

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 474

Première édition — First edition

1974

**Méthode d'essai pour la stabilité à l'oxydation
des huiles minérales isolantes inhibées**

Test method for oxidation stability of inhibited mineral insulating oils



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe

Genève, Suisse

Révision de la présente publication

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

Les renseignements relatifs à ce travail de révision, à l'établissement des éditions révisées et aux mises à jour peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et en consultant les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
Publié trimestriellement
- **Rapport d'activité de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement

Terminologie utilisée dans la présente publication

Seuls sont définis ici les termes spéciaux se rapportant à la présente publication.

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la Publication 50 de la CEI: Vocabulaire Electrotechnique International (V.E.I.), qui est établie sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini, l'index général étant publié séparément. Des détails complets sur le V.E.I. peuvent être obtenus sur demande.

Symboles graphiques et littéraux

Seuls les symboles graphiques et littéraux spéciaux sont inclus dans la présente publication.

Le recueil complet des symboles graphiques approuvés par la CEI fait l'objet de la Publication 117 de la CEI.

Les symboles littéraux et autres signes approuvés par la CEI font l'objet de la Publication 27 de la CEI.

Autres publications de la CEI établies par le même Comité d'Etudes

L'attention du lecteur est attirée sur la page 3 de la couverture, qui énumère les autres publications de la CEI préparées par le Comité d'Etudes qui a établi la présente publication.

Revision of this publication

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

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

- **IEC Bulletin**
Published quarterly
- **Report on IEC Activities**
Published yearly
- **Catalogue of IEC Publications**
Published yearly

Terminology used in this publication

Only special terms required for the purpose of this publication are defined herein.

For general terminology, readers are referred to IEC Publication 50: International Electrotechnical Vocabulary (I.E.V.), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field, the General Index being published as a separate booklet. Full details of the I.E.V. will be supplied on request.

Graphical and letter symbols

Only special graphical and letter symbols are included in this publication.

The complete series of graphical symbols approved by the IEC is given in IEC Publication 117.

Letter symbols and other signs approved by the IEC are contained in IEC Publication 27.

Other IEC publications prepared by the same Technical Committee

The attention of readers is drawn to the inside of the back cover, which lists other IEC publications issued by the Technical Committee which has prepared the present publication.

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 474

Première édition — First edition

1974

**Méthode d'essai pour la stabilité à l'oxydation
des huiles minérales isolantes inhibées**

Test method for oxidation stability of inhibited mineral insulating oils



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
Articles	
1. Domaine d'application	6
2. Résumé de la méthode	6
3. Appareillage	6
4. Réactifs	10
5. Préparation de la verrerie	10
6. Catalyseur	10
7. Conditionnement de l'échantillon d'huile	12
8. Mode opératoire	12
9. Nombre d'essais	14
10. Rapport	14
11. Précision	16
12. Valeur limite	16
ANNEXE A — Spécification pour le thermomètre	18
FIGURES	19

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60474:1974

WIKI2MAN

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
1. Scope	7
2. Summary of the method	7
3. Equipment	7
4. Reagents	11
5. Preparation of glassware	11
6. Catalyst	11
7. Oil sample conditioning	13
8. Procedure	13
9. Number of tests	15
10. Report	15
11. Precision	17
12. Limit	17
APPENDIX A — Thermometer specification	18
FIGURES	19

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60474:1974



COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**MÉTHODE D'ESSAI POUR LA STABILITÉ À L'OXYDATION
DES HUILES MINÉRALES ISOLANTES INHIBÉES**

PRÉAMBULE

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

PRÉFACE

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

Un premier projet fut discuté au cours de la réunion tenue à Bruxelles en 1971. Le projet suivant fut discuté à Ljubljana en 1972. A la suite de cette dernière réunion, un nouveau projet, document 10A(Bureau Central)21, fut soumis aux Comités nationaux pour approbation suivant la Règle des Six Mois en mai 1973.

