

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

RECOMMANDATION DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

IEC RECOMMENDATION

Publication 296

Première édition — First edition

1969

Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs

Specification for new insulating oils for transformers and switchgear



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe

Genève, Suisse

IEC NORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60296:1969

Withdrawn

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

RECOMMANDATION DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

IEC RECOMMENDATION

Publication 296

Première édition — First edition

1969

Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs

Specification for new insulating oils for transformers and switchgear



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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

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

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe

Genève, Suisse

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4

SECTION UN — GÉNÉRALITÉS

Articles

1. Introduction	6
2. Domaine d'application	6
3. Identification	6
4. Caractéristiques	6
5. Prélèvement des échantillons	10

SECTION DEUX — MÉTHODES D'ESSAI

6. Aspect	10
7. Masse volumique	10
8. Viscosité cinématique	10
9. Point d'éclair (vase clos)	10
10. Point d'écoulement	10
11. Indice de neutralisation	12
12. Soufre corrosif	12
13. Rigidité électrique	12
14. Facteur de dissipation diélectrique	14
15. Stabilité à l'oxydation	14
16. Présence d'inhibiteur d'oxydation	14
ANNEXE : Tension interfaciale	19

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5

SECTION ONE — GENERAL

Clause

1. Introduction	7
2. Scope	7
3. Identification	7
4. Characteristics	7
5. Sampling	11

SECTION TWO — TEST METHODS

6. Appearance	11
7. Density	11
8. Kinematic viscosity	11
9. Flash point (closed cup)	11
10. Pour point	11
11. Neutralization value	13
12. Corrosive sulphur	13
13. Electric strength	13
14. Dielectric dissipation factor	15
15. Oxidation stability	15
16. Presence of oxidation inhibitor	15

APPENDIX: Interfacial tension	19
---	----

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**SPÉCIFICATION DES HUILES ISOLANTES NEUVES POUR
TRANSFORMATEURS ET INTERRUPTEURS**

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la C E I en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager cette unification internationale, la C E I exprime le vœu que tous les Comités nationaux ne possédant pas encore de règles nationales, lorsqu'ils préparent ces règles, prennent comme base fondamentale de ces règles les recommandations de la C E I dans la mesure où les conditions nationales le permettent.
- 4) On reconnaît qu'il est désirable que l'accord international sur ces questions soit suivi d'un effort pour harmoniser les règles nationales de normalisation avec ces recommandations dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Les Comités nationaux s'engagent à user de leur influence dans ce but.

PRÉFACE

La présente recommandation a été établie par le Sous-Comité 10A: Huiles isolantes à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes N° 10 de la CEI: Diélectriques liquides et gazeux.

Un projet fut discuté lors des réunions tenues à Rhode-Saint-Genèse en 1966 et à Londres en 1967; à la suite de cette dernière réunion un nouveau projet fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en avril 1967.

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

Afrique du Sud	Italie
Australie	Japon
Autriche	Norvège
Belgique	Pays-Bas
Canada	Royaume-Uni
Corée (République de)	Suède
Danemark	Suisse
Finlande	Turquie
France	Union des Républiques Socialistes Soviétiques
Israël	Yougoslavie

Les textes des normes ASTM citées dans la présente recommandation seront publiés ultérieurement.

Des études sont en cours concernant:

- la mesure de la stabilité à l'oxydation des huiles isolantes inhibées;
- la description d'une méthode d'échantillonnage et d'une méthode pour la détermination du soufre corrosif, plus spécialement adaptées aux huiles isolantes.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SPECIFICATION FOR NEW INSULATING OILS FOR
TRANSFORMERS AND SWITCHGEAR**

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the I E C on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote this international unification, the I E C expresses the wish that all National Committees having as yet no national rules, when preparing such rules, should use the I E C recommendations as the fundamental basis for these rules in so far as national conditions will permit.
- 4) The desirability is recognized of extending international agreement on these matters through an endeavour to harmonize national standardization rules with these recommendations in so far as national conditions will permit. The National Committees pledge their influence towards that end.

