

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Insulating liquids – Test methods for oxidation stability

Test method for evaluating the oxidation stability of insulating liquids in the delivered state

Isolants liquides – Méthodes d'essai de la stabilité à l'oxydation

Méthode d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation des isolants liquides tels que livrés



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2018 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 corrigenda or an amendment might have been published.

IEC Catalogue - webstore.iec.ch/catalogue

The stand-alone application for consulting the entire bibliographical information on IEC International Standards, Technical Specifications, Technical Reports and other documents. Available for PC, Mac OS, Android Tablets and iPad.

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 also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing 21 000 terms and definitions 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.

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.

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.

Catalogue IEC - webstore.iec.ch/catalogue

Application autonome pour consulter tous les renseignements bibliographiques sur les Normes internationales, Spécifications techniques, Rapports techniques et autres documents de l'IEC. Disponible pour PC, Mac OS, tablettes Android et iPad.

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 aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne de termes électroniques et électriques. Il contient 21 000 termes et définitions 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.

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.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Insulating liquids – Test methods for oxidation stability

Test method for evaluating the oxidation stability of insulating liquids in the delivered state

Isolants liquides – Méthodes d'essai de la stabilité à l'oxydation

Méthode d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation des isolants liquides tels que livrés

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 29.040.10

ISBN 978-2-8322-5210-9

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 Apparatus	9
4.1 General principle of the method	9
4.2 Equipment	9
4.2.1 Heating arrangement	9
4.2.2 Test vessels	10
4.2.3 Absorption tubes	10
4.2.4 Filtering crucibles	10
4.2.5 Porcelain vessels	11
4.2.6 Flowmeter	11
4.2.7 Timer	11
4.2.8 Gas supply	11
4.2.9 Analytical balance	11
4.2.10 Burette	11
4.2.11 Volumetric pipette	11
4.2.12 Volumetric flask	12
4.2.13 Graduated measuring cylinder	12
4.2.14 Thermometer	12
4.2.15 Erlenmeyer flask	12
4.3 Reagents	12
4.3.1 Normal heptane	12
4.3.2 Alkali blue 6B indicator according to IEC 62021-2	12
4.3.3 Phenolphthalein indicator	12
4.3.4 Potassium hydroxide according to IEC 62021-2	12
4.3.5 Oxidant gas	12
4.3.6 Acetone	12
4.4 Cleaning of test vessels	12
4.5 Catalyst	13
4.6 Insulating liquid sample conditioning	13
4.7 Preparation of the test	13
4.8 Determinations on the oxidized insulating liquid	13
4.8.1 Sludge formation	13
4.8.2 Soluble acidity (SA)	14
4.8.3 Volatile acidity (VA)	14
4.8.4 Total acidity (TA)	15
4.8.5 Dielectric dissipation factor (DDF)	15
4.8.6 Oxidation rate with air	15
4.8.7 Induction period with air (IP with air) (optional)	15
4.9 Report	15
4.10 Precision	16
4.10.1 General	16
4.10.2 Repeatability (<i>r</i>) (95 % confidence)	16
4.10.3 Reproducibility (<i>R</i>) (95 % confidence)	16