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

Afrique du Sud (République d')	Italie
Allemagne	Japon
Australie	Norvège
Autriche	Pologne
Belgique	Portugal
Canada	Roumanie
Danemark	Royaume-Uni
Egypte	Suède
Espagne	Tchécoslovaquie
France	Turquie
Hongrie	Union des Républiques Socialistes Soviétiques
Israël	Yougoslavie

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**TEST METHOD FOR OXIDATION STABILITY
OF INHIBITED MINERAL INSULATING OILS**

FOREWORD

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

PREFACE

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

A first draft was discussed during the meeting held in Brussels in 1971. The next draft was discussed in Ljubljana in 1972. As a result of this latter meeting, a new draft, document 10A(Central Office)21, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in May 1973.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia	Norway
Austria	Poland
Belgium	Portugal
Canada	Romania
Czechoslovakia	South Africa
Denmark	(Republic of)
Egypt	Spain
France	Sweden
Germany	Turkey
Hungary	United Kingdom
Israel	Union of Soviet
Italy	Socialist Republics
Japan	Yugoslavia

MÉTHODE D'ESSAI POUR LA STABILITÉ À L'OXYDATION DES HUILES MINÉRALES ISOLANTES INHIBÉES

1. Domaine d'application

Dans la présente publication, on décrit un essai permettant d'apprécier la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes inhibées neuves; il est basé sur la mesure de la période d'induction.

Cette méthode peut également être utilisée pour obtenir des informations sur la tendance de l'huile à former des acides et des dépôts, avant ou après la période d'induction.

La méthode est destinée à vérifier la continuité des fournitures d'huile. Les résultats ne traduisent pas nécessairement les performances en service.

2. Résumé de la méthode

L'échantillon d'huile maintenu à 120 °C en présence d'un fil de cuivre, agissant comme catalyseur, est traversé par un courant d'oxygène, à débit constant.

Les produits d'oxydation volatils sont absorbés dans une solution alcaline contenant de la phénolphthaléine.

On mesure le temps nécessaire pour que se développe une acidité volatile correspondant à un indice de neutralisation — IN (AV) — de 0,28 mg KOH/g huile; la fin de l'essai est indiquée par la décoloration de la solution absorbante.

3. Appareillage

3.1 Dispositifs de chauffage

On utilise un bloc chauffant en alliage d'aluminium ou un bain d'huile, à contrôle thermostatique, pour maintenir l'échantillon d'huile dans le nombre requis de tubes à essai à $120 \pm 0,5$ °C (comme exemples, voir figures 1 et 3, pages 19 et 20). Cette température est lue sur un thermomètre * plongé dans un tube d'oxydation jusqu'à 5 mm du fond; ce tube d'oxydation est rempli d'huile jusqu'à la ligne d'immersion du thermomètre et ensuite placé dans le dispositif de chauffage.

La température de la paroi supérieure du dispositif chauffant doit être maintenue à 60 ± 5 °C. Cette température est contrôlée à l'aide d'un thermomètre placé dans la cavité d'un bloc en aluminium (voir figure 2, page 20). Les faces de ce bloc, autres que celles en contact avec la surface supérieure du dispositif de chauffage, sont protégées par une isolation convenable (par exemple plaques d'amiante) de 4 mm d'épaisseur. Ce bloc sera placé au voisinage des trous et à l'intérieur de l'aire définie par ceux-ci dans la paroi supérieure du dispositif de chauffage.

Si on utilise un *bloc chauffant en aluminium*, les tubes d'oxydation sont insérés dans les alésages sous une profondeur totale de 150 mm. La profondeur des alésages dans la partie chauffante du bloc est au moins de 125 mm et de petits colliers métalliques, traversant le couvercle isolant, entourent chaque tube d'oxydation et assurent le chauffage du tube sur une hauteur de 150 mm.

Dans le cas de l'utilisation d'un *bain d'huile*, les tubes d'oxydation doivent être immergés dans l'huile sous une profondeur de 137 mm et la hauteur totale dans le bain doit être de 150 mm (voir figure 3).

* Voir annexe A.

TEST METHOD FOR OXIDATION STABILITY OF INHIBITED MINERAL INSULATING OILS

1. Scope

This publication describes a test for the oxidation stability of unused inhibited mineral insulating oils by measurement of the induction period.

