which contained heavily arced SF₆ should, where practicable, be treated with a neutralizing solution for a time period T2. They should then be rinsed with clean water.

^c When using alkaline solutions at such high concentrations, care should be taken to avoid contact with the skin and eyes.

^d Recommended for washing the skin.

^e Numbers in square brackets refer to the Bibliography.

9.1.4 Pressurized equipment and tools or measuring devices

As with any pressurized gas, a sudden volume expansion results in a local temperature drop and may cause freezing. Suitable insulated gloves (e.g. leather, not latex) and protective goggles should be worn when working on high-pressure piping, valves or connectors, during filling operations.

All equipment and tools used during SF₆ handling potentially contain gaseous or liquid SF₆ under high pressure. They should be handled with care.

9.1.5 Personal safety and protective equipment

The use of personal safety and protective equipment is not related to the presence of the SF₆ electric power equipment itself. Standard safety shoes, helmet, and protective goggles may be required according to local regulations when working in the vicinity of the switchgear.

In case of abnormal release of SF₆ due to external fire or internal arc fault, additional safety rules apply for entering a switchgear room, according to 9.2.

Depending on the type of work to be performed on site and according to Table 10, workers engaged in handling SF₆ are provided with the following personal safety and protective equipment:

- Protective gloves: suitable acid resistant gloves made of for example neoprene, PVC, rubber.
- Protective goggles: chemical type industrial goggles according to local regulations (e.g. European standard EN 166).
- Breathing protective mask: to be used in conjunction with protective goggles, the breathing protective mask helps to protect mouth and nose against dust and should be used in case of exposure to minor dusty areas only.

- Full face mask: for short-term inspection and work where ventilation can be provided but where the concentration of by-products may exceed the appropriate maximum level, a face mask with changeable active charcoal filter is used according to local regulations. For example, European standards EN 140, EN 14387 and EN 143 specify masks, gas filters and particle filters, respectively;

NOTE Combined filters of type A2/B2/E2/K2/P3 manufactured to these standards are available and are able to provide protection against by-products including particles with a diameter greater than 1 µm.

- Single use protective overall: dust proof protective clothes to wear over normal clothes, shoe covers, hair cap. Pocket-less, hooded, non-permeable (e.g. bonded polypropylene) disposable industrial grade overalls having elastic ankle and wrist grips, overlapping the footwear and gloves.
- Respirator: when entering indoor applications after major leakage or internal arcing when the concentration of O₂ or the amount of by-products are at unsafe levels, a respirator is used according to local regulations (e.g. European standard EN 136).
- O₂ concentration measurement device for permanent monitoring of the O₂ content in the environment.
- Environmental protection for outdoor work locations: temporary shelter to prevent the ingress of rain and the wind dispersing solid by-products (if any) while the gas compartment is open.
- Vacuum cleaner: a high efficiency dedicated vacuum cleaner, equipped with a filter capable of trapping particles in the range of 1 µm, and a non-metallic open-ended nozzle according to local regulations (e.g. a type H machine in accordance with BS 5415-2-2, Supplement No. 1, 1986).
- Suction ventilator: equipment for forced ventilation of enclosed spaces and other inaccessible areas. Such equipment might be portable or permanently installed, depending on the size of the installation.

9.1.6 Facilities and services

Where gas compartments containing used SF₆ have to be recovered and opened, it is desirable that adequate washing facilities for workers be available, and a supply of water for preparing cleaning solutions may be required.

9.2 Additional safety measures in case of abnormal release of SF₆ due to external fire or internal arc fault

General safety recommendations to adopt when working with SF₆ on site are given in 9.1. Subclause 9.2 describes additional safety measures in case of abnormal release of SF₆ due to external fire or internal arc fault.

Under these circumstances, personnel trained on modules C1 or C2 (see IEC 62271-4:2013, Annex C) are allowed to enter and clean the switchgear room or to access the electric power equipment. Table 12 gives an overview of the potential risks, safety precautions as well as safety equipment and tools required.

Fire fighters entering the switchgear room should do so in accordance with local regulations.

Table 12 – Additional safety measures

Item	Abnormal release of heavily arced SF ₆	Abnormal release of non-arc'd or normally arced SF ₆
Potential risk	Fumes of cleaning substances O ₂ starvation SF ₆ abnormally released Residual reactive gaseous by-products Solid by-products	Fumes of cleaning substances O ₂ starvation SF ₆ abnormally released
Safety precaution	Removal of solid by-products Ventilation Measurement of O ₂ concentration when entering Wear personal protective equipment	Ventilation Measurement of O ₂ concentration when entering
Safety equipment and tools	Suction ventilator or vacuum cleaner O ₂ concentration measuring device Single use protective clothes, shoe covers, hair cap Acid proof safety gloves Full face mask (preferred) or, at least, breathing protective mask and protective goggles	Suction ventilator or vacuum cleaner O ₂ concentration measuring device

The same rules apply to areas below the level at which the release occurred, poorly ventilated or unventilated areas (e.g. cable trenches, inspection pits, drainage systems). Outdoor equipment needs standard measures for outdoor conditions to be applied (e.g. rain protection, wind protection). Natural ventilation is normally enough to prevent the potential risk of O₂ starvation.

A second person being in continuous visual and audible contact should be present when entering areas that may have a low oxygen concentration.

9.3 First aid equipment and treatment

9.3.1 General

First aid equipment includes:

- normal industrial first-aid equipment including eyewash equipment containing a saline solution;
- means for contacting emergency services;
- guidance for medical doctors.

The application of the general safety rules (see 9.1) should minimize the likelihood of accidents. In case of an accident, first aid treatment should be applied as described in 9.3.2 to 9.3.4.

9.3.2 Irritation of the skin

If skin irritation is observed, all personnel shall be evacuated from the area. Contaminated clothing shall be removed and the affected area of the skin shall be washed with cool running water.

NOTE While seeking professional medical advice, the affected part can be treated with calcium gluconate gel (HF antidote gel) as a remedy, after washing, for fluoride acid on skin.

9.3.3 Irritation of the eyes

In case of signs of eye irritation, the personnel shall evacuate the area. Irrigate the eye or eyes until a medical professional advises the patient to stop.

9.3.4 Breathing difficulty

All personnel should immediately evacuate the affected area and move into the fresh air. Contaminated clothing on a person with breathing difficulties should be removed and this person covered with a blanket and kept still and under continuous observation. Emergency medical assistance shall be summoned without delay. If the patient stops breathing, artificial respiration shall be immediately commenced by trained and qualified personnel.

More information about procedures for evaluating the potential effects on health from by-products of SF₆ and its mixtures can be found in Annex C.

10 Environmental aspects

Most created by-products are recombining to SF₆ inside the gas compartment or are transferred to solid by-products, some remain as toxic gaseous by-products but are trapped by molecular sieve. At the end of life all gaseous by-products and molecular sieve are recovered from the gas-filled compartment and shall not be released into the environment.

Major failures causing gas releases are extremely rare as records from 50 years of experience show. The quantities released in such extreme cases are again very limited by the fact that standard design of products is compartmented, limiting the fault to the place where it originates.

Annex A (informative)

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

A.1 Sampling

A.1.1 General

A sample should be representative of the gas composition in a container. The concentration of contaminants can be different between the liquid and gas phase. Humidity, O₂ and N₂ are most likely present in the gas phase while oil is most likely present in the liquid phase. For pure SF₆, the sample should be taken from the liquid phase in the event a sample from the gas phase does not meet specifications. For SF₆ mixtures, there should be no liquid phase. If there is no liquid phase in the container, sampling the gas phase is a true representation of the gas composition.

Before taking a sample from the container, the volume of all the connections from the container to the analytical equipment should be evacuated with a vacuum pump. In the case of a container that is connected to a sampling port, via a long section of narrow piping, the pipe section should be purged with gas from the container. This will ensure that the sample is representative of the SF₆ in the container.

As far as possible, the components in contact with the SF₆ 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 shall 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.

A.1.2 On-site sampling connection

A direct connection is required for all on-site methods of analysis. The connecting line should be stainless steel braided PTFE tubing type as short as possible. The ends of the line should have self-sealing fittings or valves to seal the line from ambient air contamination when not in use.

A.1.3 Sample cylinder for laboratory analysis

The cylinder volume should be in the range of 150 ml to 500 ml (a larger volume, up to 1 000 ml, may be needed for the Fourier transform infrared analysis (FTIR)). All materials of the cylinder and valve in contact with the sample should be stainless steel or chemically resistant materials, such as PTFE (polytetrafluoroethylene). Ideally the sampling material should be internally treated to create an inert surface. The cylinder and connections need to be rated for use at high pressure up to 5 MPa.

The following procedure is recommended in an effort to prepare a sampling cylinder prior to use (Figure A.1):

- heat the cylinder and evacuate for minimum 1 h (primary vacuum);
- close the valve and allow the cylinder to cool to room temperature before use.

A.1.4 Sampling methods for laboratory analysis

A.1.4.1 One-sampling cylinder method

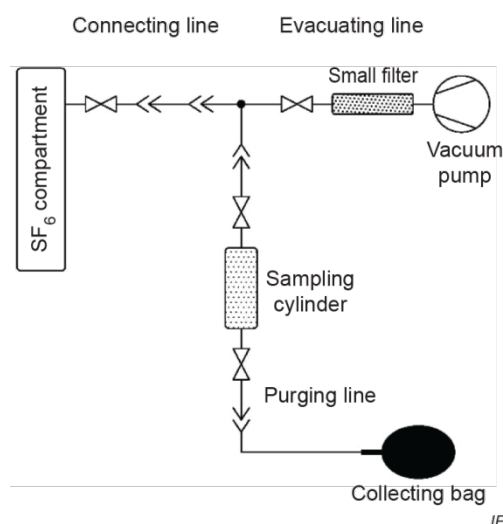


Figure A.1 – One-sampling cylinder method set-up

Figure A.1 shows an example of set-up for the one-sampling cylinder method. Connect the set-up to the sampling port of the container as for a direct connection. Fill the cylinder once and wait 1 min to allow the conditioning of the inside wall, purge, evacuate and fill it again. The use of self-sealing fittings facilitates all aspects of sample handling.

When purging, a collecting bag or similar equipment should be used in order to avoid any release of SF₆ into the atmosphere. A few litres of SF₆ can then be passed through the cylinder to condition its internal walls. After analysis, SF₆ samples should be reclaimed.

A.1.4.2 Two-sampling cylinder method

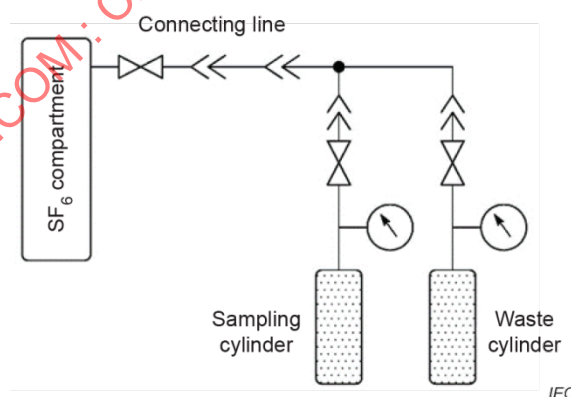


Figure A.2 – Two-sampling cylinder method set-up

Figure A.2 shows an example set-up for the two-sampling cylinder method. Two (2) cylinders are connected in parallel with tubing and distribution block to the sampling port of the container as for a direct connection. Each cylinder is equipped with a manometer in order to confirm that the cylinders are under vacuum before the sampling. Open the valve of the waste cylinder in order to purge the tubing and distribution block. Pressure in the waste cylinder will increase according to the pressure inside the sampled equipment. Close the valve of the waste cylinder when pressure is stabilized. Open the valve of the sampling cylinder. Pressure in the sampling cylinder will increase according to the pressure inside the sampled equipment. Close the valve when the pressure is stabilized.

No evacuation and collection bag or similar equipment is necessary on-site. The cylinders have to be prepared according to the procedure described in A.1.3. The tubing, manometer and valve connected to the cylinders has to be properly designed and assembled with care in order to keep the cylinders under vacuum for a long period until their utilization. After analysis, SF₆ samples and waste materials should be reclaimed.

A.2 On-site analysis

A.2.1 General

Tubes that detect water vapour, HF, SO₂ and mineral oil are available from several manufacturers. The use of such tubes is no longer recommended for analysing SF₆. Other detection systems like SO₂ sensors or multi-detector apparatus are more precise and made for use in SF₆ systems.

A.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 ±1 %; however, this accuracy may be affected by the presence of other gases (for example CF₄, by-product).

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

A.2.3 Hygrometers

The following types of apparatus are available:

Chilled mirror hygrometer

A chilled mirror hygrometer determines the dew point or frost point by measuring the temperature at which condensation in the form of dew or frost occurs on a mirror. The equilibrium temperature at which the mirror maintains a stable condensation layer is called the dew point temperature above 0 °C and frost point temperature below 0 °C. The measured dew or frost point temperature is then mathematically converted to water vapour pressure and then to any desired units such as µl/l (ppmv)².

Electronic hygrometer

An electronic hygrometer utilizes a sensor with characteristics that are affected by partial pressure of water vapour in a gas mixture, generally by a change in capacitance as the gas passes through a semi-permeable layer. The capacitance or other changing characteristic is usually calibrated in terms of dew point.

Electrochemical sensor hygrometer

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

WARNING: Measurements of SF₆ with HF content may damage the equipment. In all cases, the manufacturer's instructions should be followed.

² ppmv = part per million by volume

A.3 Laboratory analysis

A.3.1 Gas chromatography

A.3.1.1 General

Chromatography is used to analyse SF₆ and its mixtures in order to identify and quantify the composition of the gas and its contaminants.

Chromatography is a separation technique used for chemical substances (homogeneous liquid or gaseous mixture) which is based on differences in behaviour between a current mobile phase (e.g. gas) and a stationary phase (an analytical column).

Each different compound requires a different time to traverse the column which is related to its chemical interaction with the latter. The result is a chromatogram, which is a time series of peaks corresponding to the components of the sample. For peak detection, different detector types are available. The thermal conductivity detector (TCD) is recommended for multi-purpose measuring and stability. Other detectors are available and can be used too for example discharge ionisation detectors (DID) or electron capture detectors (ECD) (Figure A.3).

A.3.1.2 Gas chromatography with detector systems with linear accuracy over minimum three decades

A.3.1.2.1 General

An example of a detector system with linear accuracy is the 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.

Typical accuracy for the quantification of CF₄, N₂, and air are given in IEC 60376 [3]. The accuracy of the recommended method as described in IEC 60376 [3] 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 contaminants 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 of ppmv of SO₂ and/or SOF₂ and/or HF in air (or SF₆) followed by a series of calibration runs.

A.3.1.2.2 Representative chromatograph set-up

Reliable results are expected if using the following parameters:

- Carrier gas:
helium or hydrogen (10 ml/min to 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 (80/100 mesh), 3 m to 4 m × 3 mm;

wide-bore capillary, 20 m to 30 m, 0,53 mm

- Oven programme:
initial temperature: 60 °C to 80 °C;
final temperature: 120 °C to 180 °C;
heating rate: 10 °C /min to 20 °C/min.

A chromatogram of SF₆ contaminants and decomposition by-products is shown in Figure A.3.

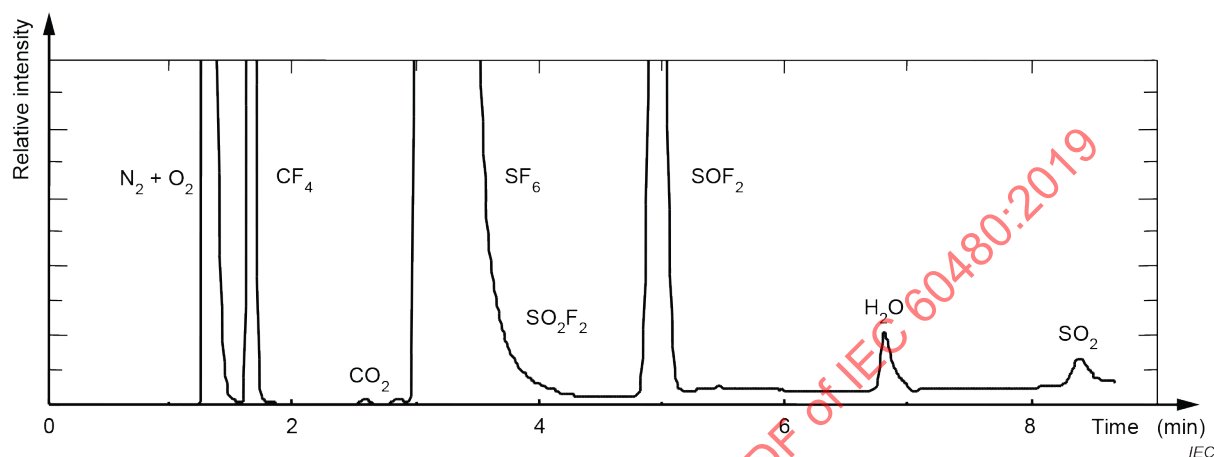


Figure A.3 – Example of a gas chromatogram in one print out showing the different possible by-products after decomposition

A.3.1.3 Example of gas chromatography with mass spectrometer detector (MS)

A.3.1.3.1 General

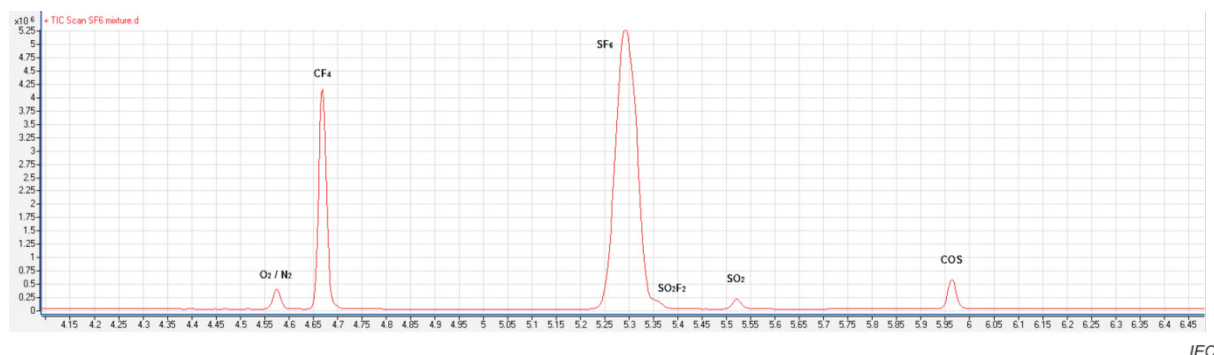
This chromatographic technique allows the quality of the pure SF₆ or SF₆ mixtures to be checked (N₂ or CF₄). It also allows identification and quantification of the following contaminants: CF₄, SO₂, N₂, O₂, COS, SO₂F₂ and SOF₂.