Annex A (normative) Thermometer specifications	20
Annex B (informative) Method for evaluating the oxidation stability of inhibited insulating liquids in the delivery state by measurement of the induction period with oxygen.....	21
B.1 Outline of the method.....	21
B.2 Reagents and test conditions	21
B.3 Procedure	21
B.3.1 General	21
B.3.2 Preparation of the test	21
B.3.3 Oxidation	22
B.3.4 Determination of the induction period with oxygen	22
B.3.5 Determinations on the oxidized oil (optional).....	22
B.4 Report.....	23
B.5 Precision.....	23
B.5.1 General	23
B.5.2 Relative repeatability (<i>r</i>) (95 % confidence).....	23
B.5.3 Relative reproducibility (<i>R</i>) (95 % confidence)	23
Annex C (informative) Method for evaluation of thermo-oxidative behaviour of unused ester insulating liquids	24
C.1 Outline of the method.....	24
C.2 Equipment	24
C.2.1 Heating arrangement	24
C.2.2 Test vessels	24
C.2.3 Reagents.....	24
C.3 Test procedure.....	24
C.3.1 Sample conditioning and preparation	24
C.3.2 Ageing procedure	25
C.4 Determination of the oxidized insulating liquid.....	25
C.4.1 Soluble acidity	25
C.4.2 Dielectric dissipation factor (DDF) at 90 °C.....	25
C.4.3 Appearance	25
C.4.4 Kinematic viscosity	25
C.5 Report.....	25
C.6 Precision.....	26
Bibliography.....	27
Figure 1 – Typical 8 hole (4 x 2) aluminium heating block	17
Figure 2 – Aluminium alloy temperature measuring block.....	17
Figure 3 – Position of the tube in the oil bath	18
Figure 4 – Oxidation tube or absorption tube	18
Figure 5 – Oxidation tube and absorption tube assembly	19
Figure C.1 – Headspace vial with copper catalyst	25
Table 1 – Repeatability and reproducibility of the oxidation stability test of uninhibited mineral oil in the delivered state for 164 h at 120 °C.....	16
Table A.1 – Thermometer specifications	20
Table B.1 – Precision data for induction time with oxygen for the oxidation test for mineral oil according to Annex B.....	23

Table C.1 – Precision data for headspace procedure according to Annex C	26
---	----

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61125:2018

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

INSULATING LIQUIDS – TEST METHODS FOR OXIDATION STABILITY**Test method for evaluating the oxidation stability of insulating liquids in the delivered state****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 61125 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 1992 and Amendment 1:2004. This edition constitutes a technical revision.

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

- a) the title has been modified to include insulating liquids different from mineral insulating oils (hydrocarbon);
- b) the method applies for insulating liquids in the delivered state;
- c) former Method C is now the main normative method;
- d) precision data of the main normative method has been updated concerning the dissipation factor;

- e) former Method A has been deleted;
- f) former Method B has been transferred to Annex B;
- g) a new method evaluating the thermo-oxidative behaviour of esters is included in Annex C.

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

FDIS	Report on voting
10/1047/FDIS	10/1052/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.

INSULATING LIQUIDS – TEST METHODS FOR OXIDATION STABILITY

Test method for evaluating the oxidation stability of insulating liquids in the delivered state

1 Scope

This document describes a test method for evaluating the oxidation stability of insulating liquids in the delivered state under accelerated conditions regardless of whether or not antioxidant additives are present. The duration of the test can be different depending on the insulating liquid type and is defined in the corresponding standards (e.g. in IEC 60296, IEC 61099, IEC 62770). The method can be used for measuring the induction period, the test being continued until the volatile acidity significantly exceeds 0,10 mg KOH/g in the case of mineral oils. This value can be significantly higher in the case of ester liquids.

The insulating liquid sample is maintained at 120 °C in the presence of a solid copper catalyst whilst bubbling air at a constant flow. The degree of oxidation stability is estimated by measurement of volatile acidity, soluble acidity, sludge, dielectric dissipation factor, or from the time to develop a given amount of volatile acidity (induction period with air).

In informative Annex B, a test method for evaluating the oxidation stability of inhibited mineral insulating oils in the delivered state by measurement of the induction period with oxygen is described. The method is only intended for quality control purposes. The results do not necessarily provide information on the performance in service. The oil sample is maintained at 120 °C in the presence of a solid copper catalyst whilst bubbling through a constant flow of oxygen. The degree of oxidation stability is estimated by the time taken by the oil to develop a determined amount of volatile acidity (induction period with oxygen). Additional criteria such as soluble and volatile acidities, sludge and dielectric dissipation factor can also be determined after a specified duration.

In informative Annex C, a test method intended to simulate the thermo-oxidative behaviour of ester insulating liquids (headspace of air at 150 °C for 164 h) is described.

Additional test methods such as those described in IEC TR 62036 based on differential scanning calorimetry can also be used as screening tests, but are out of the scope of this document.