This method may also be used to obtain information on the acid- and sludge-forming tendency before or after the induction period.

The method is only intended for testing the continuity of oil supplies. The results do not necessarily provide information of the performance in service.

2. Summary of the method

The oil sample is maintained at 120 °C in the presence of a solid copper catalyst coil whilst bubbling through a constant flow of oxygen.

Volatile oxidation products are absorbed in aqueous alkali containing phenolphthalein.

The time required for an oil to develop a volatile acidity corresponding to a neutralization value NV (VA) of 0.28 mg KOH/g oil is measured; completion of the test is indicated by the discolouration of the absorbing solution.

3. Equipment

3.1 Heating arrangement

A thermostatically controlled aluminium alloy block heater or oil bath may be used to maintain the oil in the desired number of oxidation tubes at the required temperature of 120 ± 0.5 °C (as examples see Figures 1 and 3, pages 19 and 20). This temperature shall be read on a thermometer* inserted in an oxidation tube to within 5 mm from the bottom; this oxidation tube shall be filled with oil up to the immersion line of the thermometer and placed in the heating bath.

The temperature of the upper surface shall be maintained at 60 ± 5 °C. Measure this temperature by the use of a thermometer in a drilled aluminium block (see Figure 2, page 20). The surfaces of this block, other than that against the upper surface of the heating device, are protected by suitable insulation (e.g. asbestos sheets) of 4 mm thickness. This block should be placed as near to the holes as practicable and within the area of the upper surface covering the heating device.

When using an *aluminium heating block*, the oxidation tubes are inserted into the holes to an overall depth of 150 mm. The depth of the holes in the heating part of the block shall be at least 125 mm and short metal collars, passing through the insulating cover and surrounding each oxidation tube, will ensure heating over the 150 mm length of the tube.

In the case of *oil baths*, the oxidation tubes shall be immersed to a depth of 137 mm in the oil and to an overall depth of 150 mm in the bath (see Figure 3).

* See Appendix A.

Pour les deux types de dispositifs de chauffage, la hauteur du tube au-dessus de la paroi supérieure doit être de 60 mm et le diamètre des trous doit être juste suffisant pour permettre l'introduction du tube d'oxydation. S'il y a du jeu, on utilise des anneaux souples d'un diamètre intérieur de 25 mm que l'on place autour des tubes et que l'on presse contre le couvercle isolé du dispositif de chauffage. Les dispositifs de chauffage sont équipés de supports pour maintenir les tubes d'absorption.

L'essai doit être effectué à l'abri direct de la lumière solaire.

3.2 Récipients d'essai

Il s'agit de tubes à essai en verre au borosilicate ou neutre munis d'un rodage B 24. Les dimensions sont les suivantes :

	(millimètres)
— longueur totale	210 ± 2
— diamètre extérieur	26 ± 0,5
— épaisseur de paroi	1,4 ± 0,2
— hauteur de la tête	28 ± 2
— tube d'arrivée d'oxygène :	
diamètre extérieur	5,0 ± 0,4
épaisseur de paroi	0,8 ± 0,1

Le récipient d'essai est fermé par une tête du type Drechsel à laquelle est attachée le tube d'arrivée d'oxygène qui se prolonge jusqu'à $2,5 \pm 0,5$ mm du fond du récipient d'essai et dont le bout est taillé en biseau suivant un angle de 60° par rapport à l'axe horizontal (voir figure 4, page 21).

3.3 Tubes d'absorption

Ces tubes sont identiques aux récipients d'essai et la distance entre axe des deux tubes est de 150 ± 50 mm. Les raccords entre les tubes à essai et d'absorption seront aussi courts que possible; ce sont des tubes de verre, la jonction avec les récipients étant réalisée par de petits manchons flexibles (des manchons en caoutchouc au silicone conviennent bien). Ces tubes sont montés à l'extérieur du dispositif de chauffage.

3.4 Creusets filtrants

Creusets du type de Gooch avec plaque en verre fritté de porosité 4 (5 à 15 microns) et, par exemple, d'un volume de 35 ml.