A.3.1.3.2 Representative chromatograph set-up

Reliable results are expected if using the following parameters:

- Carrier gas: helium (flow rate: 2,5 ml/min (40 cm/s)); flow rate should be optimized for the type of column used;
- Analytical column: low sulphur, 60 m, 0,32 mm;
- Oven programme:
 - initial temperature: 30 °C;
 - final temperature: 105 °C;
 - heating rate: 25 °C/min;
- Interface GC/MS temperature: 250 °C;
- Detector:
 - source temperature: 230 °C;
 - quadrupole temperature: 150 °C.

A typical chromatogram of SF₆/CF₄ mixture contaminants and decomposition by-products is shown in Figure A.4.



SOURCE: HYDRO-QUÉBEC, reproduced with the permission of the authors.

Figure A.4 – Typical GCMS chromatogram of decomposed SF₆/CF₄ mixture

A.3.1.3.3 Example for the determination of oil by gas chromatography with flame ionization detector (FID)

The oil content in SF₆ can be measured with the following method, which is applicable to the analysis of C10 to C50 petroleum hydrocarbons. The oil may be obtained from a filter placed in a transfer line, or directly from a container, by washing with cyclohexane. With a high temperature flame ionization detector, the minimum detection limit is about 4 µg oil per 1 ml of cyclohexane. The minimum detection limit of oil in SF₆ will depend on the mass of SF₆ that passed through the filter or was in the container and the volume of cyclohexane used to extract the oil.

The following conditions represent one example that will achieve the desired results:

- Analytical column: Stainless steel megabore column, 5 m in length × 0,53 mm inner diameter, with a 0,15 µm film thickness.
- Carrier and make-up gas: Ultra-high purity helium at 15 ml/min each, for a total flow rate to the flame ionization detector of 30 ml/min.
- Flame ionization detector gas: Ultra-high purity hydrogen at 30 ml/min, and air at 300 ml/min.

The chromatogram is analysed by peak grouping to measure the area of the C10-C24 and the C24-C50 petroleum hydrocarbon ranges. These two ranges are calibrated with n-hexadecane (n-C16) and n-hexatriacontane (n-C36), respectively.

A.3.1.4 Ion chromatography

Ion chromatography is based on ion exchange columns. It can be used for the analysis of the following decomposition products: SO₂, SOF₂, SO₂F₂, SF₄, HF. Carbonate eluent has very low background yield and excellent sensitivity. This method has been validated for a variety of environmental matrices using the ION PAC AS4A. Further details can be found in US EPA catalogue [11].

A.3.2 Infrared spectroscopy

A.3.2.1 Principle

A beam of infrared light directed through a material sample to a light sensitive detector is attenuated. The ratio of the transmitted light to the incident as a function of wavelength forms the infrared absorption spectrum of the material sample.

The infrared absorption spectrum of a gas sample will exhibit peaks at the absorption wavelength of the gas. The size, shape and location of peaks in a spectrum can be used to identify the presence and quantity of a gas sample.

Most of the contaminants of SF₆ can be identified by infrared absorption except oxygen and nitrogen; diatomic gases and monatomic gases (e.g. argon) do not have a significant infrared absorption. The presence of some contaminants may be obscured by the spectrum of SF₆. The spectral region at frequencies less than 580 cm⁻¹ is clear of any SF₆ interference.

A.3.2.2 Fourier transform infrared spectrometer (FTIR)

FTIR spectrometers provide high resolution with a fast response. The whole infrared spectrum is measured many times and averaged to reduce the effect of noise. Spectra should be obtained at a resolution sufficient to resolve the absorption bands to identify and quantify the sample components.

A.3.2.3 Absorption cell

The gas sample is introduced into an absorption cell within the spectrometer for analysis. The cell is preferably made of stainless steel to minimize the reaction with the contaminant, HF, of the sample. The cell should be fitted with KBr windows for infrared transmission down to, at least, 500 cm⁻¹. The optical path length of the cell should be at least 10 cm. Path lengths of several metres are obtained by path-folding mirrors within the cell to minimize the total volume of the cell. The optimum path length depends on the signal-to-noise ratio of the spectrometer at the absorption frequencies of interest and on the minimum detection limit required.

A.3.2.4 Analysis

The method of spectral analysis is based on the linear relationship between absorbance and concentration. The linearity domain depends upon the equipment used and the absorptivity.

A.3.2.5 Absorption frequencies of gases

The principal frequencies of absorption peaks for SF₆ and the contaminants of SF₆ are shown in Table A.1.

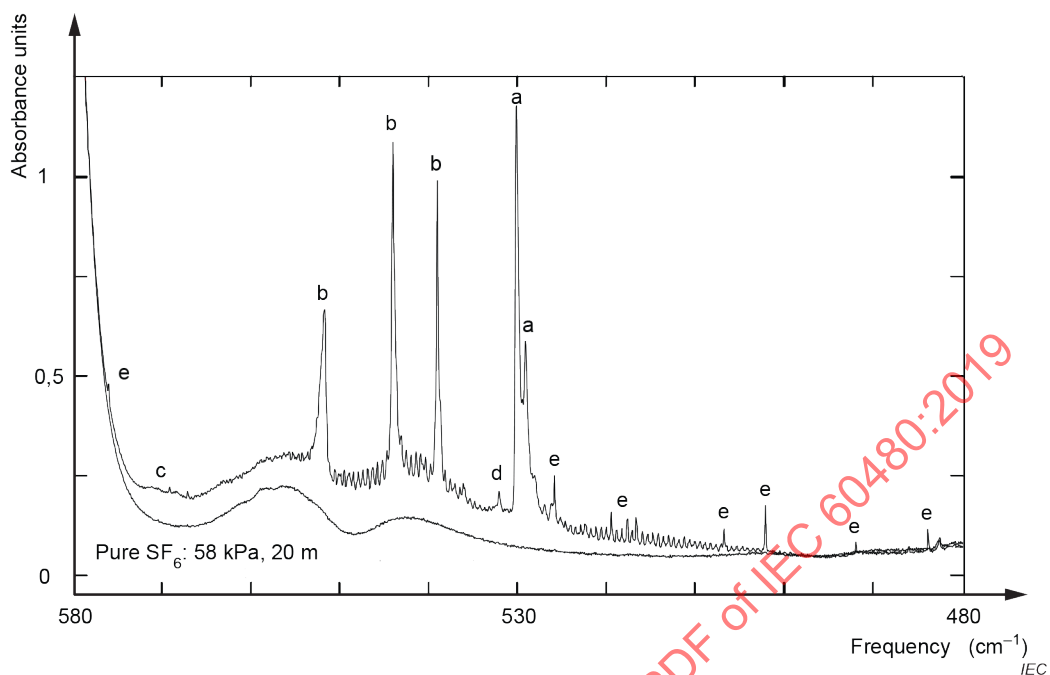
Table A.1 – Peak absorption of SF₆ and contaminants

Gas	Maxima of absorption cm ⁻¹	Peak absorptivities x 10 ⁻⁶ (kPa x ml/l x m) ⁻¹
SO ₂	491, 494, 497, 500, 503, 506	~ 1,1 each
SOF ₂	530, 808	12, 46
SO ₂ F ₂	539, 544, 552	21, 25, 15
SOF ₄	570, 752	4, 8
SF ₄	532, 730	9, 80
CF ₄	1 283, 2 186	550; 2,2
HF	3 644, 3 693	Lines too narrow to quantify
Mineral oil	2 930	Not available
SF ₆	610, 860, 950, 1 260, 1 560 (broad bands)	Not given

The presence of water vapour can be observed but is hard to be quantified by FTIR.

The peak absorptivities in Table A.1 are provided as a guide to select and/or calibrate the conditions of pressure and path length for the spectra of the samples. Note that the presence of SF₆ does modify the appearance of the spectra, broadening and in some cases shifting the peaks. Reference spectra of contaminants should be obtained in conditions similar to the conditions for samples.

A typical spectrogram of SF_6 and contaminants recorded in the above conditions is shown in Figure A.5.



Key

a: SOF_2	c: SOF_4	e: H_2O
b: SO_2F_2	d: SF_4	

Figure A.5 – IR spectrum of contaminated SF_6

Annex B (informative)

By-products of SF₆ and its mixtures

B.1 Decomposition of SF₆ and its mixtures

B.1.1 General

For SF₆ mixtures, the usual SF₆ by-products and specific mixture by-products, such as nitrogen oxide(s) and nitrogen fluoride(s) for SF₆/N₂ and fluorocarbon(s) for SF₆/CF₄, will be produced. The quantities will depend on the mixture composition, contaminants and energy introduced. For typical SF₆ mixtures, the gas decomposition rates are expected not to exceed those for undiluted SF₆.

When arcing occurs in SF₆ due either to normal switching operations or fault clearances, or in the unlikely event of an internal arcing fault, different by-products are generated simultaneously in varying quantities [12] [13]. When the SF₆ molecule is stressed by temperature, radiation or electrical discharge and separation of fluorine atoms occurs, a number of radicals, ions, or neutral molecules are produced, depending on the type of excitation and the energy input, according to:



When the input of energy ΔE ceases, most of the atoms recombine to form SF₆, whilst others combine with different substances in the system to form a variety of stable end products. Such substances include in particular oxygen and water and also materials used in the construction of the equipment.

These by-products are considered here in relation to the energy delivered to the SF₆.

B.1.2 Behaviour of SF₆ in an electric arc

Heavy current arcing occurs normally during circuit-breaker switching and fault clearance operations, and abnormally during an internal arc fault.

In the presence of arc, SF₆ begins to decompose into its constituent parts, with the degree of decomposition being directly proportional to the quantity of energy converted.

The large quantity of heat absorbed during this process is dissipated away from the arc zone by radiation and convection. As the gas cools down, the atoms recombine or react with other substances, such as vaporized electrode metal, the vessel wall, plastics or contaminants. Gaseous and solid by-products can arise, including metal fluorides and sulphur fluorides, of which the most important are CuF₂, AlF₃, WF₆, CF₄ and SF₄.

These products, generally known as primary by-products, are formed during or shortly after discharge in the less-than-one-second range. Dust-like deposits, which may appear on the surfaces of insulators during normal operation, have no detrimental effect on their dielectric performance.

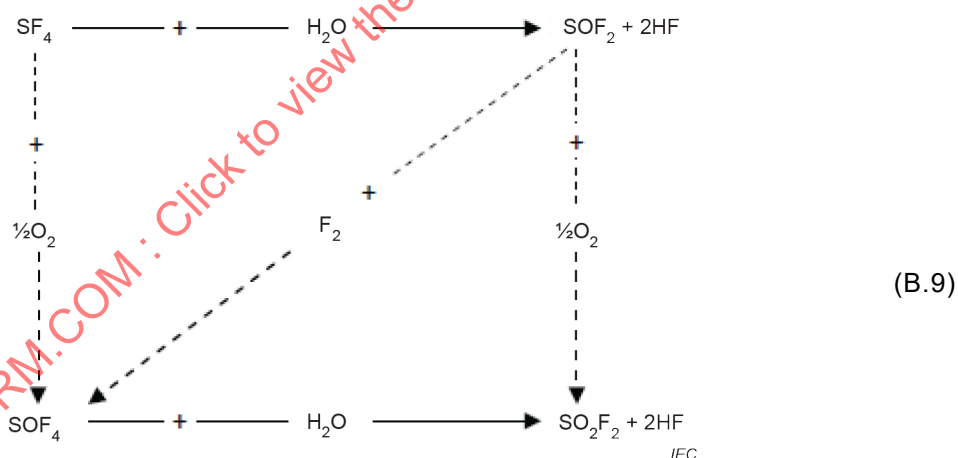
Some of the by-products are chemically stable; others are very unstable, particularly in presence of water.

In presence of oxygen, by-products can arise as follows:



The oxygen involved in the reactions (B.2), (B.3), (B.4), and (B.5) may remain as a result of the evacuation process or may be released by the electrode materials during arcing. SOF_2 is the major by-product.

In the presence of moisture, the following reactions occur:



The dashed lines in reaction (B.9) indicate reactions that occur only to a limited degree during SF_6 decomposition in an arc. Whilst the reactions of (B.9) imply the formation of significant quantities of HF, this product has not been reported in large quantities following power arcing in electric power equipment. This is probably because by-product formation is mainly according to (B.2), (B.3) and (B.4). It is also possible that HF formed by the reactions of (B.9) further reacts with metal vapours to produce metal fluorides.

SF_4 is produced in significant quantities but hydrolyses rapidly (B.9) in the presence of moisture.

In the continued presence of moisture, further hydrolysis occurs, leading to:



Other reactions have been reported in the literature; additional by-products of arcing such as S_2F_{10} may be formed. However, the quantity of S_2F_{10} formed under arcing conditions is extremely low, because SF_5 radicals, produced at high temperatures, form S_2F_{10} only when cooled very rapidly, a condition not likely to apply in the arc [14].

B.1.3 SF_6 decomposition with low current discharges

Whilst operating voltage is applied to equipment containing SF_6 , the possibility of low current discharges such as corona, sparking and partial discharges cannot be ruled out. However, the concentrations of by-products resulting from such discharges are likely to be very low. When SF_6 is decomposed in spark discharges, the reactions shown in dashed lines in (B.9) will predominate [14].

B.1.4 Catalytic decomposition of SF_6 (high-temperature behaviour)

SF_6 can be heated to 500 °C in quartz vessels without decomposing. Up to temperatures of about 150 °C, all commonly used materials, such as metals, glass, ceramics, rubber and polyester resin are fully resistant to SF_6 . It is only at temperatures higher than 200 °C that some metals begin to have a decomposing effect on the gas, but in the case of the metals and alloys normally used, this effect is not observed to any marked degree until the temperature range of 400 °C to 600 °C is reached [13].

As the maximum operating temperatures inside electric power equipment in the absence of arcing are far below these values, no SF_6 decomposition of this kind is to be expected during operation.

B.2 Corrosion behaviour of SF_6 and its by-products

SF_6 is a completely non-reactive gas. There is no possibility therefore that corrosion will be caused directly by the SF_6 itself. However, the primary and secondary by-products, in the presence of humidity, may form corrosive electrolytes which may damage some of the material used inside the equipment.

The metals commonly used, such as aluminum, steel, copper and brass, are hardly attacked, but materials such as glass, insulation paper and the like are more vulnerable to damage, depending upon the concentration of the corrosive substances concerned. Other insulating materials, such as epoxy resin, polyester, polyethylene, polymethyleneoxide, PTFE and PVC are not significantly affected. It is important that measures be taken in the design to take account of the corrosive properties of the by-products. Corrosion can be prevented by the thorough exclusion of moisture and by using suitable materials.

B.3 Measures for the removal of by-products

Humidity and by-products inside equipment in service can be reduced to acceptable levels by adsorption. Materials such as alumina, molecular sieves or mixtures thereof are suitable for this purpose. They adsorb the gaseous reactive by-products very effectively and practically irreversibly, and at the same time ensure that the gas maintains a low dew point [7]. By-products removed from equipment should be disposed of according to local regulations. The acid compounds (sulphuric acid and hydrogen fluoride) are neutralized by means of alkaline (see 9.1.3 and Table 11).

B.4 Physiological characteristics of by-products

By-products can cause irritation of the skin, eyes and mucous membranes, such as in the respiratory tract, and in high concentrations can cause pulmonary oedema, given sufficient time of exposure. SF₆ containing by-products have an unpleasant pungent smell that is itself associated with an irritant effect. The olfactory thresholds, especially for SOF₂, SO₂ and HF, are of the same order of magnitude as the threshold limit values (TLVs). Because of these characteristics, even small quantities of gaseous by-products may give rise to unmistakable warning indications within a matter of seconds, before any risk of poisoning can arise [12].

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60480:2019

Annex C (informative)

Procedures for evaluating the potential effects on health from by-products of SF₆ and its mixtures

C.1 General

Annex C proposes procedures for the evaluation of the risks to health due to by-products of SF₆ and its mixtures released into the local atmosphere.

Within the by-products generated in mixtures, SF₆ by-products generally are predominant in terms of quantity and toxicity. Safety procedures related to the presence of the usual SF₆ by-products shall therefore apply in applications with SF₆ mixtures.

During normal service SF₆ and its mixtures remain inside the electric power equipment and the gaseous by-products formed are neutralized by molecular sieves as well as by natural recombination processes. SF₆ and its mixtures can become present in the atmosphere because of leakage or if a gas filled compartment fails to contain the gas, in case of internal arc fault. It is necessary to differentiate clearly between leakage conditions and internal arc fault situations leading to a sudden release of SF₆, when evaluating health risk.