PREFACE

This Recommendation has been prepared by Sub-Committee 10A, Hydrocarbon Insulating Oils, of IEC Technical Committee No. 10, Liquid and Gaseous Dielectrics.

A draft was discussed during the meetings held in Rhodé-Saint-Genève in 1966 and in London in 1967; as a result of this later meeting a new draft was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in April 1967.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia	Korea (Republic of)
Austria	Netherlands
Belgium	Norway
Canada	South Africa
Denmark	Sweden
Finland	Switzerland
France	Turkey
Israël	Union of Soviet Socialist Republics
Italy	United Kingdom
Japan	Yugoslavia

The texts of the ASTM standards mentioned in this Recommendation will be issued later.

Drafts are being studied on:

- the measurement of oxidation stability for inhibited insulating oils;
- the description of a sampling method and of a method for the determination of corrosive sulphur, specifically adapted to insulating oils.

SPÉCIFICATION DES HUILES ISOLANTES NEUVES POUR TRANSFORMATEURS ET INTERRUPTEURS

SECTION UN — GÉNÉRALITÉS

1. Introduction

Plusieurs pays possèdent des spécifications pour les huiles isolantes de transformateurs et interrupteurs. L'examen comparatif des valeurs spécifiées permet de proposer pour ces huiles une recommandation internationale.

2. Domaine d'application

La recommandation ci-après s'applique aux huiles minérales utilisées pour le remplissage des transformateurs et des interrupteurs.

Pour les besoins de la présente recommandation, on distingue deux types d'huiles:

- les huiles non inhibées ne contenant pas d'additifs anti-oxydants;
- les huiles inhibées contenant des additifs anti-oxydants.

Cette recommandation ne s'applique pas aux diélectriques liquides de synthèse.

Jusqu'à nouvel avis, la clause relative à la stabilité à l'oxydation s'applique uniquement aux huiles non inhibées.

3. Identification

Les emballages et les échantillons doivent porter les indications suivantes:

- a) appellation commerciale;
- b) « non inhibée » ou « inhibée »; si l'huile contient un additif, la nature de ce dernier sera indiquée;
- c) catégorie de l'huile: mention « classe I » ou « classe II ».

Les classes I et II sont définies par les caractéristiques suivantes:

- Viscosité cSt à 20 °C et à -15 °C ou -30 °C.
- Point d'éclair (vase clos).
- Point d'écoulement.

Note. — Pour certaines applications et, notamment, pour des conditions climatiques particulières, des huiles de caractéristiques différentes peuvent être utilisées. Elles peuvent ne pas répondre à certains points de la présente recommandation.

4. Caractéristiques

4.1 Aspect

L'huile sera limpide et exempte de matières en suspension ou de dépôt.

4.2 Masse volumique

La masse volumique ne sera pas supérieure à 0,895 g/cm³ à 20 °C.

SPECIFICATION FOR NEW INSULATING OILS FOR TRANSFORMERS AND SWITCHGEAR

SECTION ONE — GENERAL

1. Introduction

Many countries have specifications for insulating oils for transformers and switchgear. A comparison of specified characteristics enables an international Recommendation for these oils to be put forward.

2. Scope

The following Recommendation applies to mineral oil used in transformers and switchgear.

For the purpose of this Recommendation, oils are classified into two types:

- uninhibited oils free from anti-oxidant additives;
- inhibited oils containing anti-oxidant additives.

This Recommendation does not apply to synthetic dielectric liquids.

Until further notice, the clause on oxidation stability applies only to uninhibited oils.

3. Identification

Packages and samples should bear the following information:

- a) supplier's designation;
- b) "uninhibited" or "inhibited"; if the oil contains an additive, its general nature shall be indicated;
- c) Grade of oil: state whether "Class I" or "Class II".

Classes I and II are defined by the following characteristics:

- Viscosity cSt at 20 °C and at -15 °C or -30 °C.
- Flash point (closed cup).
- Pour point.

Note. — In some applications and particularly for special climatic conditions, oils with other characteristics may be used. Such oils may not comply with some of the clauses in this Recommendation.

4. Characteristics

4.1 Appearance

The oil shall be limpid and free from suspended matter or sediment.