Note. — La porosité est déterminée conformément à la méthode décrite dans l'annexe B de la Publication 74 de la CEI: Méthode pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles isolantes.

3.5 Récipients en porcelaine

Volume de 50 ml.

3.6 Mesure de débit à bulles de savon

Pour mesurer le débit d'oxygène (voir figure 5, page 21).

3.7 Chronomètre

Pour la mesure du débit d'oxygène. Graduations: 0,2 s.

3.8 Alimentation en oxygène

L'oxygène sera séché par passage d'abord à travers de l'acide sulfurique concentré et ensuite dans une tour de séchage remplie de laine de verre et d'amiante sodé.

Tout autre procédé d'efficacité égale ou supérieure pourra être utilisé. L'oxygène sera mesuré dans chaque tube à essai par tout dispositif permettant le contrôle du débit.

For both types of heating device, the height of the oxidation tubes above the upper surface shall be 60 mm and the diameter of the holes shall be just sufficient to allow insertion of the specified tube. In the case of slackness, a 25 mm diameter O-ring may be placed round the tube and pressed against the insulated top. The heating bath should be equipped with supports to hold the absorption tubes.

The test shall be conducted away from sunlight.

3.2 Test vessels

These consist of borosilicate or neutral glass test tubes provided with a B 24 ground joint, of the following dimensions:

	(millimetres)
— overall length	210 ± 2
— external diameter	26 ± 0.5
— wall thickness	1.4 ± 0.2
— height of the head	28 ± 2
— oxygen inlet tube:	
external diameter	5.0 ± 0.4
wall thickness	0.8 ± 0.1

The test tube is fitted with a Drechsel head to which is attached the inlet tube which extends to within 2.5 ± 0.5 mm from the bottom and has its end ground at an angle of 60° to the horizontal axis (see Figure 4, page 21).

3.3 Absorption tubes

These are identical with the test vessels and the distance between the axes of the two tubes shall be 150 ± 50 mm. Connections between the test and absorption tubes should be as short as possible, of glass tubing butt-jointed to the vessels by means of short flexible sleeves (silicone rubber sleeving has been found suitable for this purpose). These tubes are mounted outside the heating device.

3.4 Filtering crucibles

Gooch-type crucibles with fused-in fritted glass disk of grade 4 porosity (5 to 15 microns) of, for example, 35 ml capacity.

Note. — Maximum diameter of the pores can be determined in accordance with the method described in Appendix B of IEC Publication 74, Method for Assessing the Oxidation Stability of Insulating Oils.

3.5 Porcelain vessels

Capacity: 50 ml.

3.6 Soapmeter

For checking oxygen flow rate (see Figure 5, page 21).

3.7 Timer

For checking oxygen flow rate. Subdivisions of the graduation: 0.2 s.

3.8 Oxygen supply train

Oxygen should be dried by passing through concentrated sulphuric acid and then through a drying tower filled with glass wool and soda asbestos.

Any other method known to be of equal or greater efficiency can however be used. Oxygen is then metered into each test tube by any suitable gas flow measuring device.

3.9 Burette

Volume de 10 ml avec graduations de 0,01 ml.

3.10 Thermomètre

Un thermomètre conforme aux prescriptions données dans l'annexe A.

4. Réactifs

4.1 Cuivre catalytique

Voir Publication 74 de la CEI.

4.2 *n*-Heptane

Voir Publication 74 de la CEI.

4.3 Indicateur au bleu alcalin 6 B

2 g de bleu alcalin 6 B dissous dans 100 ml d'éthanol azéotropique (environ 5 % d'eau).

Extraire 2 g de bleu alcalin 6 B par de l'éthanol azéotropique dans un appareil Soxhlet, filtrer si nécessaire et diluer à 100 ml par de l'éthanol azéotropique. Ajouter 3 ml de HCl 0,1 N et, après 24 h, effectuer un essai d'acidité pour confirmer que l'indicateur a été sensibilisé, c'est-à-dire qu'il se produit un changement de coloration semblable à celui décrit au paragraphe 12.2 de la Publication 74 de la CEI. Si la sensibilisation n'est pas suffisante, ajouter plus de HCl 0,1 N jusqu'à ce que la sensibilisation soit réalisée. Il peut être nécessaire de resensibiliser périodiquement.