In case of leakage it is necessary to consider the effects of long-term exposure to the gaseous by-products of SF₆. The concentrations of these by-products in the air should remain low enough to present no threat to unprotected personnel during a normal working period of, for example, 8 h.

In case of a sudden release of SF₆ due to an internal arc fault, the emergency procedure required by the local regulation may imply a momentary exposure. By-product concentrations of higher levels than would be tolerable during for example 8 h can be tolerated if the exposure time is considerably reduced. Clearly in this case account should be taken of all possible sources of toxic emissions and this requires detailed knowledge of all of the by-products formed. In this respect a full treatment should consider contributions from metal vapour, burnt plastics, cable insulation, paint, etc., on an equal footing to those attributable to SF₆.

Clause C.2 provides procedures for calculating the risks associated with the presence of SF₆ by-products in the atmosphere due to leakage and to internal arc fault together with the principles adopted for performing those calculations.

C.2 Formation and health effects of SF₆ by-products

C.2.1 Formation of SF₆ by-products

During high power arcing in SF₆ the arc core reaches temperatures of the order of 10 000 K. At these temperatures, the molecules of the gas are completely broken down into their parent atoms, sulphur and fluorine, as reported in B.1.2. Any contaminants present, such as air or moisture, are dissociated in a similar manner. The result of this is a localized region containing only single atoms of: S, F, H, N, O and diverse ions. The heating of the electrodes and the insulating parts by the arc adds vapours of Cu, W, C and Al to this atmosphere.

After arc extinction or in regions where cooling commences, these atoms start to bind together again and reform mainly SF₆. However, chemical reactions take place with the contaminants present and in particular with moisture and oxygen, giving rise to the so-called arc by-products, as reported in Annex B. The quantities formed are directly related to the power injected into the gas volume.

In case of power arcing, gaseous by-products such as SOF_2 , SO_2 , HF and also CF_4 , SF_4 and SO_2F_2 [15], WF_6 [12], COF_2 [16] and solid by-products such as CuF_2 [12], AlF_3 [12] are the most frequently encountered. In case of low energy electrical discharges, S_2F_{10} is also formed in extremely small quantities [17], [18], [19].

C.2.2 Effects of SF_6 by-products on health

C.2.2.1 General

If SF_6 , which has been subjected to arcing or to low-energy discharges, is exhausted into the work place, then the potential health risk will depend on the concentration of each by-product in the air, and hence on the volume of the room containing the equipment. Toxicity estimations should take into account the concentration of each by-product in relation to the permissible concentrations for the appropriate exposure time. Equation (C.1) should be adopted to calculate the total risk associated with the by-products.

$$\text{Risk}_{\text{tot}} = \sum_i \frac{\text{Concentration (by-product)}_i}{\text{Threshold (by-product)}_i} \leq 1 \quad (\text{C.1})$$

C.2.2.2 Health effects of arc decomposed SF_6

For multi-component mixtures, toxicologists define three general cases:

- Each component acts in a different manner, or on different target organs; the effects are hence not cumulative and each component is separately treated.
- The components act in a similar manner on the same target organs; their effect is thus cumulative and calculations will take this into account.
- One component largely outweighs the contribution of the others; the overall toxic effect should be estimated by studying the concentration of this component alone.

A survey of the majority of the work carried out over the past decades on high power arc decomposition of SF_6 [15], [20] concludes that the total health risk to personnel, due to arc decomposed SF_6 , is predominantly dependent on the SOF_2 concentrations generated.

Hydrolysis of SOF_2 may occur in the presence of significant concentrations of moisture, producing SO_2 and HF , as reported in B.1.2. For the time being, no occupational exposure limit (OEL) has been defined for SOF_2 . For this reason, it is assumed that hydrolysis always takes place giving HF and SO_2 . The potential effect on health is then evaluated based on those gaseous by-products (see Table C.1).

C.2.2.3 Exposure duration and dilution in air

The two key notions essential to any evaluation of risk to health due to toxic substances are:

- concentration within the surrounding volume;
- time duration of exposure, leading to the selection of the appropriate exposure limit.

When a leakage situation is calculated, the OEL concentration, defined as the time weighted average (TWA) over an 8 h per day, 40 h per week exposure limit, should be used.

Under abnormal conditions, for example internal arc fault, personnel immediately leave the room of the electric power equipment and the exposure is hence momentary. Under those conditions, concentrations defined as C (ceiling exposure limit, values never to be exceeded), should be employed. When the C value is not defined, the short term exposure limit (STEL) could be adopted. The STEL refers to an average exposure of 15 min that should not be exceeded during the 8 h working time.

The occupational exposure limits (OELs) defined by the American Conference of Governmental Industrial Hygienists (ACGIH) [21] for SO₂, HF, and S₂F₁₀ are given in Table C.1.

Table C.1 – OELs for SO₂, HF, and S₂F₁₀

OEL	SO ₂	HF	S ₂ F ₁₀
TWA (μl/l)	2	0,5	Not defined
STEL (μl/l)	5	Not defined	Not defined
C (μl/l)	Not defined	2	0,01
NOTE So far, no OEL has been defined for SOF ₂ .			

C.2.3 Quantitative estimation of gaseous by-products

C.2.3.1 General

The quantity of gaseous by-products formed during an electrical discharge is generally referred to as the energy in joule dissipated in the gas. This is defined below as production rate, r .

Experimental results are generally quoted in mol/J but another unit widely adopted is l/kJ. The conversion is based on the fact that 1 mol of ideal gas occupies 24,37 l, at 20 °C and at 100 kPa, and is given in Equation (C.2).

$$1 \text{ mol/J} = 24,37 \times 10^3 \text{ l/kJ} \quad (\text{C.2})$$

The estimation of the production rates of SOF₂ due to arcing and S₂F₁₀ due to low energy discharge, both sparking and partial discharges in the gas, is given in C.2.3.2, C.2.3.3 and C.2.3.4, respectively.

C.2.3.2 Estimation of the SOF₂ production rates due to arcing

The SOF₂ production rate is experimentally determined and depends on the electrode material used and the type of discharge considered. Exothermic reactions, which occur with aluminium electrodes, seem to enhance the production rate.

The values used here have been averaged over the range of presently available data found in the literature [15] and [20].

Table C.2 – SOF₂ production rate

Electrode material	SOF ₂ production rate (r)	
	mol/J	l/kJ
Cu, Fe, WCu	150×10^{-9}	$3,7 \times 10^{-3}$
Al	600×10^{-9}	15×10^{-3}
NOTE Aluminium electrodes are assumed only for GIS bus-bar situations.		

C.2.3.3 Estimation of the S_2F_{10} production rate due to sparking

Manoeuvring disconnectors produces sparking, which is considered as a low energy discharge. Average parameters are: 1 kV arc voltage drop, 0,25 A capacitive current and 1 s time duration, resulting in 0,25 kJ per each sparking event. However, individual sparks may reach up to 3 kA peak current for only a few tens of microseconds.

In the absence of published data, the production rate of $0,05 \times 10^{-9}$ mol/J (or $1,22 \times 10^{-6}$ l/kJ) is chosen for S_2F_{10} due to sparking, which reflects a situation at the lower end of the spark discharge range but more than 2 000 times greater than for arcs. This has been confirmed as being realistic by measurements on a real disconnector under highly accelerated operation conditions [18].

C.2.3.4 Estimation of the S_2F_{10} production rate due to partial discharges

Single components of high-voltage switchgear and controlgear or sub-assemblies in which they are contained should not exceed the maximum permissible partial discharge level of $q = 5$ pC (see IEC 62271-203:2011, 6.2.9.102).

At rated voltage U_r , the energy dissipated during each single partial discharge event is therefore:

$$E = q \times \frac{U_r}{\sqrt{3}} \quad (C.3)$$

which always falls into the micro to nano-joule energy range.

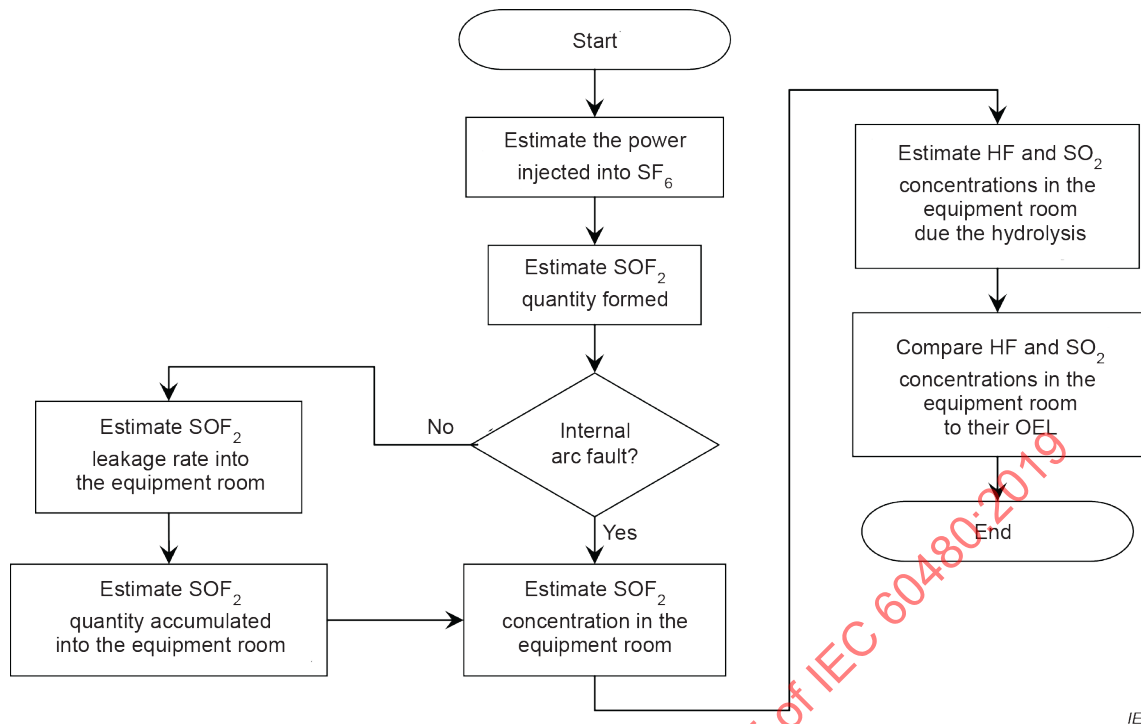
The S_2F_{10} production rate due to partial discharges at power frequency is not available in the literature. A value of $0,2 \times 10^{-9}$ mol/J (or $4,88 \times 10^{-6}$ l/kJ) is obtained by extrapolating the experimental results for sparking in the very low energy region.

C.2.4 Procedures for health risk evaluation

The procedures for the evaluation of the potential effects on health of gaseous by-products are based on the following assumptions:

- the equipment room is completely closed and ventilation is inoperative during the period of interest;
- the adsorbers fitted into the electric power equipment do not reduce the amount of gaseous by-products during the period of interest;
- the gas emitted uniformly mixes with the air in the room containing the electric power equipment in a short time with respect to the working day or exposure duration.

Figure C.1 describes the typical procedure to follow for the evaluation of the potential effects on health of the by-products formed during arcing (either power interruption or capacitive switching) in SF_6 . It is applicable to both leakage and internal arc fault cases.



IEC

Figure C.1 – Procedure for the evaluation of the potential effects on health due to arcing

The power injected during one single event into the electric power equipment should be evaluated. Depending on the circumstances, for example power arcing, capacitive arcing, corona discharge, this could be thought as arc voltage drop times arc current times arc duration or as voltage drop times charge transferred. The cumulated power is then evaluated multiplying the power of the single event by the number of events taking place during the reference period.

The quantity of SOF_2 formed within the electric power equipment is the power itself times the SOF_2 production rate. The SOF_2 production rate is a non-linear function of the power, the quantity of SF_6 , the time duration and the electrode material. Numerical values are determined by experiments (see C.2.3.2.).

In case of internal arc fault, the worst case scenario is when the rupture disk bursts and the entire quantity of SOF_2 is suddenly released into the switchgear room.

In case of leakage, only a small portion of the SOF_2 quantity formed in the electric power equipment transfers to the switchgear room and accumulates over a certain period of time. Under this condition, if $V_{\text{SOF}_2, \text{equipment}}$ is the SOF_2 quantity formed inside the electric power equipment in litres and $F_{\text{p,rel}}$ is the leakage rate of the electric power equipment in % p.a., the SOF_2 quantity accumulated into the switchgear room during one day is:

$$V_{\text{SOF}_2, \text{room}} = \frac{V_{\text{SOF}_2, \text{equipment}} \times F_{\text{p,rel}}}{100 \times 365} \quad (\text{C.4})$$

The SOF_2 concentration in the equipment room is the SOF_2 quantity in the equipment room divided by the volume of the switchgear room. For outdoor installations, the same evaluation should be performed considering the volume of a virtual equipment room.

Due to hydrolysis in the equipment room, the HF concentration in $\mu\text{l/l}$ is twice the SOF_2 concentration in $\mu\text{l/l}$ and the SO_2 concentration in $\mu\text{l/l}$ is equal to the SOF_2 concentration in $\mu\text{l/l}$.

The potential effect on health of the by-products is then evaluated comparing the HF and the SO_2 concentrations in the equipment room with the OELs. The total risk R_{tot} should be defined as:

$$R_{\text{tot}} = \frac{\text{Concentration}(\text{SO}_2)}{\text{TLV}(\text{SO}_2)} + \frac{\text{Concentration}(\text{HF})}{\text{TLV}(\text{HF})} \leq 1 \quad (\text{C.5})$$

A similar procedure can be adopted for the evaluation of the potential effects on health of S_2F_{10} due to low energy electrical discharges. In this case, no hydrolysis takes place. The procedure is described in Figure C.2.

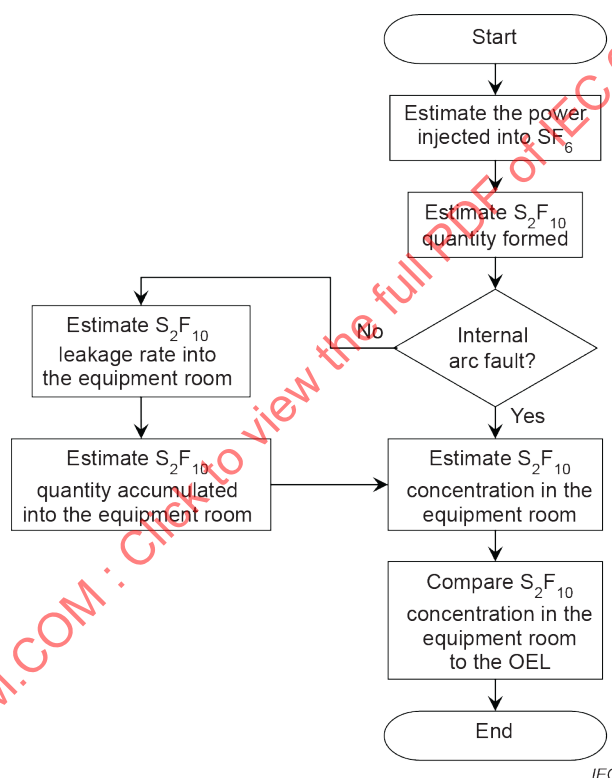


Figure C.2 – Procedure for the evaluation of the potential effects on health due to low energy discharges

C.3 Conclusion

Calculations, based on the state-of-the-art, show that, for leakage situations, there is no risk to health due to exposure to by-products. The by-products, formed by arcing and by low-energy discharges, released due to leakage from SF₆ filled electric power equipment, reach negligible concentrations in the workplace atmosphere. Therefore, there is no cause for concern and no need for precautions other than the normal ventilation practices for low-lying areas. This is still valid even in the case of abnormal leakage situations (a leakage rate, for example, of two orders of magnitude higher than the normal rate).

However, in the unlikely event of an internal fault leading to a release of SF₆, significant concentrations of by-products can occur in the equipment room. In any situation of this sort, basic safety procedures include evacuation rules which are designed to ensure that personnel are exposed to exhausted materials for the shortest possible time. Furthermore, forced ventilation and/or venting ensure the concentration levels can be reduced within minutes.

For outdoor installations, the volume of air into which the arc decomposed SF₆ escapes is large if not infinite. Prevailing winds and the high exhaust velocity also speed up dispersion.

It is thus concluded that, as long as basic safety procedures are followed, the risk specifically associated with the use of SF₆ in electric power equipment is minimized.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60480:2019

Annex D (informative)

Reclaiming recommendations

D.1 General

On-site reclaiming procedures are based on the absorption of contaminants. Operational contamination should already be absorbed with the user's filter unit. Such filters are already an integral part of the company's SF₆ maintenance devices, or are available as separate filter units.

D.2 Filtering recommendations

The filters should meet the following criteria:

- they should reliably remove the mentioned contaminants;
- the filters should be of cartridge type for safe and easy disposal;
- input and output should be equipped with the same self-sealing couplings;
- changing filters should not require disassembly of any fittings, tubing, or any other connection to eliminate the possibility of leakage;
- changing the filter is recommended for each purification operation.

D.3 Transport of used SF₆ in gas cylinders and containers by road

See IEC 62271-4.

Annex E (informative)

Cryogenic reclaiming of SF₆

E.1 General

Annex E describes the reclamation of SF₆ gas by a cryogenic technique. The cryogenic technique described below is based on an Australian system [22], [23], [24].

E.2 Applications

The principal use of the cryogenic process is to remove contaminants from used SF₆.