4.2 Density

Shall not be greater than 0.895 g/cm³ at 20 °C.

4.3 Viscosité cinématique

Suivant la catégorie de l'huile, la viscosité cinématique ne dépassera pas les valeurs suivantes:

	Classe I	Classe II
cSt à 20 °C	40	25
— 15 °C	800	—
— 30 °C	—	1 800

4.4 Point d'éclair (vase clos)

Le point d'éclair minimal sera de:

- 140 °C pour une huile de la classe I;
- 130 °C pour une huile de la classe II.

4.5 Point d'écoulement

Le point d'écoulement maximal sera de:

- 30 °C pour une huile de la classe I;
- 45 °C pour une huile de la classe II.

4.6 Indice de neutralisation

L'indice de neutralisation ne sera pas supérieur à 0,03 mg KOH/g.

4.7 Soufre corrosif

L'indice de couleur de la plaque de cuivre ne dépassera pas 2.

4.8 Rigidité électrique

La tension de perforation sera au moins de 30 kV pour l'huile neuve non traitée.

Si cette valeur n'est pas atteinte, l'huile sera traitée.

Après traitement, la tension de perforation sera au moins de 50 kV.

4.9 Facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$) *

Le facteur de dissipation diélectrique mesuré à 90 °C sur un échantillon séché et filtré, sous un gradient de potentiel compris entre 500 V/mm et 1 000 V/mm, à une fréquence comprise entre 40 Hz et 62 Hz, sera au maximum de 0,005.

4.10 Stabilité à l'oxydation

4.10.1 Huile non inhibée

Les caractéristiques de l'huile ayant subi l'essai de stabilité à l'oxydation devront être les suivantes:

- Indice de neutralisation maximal: 0,40 mg KOH/g.
- Dépôt total maximal: 0,10 % masse.

* Dans certains pays, le terme « tangente de l'angle de pertes » est souvent utilisé au lieu de « facteur de dissipation diélectrique ».

4.3 *Kinematic viscosity*

Depending on the class of the oil, the kinematic viscosity shall not exceed the following limits :

	Class I	Class II
cSt at 20 °C	40	25
— 15 °C	800	—
— 30 °C	—	1 800

4.4 *Flash point (closed cup)*

Minimum flash point shall be:

- a) 140 °C for Class I oil;
- b) 130 °C for Class II oil.

4.5 *Pour point*

Maximum pour point shall be:

- a) —30 °C for Class I oil;
- b) —45 °C for Class II oil.

4.6 *Neutralization value*

Shall not be more than 0.03 mg KOH/g.

4.7 *Corrosive sulphur*

The classification of the copper strip must not be above 2.

4.8 *Electric strength*

On new untreated oil, the breakdown voltage shall be at least 30 kV.

If this value is not attained, the oil shall be treated.

After treatment, the breakdown voltage shall be at least 50 kV.

4.9 *Dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) **

Measured at 90 °C on a dried and filtered sample, at a stress between 500 V/mm and 1 000 V/mm and a frequency between 40 Hz and 62 Hz, the loss tangent shall be 0.005 max.

4.10 *Oxidation stability*

4.10.1 *Uninhibited oil*

After oxidation the oil shall have:

- Neutralization value: 0.40 mg KOH/g maximum.
- Total sludge: 0.10% weight maximum.

* In some countries, the term loss tangent is often used instead of dielectric dissipation factor.

4.10.2 Huile inhibée

Une méthode d'essai est à l'étude.

4.11 Présence d'inhibiteur d'oxydation

Les huiles isolantes non inhibées ne doivent pas contenir d'additifs anti-oxydants. Dans le cas des huiles isolantes inhibées, la présence de l'additif utilisé peut être confirmée, voir article 16.

5. Prélèvement des échantillons

L'huile doit être prélevée aux endroits où elle est censée être la plus polluée, par exemple au point le plus bas du récipient qui la contient. Toutefois, les impuretés surnageantes et en suspension dans l'huile ne doivent pas être écartées.

L'échantillonnage doit se faire provisoirement suivant la méthode ASTM D 923-65.

Une méthode plus spécialement adaptée aux huiles isolantes neuves sera rédigée ultérieurement.