4.4 Indicateur à la phénolphtaléine

1 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol azéotropique (environ 5 % d'eau).

4.5 Solvant de titration

Mélanger 3 parties (volume) de toluène (exempt de soufre) et 2 parties (volume) d'éthanol azéotropique.

4.6 Hydroxyde de potassium

Solution alcoolique 0,1 N.

4.7 Oxygène

Obtenu à partir d'air liquide (pureté minimale 99,4%).

4.8 Acide chlorhydrique

Solution aqueuse 0,1 N.

5. Préparation de la verrerie

Toute la verrerie est nettoyée suivant le procédé mentionné dans la Publication 74 de la CEI.

6. Catalyseur

On utilise une longueur de 900 mm de fil de cuivre électrolytique recuit (voir paragraphe 4.1) enroulé en une spirale d'environ 20 mm de diamètre extérieur. Le nettoyage du catalyseur s'effectue suivant le mode opératoire donné dans la Publication 74 de la CEI.

3.9 *Burette*

Volume 10 ml with graduations of 0.01 ml.

3.10 *Thermometer*

A thermometer conforming to the requirements given in Appendix A.

4. **Reagents**

4.1 *Copper catalyst*

See IEC Publication 74.

4.2 *n-Heptane*

See IEC Publication 74.

4.3 *Alkali blue 6 B indicator*

2 g of alkali blue 6 B per 100 ml of azeotropic ethanol (about 5% water).

Extract 2 g of alkali blue 6 B with azeotropic ethanol in a Soxhlet apparatus, filter if necessary, and dilute to 100 ml with azeotropic ethanol. Add 3 ml of 0.1 N HCl and after 24 h carry out a check acid value to confirm that the indicator has been sensitized, i.e. a colour change as given in Sub-clause 12.2 of IEC Publication 74 occurs. Should sensitization not be sufficient, then add more 0.1 N HCl until sensitization has occurred. Periodic resensitization may be necessary.

4.4 *Phenolphthalein indicator*

1 g of phenolphthalein per 100 ml of azeotropic ethanol (about 5% water).

4.5 *Titration solvent*

Mix 3 parts by volume of toluene (sulphur-free grade) and 2 parts by volume of azeotropic ethanol.

4.6 *Potassium hydroxide*

0.1 N alcoholic solution.

4.7 *Oxygen*

Obtained from liquid air, 99.4% minimum purity.

4.8 *Hydrochloric acid*

Aqueous 0.1 N solution.

5. **Preparation of glassware**

All glassware shall be cleaned in accordance with the procedure outlined in IEC Publication 74.

6. **Catalyst**

A 900 mm length of soft electrolytic copper wire (see Sub-clause 4.1) is rolled into a spiral approximately 20 mm external diameter. Catalyst cleaning shall be carried out as described in IEC Publication 74.

7. Conditionnement de l'échantillon d'huile

L'huile à examiner est filtrée sur filtre en verre fritté (porosité 4) préalablement séché (1 h à 105 °C) afin d'éliminer toute trace de sédiment, de fibre et d'eau en excès. Les 25 premiers ml du filtrat seront éliminés.

8. Mode opératoire

8.1 Préparation de l'essai

Régler le dispositif de chauffage pour que l'huile soit maintenue à la température requise de $120 \pm 0,5$ °C dans tous les tubes d'oxydation.

Peser $25 \pm 0,1$ g d'huile dans le tube d'oxydation et insérer l'enroulement de catalyseur préparé préalablement comme décrit à l'article 6. Enfoncer la tête de Drechsel et placer le tube dans le dispositif de chauffage.

Verser dans le tube d'absorption 25 ml de la solution alcaline préparée par dilution de 50 ml de KOH alcoolique 0,1 N dans 1 l d'eau distillée. Ajouter quelques gouttes de la solution d'indicateur à la phénolphaléine. Enfoncer la tête de Drechsel et connecter au tube d'oxydation. Ajuster le débit d'oxygène à $1 \pm 0,1$ l/h mesuré avec le débitmètre à bulles de savon connecté à la sortie du tube d'absorption (voir figure 5, page 21).