The process can be used to:

- aggregate the remainder of SF₆ from containers that have been used to fill electric power equipment;
- recover SF₆ from electric power equipment to a pressure of below 100 Pa without the need for a recovery compressor;
- restore used SF₆, even heavily arced or contaminated by air to the standard of technical grade SF₆;
- separate SF₆ from a mixture of SF₆ and nitrogen (N₂); all the SF₆ can be recovered and essentially none is released into the atmosphere;
- obtain CF₄ from an SF₆/CF₄ mixture.

E.3 Physical background

The process relies on the variation of the saturated vapour pressure of SF₆ and its typical contaminants with temperature (see Figure D.1).

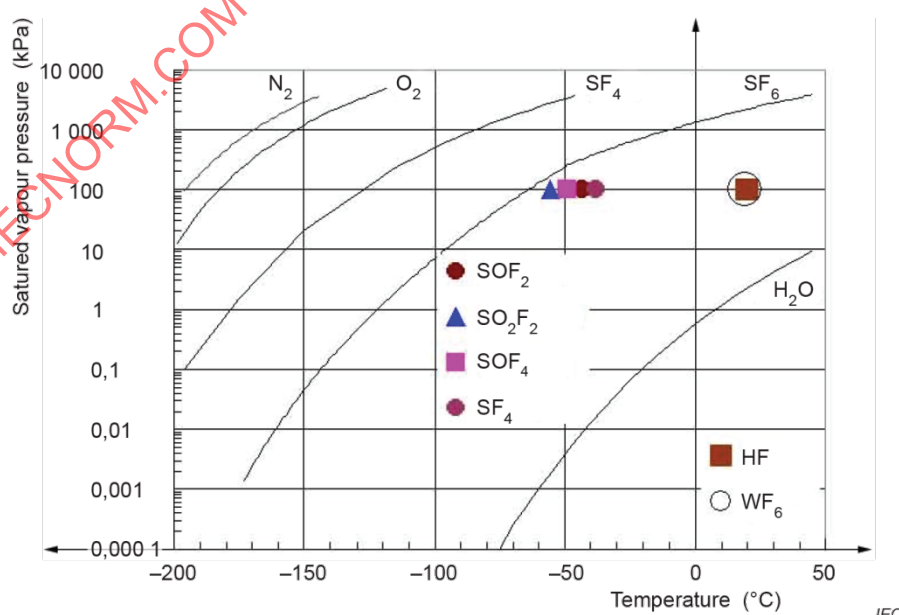


Figure D.1 – Saturated vapour pressure of various gases as a function of temperature

E.4 Cryogenic processes

SF₆ is recovered by means of evacuating and cooling a cylinder called capture cylinder. The pressure differential between the cylinder and the gas-filled compartment or the container containing the SF₆ to be processed causes the SF₆ to be transferred into the cylinder. It will liquefy or solidify due to the low temperatures achieved by liquid nitrogen thereby maintaining a pressure differential until recovery is completed.

The collection process is scalable. A number of cylinders can be connected in parallel to increase collection capacity. Smaller cylinders can be used if the masses of SF₆ involved are small. The speed of mass transfer is mainly limited by the diameter of the connecting pipes and with appropriate sized piping the practical limit given by the speed of sound can be attained.

This process can also be used to separate air from SF₆ as – provided SF₆ is cooled sufficiently – SF₆ will freeze inside the capture cylinder allowing the air to be released or evacuated by a conventional vacuum pump.

The process comprises a second step, where a second cylinder called collection cylinder is cooled by liquid nitrogen and connected to the capture cylinder which is allowed to warm up. The pressure differential between the cylinders causes SF₆ to be transferred into the collection cylinder while the contaminants remain frozen in the capture cylinder. During the SF₆ transfer, the capture cylinder warms up from approximately –150 °C to approximately –45 °C and the pressure in the capture cylinder can be obtained by closing the valve controlling the SF₆ transfer and reading the pressure gauge on top of the capture cylinder. This pressure (see Figure D.1) is representative of the highest temperature portion of SF₆ in the capture cylinder, even though temperature gradients may be present.

The upper temperature limit in the capture cylinder (i.e. approximately –45 °C) is set to limit the concentration (dew point) of moisture transferred to the collection cylinder. This upper temperature limit shall also be low enough to prevent the transfer of reactive gaseous by-products that may be present in the capture cylinder.

The capture cylinder may be partly immersed in a refrigerated bath to allow for a better temperature control.

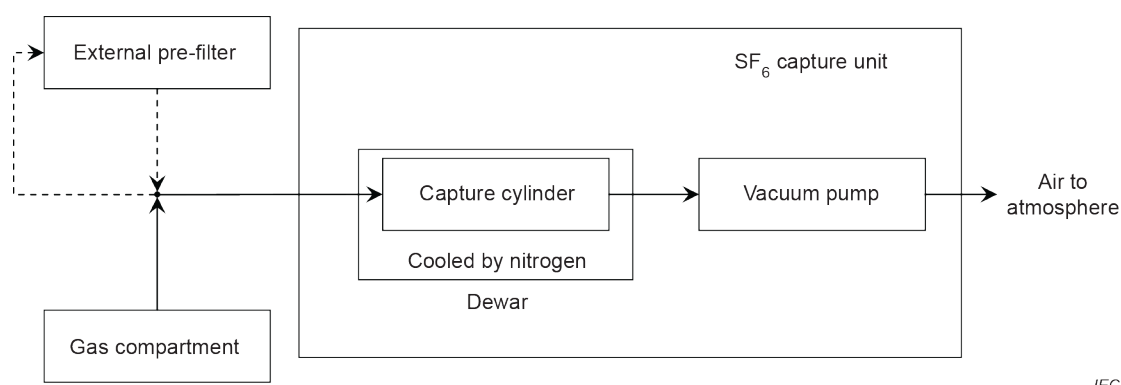
E.5 Description of a cryogenic reclaimer

A cryogenic reclaimer comprises the following components [23]:

- gas cylinders (see IEC 62271-4) (in addition suitable for cryogenic temperatures);
- insulated dewars meeting local safety requirements and capable of withstanding –220 °C;
- vacuum pump (see IEC 62271-4);
- optional filter, used for reclaiming heavily arced gas (see IEC 62271-4);
- sampling point (see IEC 62271-4);
- valves, fittings, pressure gauges and gas piping (see IEC 62271-4), (in addition suitable for cryogenic temperatures where relevant);
- liquid nitrogen purchased as needed.

The components can be put together in different configurations according to the task at hand.

Figure D.2 is the flow chart of a cryogenic reclaimer suitable for SF₆ recovery on site.



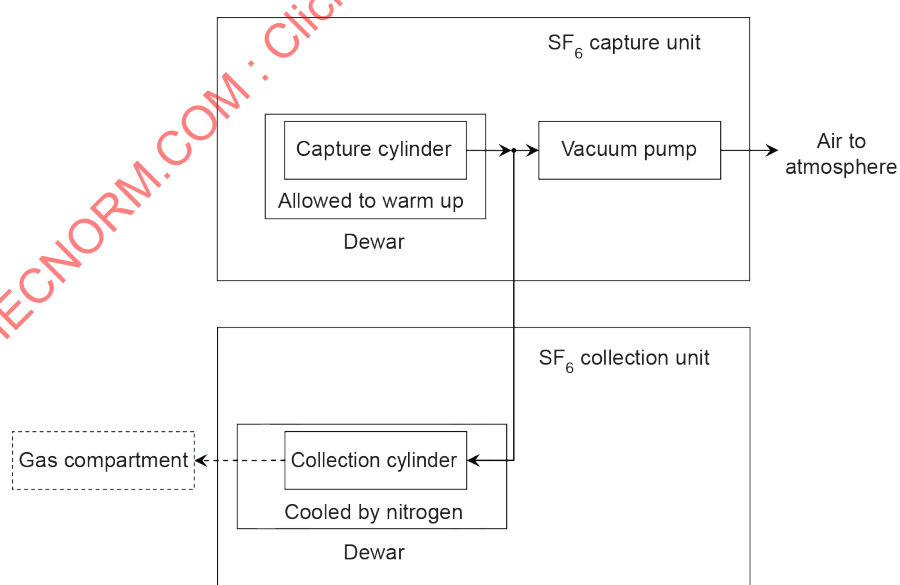
IEC

Figure D.2 – Typical cryogenic reclaimer for SF₆ recovery on site

The procedure for operation of the manual process is as follows:

- The whole reclaimer is evacuated with the vacuum pump.
- The capture cylinder is chilled with liquid nitrogen and the vacuum in the cylinder itself is maintained by the freezing of SF₆ which is continuously drawn in.
- The impure gas entering the process can be directed through a filter if it contains a significant amount of solid contaminants as in the case of heavily arced gas.
- Once the gas capture capacity has been reached, the upstream valves are closed and the downstream valves opened.
- The vacuum pump can be used to evacuate and draw off all the gaseous components above the frozen SF₆ i.e. oxygen and nitrogen.
- The downstream valves are closed and the cylinder can be removed, warmed up and transported.

Figure D.3 is the flow chart of a cryogenic reclaimer suitable for removing contaminants.



IEC

Figure D.3 – Typical cryogenic reclaimer for removing contaminants

The procedure for operation of the manual process is as follows:

- The capture cylinder and the collection cylinder are chilled with liquid nitrogen.

- The vacuum pump can be used to evacuate and draw off all the gaseous components above the frozen SF₆ i.e. oxygen and nitrogen.
- The capture cylinder is then allowed to warm up to the selected upper temperature limit (e.g. -45 °C)
- Pure SF₆ is transferred into the collection cylinder as a consequence of the temperature difference.

The capture cylinder is likely to end up containing solid contaminants from heavily arced SF₆ and requires cleaning after use.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60480:2019

Bibliography

- [1] IEC 60079-29-2:2015, *Explosive atmospheres – Part 29-2: Gas detectors – Selection, installation, use and maintenance of detectors for flammable gases and oxygen*
- [2] IEC 62271-203:2011, *High-voltage switchgear and controlgear – Part 203: Gas-insulated metal-enclosed switchgear for rated voltages above 52 kV*
- [3] IEC 60376:2018, *Specification of technical grade sulphur hexafluoride (SF₆) and complementary gases to be used in its mixtures for use in electrical equipment*
- [4] IEC 60068-2-17:1994, *Basic environmental testing procedures – Part 2: Tests – Test Q: Sealing*
- [5] EN 166, *Personal eye protection – Specifications*
- [6] EN 140, *Respiratory protective devices – Halfmasks and quarter masks – Requirements, testing, marking*
- [7] EN 14387, *Respiratory protective devices – Gas filter(s) and combined filter(s) – Requirements, testing, marking*
- [8] EN 143, *Respiratory protective devices – Particle filter – Requirements, testing, marking*
- [9] EN 136, *Respiratory protective devices – Full face masks – Requirements, testing, marking*
- [10] BS 5415-2.2, Supplement No 1:1986, *Safety of electrical motor-operated industrial and commercial cleaning appliances – Particular requirements – Specification for type H industrial vacuum cleaners for dusts hazardous to health*
- [11] *Catalogue of guidelines and standards for the handling and management of sulfur hexafluoride (SF₆)*, U.S. Environmental Protection Agency, January 2002, Washington D.C.
- [12] G. Mauthe, K. Pettersson, et al., *Handling of SF₆ and its by-products in gas insulated switchgear (GIS)*, Electra No. 136, June 1991, pp 69-89 and No. 137, August 1991, pp 81-108, 1991
- [13] Sulphur Hexafluoride brochure (Solvay Fluor, 2012)
- [14] CRADA, Cooperative Research and Development Agreement, *Investigation of S₂F₁₀ production and mitigation in compressed SF₆ insulated power system*, Technical Note No. 1, 22, December 1992
- [15] F.Y. Chu, *SF₆ Decomposition in gas insulated equipment*, IEEE Trans, on Elec. Insul., EL-21, No. 5, October 1986
- [16] <https://www.iupac.org/publications/pac/1994/pdf/6606x1353.pdf>
- [17] R.J. Van Brunt, J.K. Olthoff, et al., *Production of S₂F₁₀ by electrical discharge in SF₆*, I.H.S. 1992, Swansea, U.K., Vol. 1, p. 418, 1992
- [18] H.D. Morrison, V.P. Cronin, et al. *Production and decay of S₂F₁₀ in a disconnect switch*, 7th Int. Sym. Gaseous Dielectrics, Knoxville, TE, USA, 1994

- [19] L. Niemeyer, *S₂F₁₀ in SF₆ insulated equipment*, 7th Intern. Sympos. on Gaseous Dielectrics, Knoxville TE, USA, 1994
- [20] B. Belmadani, et al., *SF₆ decomposition under power arcs, physical aspects*, IEEE Trans. on Elec. Ins., Vol. 26, No. 6, 1991
- [21] *Documentation of the threshold limit values and biological exposure indices*, 5th ed. Cincinnati, OH, American Conference of Governmental Industrial Hygienists, Inc., 1986, 5: 272, 1986
- [22] A. Stokes, C. Jones, et al., *New techniques for recapturing and recycling SF₆ gas and topping up energized equipment*, CIGRE SC A3 and B4 Joint Colloquium, Tokyo, Japan, 2005
- [23] The patent family (WO 2005/119149 A1 and applications derived therefrom). International Publication Number WO2005119149 A1, *Gas Recovery of Sulphur Hexafluoride*, World Intellectual Property Organization, International Publication Date: 15.12.2005
- [24] M. Blundell, C. Jones, et al., *Experience with using cryogenic techniques for recycling arced SF₆ gas for use in switchgear*, Australian Journal of Electrical & Electronics Eng., Vol. 3, No. 3, p 249, 2007

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60480:2019

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60480:2019

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	53
1 Domaine d'application	55
2 Références normatives	55
3 Termes et définitions	56
4 Contaminants et leurs sources	57
4.1 Généralités	57
4.2 Contaminants dus au traitement et à l'utilisation	57
4.3 Sous-produits de SF ₆ dans le matériel ayant uniquement une fonction d'isolation	58
4.4 Sous-produits de SF ₆ dans le matériel de coupure	58
4.5 Sous-produits de SF ₆ dus à des arcs internes	58
4.6 Sous-produits spécifiques aux mélanges contenant du SF ₆	58
5 Spécifications pour la réutilisation du SF ₆	59
6 Spécifications pour la réutilisation des mélanges contenant du SF ₆	59
7 Régénération du SF ₆ et des mélanges contenant du SF ₆	60
7.1 Faisabilité et processus	60
7.2 Techniques de détection permettant de vérifier la qualité des gaz	63
7.2.1 Généralités	63
7.2.2 Analyse sur site	63
7.2.3 Analyse en laboratoire	64
8 Traitement, stockage et transport (informative)	65
9 Sécurité et premiers soins	65
9.1 Règles générales de sécurité	65
9.1.1 Généralités	65
9.1.2 Protection du personnel	66
9.1.3 Manipulation de matériels et d'outils de sécurité contaminés	67
9.1.4 Matériel et outils ou dispositifs de mesure sous pression	68
9.1.5 Équipement de sécurité et de protection individuelle	68
9.1.6 Équipements et services	69
9.2 Mesures de sécurité supplémentaires dans le cas d'un rejet anormal de SF ₆ dû à un feu extérieur ou à un défaut d'arc interne	69
9.3 Équipements et traitement de premiers soins	70
9.3.1 Généralités	70
9.3.2 Irritation de la peau	71
9.3.3 Irritation des yeux	71
9.3.4 Difficultés respiratoires	71
10 Aspects liés à l'environnement	71
Annexe A (informative) Description des méthodes d'analyse (sur site et en laboratoire)	72
A.1 Échantillonnage	72
A.1.1 Généralités	72
A.1.2 Connexion d'échantillonnage sur site	72
A.1.3 Cylindre de prise d'échantillons pour analyse en laboratoire	72
A.1.4 Méthodes d'échantillonnage pour analyse en laboratoire	73
A.2 Analyse sur site	74
A.2.1 Généralités	74

A.2.2	Appareil de mesure de la concentration en SF ₆	74
A.2.3	Hygromètres	74
A.3	Analyse en laboratoire	75
A.3.1	Chromatographie en phase gazeuse	75
A.3.2	Spectroscopie infrarouge	78
Annexe B (informative)	Sous-produits du SF ₆ et mélanges contenant du SF ₆	80
B.1	Décomposition du SF ₆ et des mélanges contenant du SF ₆	80
B.1.1	Généralités	80
B.1.2	Comportement du SF ₆ dans un arc électrique	80
B.1.3	Décomposition du SF ₆ avec de faibles décharges de courant	82
B.1.4	Décomposition catalytique du SF ₆ (comportement à haute température)	82
B.2	Comportement de corrosion du SF ₆ et de ses sous-produits	82
B.3	Mesures pour le retrait des sous-produits	82
B.4	Caractéristiques physiologiques des sous-produits	83
Annexe C (informative)	Procédures d'évaluation des effets potentiels sur la santé générés par des sous-produits de SF ₆ et des mélanges contenant du SF ₆	84
C.1	Généralités	84
C.2	Formation et effets sur la santé des sous-produits de SF ₆	84
C.2.1	Formation des sous-produits de SF ₆	84
C.2.2	Effets sur la santé des sous-produits de SF ₆	85
C.2.3	Estimation quantitative des sous-produits gazeux	86
C.2.4	Procédures d'évaluation du risque pour la santé	87
C.3	Conclusion	90
Annexe D (informative)	Recommandations relatives à la régénération	91
D.1	Généralités	91
D.2	Recommandations relatives au filtrage	91
D.3	Transport par route de gaz SF ₆ usagé dans des bouteilles ou des conteneurs	91
Annexe E (informative)	Régénération cryogénique du SF ₆	92
E.1	Généralités	92
E.2	Applications	92
E.3	Contexte physique	92
E.4	Processus cryogéniques	93
E.5	Description d'un appareil de régénération cryogénique	93
Bibliographie		96
Figure 1	– Logigramme de décision pour le SF ₆ repris	62
Figure A.1	– Montage pour la méthode d'échantillonnage à un seul cylindre	73
Figure A.2	– Montage pour la méthode d'échantillonnage à deux cylindres	73
Figure A.3	– Exemple d'un chromatogramme de gaz en une seule impression présentant les différents sous-produits possibles après décomposition	76
Figure A.4	– Chromatogramme de GCMS type du mélange SF ₆ /CF ₄ décomposé	77
Figure A.5	– Spectre IR du SF ₆ contaminé	79
Figure C.1	– Procédure d'évaluation des effets potentiels sur la santé dus à un arc	88
Figure C.2	– Procédure d'évaluation des effets potentiels sur la santé dus à des décharges à faible énergie	89
Figure D.1	– Pression de vapeur saturante de divers gaz en fonction de la température	92
Figure D.2	– Appareil de régénération cryogénique type pour reprise sur site du SF ₆	94