SECTION DEUX — MÉTHODES D'ESSAI

Remarque générale

Pour la détermination des caractéristiques physiques (masse volumique et viscosité), toutes les méthodes classiques pourront être utilisées.

En cas de contestation, on utilisera la méthode ASTM spécifiée.

Pour la détermination des autres caractéristiques, on utilisera les méthodes CEI et ASTM indiquées dans la présente recommandation.

6. Aspect

Un échantillon représentatif de l'huile sera examiné sous une épaisseur de 10 cm, à température ambiante.

7. Masse volumique

Celle-ci sera mesurée à 20 °C (ou ramenée à 20 °C) (correction : $0,000\ 65\ \text{g} \times \text{cm}^{-3} \times \text{deg C}^{-1}$).

Toutes les méthodes classiques peuvent être utilisées.

Méthode spécifiée en cas de contestation : ASTM D 941-55

8. Viscosité cinématique

Toutes les méthodes classiques peuvent être utilisées.

Méthode spécifiée en cas de contestation : ASTM D 445-65.

9. Point d'éclair (vase clos)

Méthode spécifiée : ASTM D 93-66.

10. Point d'écoulement

Méthode spécifiée : ASTM D 97-66.

4.10.2 *Inhibited oil*

A test method is under consideration.

4.11 *Presence of oxidation inhibitor*

Uninhibited oils must not contain anti-oxidant additives. In the case of inhibited insulating oils, the presence of the additive used can be confirmed, see Clause 16.

5. **Sampling**

The oil should be sampled where it is presumed to be most contaminated, e.g. at the lowest point of the vessel in which it is contained; however, contaminants at the surface and in the body of the oil must not be overlooked.

Sampling shall, for the time being, be according to ASTM D 923-65.

A method more specifically adapted to new insulating oils will be drafted later.

SECTION TWO — TEST METHODS

General note

For the determination of physical characteristics (density and viscosity), any recognized method may be used.

In case of dispute, the specified ASTM method shall be used.

For the determination of other characteristics, the indicated IEC and ASTM methods, as mentioned in the present Recommendation, shall be used.

6. **Appearance**

A representative sample of the oil shall be examined in a 10 cm thick layer, at ambient temperature.

7. **Density**

This shall be measured at 20 °C (or converted to 20 °C) (correction: $0.000\ 65\ \text{g} \times \text{cm}^{-3} \times \text{deg C}^{-1}$).

Any recognized method may be used.

Specified method in case of dispute: ASTM D 941-55.

8. **Kinematic viscosity**

Any recognized method may be used.

Specified method in case of dispute: ASTM D 445-65.

9. **Flash point (closed cup)**

Specified method: ASTM D 93-66.

10. **Pour point**

Specified method: ASTM D 97-66.

11. Indice de neutralisation

11.1 Réactifs

- a) indicateur: solution de 2 g de bleu alcalin 6 B dans 100 ml d'éthanol;
- b) solution aqueuse HCl 0,1 N;
- c) solution alcoolique KOH 0,1 N;
- d) toluène pur exempt de soufre;
- e) éthanol azéotropique (température d'ébullition: 78,2 °C/760 mm; teneur en eau: environ 5%).

11.2 Mode opératoire

A 100 ml d'un mélange de 3 volumes de toluène et de 2 volumes d'éthanol, ajouter 1 à 3 ml de l'indicateur puis une goutte de la solution HCl 0,1 N pour le sensibiliser. Neutraliser la solution précédente avec la solution alcoolique KOH 0,1 N jusqu'à l'obtention d'une coloration rouge comparable à celle d'une solution à 10% de nitrate de cobalt $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (cette coloration doit persister pendant 15 s).

Ajouter cette solution à une prise de $20 \pm 0,1$ g de l'huile à essayer.

Titrer avec la solution de KOH 0,1 N à une température qui ne dépassera pas 25 °C.

L'indice de neutralisation (*IN*) est calculé d'après la formule:

$$IN = \frac{n \cdot N \cdot 56,1}{P}$$

où:

n = nombre de millilitres de KOH utilisés lors de la titration

N = normalité de la solution alcoolique de KOH

P = masse de l'huile, en grammes

12. Soufre corrosif

Méthode spécifiée: ASTM D 130-65.