8.2 Oxydation

Oxyder l'huile en maintenant la température à $120 \pm 0,5$ °C et le débit d'oxygène à $1 \pm 0,1$ l/h.

Vérifier quotidiennement le débit d'oxygène et la température.

Deux fois par jour (au commencement et à la fin de la journée de travail), vérifier la coloration de la solution du tube d'absorption.

Noter le temps correspondant à la décoloration de la solution et interrompre l'essai à ce moment ou après 236 h si la coloration ne s'est pas encore produite.

Sur demande, on peut déterminer, après une durée spécifiée, des caractéristiques complémentaires (teneur en dépôt, les acidités soluble, volatile et totale, la vitesse d'oxydation) de l'huile oxydée d'après les indications fournies au paragraphe 8.4.

Note. — La coloration de la phénolphaléine pâlit assez rapidement par exposition à la lumière directe. Si on observe que la coloration pâlit, il est conseillé d'ajouter quelques gouttes complémentaires de la solution d'indicateur.

8.3 Détermination de la période d'induction

Pour l'application de cette méthode, la période d'induction a été arbitrairement définie comme le temps pris par l'huile pour former une acidité volatile équivalente à $IN (AV) = 0,28$ mg KOH/g huile.

On obtient la période d'induction en faisant la moyenne des deux temps correspondants aux observations faites immédiatement avant et après la décoloration de la solution dans le tube d'absorption. L'intervalle entre les deux observations finales ne devra pas être supérieur à 20 h.

Notes 1. — En suivant la procédure mentionnée ci-dessus, l'intervalle entre deux observations consécutives est de 8 h durant la journée et de 16 h durant la nuit. Pour réduire cet intervalle, il est conseillé d'effectuer deux essais, le premier étant commencé, par exemple à 09 h 00 et le second à 17 h 00. Cette séquence des essais permet d'effectuer des observations espacées de 8 h l'une de l'autre sans excéder les limites d'une journée de 8 h.

Lorsqu'on ne possède aucune indication concernant la durée d'essai, il est conseillé de recommencer, deux jours plus tard, une nouvelle série d'essais, pour éviter de devoir faire des observations durant le week-end.

2. — Les périodes d'induction peuvent être déterminées avec plus de précision et automatiquement par le changement brusque du niveau de la courbe obtenue par enregistrement continu du pH de la solution alcaline d'absorption. Dans ce cas, les tubes d'absorption doivent être modifiés.

7. Oil sample conditioning

Oil to be tested shall be filtered through a previously dried (1 h at 105 °C) fritted glass filter (grade 4 porosity) to remove traces of sediment, fibre and excess water. The first 25 ml of filtrate should be discarded.

8. Procedure

8.1 Preparation of the test

Adjust the heating bath to maintain the oil in the desired number of oxidation tubes at the required temperature of 120 ± 0.5 °C.

Weigh 25 ± 0.1 g of oil into the oxidation tube and insert the catalyst coil previously prepared as described in Clause 6. Insert the Drechsel head and place the tube into the heater.

Pour into the absorption tube 25 ml of an alkaline solution prepared by diluting 50 ml of the 0.1 N alcoholic KOH solution to 1 l with distilled water. Add a few drops of phenolphthalein indicator solution. Insert the Drechsel head and connect to the oxidation tube. Adjust the oxygen flow to deliver 1 ± 0.1 l/h measured by means of the soap-meter connected to the outlet end of the absorption tube (see Figure 5, page 21).

8.2 Oxidation

Oxidize the oil while maintaining its temperature at 120 ± 0.5 °C and an oxygen flow rate of 1 ± 0.1 l/h.

Check oxygen flow and temperature daily.

Twice a day (at the beginning and end of the working day), inspect the absorption tube for discolouration.

Note the time at which discolouration is observed and discontinue the test then or after 236 h, whichever period is the shorter.

If required, determine after a specified duration, additional characteristics (sludge content, soluble, volatile and total acidities, oxidation rate) of the oxidized oil according to Sub-clause 8.4.