Figure D.3 – Appareil de régénération cryogénique type pour éliminer les contaminants.....95

Tableau 1 – Contaminants du SF ₆	57
Tableau 2 – Spécifications pour la réutilisation du SF ₆	59
Tableau 3 – Spécifications pour la réutilisation des mélanges SF ₆ /N ₂	59
Tableau 4 – Spécifications pour la réutilisation des mélanges SF ₆ /CF ₄	60
Tableau 5 – Contaminants courants et méthodes d'élimination	60
Tableau 6 – Adsorbants types pour divers contaminants du SF ₆	61
Tableau 7 – Méthodes sur site	64
Tableau 8 – Méthodes de laboratoire	65
Tableau 9 – Mesures à appliquer pour toute tâche exécutée sur un matériel d'énergie électrique contenant du SF ₆	66
Tableau 10 – Mesures de sécurité lors de l'ouverture ou de l'accès dans les compartiments de gaz.....	67
Tableau 11– Solutions neutralisantes	68
Tableau 12 – Mesures de sécurité supplémentaires.....	70
Tableau A.1 – Fréquences des pics d'absorption pour le SF ₆ et ses contaminants	79
Tableau C.1 – OEL pour SO ₂ , HF et S ₂ F ₁₀	86
Tableau C.2 – Taux de production de SOF ₂	87

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60480:2019

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**SPÉCIFICATIONS POUR LA RÉUTILISATION DE L'HEXAFLUORURE
DE SOUFRE (SF₆) ET DES MÉLANGES CONTENANT DU SF₆
DANS LE MATÉRIEL ÉLECTRIQUE**

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. À cet effet, l'IEC – 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 l'IEC"). 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 l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC 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 l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC 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 l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 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 l'IEC, 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 l'IEC, 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 l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, 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 l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 60480 a été établie par le comité d'études 10 de l'IEC: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition parue en 2004. Cette édition constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente:

- les spécifications pour la réutilisation du SF₆ ont été confirmées;
- les spécifications pour la réutilisation des mélanges contenant du SF₆ en particulier SF₆/N₂ et SF₆/CF₄ sont incluses;
- les annexes de l'IEC 60376, l'IEC 60480 et de l'IEC 62271-4 ayant fait l'objet d'une nouvelle répartition, cette nouvelle édition contient à présent les cinq annexes suivantes:

- Annexe A: Description des méthodes d'analyse (sur site et en laboratoire);
- Annexe B: Sous-produits du SF₆ et mélanges contenant du SF₆;
- Annexe C: Procédure d'évaluation des effets potentiels sur la santé générés par des sous-produits de SF₆ et des mélanges contenant du SF₆;
- Annexe D: Recommandations relatives à la régénération;
- Annexe E: Régénération cryogénique du SF₆.

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/1075/FDIS	10/1080/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 internationale.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives au document recherché. À cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

IMPORTANT – Le logo "colour inside" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

SPÉCIFICATIONS POUR LA RÉUTILISATION DE L'HEXAFLUORURE DE SOUFRE (SF₆) ET DES MÉLANGES CONTENANT DU SF₆ DANS LE MATÉRIEL ÉLECTRIQUE

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des critères de réutilisation de l'hexafluorure de soufre (SF₆) et des mélanges contenant du SF₆ après reprise et régénération depuis le matériel électrique (par exemple, pour la maintenance ou en fin de vie).

L'hexafluorure de soufre (SF₆), l'azote (N₂) et le tétrafluorure de carbone (CF₄) sont des gaz communément utilisés pour le matériel électrique. Une attention particulière est accordée aux critères de réutilisation du SF₆ et de ses mélanges avec N₂ et CF₄ pour leur utilisation dans le matériel électrique, afin de prendre en compte les aspects d'environnement. Les procédures de reprise et de régénération du SF₆ usagé et des mélanges contenant du SF₆ usagé ne relèvent pas du domaine d'application du présent document. Elles sont décrites dans l'IEC 62271-4.

Le présent document comprend plusieurs annexes qui décrivent les différentes méthodes d'analyse, traitent des sous-produits, de la procédure d'évaluation des effets potentiels des sous-produits sur la santé, de la régénération cryogénique du SF₆ et donnent des recommandations relatives à la régénération.

Les procédures de stockage, de transport et d'élimination du SF₆ et des mélanges contenant du SF₆ ne relèvent pas du domaine d'application du présent document. Elles sont décrites dans l'IEC 62271-4. Les procédures de détermination des fuites de SF₆ sont décrites dans l'IEC 60068-2-17 [4]¹.

Pour les besoins du présent document, les gaz complémentaires utilisés dans les mélanges du SF₆ sont limités à l'azote (N₂) ou au tétrafluorure de carbone (CF₄).

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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).

IEC 60050-192, *Vocabulaire Electrotechnique International – Partie 192: Sécurité de fonctionnement* (disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org>)

IEC 60050-212, *Vocabulaire Electrotechnique International – Partie 212: Isolants électriques solides, liquides et gazeux* (disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org>)

IEC 60050-441, *Vocabulaire Electrotechnique International – Partie 441: Appareillage et fusibles* (disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org>)

IEC 60050-826, *Vocabulaire Electrotechnique International – Partie 826: Installations électriques* (disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org>)

¹ Les chiffres entre crochets se réfèrent à la bibliographie.

IEC 62271-4:2013, *Appareillage à haute tension – Partie 4: Utilisation et manipulation de l'hexafluorure de soufre (SF₆) et des mélanges contenant du SF₆*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'IEC 60050-192, l'IEC 60050-212, l'IEC 60050-441 et l'IEC 60050-826, ainsi que les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1

matériel électrique

matériel utilisé pour la production, la transformation, le transport, la distribution ou l'utilisation de l'énergie électrique, tel que machine électrique, transformateur, appareillage, appareil de mesure, dispositif de protection, canalisation électrique, matériels d'utilisation, traversée à isolation, parafoudre

[SOURCE: IEC 60050-826:2004, 826-16-01, modifié – "traversée à isolation, parafoudre" a été ajouté.]

3.2

conteneur

récipient (bouteille) adapté au confinement de gaz sous pression en phase gazeuse ou liquide, conformément aux réglementations locales et/ou internationales en matière de sécurité et de transport

3.3

hexafluorure de soufre usagé

SF₆ qui a été introduit dans le matériel électrique

3.4

régénération

processus d'élimination des contaminants d'un isolant liquide ou gazeux

3.5

reprise

processus de transfert de gaz d'un matériel électrique dans un conteneur alternatif

3.6

mélange contenant du SF₆

mélange de gaz formé par l'hexafluorure de soufre (SF₆) avec un gaz complémentaire, en général l'azote (N₂) ou le tétrafluorure de carbone (CF₄)

3.7

contaminant

substance étrangère présente dans un isolant liquide ou gazeux qui, habituellement, a un effet nuisible sur une ou plusieurs propriétés

[SOURCE: IEC 60050-212:2010, 212-17-27, modifié – "ou solide" a été supprimé.]

3.8**sous-produits**

contaminants formés par la dégradation du SF₆ et des mélanges contenant du SF₆ sous l'effet d'arcs ou d'étincelles électriques

3.9**air ambiant**

atmosphère normale entourant le matériel

[SOURCE: IEC 60079-29-2:2015, 3.1.1]

4 Contaminants et leurs sources**4.1 Généralités**

Le SF₆ repris du matériel électrique en service contient plusieurs types de contaminants. Les contaminants contenus dans le SF₆ repris proviennent à la fois du traitement du gaz et de l'utilisation de gaz.

Le Tableau 1 résume les principaux contaminants et leurs sources. Voir l'Annexe B pour des informations supplémentaires.

Tableau 1 – Contaminants du SF₆

Situation et utilisation du SF ₆	Origine	Contaminant éventuel
Pendant le traitement et en service	Fuites et évacuations incomplètes Désorption	Pour le SF ₆ pur: Air, huile, H ₂ O Pour les mélanges contenant du SF ₆ : Air, huile, H ₂ O, N ₂ , CF ₄
Fonction isolante	Décharges partielles (effet de couronne, par exemple) et contournements et amorçages à faible énergie	Sous-produits gazeux: HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ Pour les mélanges contenant du SF ₆ : HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , NO _x , NF _x
Matériel de coupure	Érosion d'arc de coupure	Sous-produits gazeux: HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , SF ₄ , CF ₄ , WF ₆ Sous-produits solides: Poussières de métal, particules, AlF ₃ , FeF ₃ , WO ₃ , CuF ₂ Pour les mélanges contenant du SF ₆ : HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , NO _x , NF _x
	Érosion mécanique	Poussières de métal, particules
Arc interne	Fusion et décomposition de matériaux	Sous-produits gazeux: HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , SF ₄ , CF ₄ , WF ₆ Sous-produits solides: Poussières de métal, particules, AlF ₃ , FeF ₃ , WO ₃ , CuF ₂ Pour les mélanges contenant du SF ₆ : HF, SO ₂ , SOF ₂ , SOF ₄ , SO ₂ F ₂ , NO _x , NF _x

4.2 Contaminants dus au traitement et à l'utilisation

Le remplissage et la reprise de gaz conduisent à la contamination supplémentaire par l'air ambiant et l'eau (humidité).

L'humidité se désorbe des surfaces internes du matériel et des parties en polymères. L'huile provenant de la manutention du matériel (pompes et compresseurs) peut également être introduite par inadvertance.

La possibilité d'une contamination croisée (contamination d'un mélange de gaz par un autre) doit être prise en compte lorsque des mélanges de gaz sont utilisés.

4.3 Sous-produits de SF₆ dans le matériel ayant uniquement une fonction d'isolation

Le processus essentiel est la décomposition du SF₆ par décharges partielles (par exemple, effet de couronne) et par des amorçages et contournements à faible énergie. Les contaminants directement produits 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, des contournements ou des amorçages, les quantités accumulées de ces composés sont habituellement négligeables.

4.4 Sous-produits de SF₆ dans le matériel de coupure

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

La quantité de ces sous-produits dépend du nombre de coupures, du courant de court-circuit cumulé, de la conception du matériel et de l'utilisation d'adsorbants (adsorbants solides).

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

4.5 Sous-produits de SF₆ dus à des arcs internes

L'occurrence d'un arc interne est extrêmement rare. Les contaminants attendus dans le SF₆ du matériel en défaut sont similaires à ceux normalement observés dans le matériel de coupure. La différence réside dans la quantité de composés qui créent un risque toxique potentiel (voir l'Article 9). De plus, une vaporisation significative du matériau métallique se produit et crée des produits réactionnels supplémentaires tels que la poussière.

4.6 Sous-produits spécifiques aux mélanges contenant du SF₆

Les sous-produits ordinaires de SF₆ mentionnés dans le Tableau 1 et les sous-produits spécifiques aux mélanges, tels que l'oxyde ou les oxydes d'azote et le ou les fluorures d'azote pour le SF₆/N₂ ainsi que le ou les fluorocarbures pour le SF₆/CF₄ sont formés lorsqu'il s'agit de mélanges contenant du SF₆. Les quantités dépendent de la composition du mélange, des contaminants et de l'énergie introduite. Les taux de décomposition des gaz ne sont pas réputés dépasser les taux de décomposition du SF₆ dans les mélanges types contenant du SF₆.

Parmi les sous-produits générés dans les mélanges, les sous-produits de SF₆ sont généralement les plus importants de par leur quantité et leur toxicité. Les consignes de sécurité face à la présence de sous-produits ordinaires de SF₆ doivent aussi être mises en œuvre dans les applications utilisant des mélanges contenant du SF₆.

5 Spécifications pour la réutilisation du SF₆

Tableau 2 – Spécifications pour la réutilisation du SF₆

Substance ^a	Concentration
SF ₆	> 97 % du volume
Air et/ou CF ₄	< 30 000 µl/l (c'est-à-dire 3 % du volume)
H ₂ O	< 200 µl/l (c'est-à-dire 200 ppmv)
Huile minérale	< 10 mg/kg ^b (c'est-à-dire 10 ppmw)
Acidité	< 50 µl/l total (c'est-à-dire 50 ppmv) ou 12 µl/l (c'est-à-dire 12 ppmv) pour (SO ₂ +SOF ₂) ou 25 µl/l (c'est-à-dire 25 ppmv) HF
Légende ppmv = partie par million par volume ppmw = partie par million par poids ^a H ₂ S et CO ont été considérés comme non pertinents en raison de l'absence de données utiles. ^b 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 SF ₆ . Si tous les matériels en contact avec le SF ₆ ne contiennent pas d'huile, il n'est pas nécessaire de réaliser ce mesurage.	

Pour la détermination de l'acidité totale, la somme de tous les composés acides est consignée comme une seule valeur. En variante, l'acidité totale peut être exprimée en (SO₂ + SOF₂) ou en HF avec des valeurs limites de 12 µl/l et de 25 µl/l respectivement.

6 Spécifications pour la réutilisation des mélanges contenant du SF₆

Tableau 3 – Spécifications pour la réutilisation des mélanges SF₆/N₂

Substance	Concentration
N ₂	Selon les spécifications du fabricant du matériel d'origine (OEM)
Pourcentage de SF ₆	±5 % du volume du pourcentage spécifié ^a
Air et CF ₄	< 30 000 µl/l (c'est-à-dire 3 % du volume) ^a
H ₂ O	< 200 µl/l (c'est-à-dire 200 ppmv)
Huile minérale	< 10 mg/kg ^b (c'est-à-dire 10 ppmw)
Acidité totale	< 50 µl/l total (c'est-à-dire 50 ppmv) ou 12 µl/l (c'est-à-dire 12 ppmv) pour (SO ₂ +SOF ₂) ou 25 µl/l (c'est-à-dire 25 ppmv) HF
Conditions de stockage	
Elles doivent satisfaire à l'IEC 62271-4:2013, Article J.7 en vue de prévenir la liquéfaction du SF ₆ .	
Légende ppmv = partie par million par volume ppmw = partie par million par poids ^a Ou sauf spécification contraire du fabricant du matériel d'origine (OEM). ^b 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 SF ₆ . Si tous les matériels en contact avec le SF ₆ ne contiennent pas d'huile, il n'est pas nécessaire de réaliser ce mesurage.	

Tableau 4 – Spécifications pour la réutilisation des mélanges SF₆/CF₄

Substance	Concentration
CF ₄	Selon les spécifications du fabricant du matériel d'origine (OEM)
Pourcentage de SF ₆	±5 % du volume du pourcentage spécifié ^a
Air et N ₂	< 30 000 µl/l (c'est-à-dire 3 % du volume) ^a
H ₂ O	< 200 µl/l (c'est-à-dire 200 ppmv)
Huile minérale	< 10 mg/kg ^b (c'est-à-dire 10 ppmw)
Acidité totale	< 50 µl/l total (c'est-à-dire 50 ppmv) ou 12 µl/l (c'est-à-dire 12 ppmv) pour (SO ₂ +SOF ₂) ou 25 µl/l (c'est-à-dire 25 ppmv) HF
Conditions de stockage	
Elles doivent satisfaire à l'IEC 62271-4:2013, Article J.7 en vue de prévenir la liquéfaction du SF ₆ .	
Légende ppmv = partie par million par volume ppmw = partie par million par poids ^a Ou sauf spécification contraire du fabricant du matériel d'origine (OEM). ^b 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 SF ₆ . Si tous les matériels en contact avec le SF ₆ ne contiennent pas d'huile, il n'est pas nécessaire de réaliser ce mesurage.	

7 Régénération du SF₆ et des mélanges contenant du SF₆

7.1 Faisabilité et processus

La qualité du SF₆ régénéré doit satisfaire aux exigences du présent document.

Tous les contaminants qui se forment lors d'un fonctionnement normal peuvent généralement être éliminés sur site. Le Tableau 5 énumère les méthodes recommandées pour éliminer les contaminants mentionnés au Tableau 1.

Tableau 5 – Contaminants courants et méthodes d'élimination

Contaminant	Humidité (vapeur d'eau)	Sous-produits gazeux	Sous-produits solides	Air, N ₂ , CF ₄	Huile minérale
Méthode d'élimination	Adsorption avec tamis moléculaire	Adsorption avec oxyde d'aluminium activé	Retenue avec filtres solides	Séparation par processus cryogénique ou filtration sur membrane	Adsorption avec filtre à charbon actif
Ces contaminants gazeux ne peuvent pas être éliminés facilement sur site lorsqu'il s'agit du SF ₆ et des mélanges contenant du SF ₆ . Il convient d'évaluer dans chaque situation les options de régénération afin de déterminer si le SF ₆ et le mélange contenant du SF ₆ peuvent être régénérés sur site.					