L'essai doit être effectué pendant une durée de 3 h à la température de 100 °C.

13. Rigidité électrique

Méthode spécifiée, voir Publication 156 de la CEI: Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes.

13.1 Traitement de l'huile (voir paragraphe 4.8)

But: Pour éliminer les particules solides et l'eau présentes dans l'huile, celle-ci est traitée comme suit avant l'essai.

Mode opératoire: L'huile est portée à une température voisine de 90 °C puis filtrée à chaud, sous vide (environ 20 torrs *). L'élément filtrant doit être constitué d'une plaque en verre fritté de porosité 4.

Le filtrat est refroidi dans un dessiccateur et directement utilisé pour les mesures de la rigidité électrique et du facteur de dissipation diélectrique.

Note. — La filtration peut également être effectuée à température ambiante sous un vide plus poussé (5 torrs *).

* 1 torr = 1 mm Hg = 133,322 N/m².

11. Neutralization value

11.1 Reagents

- a) indicator: solution of 2 g alkali blue 6 B in 100 ml ethanol;
- b) 0.1 N aqueous HCl;
- c) 0.1 N alcoholic KOH;
- d) toluene, pure, sulphur free;
- e) azeotropic ethanol (boiling point: 78.2 °C/760 mm; about 5% water).

11.2 Method

To 100 ml of a mixture of 3:2 toluene:ethanol, add 1 - 3 ml of indicator solution followed by one drop of 0.1 N HCl solution to sensitize the indicator. Neutralize the above solution with 0.1 N KOH to a red colour comparable with that of a solution of 10% cobalt nitrate $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (the coloration should persist for 15 s).

Add this solution to a 20 ± 0.1 g sample of the oil to be tested.

Titrate with 0.1 N KOH solution at a temperature not above 25 °C.

The neutralization value (NV) is calculated from the expression:

$$NV = \frac{n \cdot N \cdot 56.1}{P}$$

where:

n = number of millilitres KOH used in the titration

N = normality of the alcoholic KOH solution

P = weight of oil, in grams

12. Corrosive sulphur

Specified method: ASTM D 130-65.

Test duration shall be 3 h, at 100 °C.

13. Electric strength

Specified method: see IEC Publication 156, Method for the Determination of the Electric Strength of Insulating Oils.

13.1 Treatment of the oil (see Sub-clause 4.8)

Purpose: To eliminate solid particles and water present in the oil, this is treated as follows before test.

Method: The oil is brought to approximately 90 °C, then filtered hot under vacuum (ca. 20 torrs *). The filter should be of sintered glass, porosity 4.

The filtrate is cooled in a desiccator and used immediately to measure electric strength and dielectric dissipation factor.

Note. — Filtration can be done equally well at ambient temperature but under higher vacuum (5 torrs *).

* 1 torr = 1 mm Hg = 133.322 N/m².

14. **Facteur de dissipation diélectrique**

Méthode spécifiée, voir Publication 250 de la CEI: Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises).

Traitement de l'huile: voir article 13.

15. **Stabilité à l'oxydation**

15.1 *Huile non inhibée*

Méthode spécifiée, voir Publication 74 de la CEI: Méthode pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles isolantes.

15.2 *Huile inhibée*

Méthode spécifiée: à l'étude.

16. **Présence d'inhibiteur d'oxydation**

Toute technique analytique ayant fait ses preuves peut être utilisée, soit pour vérifier l'absence d'inhibiteur, soit pour en confirmer la présence et la nature.

La méthode doit être spécifique pour le type d'inhibiteur considéré et présenter une sensibilité suffisante.

Ces déterminations ont pour objet:

- 1) de vérifier que l'huile minérale, présumée non inhibée, ne contient pas d'additifs anti-oxydants;
- 2) de confirmer, dans le cas des huiles inhibées, la présence et la nature de l'additif anti-oxydant.

Les méthodes colorimétriques ci-après sont applicables à la plupart des inhibiteurs phénoliques et aminés.