Note. — Phenolphthalein fades rather quickly when exposed to strong direct light. Should a faint tint be observed, it is suggested that a few more drops of indicator are added.

8.3 Determination of the induction period

For the purpose of this method, the induction period is arbitrarily set as the time taken for the oil to develop a volatile acidity corresponding to a NV (VA) = 0.28 mg KOH/g oil.

Report as induction period the mean of the times corresponding to the two visual inspections immediately preceding and following discolouration of the absorption tube. The period between the two final inspections should not be greater than 20 h.

Notes 1. — When following the above procedure, the interval between two consecutive inspections is 8 h during the day and 16 h at night. In order to reduce this interval, two tests should be run, the first being started, for instance, at 09 h 00 and the second at 17 h 00. This schedule of tests affords a series of inspections spaced 8 h apart without exceeding the limits of an 8 h day.

When no information is available on the test duration, a new set of tests should be started two days later to avoid extending the inspections through the week-end.

2. — Induction periods can be more precisely and automatically measured by the break in the curve obtained by continuously recording the pH of the aqueous alkaline absorbent. In this case, absorption tubes need to be modified.

8.4 Autres déterminations

8.4.1 Détermination du dépôt

Voir Publication 296 de la CEI: Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs.

8.4.2 Détermination de l'acidité soluble

Voir Publication 74 de la CEI.

8.4.3 Détermination de l'acidité volatile

Titrer l'eau dans le tube d'absorption en utilisant la solution KOH alcoolique 0,1 N et calculer suivant le paragraphe 8.4.5. Ajouter au résultat obtenu 0,28 mg KOH/g huile pour obtenir l'acidité volatile formée durant la période totale d'essai.

8.4.4 Acidité totale

Ajouter l'acidité soluble à l'acidité volatile pour obtenir l'acidité totale.

8.4.5 Mesure de la vitesse d'oxydation

Il peut, dans certains cas, être utile de connaître la vitesse d'oxydation durant toute la période d'essai. Une représentation graphique peut être obtenue si l'acidité volatile est titrée quotidiennement et si l'on porte sur un graphique IN (AV) en fonction du temps.

Dans ce cas, la période d'induction est donnée par le temps correspondant à $IN (AV) = 0,28 \text{ mg KOH/g huile}$. On utilise de l'eau pure (25 ml) comme agent d'absorption au lieu de la solution alcaline.

Pour les déterminations quotidiennes, on opère comme suit.

- déconnecter le tube d'absorption;
- titrer l'acidité volatile avec KOH alcoolique 0,1 N en utilisant quelques gouttes de la solution indicatrice de phénolphtaléine;
- reconnecter le tube d'absorption sans remplacer l'eau;
- calculer l'indice de neutralisation (acidité volatile), exprimé en milligrammes de KOH par gramme d'huile, de la façon suivante:

$$\text{acidité volatile journalière} = \frac{n \times 56,1 \times a}{25}$$

où:

n = normalité de la solution alcoolique de KOH,

a = ml de solution alcoolique KOH 0,1 N utilisés.

L'acidité volatile totale IN (AV) est la somme des acidités volatiles journalières.

9. Nombre d'essais

L'essai sera effectué en double.

10. Rapport

On donne comme période d'induction, la moyenne de deux déterminations.

8.4 Other determinations

8.4.1 Sludge determination

See IEC Publication 296, Specification for New Insulating Oils for Transformers and Switchgear.

8.4.2 Soluble acidity determination

See IEC Publication 74.

8.4.3 Volatile acidity determination

Titrate the water in the absorption tube using 0.1 N alcoholic KOH solution and calculate as in Sub-clause 8.4.5. Add to the result obtained 0.28 mg KOH/g oil to obtain the volatile acidity formed during the total test period.

8.4.4 Total acidity

Add the soluble acidity to the volatile acidity to obtain the total acidity.

8.4.5 Oxidation rate measurement

It will sometimes be useful to obtain the oil oxidation rate over the entire test period. A graphical representation of this can be obtained if volatile acidity is daily titrated and the NV (VA) plotted against time.