Divers types de matériaux adsorbants sont disponibles pour éliminer les contaminants du gaz SF₆ (voir Tableau 6).

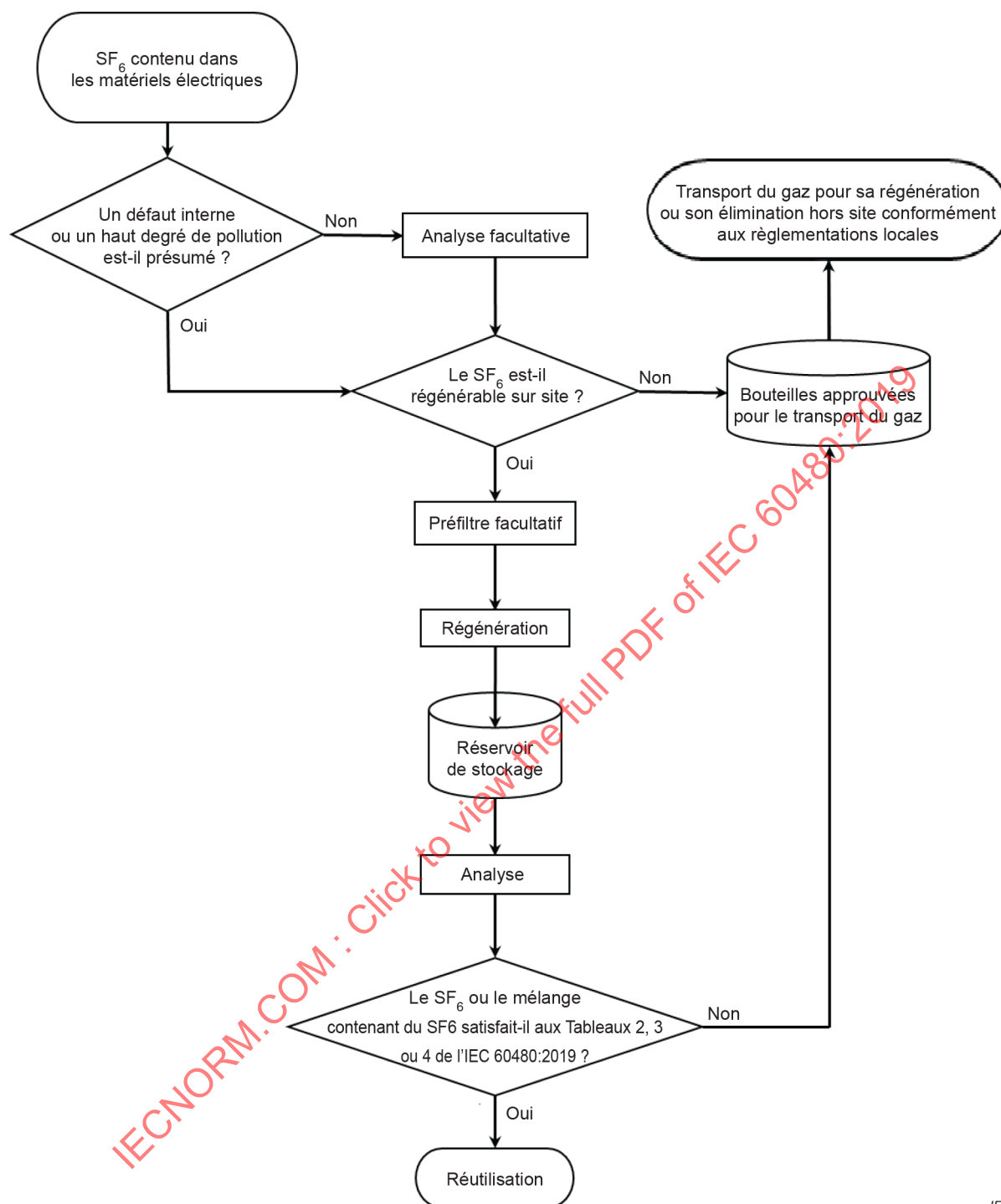
Tableau 6 – Adsorbants types pour divers contaminants du SF₆

Adsorbant	Contaminants éliminés
Tamis moléculaire 4A	Eau, SO ₂ , SOF ₂ , SF ₄
Tamis moléculaire 13X	Eau, SO ₂ , SOF ₂ , SF ₄ (adsorbe également du SF ₆)
Oxyde d'aluminium activé	Eau, SO ₂ , SOF ₂ , SF ₄ , HF
Chaux sodée (CaO-NaOH)	Eau, SO ₂ F ₂ , HF
Charbon actif	Vapeur d'huile

Si les résultats de l'analyse du gaz dépassent les spécifications de réutilisation du SF₆ et des mélanges contenant du SF₆ indiquées dans le Tableau 2, le Tableau 3 ou le Tableau 4, une décision concernant la méthode de régénération doit être prise en fonction du niveau et du type de contamination. En général, une régénération complémentaire du gaz sur site avec la station de transfert et de filtrage constitue la méthode la plus favorable. Cependant, si la réutilisation n'est pas possible, une régénération par le fabricant de gaz ou une élimination est nécessaire. Dans ce cas, le gaz doit être envoyé au fabricant de SF₆ ou à une entreprise spécialisée dans la régénération du SF₆.

La Figure 1 représente la procédure de sélection de la meilleure utilisation du SF₆ après sa reprise pour traitement éventuel.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60480:2019



IEC

Figure 1 – Logigramme de décision pour le SF₆ repris

- Pour les contaminants d'eau ou les sous-produits, la possibilité d'effectuer une régénération du SF₆ sur site dépend uniquement des performances des filtres disponibles. L'ajout de préfiltres externes peut être exigé pour augmenter l'efficacité du processus de régénération. 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, le N₂ et/ou le CF₄ doit être pris en compte séparément.
- Si pour le SF₆ pur, la concentration d'air et/ou CF₄ dépasse le niveau maximal de contaminant acceptable donné dans le Tableau 2, et si le conteneur d'où a été prélevé l'échantillon contient du SF₆ en phase liquide, transférer alors le SF₆ depuis la phase gazeuse dans un second conteneur. Il convient de continuer le transfert jusqu'à ce qu'un

échantillon provenant du premier conteneur réponde au niveau maximal acceptable. Le contenu du second conteneur ne peut pas être régénéré sur site. Tout conteneur 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.

- Si pour le mélange contenant du SF₆, la concentration d'air, du N₂ et/ou CF₄ dépasse le niveau maximal de contaminant acceptable donné dans le Tableau 3 ou Tableau 4, il convient d'évaluer les options de régénération afin de déterminer si le mélange peut être régénéré sur site.

7.2 Techniques de détection permettant de vérifier la qualité des gaz

7.2.1 Généralités

Les techniques de détection doivent être utilisées sur des échantillons de gaz. L'Annexe A donne des informations détaillées sur les procédures pour l'obtention d'un échantillon et sur les méthodes analytiques.

7.2.2 Analyse sur site

Lorsque des systèmes d'analyse sur site sont utilisés, ils doivent être équipés d'un système de reprise de gaz. Le dégagement du SF₆ dans l'atmosphère doit être évité et la sécurité du personnel doit être assurée. Des méthodes analytiques sur site sont présentées respectivement dans le Tableau 7 et à l'Annexe A.

Il convient de veiller à ne pas endommager l'appareil de mesure dans le cas d'une forte concentration de sous-produits (voir Article 4).

Tableau 7 – Méthodes sur site

Substance	Technique de détection
SF ₆	Chromatographie portative en phase gazeuse avec détecteur de conductivité thermique (GC-TCD) Absorption dans l'infrarouge Méthode de condensation Méthode de la vitesse du son
N ₂ dans le mélange contenant du SF ₆	Chromatographie portative en phase gazeuse avec détecteur de conductivité thermique (GC-TCD) Absorption dans l'infrarouge (NOTE 1) Méthode de la vitesse du son (NOTE 1) (NOTE 2)
CF ₄ dans le mélange contenant du SF ₆	Chromatographie portative en phase gazeuse avec détecteur de conductivité thermique (GC-TCD) Absorption dans l'infrarouge Méthode de la vitesse du son (NOTE 1) (NOTE 2)
Sous-produits: SO ₂ , SOF ₂ , SO ₂ F ₂	Chromatographie portative en phase gazeuse avec détecteur de conductivité thermique (GC-TCD) Absorption dans l'infrarouge Capteur électrochimique
HF	Absorption dans l'infrarouge Capteur électrochimique
Air et CF ₄	Densimètre (pour le % de SF ₆) Chromatographie portative en phase gazeuse avec détecteur de conductivité thermique (GC-TCD) (NOTE 3) Absorption dans l'infrarouge
Eau (humidité)	Hygromètre électronique Hygromètre à miroir refroidi Absorption dans l'infrarouge Capteur électrochimique
Huile minérale	Tube pour huile minérale
NOTE 1 Quantification indirecte faite par soustraction de la teneur en SF ₆ .	
NOTE 2 Applicable uniquement à la composition du mélange connue.	
NOTE 3 La chromatographie en phase gazeuse est uniquement utilisée pour déterminer la concentration de N ₂ ou CF ₄ dans les mélanges contenant du SF ₆ .	

7.2.3 Analyse en laboratoire

Il convient d'utiliser les techniques recommandées suivantes si aucun matériel n'est disponible sur site (voir Tableau 8). Les analyses en laboratoire sont destinées à fournir une évaluation quantitative des contaminants dans un échantillon de gaz.

L'eau est le seul contaminant qui ne peut être déterminé avec exactitude à partir d'une bouteille d'échantillonnage. La teneur en eau d'un échantillon prélevée d'un conteneur n'est pas représentative de la teneur en eau du conteneur car l'eau s'adsorbe sur toutes les surfaces. Par conséquent, l'analyse de l'eau doit toujours être effectuée directement dans le conteneur sur site. En laboratoire, aucun ordre d'analyse n'est recommandé.

Tableau 8 – Méthodes de laboratoire

Contaminants	Méthodes disponibles
SF ₆	Chromatographe pour phase gazeuse (NOTE 2). Absorption dans l'infrarouge
N ₂ en mélange de gaz	Chromatographe pour phase gazeuse (NOTE 2)
CF ₄ en mélange de gaz	Chromatographe pour phase gazeuse (NOTE 2). Absorption dans l'infrarouge
Air: oxygène et azote	Chromatographe pour phase gazeuse (NOTE 2)
CF ₄ comme contaminant	Chromatographe pour phase gazeuse (NOTE 2). Absorption dans l'infrarouge
Huile	Absorption dans l'infrarouge Chromatographe pour phase gazeuse (NOTE 2)
Produits de décomposition (acidité totale): SO ₂ , SOF ₂ , SO ₂ F ₂ , SF ₄ , HF (NOTE 1)	Chromatographe pour phase gazeuse (NOTE 2) Chromatographie ionique Absorption dans l'infrarouge Chimie humide
NOTE 1 La chromatographie ionique, l'absorption dans l'infrarouge et la chimie humide sont les seules méthodes disponibles pour quantifier le HF.	
NOTE 2 La chromatographie en phase gazeuse peut être effectuée à l'aide de détecteurs appropriés des contaminants ou pour contrôler les concentrations du gaz ayant été mélangé.	

Des informations supplémentaires sur les recommandations relatives à la régénération sont données à l'Annexe D. La régénération cryogénique, un exemple de technique de régénération, est décrite à l'Annexe E.

8 Traitement, stockage et transport (informative)

Se reporter à l'IEC 62271-4.

9 Sécurité et premiers soins

9.1 Règles générales de sécurité

9.1.1 Généralités

Avant de commencer tout travail de maintenance/service sur un matériel d'énergie électrique, une inspection détaillée de l'état du matériel doit être effectuée et documentée. Outre les réglementations locales de sécurité, au moins les règles générales suivantes doivent être suivies:

- débrancher et isoler;
- empêcher la refermeture;
- vérifier que le matériel n'est plus alimenté;
- mettre à la terre et court-circuiter le matériel;
- couvrir ou protéger les parties proches sous tension.

Il convient que des documents écrits autorisant le travail sur le matériel d'énergie électrique soient acceptés et signés à la fois par le propriétaire/utilisateur du matériel et par le fournisseur de service.

Le Tableau 9 répertorie les principaux points à surveiller pour toute tâche exécutée sur un matériel d'énergie électrique contenant du SF₆.

Tableau 9 – Mesures à appliquer pour toute tâche exécutée sur un matériel d'énergie électrique contenant du SF₆

Élément	Travail au voisinage du matériel (exploitation du matériel, contrôle visuel, nettoyage du local)	Remplissage, reprise, évacuation des compartiments de gaz	Ouverture des compartiments de gaz, travail sur des compartiments ouverts
Fiches de caractéristiques de sécurité/manuels d'exploitation des matériaux	Non exigé	Applicable	Applicable
Formation	Applicable ^a	Applicable	Applicable
Matériel de traitement du SF ₆	Non exigé	Applicable	Applicable
Matériel de nettoyage/neutralisation	Non exigé	Non exigé	Applicable
Équipement de protection individuelle	Non exigé	Non exigé	Applicable
^a Il convient de spécifier les informations générales en fonction du type de travail et d'installation, conformément aux réglementations locales de sécurité.			

Lorsque du SF₆ est traité en tout lieu, il convient d'afficher une note stipulant l'interdiction des feux ouverts, des flammes nues (par exemple, allumettes), de fumer, d'utiliser des moteurs thermiques, un chauffage supérieur à 200 °C et le soudage sans précautions particulières, ainsi que des instructions de premiers soins (voir 9.3).

Lorsqu'un compartiment de gaz est ouvert après avoir mis en service le matériel d'énergie électrique, de manière à éviter tout contact avec les petits sous-produits solides pouvant être présents, il convient que le personnel porte des vêtements de protection appropriés. Il convient de prêter une attention particulière aux yeux et aux voies respiratoires. Il convient que le personnel travaillant à l'intérieur ou près de compartiments de gaz ouverts ayant contenu du SF₆ faiblement décomposé ou fortement décomposé:

- utilise des outils et du matériel adaptés;
- porte des vêtements de protection appropriés (voir Tableau 10 et 9.1.5);
- observe une hygiène personnelle très stricte;
- se lave ainsi que son matériel, en utilisant des matériaux jetables, avant de quitter la zone de travail;
- retire les vêtements de protection et les lave parfaitement le plus tôt possible après avoir quitté la zone de travail;
- vérifie que les vêtements, les outils et les éléments ayant été en contact avec des sous-produits sont emballés en toute sécurité dans des sacs scellés ou d'autres conteneurs scellés et sont ensuite traités pour neutraliser tous les résidus.

9.1.2 Protection du personnel

Le SF₆ n'est traité que par du personnel habilité. Les réglementations locales relatives au traitement du SF₆ peuvent s'appliquer. Différents modules de formation peuvent être adoptés, en fonction du type de travail à effectuer sur le matériel d'énergie électrique.

Une formation spécifique traitant de la reprise du SF₆ usagé à partir d'un compartiment à remplissage de gaz est exigée pour le personnel ouvrant le compartiment de gaz ou y accédant. Il convient de se conformer strictement au manuel d'instructions d'exploitation du matériel fourni par le fabricant du matériel d'origine.

Le Tableau 10 donne une vue d'ensemble des risques potentiels, des mesures de sécurité ainsi que des matériels et outils de sécurité exigés lors de l'ouverture ou de l'accès à un compartiment de gaz. Aucune différence substantielle entre les conditions intérieures et extérieures n'est indiquée lorsque l'opérateur ouvre le compartiment ou y accède.

**Tableau 10 – Mesures de sécurité lors de l'ouverture
ou de l'accès dans les compartiments de gaz**

Élément	Tout compartiment ayant contenu du SF ₆ faiblement décomposé ou fortement décomposé	Tout compartiment ayant contenu du SF ₆ très faiblement décomposé
Risque potentiel	Fumées ou substances de nettoyage Privation d'O ₂ SF ₆ usagé restant Sous-produits gazeux réactifs résiduels Sous-produits solides et matériaux des adsorbeurs	Fumées ou substances de nettoyage Privation d'O ₂ SF ₆ usagé restant ou autres gaz du processus de fabrication
Mesures de sécurité	Élimination des sous-produits solides et matériaux des adsorbeurs Ventilation Mesurage de la concentration en O ₂ à l'entrée Port d'équipement de protection individuelle Protection des sous-produits solides contre l'hydrolyse	Ventilation Mesurage de la concentration en O ₂ avant d'entrer
Matériel et outils de sécurité	Ventilateur d'aspiration ou aspirateur Dispositif de mesure de la concentration en O ₂ Tenues de protection à usage unique, chaussures de sécurité, protection capillaire Gants de sécurité à l'épreuve des acides Masque facial intégral (préférentiel) ou au moins masque de protection respiratoire Lunettes de sécurité Protection de l'environnement contre la pluie ou le vent (en extérieur seulement)	Ventilateur d'aspiration ou aspirateur Dispositif de mesure de la concentration en O ₂

Le risque d'asphyxie augmente si la concentration en oxygène est inférieure à 160 ml/l (16 % par volume). Il convient, aux fins de réduire ce risque, de vérifier la teneur en oxygène dans le compartiment de gaz et les espaces confinés avant d'y accéder ou d'y pénétrer.

Il est interdit de manger, de boire et de fumer en accédant ou en entrant dans un compartiment de gaz. Il est recommandé de changer de vêtements et de se laver la peau dès que possible après le travail de manière à éviter tout danger potentiel d'irritation ou de brûlure.