16.1 *Mode opératoire*

16.2 *Réactifs* (tous les réactifs seront des produits pour analyse)

- Acide acétique glacial.
- Solution aqueuse à environ 50 % d'ammoniaque (minimum 25 %).
- Ethanol 95 % pur.
- Solution alcoolique à 5 % d'acide phosphomolybdique.

16.3 *Exécution de l'essai*

16.3.1 *Recherche d'inhibiteur du type phénol*

Verser 2 ml d'éthanol dans un tube à essai.

Ajouter 2 ml de l'huile à essayer et bien agiter le mélange (30 s).

Ajouter 1 ml de la solution alcoolique d'acide phosphomolybdique et agiter (30 s).

Ajouter 1 ml d'ammoniaque, agiter et laisser décanter jusqu'à séparation des deux phases.

On observe une coloration bleue ou bleu violacé lorsque l'huile contient un inhibiteur du type phénol.

14. **Dielectric dissipation factor**

Specified method: IEC Publication 250, Recommended Methods for the Determination of the Permittivity and Dielectric Dissipation Factor of Electrical Materials at Power and Radio Frequencies including Metre Wavelengths.

Treatment of oil: see Clause 13.

15. **Oxidation stability**

15.1 *Uninhibited oil*

Specified method: IEC Publication 74, Method for Assessing the Oxidation Stability of Insulating Oils.

15.2 *Inhibited oil*

Specified method: under consideration.

16. **Presence of oxidation inhibitor**

Any approved analytical technique may be used either to establish the absence of inhibitor or to confirm its presence and nature.

The method must be specific for the type of inhibitor used and have sufficient sensitivity.

The objects of these determinations are:

- 1) to check that the mineral oil, presumed uninhibited, does not contain anti-oxidation additives;
- 2) to confirm the presence and nature of the anti-oxidant additive in inhibited oils.

The following colorimetric procedures have been found to apply to most types of phenol and amine inhibitors.

16.1 *Procedure*

16.2 *Reagents* (all reagents to be of analytical quality)

- Glacial acetic acid.
- Ammonia, aqueous solution, about 50% (minimum 25%).
- Ethanol, 95% pure.
- Alcoholic solution 5% phosphomolybdic acid.

16.3 *Test method*

16.3.1 *To detect phenol type inhibitor*

Pour 2 ml ethanol into test tube.

Add 2 ml of test oil and shake the mixture well (30 s).

Add 1 ml of alcoholic phosphomolybdic acid solution and shake (30 s).

Add 1 ml ammonia, shake and allow to settle until phases separate.

If phenol inhibitor is present there will be a blue or blue-purple coloration.

16.3.2 Recherche d'inhibiteur du type amine

Verser 2 ml d'acide acétique glacial dans un tube à essai.

Ajouter 2 ml de l'huile à essayer et bien agiter le mélange (30 s).

Ajouter 1 ml de la solution alcoolique d'acide phosphomolybdique, agiter et laisser décanter.

On observe une coloration intense bleue ou bleu-vert lorsque l'huile contient un inhibiteur du type amine.

16.4 Essai à blanc

Il est vivement recommandé d'effectuer un essai à blanc avec une huile reconnue minérale pure, en respectant le mode opératoire décrit ci-dessus.

Dans le cas de l'essai pour la recherche d'inhibiteur du type phénol, on observe une coloration à peine bleutée.

Dans le cas de l'essai pour la recherche d'inhibiteur du type amine, on observe une coloration vert pâle.

Withdrawing
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60296-1963

16.3.2 *To detect amine type inhibitor*

Pour 2 ml glacial acetic acid into test tube.

Add 2 ml of test oil and shake the mixture well (30 s).

Add 1 ml of alcoholic phosphomolybdic acid solution, shake and allow to settle.

If amine inhibitor is present, there will be an intense blue or blue-green coloration.

16.4 *Blank test*

It is strongly recommended that a blank test be done using the above procedures with a known pure mineral oil.

The test to detect phenol type inhibitor will produce a slight blue tinge.

The test to detect amine type inhibitor will produce a pale green coloration.

Withdrawing
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60296:1969