In this case, the induction period is obtained by the time corresponding to the NV (VA) = 0.28 mg KOH/g oil. Pure water (25 ml) is used as the absorbing agent instead of the alkali solution.

For daily titrations, operate as follows:

- disconnect the absorption tube;
- titrate the volatile acidity with 0.1 N alcoholic KOH solution using a few drops of the solution of phenolphthalein as indicator;
- reconnect the absorption tube without replacing the water;
- calculate the volatile neutralization value, in milligrams of KOH per gram of oil, as follows:

$$\text{daily volatile acidity} = \frac{n \times 56.1 \times a}{25}$$

where:

n = normality of the alcoholic KOH solution,

a = ml of 0.1 N KOH alcoholic solution used in the titration.

The total volatile acidity NV (VA) is the sum of the daily volatile acidities.

9. Number of tests

The test shall be run in duplicate.

10. Report

Report the average of the two determinations as the induction period.

11. Précision

Les critères suivants peuvent être utilisés pour apprécier la validité des résultats (intervalle de confiance: 95%).

Répétabilité (r): Les essais effectués en double par un même opérateur seront considérés comme suspects si l'écart entre les valeurs obtenues est supérieur aux valeurs indiquées dans le tableau ci-dessous.

Reproductibilité (R): Les résultats obtenus par deux différents laboratoires seront considérés comme suspects si l'écart entre leurs résultats est supérieur aux valeurs mentionnées dans le tableau ci-dessous.

Période d'induction > 100 h	
(r)	(R)
10%	40%

12. Valeur limite

Les valeurs limites pour la période d'induction, le dépôt et toute autre détermination doivent être basées sur les performances de l'huile dont on vérifie la continuité des propriétés.

Pour information seulement, il peut être établi que, à la date de publication de la présente méthode, les périodes d'induction de l'ordre de 120 h à 200 h sont caractéristiques.

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60414:1974

Withdrawn

11. Precision

The following criteria should be used for judging the acceptability of results (95% confidence):

Repeatability (r): Duplicate results by the same operator should be considered suspect if they differ by more than the amount mentioned in the table hereunder.

Reproducibility (R): The results submitted by each of two laboratories should be considered suspect if the two results differ by more than the amount mentioned in the table hereunder.

Induction period > 100 h	
(r)	(R)
10%	40%

12. Limit

Limits for the induction period, sludge and any of the other determinations should be based on the performance of the oil of which the continuity in properties is being established.

For guidance only, it may be stated that, at the date of publication of this method, induction periods in the range 120 h to 200 h were typical.

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60414:1974

ANNEXE A

SPÉCIFICATION POUR LE THERMOMÈTRE

Echelle	98 °C à 152 °C
Ligne d'immersion, depuis le bas	100 mm
Graduations:	
Subdivisions	0,2 deg C
Longs traits, tous les	1 deg C
Indication chiffrée, tous les	2 deg C
Erreur d'échelle, max.	0,2 deg C
Chambre d'expansion permettant le chauffage jusqu'à	180 °C
Longueur totale	395 ± 5 mm
Diamètre de la tige	6,0 mm à 7,0 mm
Longueur du bulbe	15 mm à 20 mm
Diamètre du bulbe	Pas supérieur à celui de la tige
Distance du bas du bulbe à 98 °C	125 mm à 145 mm
Distance de la chambre de contraction au sommet, max.	35 mm

Note. — Le thermomètre ASTM 41 C est conforme à ces prescriptions.

APPENDIX A

THERMOMETER SPECIFICATION

Range	98 °C to 152 °C
Immersion line from the bottom	100 mm
Graduations:	
Subdivisions	0.2 deg C
Long lines at each	1 deg C
Number at each	2 deg C
Scale error, max.	0.2 deg C
Expansion chamber permits heating to	180 °C
Total length	395 ± 5 mm
Stem diameter	6.0 mm to 7.0 mm
Bulb length	15 mm to 20 mm
Bulb diameter	Not greater than stem
Distance from the bottom of bulb to 98 °C	125 mm to 145 mm
Distance of contraction chamber to top, max.	35 mm

Note. — These requirements are met by thermometer ASTM 41 C.