9.1.3 Manipulation de matériels et d'outils de sécurité contaminés

Le matériel et les outils ayant été en contact avec des sous-produits solides ou des matériaux d'adsorbeurs sont considérés comme étant contaminés. Ils sont récupérés ultérieurement et placés dans des sacs en plastique. Les sacs en plastique sont scellés à l'aide d'une bande et étiquetés. Leur élimination est effectuée conformément aux réglementations locales.

Il convient de laver le matériel et les outils réutilisables et de les neutraliser dans une solution eau/soude contenant 10 % en poids de soude ou équivalent, puis de les rincer à l'eau propre. Le Tableau 11 donne des exemples de solutions neutralisantes.

L'élimination de la solution eau résiduelle/soude et de l'eau souillée de lavage est effectuée conformément aux réglementations locales.

Tableau 11 – Solutions neutralisantes

Agent actif	Formule	Concentration kg/100 l	T1 ^a h	T2 ^b h	Référence
Chaux	Ca(OH) ₂	Saturé	Non applicable	24	[9]
Carbonate de sodium (lessive de soude)	Na ₂ CO ₃	1,1	Non applicable	24	[10]
		3	Lavage non applicable	Non applicable	[9]
		10 ^c	1	0,25	[11]
		10 à 14 ^c	Non applicable	48	[12]
		3		Non applicable	[13]
Bicarbonate de sodium	NaHCO ₃	1 ^d	Non applicable	Non applicable	[9]
^a Il convient si possible de traiter avec une solution neutralisante pendant une durée T1 le matériel de sécurité réutilisable, les outils, les compartiments de gaz et les parties internes des compartiments ayant contenu du SF ₆ faiblement décomposé. Il convient de les rincer ensuite à l'eau propre. ^b Il convient si possible de traiter avec une solution neutralisante pendant une durée T2 le matériel de sécurité réutilisable, les outils, les compartiments de gaz et les parties internes des compartiments ayant contenu du SF ₆ fortement décomposé. Il convient de les rincer ensuite à l'eau propre. ^c Lorsque des solutions alcalines sont utilisées à des concentrations aussi fortes, il convient de veiller à éviter tout contact avec la peau et les yeux. ^d Recommandé pour le lavage de la peau. ^e Les chiffres entre crochets se réfèrent à la Bibliographie.					

9.1.4 Matériel et outils ou dispositifs de mesure sous pression

Comme pour tout gaz sous pression, une expansion de volume brutale produit une chute locale de la température et peut provoquer une congélation. Il convient de porter des gants isolés appropriés (par exemple en cuir et non en latex) et des lunettes de protection lors des travaux sur des conduites, des robinets ou des connexions à haute pression, au cours des opérations de remplissage.

Tout le matériel et les outils utilisés pendant le traitement du SF₆ sont susceptibles de contenir du SF₆ gazeux ou liquide à haute pression. Il convient de les manipuler avec soin.

9.1.5 Équipement de sécurité et de protection individuelle

L'utilisation d'équipement de sécurité et de protection individuelle n'est pas liée à la présence du matériel d'énergie électrique contenant du SF₆ lui-même. Pour travailler au voisinage de l'appareillage, des chaussures de sécurité standard, un casque et des lunettes de protection peuvent être exigés en fonction des réglementations locales.

En cas de rejet anormal de SF₆ dû à un feu externe ou à un arc interne, des règles de sécurité supplémentaires s'appliquent pour pénétrer dans un local d'appareillage, conformément à 9.2.

Selon le type de travail à exécuter sur le site et conformément au Tableau 10, les travailleurs impliqués dans le traitement du SF₆ sont équipés du matériel de sécurité et de protection individuelle suivant:

- Gants de protection: gants adaptés, résistants aux acides par exemple en néoprène, en PVC ou en caoutchouc.
- Lunettes de protection: lunettes industrielles de type chimique selon les réglementations locales (par exemple la norme européenne EN 166).
- Masque de protection respiratoire: à utiliser en même temps que les lunettes de protection, le masque de protection respiratoire aide à protéger la bouche et le nez contre la poussière et il convient de l'utiliser en cas d'exposition à des zones peu poussiéreuses seulement.
- Masque facial intégral: pour une inspection de courte durée et un travail pendant lequel une ventilation peut être assurée mais la concentration en sous-produits peut dépasser le niveau maximal approprié, un masque facial avec filtre à charbon actif remplaçable est utilisé conformément aux réglementations locales. Par exemple les normes européennes EN 140, EN 14387 et EN 143 spécifient respectivement des masques, filtres à gaz et filtres à particules.

NOTE Des filtres combinés de type A2/B2/E2/K2/P3 fabriqués selon ces normes sont disponibles et sont capables d'assurer une protection contre les sous-produits incluant des particules de dimension supérieure à 1 µm.

- Tenue de protection à usage unique: vêtements de protection antipoussière à porter par dessus des vêtements normaux, couvre-chaussures, protection capillaire. Tenue jetable à capuche de qualité industrielle sans poches, non perméable (par exemple, en polypropylène lié) comportant des serrages de chevilles et de poignets couvrant les chaussures et les gants.
- Masque de protection: lors de l'entrée dans des applications intérieures après fuite majeure ou arc interne, lorsque la concentration en O₂ ou la teneur en sous-produits est à des niveaux dangereux, un masque de protection conforme aux réglementations locales (par exemple, la norme européenne EN 136) est utilisé.
- Dispositif de mesure de la concentration en O₂ pour surveiller en permanence la teneur en O₂ dans l'environnement.
- Protection de l'environnement pour les emplacements de travail à l'extérieur: abris temporaires pour empêcher la pénétration de pluie et la dispersion par le vent de sous-produits solides (s'il y a lieu) lorsque le compartiment de gaz est ouvert.
- Aspirateur: aspirateur dédié à haut rendement équipé d'un filtre capable de piéger des particules de l'ordre de 1 µm et d'une buse non métallique à extrémité ouverte conforme aux réglementations locales (par exemple, une machine de type H selon le supplément n° 1 de la BS 5415-2-2, 1986).
- Ventilateur d'aspiration: matériel permettant de forcer la ventilation d'espaces fermés et d'autres zones inaccessibles. Ce matériel peut être portable ou installé de façon permanente, en fonction de la taille de l'installation.

9.1.6 Équipements et services

Lorsque des compartiments de gaz contenant du SF₆ usagé doivent être récupérés et ouverts, il est souhaitable de mettre à la disposition des travailleurs des équipements de lavage appropriés et une réserve d'eau pour préparer des solutions de nettoyage peut être exigée.

9.2 Mesures de sécurité supplémentaires dans le cas d'un rejet anormal de SF₆ dû à un feu extérieur ou à un défaut d'arc interne

Les recommandations générales de sécurité à adopter lors de travaux sur site avec du SF₆ sont données en 9.1. Le 9.2 décrit des mesures de sécurité supplémentaires dans le cas d'un rejet anormal de SF₆ dû à un feu extérieur ou à un défaut d'arc interne.

Dans ces circonstances, le personnel formé au module C1 ou C2 (voir l'IEC 62271-4:2013, Annexe C) est autorisé à pénétrer dans le local où se trouve l'appareillage et à le nettoyer, ou à accéder au matériel d'énergie électrique. Le Tableau 12 donne une vue d'ensemble des

risques potentiels, des mesures de sécurité ainsi que du matériel de sécurité et des outils exigés.

Il convient que les équipes de lutte contre l'incendie qui pénètrent dans le local où se trouve l'appareillage le fassent conformément aux réglementations locales.

Tableau 12 – Mesures de sécurité supplémentaires

Élément	Rejet anormal de SF ₆ fortement décomposé	Rejet anormal de SF ₆ très faiblement décomposé ou faiblement décomposé
Risque potentiel	Fumées ou substances de nettoyage Privation d'O ₂ Rejet anormal de SF ₆ Sous-produits gazeux réactifs résiduels Sous-produits solides	Fumées ou substances de nettoyage Privation d'O ₂ Rejet anormal de SF ₆
Mesures de sécurité	Élimination des sous-produits solides Ventilation Mesurage de la concentration en O ₂ à l'entrée Port d'équipement de protection individuelle	Ventilation Mesurage de la concentration en O ₂ à l'entrée
Matériel et outils de sécurité	Ventilateur d'aspiration ou aspirateur Dispositif de mesure de la concentration en O ₂ Vêtements de protection à usage unique, couvre-chaussures, protection capillaire Gants de sécurité à l'épreuve des acides Masque facial intégral (préférentiel) ou au moins masque de protection respiratoire et lunettes de protection	Ventilateur d'aspiration ou aspirateur Dispositif de mesure de la concentration en O ₂

Les mêmes règles s'appliquent aux zones situées au-dessous du niveau auquel le rejet s'est produit, zones mal ventilées ou non ventilées (par exemple, tranchées de câbles, puits d'inspection, systèmes de drainage). Le matériel d'extérieur nécessite d'appliquer des mesures standard pour conditions extérieures (par exemple, protection contre la pluie, protection contre le vent). Une ventilation naturelle est normalement suffisante pour empêcher le risque potentiel de privation d'O₂.

Il convient qu'une deuxième personne en contact visuel et sonore permanent soit présente, lors de la pénétration dans des zones pouvant présenter une concentration faible en oxygène.

9.3 Équipements et traitement de premiers soins

9.3.1 Généralités

L'équipement de premiers soins comporte:

- l'équipement industriel normal de premiers soins incluant un équipement de lavage des yeux contenant une solution saline;
- un moyen pour entrer en contact avec les services de secours;
- des recommandations de médecins.

Il convient que l'application des règles générales de sécurité (voir 9.1) réduise le plus possible la probabilité d'accident. En cas d'accident, il convient d'appliquer un traitement de premiers soins comme cela est décrit de 9.3.2 à 9.3.4.

9.3.2 Irritation de la peau

En cas d'irritation de la peau, tout le personnel doit être évacué de la zone. Les vêtements contaminés doivent être retirés et la partie affectée de la peau doit être lavée à l'eau courante fraîche.

NOTE Lors de la recherche d'un avis médical professionnel, la partie affectée peut être traitée avec un gel de gluconate de calcium (gel antidote du HF) à titre de remède après lavage de l'acide fluorhydrique sur la peau.

9.3.3 Irritation des yeux

En cas de signes d'irritation des yeux, le personnel doit évacuer la zone. Irriguer l'œil ou les yeux jusqu'à ce qu'un professionnel de la médecine conseille au patient d'arrêter.

9.3.4 Difficultés respiratoires

Il convient que l'ensemble du personnel évacue immédiatement la zone affectée et se dirige vers de l'air frais. Il convient d'enlever les vêtements contaminés portés par une personne ayant des difficultés respiratoires et de couvrir cette personne d'une couverture en la maintenant au calme et sous observation continue. Une assistance médicale d'urgence doit être recherchée sans retard. Si le patient arrête de respirer, du personnel formé et qualifié doit immédiatement commencer à pratiquer la respiration artificielle.

Des informations supplémentaires sur les procédures d'évaluation des effets potentiels sur la santé générés par des sous-produits de SF_6 et des mélanges contenant du SF_6 sont donnés à l'Annexe C.

10 Aspects liés à l'environnement

La plupart des sous-produits créés se recombinent pour former du SF_6 à l'intérieur du compartiment de gaz ou sont transférés dans les sous-produits solides, certains conservent leur forme de sous-produits gazeux toxiques mais sont piégés par des tamis moléculaires. En fin de vie, tous les sous-produits gazeux et le tamis moléculaire sont repris du compartiment à remplissage de gaz. Ils ne doivent pas être rejetés dans l'environnement.

Des défaillances majeures provoquant des rejets de gaz sont extrêmement rares comme le montrent les enregistrements de 50 années d'expérience. Les quantités libérées dans de tels cas extrêmes sont de nouveau très limitées en raison du fait que la conception standard des produits est compartimentée, limitant le défaut à l'emplacement d'où il provient.

Annexe A (informative)

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

A.1 Échantillonnage

A.1.1 Généralités

Il convient que l'échantillon prélevé soit représentatif de la composition du gaz contenu dans le conteneur. Il peut y avoir une différence dans la concentration des contaminants en phase liquide et en phase gazeuse. Il est très probable que l'humidité, l'O₂ et le N₂ soient présents en phase gazeuse alors que la présence d'huile est très probable en phase liquide. Il convient, pour le SF₆ pur, de prélever l'échantillon sur la phase liquide si l'échantillon sur la phase gazeuse ne satisfait pas aux spécifications. Il convient de n'avoir aucune phase liquide pour les mélanges contenant du SF₆. En l'absence de phase liquide dans le conteneur, l'échantillonnage de la phase gazeuse est une représentation parfaite de la composition du gaz.

Avant de prélever l'échantillon dans le conteneur, il convient de vidanger le volume de tous les tuyaux de raccordement du conteneur au matériel d'analyse avec une pompe à vide. Dans le cas d'un conteneur connecté à la vanne pour prise d'échantillons par l'intermédiaire d'une longue section de tuyau étroit, il convient de purger la section de tuyau avec du gaz provenant du conteneur. Ceci garantit que l'échantillon est représentatif du SF₆ contenu dans le conteneur.

Dans la mesure du possible, il convient que les composants en contact avec le SF₆ soient en acier inoxydable ou autres matériaux résistants aux produits chimiques pour réduire le plus possible les réactions et la contamination durant le processus d'échantillonnage. L'échantillon à analyser ne doit pas passer 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 garantir que l'échantillon n'est pas contaminé par des particules.

A.1.2 Connexion d'échantillonnage sur site

Une connexion directe est exigée pour toutes les méthodes d'analyse sur site. Il convient que le tuyau de raccordement soit un tube en acier inoxydable de type PTFE, et soit le plus court possible. Il convient que les extrémités du tuyau comportent des accessoires ou des robinets hermétiques pour rendre le tuyau étanche à la contamination de l'air ambiant lorsqu'il n'est pas utilisé.

A.1.3 Cylindre de prise d'échantillons pour analyse en laboratoire

Il convient que le volume du cylindre se situe 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)). Il convient que tous les matériaux du cylindre et de la vanne en contact avec l'échantillon soient en acier inoxydable ou en matériaux résistant aux produits chimiques, tels que le PTFE (polytétrafluoroéthylène). En théorie, il convient que le matériau d'échantillonnage soit traité en interne pour créer une surface inerte. Il est nécessaire de conditionner le cylindre et les raccordements pour leur utilisation à une haute pression jusqu'à une valeur de 5 MPa.

La procédure suivante est recommandée pour la préparation d'un cylindre de prise d'échantillons avant utilisation (Figure A.1):

- chauffer le cylindre et vidanger pendant 1 h au moins (vide primaire);
- fermer le robinet et laisser refroidir le cylindre à température ambiante avant utilisation.

A.1.4 Méthodes d'échantillonnage pour analyse en laboratoire

A.1.4.1 Méthode d'échantillonnage à un seul cylindre

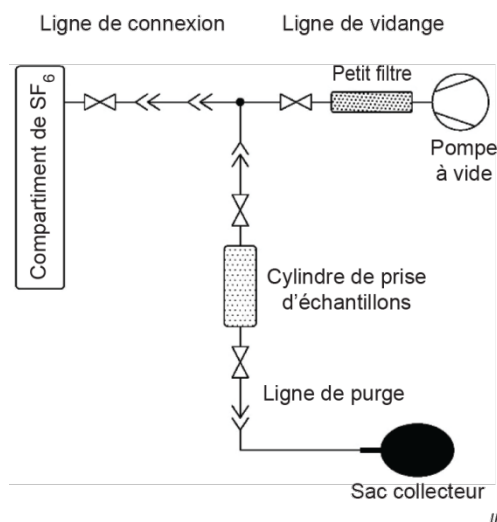


Figure A.1 – Montage pour la méthode d'échantillonnage à un seul cylindre

La Figure A.1 donne un exemple de montage utilisé pour la méthode d'échantillonnage à un seul cylindre. Connecter le montage à la vanne pour prise d'échantillons du conteneur comme pour une connexion directe. Remplir le cylindre une fois et attendre 1 min pour permettre le conditionnement de la paroi intérieure, purger, vidanger et remplir de nouveau. L'utilisation des accessoires hermétiques facilite toutes les opérations de traitement du gaz échantillon.

Il convient d'utiliser lors de la purge un sac collecteur ou un matériel similaire afin d'éviter tout rejet de SF₆ dans l'atmosphère. Quelques litres de SF₆ peuvent ensuite être passés par le cylindre pour conditionner ses parois internes. Après analyse, il convient de régénérer les échantillons de SF₆.

A.1.4.2 Méthode d'échantillonnage à deux cylindres

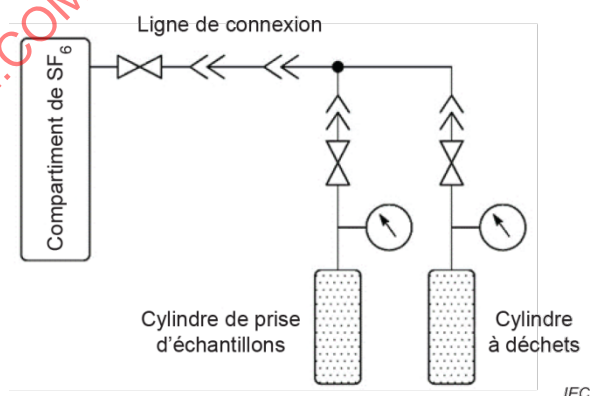


Figure A.2 – Montage pour la méthode d'échantillonnage à deux cylindres

La Figure A.2 donne un exemple de montage utilisé pour la méthode d'échantillonnage à deux cylindres. Deux (2) cylindres sont connectés en parallèle avec des tubes et un répartiteur à la vanne pour prise d'échantillons du conteneur comme pour une connexion directe. Chaque cylindre est équipé d'un manomètre en vue de confirmer que les cylindres sont sous vide avant l'échantillonnage. Ouvrir le robinet du cylindre à déchets pour purger les tubes et le répartiteur. La pression dans le cylindre à déchets augmente en fonction de la pression à l'intérieur du matériel échantillonné. Fermer le robinet du cylindre à déchets lorsque la pression est stabilisée. Ouvrir le robinet du cylindre de prise d'échantillons. La

pression dans le cylindre de prise d'échantillons augmente en fonction de la pression à l'intérieur du matériel échantillonné. Fermer le robinet lorsque la pression est stabilisée.

Aucun sac collecteur et de vidange ou matériel similaire n'est nécessaire sur site. Les cylindres doivent être préparés selon la procédure décrite en A.1.3. Les tubes, le manomètre et le robinet reliés aux cylindres doivent être convenablement conçus et assemblés avec soin afin de maintenir les cylindres sous vide pendant une longue période jusqu'à leur utilisation. Après analyse, il convient de régénérer les échantillons de SF₆ et les déchets.

A.2 Analyse sur site

A.2.1 Généralités

Des tubes qui détectent la vapeur d'eau, HF, SO₂ et l'huile minérale sont disponibles auprès de plusieurs fabricants. Il n'est plus recommandé d'utiliser ces tubes pour l'analyse du SF₆. D'autres systèmes de détection comme les capteurs de SO₂ ou les appareils multidétecteurs sont plus précis et adaptés pour être utilisés dans les systèmes contenant du SF₆.

A.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 mesurer le pourcentage de SF₆ pur dans l'air avec une précision d'environ ± 1 %; cependant, cette précision peut être affectée par la présence d'autres gaz (par exemple CF₄, sous-produit).

Dans tous les cas, il convient de suivre les instructions du fabricant.

A.2.3 Hygromètres

Les types suivants d'appareils sont disponibles:

Hygromètre à miroir refroidi

Un hygromètre à miroir refroidi détermine le point de rosée ou le point de givre en mesurant la température à laquelle la condensation sous la forme de rosée ou de givre se produit sur un miroir. La température d'équilibre à laquelle le miroir maintient une couche de condensation stable est appelée température du point de rosée supérieure à 0 °C et température du point de givre inférieure à 0 °C. La température du point de rosée ou de givre mesurée est ensuite convertie mathématiquement en pression de vapeur d'eau, puis en toute unité souhaitée telle que µl/l (ppmv)².

Hygromètre électronique

Un hygromètre électronique utilise un capteur dont les caractéristiques sont affectées par la pression partielle de vapeur d'eau dans un mélange de gaz, généralement par une modification de la capacité lors du passage du gaz à travers une couche semi-perméable. La capacité ou autre caractéristique variable est habituellement étalonnée par rapport au point de rosée.

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 mesurages de SF₆ contenant du HF peuvent endommager le matériel. Dans tous les cas, il convient de suivre les instructions du fabricant.

² ppmv = partie par million par volume

A.3 Analyse en laboratoire

A.3.1 Chromatographie en phase gazeuse

A.3.1.1 Généralités

La chromatographie est utilisée pour analyser le SF₆ et les mélanges contenant du SF₆ afin d'identifier et de quantifier la composition du gaz et de ses contaminants.

La chromatographie est une technique de séparation utilisée pour les substances chimiques (mélange liquide ou gazeux homogène) qui repose sur les différences de comportement entre une phase mobile courante (gaz, par exemple) et une phase stationnaire (colonne analytique).

Chaque composé chimique nécessite un temps différent pour traverser la colonne ce qui dépend de son interaction chimique avec cette colonne. Le résultat est un chromatogramme, qui est une série chronologique de pics correspondant aux composants présents dans l'échantillon. Pour la détection des crêtes, différents types de détecteurs sont disponibles. Le détecteur de conductivité thermique (TCD, *thermal conductivity detector*) est recommandé pour les différents besoins en matière de mesure et de stabilité. D'autres détecteurs sont disponibles et peuvent également être utilisés. Il s'agit par exemple des détecteurs à ionisation de décharge (DID, *discharge ionisation detector*) ou des détecteurs à capture d'électrons (ECD, *electron capture detector*) (voir Figure A.3).

A.3.1.2 Chromatographie en phase gazeuse avec des détecteurs à exactitude linéaire sur trois décades au moins

A.3.1.2.1 Généralités

Un exemple de détecteur à exactitude linéaire est un détecteur de conductivité thermique (TCD). L'air, le CF₄, le CO₂, le SF₆ et le SOF₂ sont aisément analysés. Cependant le mesurage quantitatif du SO₂F₂ et du SO₂ peut être difficile. L'analyse du HF n'est pas possible dans la mesure où il n'est pas détectable au moyen de cette technique chromatographique.

L'exactitude type pour la quantification du CF₄, du N₂ et de l'air est donnée dans l'IEC 60376 [3]. L'exactitude de la méthode recommandée décrite dans l'IEC 60376 [3] 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 préférable à l'injection manuelle à l'aide d'une seringue en verre. Il convient d'équiper le chromatographe d'un orifice d'entrée auquel la bouteille d'échantillonnage est fixée.
- Une meilleure séparation des contaminants 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 permet des mesurages quantitatifs appropriés 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 nécessite un préconditionnement approfondi par l'injection de mélanges de gaz adaptés contenant plusieurs centaines de ppmv de SO₂ et/ou de SOF₂ et/ou HF dans l'air (ou SF₆) suivie par une série de passages de mélanges étalons.

A.3.1.2.2 Montage représentatif de chromatographe

Des résultats fiables peuvent être obtenus si les paramètres suivants sont utilisés:

- Gaz vecteur:
hélium ou hydrogène (10 ml/min à 25 ml/min, une résolution légèrement meilleure peut être obtenue avec le H₂); il convient d'optimiser le débit pour le type de colonne utilisé;
- Colonne analytique:
tube en acier inoxydable revêtu avec des polymères poreux (ouverture de maille 80/100), 3 m à 4 m × 3 mm;
capillaire grand diamètre, 20 m à 30 m, 0,53 mm;
- Programme du four:
température initiale: 60 °C à 80 °C;
température finale: 120 °C à 180 °C;
vitesse de chauffage: 10 °C /min à 20 °C/min.

La Figure A.3 représente un chromatogramme des contaminants du SF₆ et des sous-produits de décomposition.

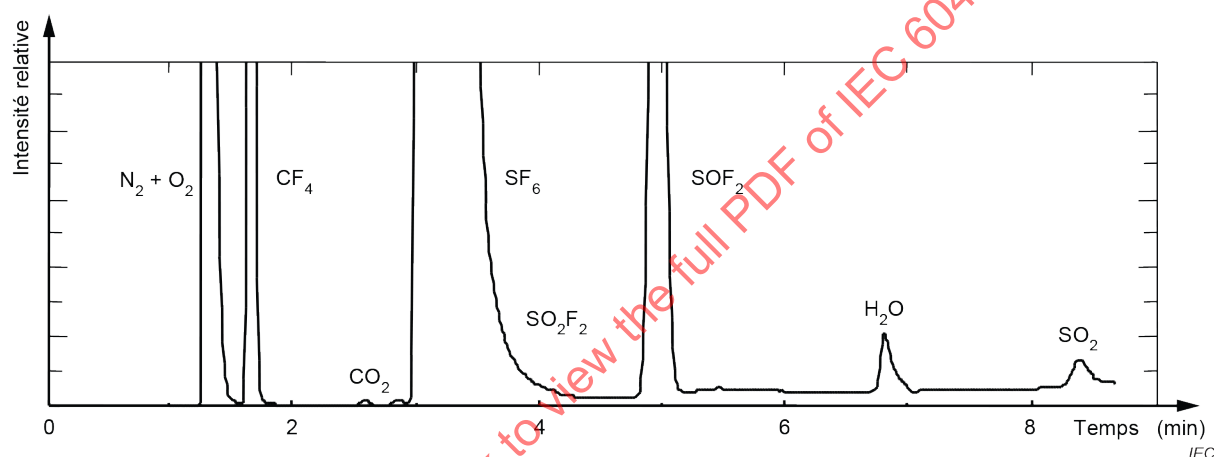


Figure A.3 – Exemple d'un chromatogramme de gaz en une seule impression présentant les différents sous-produits possibles après décomposition

A.3.1.3 Exemple de chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à spectromètre de masse (MS)

A.3.1.3.1 Généralités

Cette technique chromatographique permet de vérifier la qualité du SF₆ pur ou des mélanges contenant du SF₆ (N₂ ou CF₄). Elle permet également d'identifier et de quantifier les contaminants suivants: CF₄, SO₂, N₂, O₂, COS, SO₂F₂ et SOF₂.

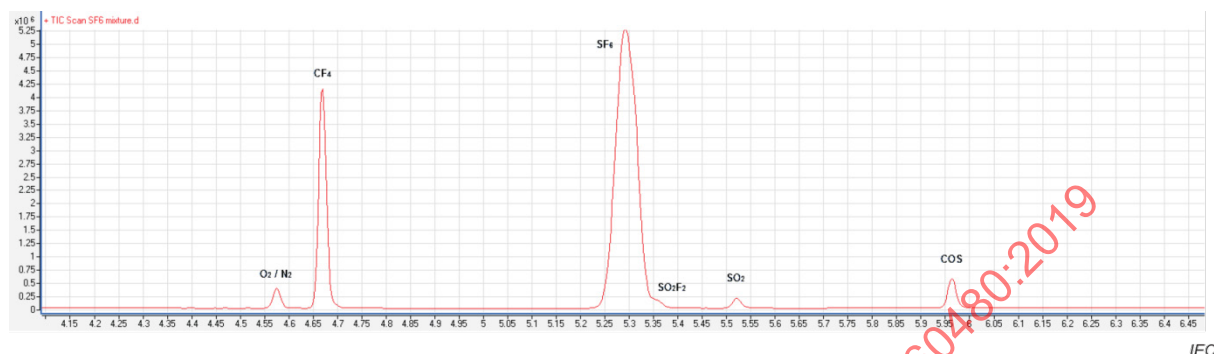
A.3.1.3.2 Montage représentatif de chromatographe

Des résultats fiables peuvent être obtenus si les paramètres suivants sont utilisés:

- Gaz vecteur: hélium (débit: 2,5 ml/min (40 cm/s)); il convient d'optimiser le débit pour le type de colonne utilisé;
- Colonne analytique: faible teneur en soufre, 60 m, 0,32 mm;
- Programme du four:
 - température initiale: 30 °C;
 - température finale: 105 °C;
 - vitesse de chauffage: 25 °C/min;
- Température de l'interface GC/MS: 250 °C;

- Détecteur:
 - température source: 230 °C;
 - température quadripolaire: 150 °C.

La Figure A.4 représente un chromatogramme type des contaminants du mélange SF₆/CF₄ et des sous-produits de décomposition.



SOURCE: HYDRO-QUÉBEC, reproduit avec l'autorisation des auteurs.

Figure A.4 – Chromatogramme de GCMS type du mélange SF₆/CF₄ décomposé

A.3.1.3.3 Exemple de détermination de l'huile par 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 conteneur, 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 était dans le conteneur 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 intérieur, 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).

A.3.1.4 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, présente 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. Des précisions supplémentaires sont fournies dans le catalogue EPA US [11].

A.3.2 Spectroscopie infrarouge

A.3.2.1 Principe

Un faisceau de lumière infrarouge dirigé à travers un échantillon de matériau vers un détecteur sensible à la lumière est atténué. Le rapport entre la lumière transmise et la lumière incidente en fonction de la longueur d'onde forme le spectre d'absorption infrarouge de l'échantillon de matériau.

Le spectre d'absorption infrarouge d'un échantillon de gaz présente des pics au niveau de la longueur d'onde d'absorption du gaz. La taille, la forme et l'emplacement des pics dans un spectre peuvent être utilisés pour identifier la présence et la quantité d'un échantillon de gaz.

La plupart des contaminants de SF₆ peuvent être identifiés par l'absorption infrarouge sauf l'oxygène et l'azote; les gaz diatomiques et les gaz monoatomiques (par exemple l'argon) ne présentent pas d'absorption infrarouge significative. La présence de certains contaminants peut être masquée par le spectre du SF₆. La région spectrale de fréquences inférieures à 580 cm⁻¹ est généralement dénuée d'interférence causée par le SF₆.

A.3.2.2 Spectromètre à infrarouge par transformée de Fourier (FTIR)

Les spectromètres FTIR fournissent une haute résolution avec une réponse rapide. Le spectre infrarouge entier est mesuré plusieurs fois et moyenné pour réduire l'effet de bruit. Il convient d'obtenir des spectres avec une résolution suffisante pour résoudre les bandes d'absorption pour identifier et quantifier les composants de l'échantillon.

A.3.2.3 Cellule d'absorption

L'échantillon de gaz est introduit dans une cellule récipient d'absorption à l'intérieur du spectromètre pour l'analyse. La cellule est de préférence en acier inoxydable pour réduire le plus possible la réaction avec les contaminants HF de l'échantillon. Il convient d'équiper la cellule de fenêtres KBr pour la transmission à infrarouge atteignant au moins 500 cm⁻¹. Il convient que le chemin optique de la cellule soit d'au moins 10 cm. Les chemins de plusieurs mètres sont obtenus par des miroirs orientables dans la cellule pour réduire le plus possible le volume total de la cellule. La trajectoire optimale dépend du rapport signal sur bruit du spectromètre aux fréquences d'absorption concernées, et de la limite de détection minimale exigée.

A.3.2.4 Analyse

La méthode d'analyse spectrale est basée sur la relation linéaire entre l'absorbance et sa concentration. Le domaine de linéarité dépend de l'appareil utilisé et de l'absorptivité.

A.3.2.5 Fréquences d'absorption des gaz

Le Tableau A.1 présente les fréquences principales des pics d'absorption pour le SF₆ et les contaminants de SF₆.

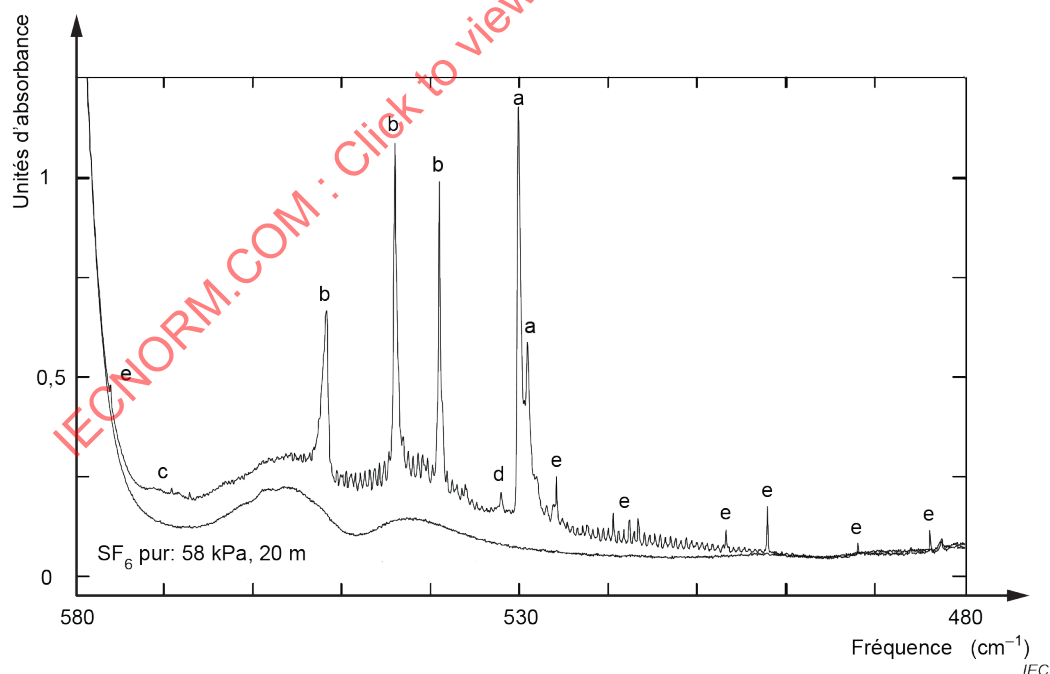
Tableau A.1 – Fréquences des pics d'absorption pour le SF₆ et ses contaminants

Gaz	Fréquences d'absorption cm ⁻¹	Pics d'absorptivité x 10 ⁻⁶ (kPa x ml/l x m) ⁻¹
SO ₂	491, 494, 497, 500, 503, 506	~ 1,1 chacun
SOF ₂	530, 808	12, 46
SO ₂ F ₂	539, 544, 552	21, 25, 15
SOF ₄	570, 752	4, 8
SF ₄	532, 730	9, 80
CF ₄	1 283, 2 186	550; 2,2
HF	3 644, 3 693	Tuyaux trop étroits pour une quantification
Huile minérale	2 930	Non disponible
SF ₆	610, 860, 950, 1 260, 1 560 (larges bandes)	Non donné

La présence de vapeur d'eau peut être observée mais est difficile à quantifier par le FTIR.

Les pics d'absorptivité du Tableau A.1 sont fournis en tant que guide pour sélectionner et/ou étalonner les conditions de pression et de trajectoire pour les spectres des échantillons. Il est à noter que la présence de SF₆ modifie l'aspect des spectres en élargissant et dans certains cas en décalant les pics. Il convient d'obtenir les spectres de référence des contaminants dans des conditions similaires aux conditions pour les échantillons.

La Figure A.5 représente un spectrogramme type de SF₆ et des contaminants enregistrés dans les conditions ci-dessus.

**Légende**

a: SOF₂ c: SOF₄ e: H₂O
b: SO₂F₂ d: SF₄

Figure A.5 – Spectre IR du SF₆ contaminé