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 60247, *Insulating liquids – Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) and d.c. resistivity*

IEC 62021-2, *Insulating liquids – Determination of acidity – Part 2: Colorimetric titration*

IEC 62021-3, *Insulating liquids – Determination of acidity – Part 3: Test methods for non-mineral insulating oils*

IEC 60422:2013, *Mineral insulating oils in electrical equipment – Supervision and maintenance guidance*

ISO 383, *Laboratory glassware – Interchangeable conical ground joints*

ISO 4793, *Laboratory sintered (fritted) filters – Porosity grading, classification and designation*

ISO 6344-1, *Coated abrasives – Grain size analysis – Part 1: Grain size distribution test*

ISO 3104, *Petroleum products – Transparent and opaque liquids – Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity*

ASTM E287, *Standard specification for laboratory glass graduated burets*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions 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

unused insulating liquid

insulating liquid that has not been used in, or been in contact with electrical equipment or other equipment not required for manufacture, storage or transport

Note 1 to entry: See also IEC 60296, IEC 61099 and IEC 62770.

3.2

recycled insulating liquid

insulating liquid previously used in electrical equipment that has been subjected to re-refining or reclaiming (regeneration) off-site

Note 1 to entry: Any blend of unused and recycled oils is to be considered as recycled.

3.3

oxidation stability

ability of an insulating liquid to withstand oxidation under thermal stress and in the presence of oxygen and a copper catalyst

Note 1 to entry: Oxidation stability gives general information about the stability of the insulating liquid under service conditions in electrical equipment. The property is defined as resistance to formation of acidic compounds, sludge and compounds influencing the dielectric dissipation factor (DDF) under given conditions. Test durations for insulating liquids are described in the corresponding standards.

3.4

induction period with air

graphical representation of the oxidation rate over the entire period which can be obtained by titrating volatile acidity daily (or at other suitable time interval) and plotting the cumulated results against time

Note 1 to entry: The induction period with air is determined by reading the time corresponding to 0,10 mg KOH/g volatile acidity in the case of mineral oil. In the case of ester liquids a higher value needs to be established.

3.5**volatile acidity**

measurement of the amount of oxidation products collected in the water phase in the absorption tube

3.6**soluble acidity**

acidity (neutralization value) of oil as a measure of the acidic degradation products in the insulating liquid

Note 1 to entry: The acidity of an oxidized oil is due to the formation of acidic oxidation products. Acids and other oxidation products will, in conjunction with water and solid contaminants, affect the dielectric and other properties of the oil. Acids have an impact on the degradation of cellulosic materials and may also be responsible for the corrosion of metal parts in a transformer.

3.7**total acidity**

sum of volatile and soluble acidity

3.8**sludge**

polymerized degradation product of solid and liquid insulating material

Note 1 to entry: Sludge is soluble in oil up to a certain limit, depending on the oil solubility characteristics and temperature.

3.9**dielectric dissipation factor****DDF**

measure for dielectric losses within the oil

Note 1 to entry: High DDF values can indicate contamination of the oil by polar contaminants or poor refining quality.

Note 2 to entry: DDF shall be measured at 90 °C, and in accordance with IEC 60247.

4 Apparatus**4.1 General principle of the method**

The liquid sample to be tested, through which a stream of air is bubbled, is maintained for a given period at 120 °C in the presence of solid copper. The resistance to oxidation is evaluated from the amount of total sludge, total acidity and dielectric dissipation factor formed or from the time to develop a given amount of volatile acidity (induction period with air).

4.2 Equipment**4.2.1 Heating arrangement**

In order to achieve accurate measurements of the oxidation stability a strict control of the temperature is of high importance. A thermostatically-controlled aluminium alloy block heater or oil bath may be used to maintain the insulating liquid in the desired number of oxidation tubes at the required temperature of 120 °C ± 0,5 °C (as examples see Figure 1 and Figure 3). This temperature shall be read on a thermometer (see Annex A) inserted in an oxidation tube to within 5 mm from the bottom; this oxidation tube shall be filled with the insulating liquid up to the immersion line of the thermometer and placed in the heating bath.

The temperature of the upper surface of the thermal insulation top shall be maintained at 60 °C ± 5 °C. Measure this temperature by the use of a thermometer in a drilled aluminium block (see Figure 2). The surfaces of this block, other than that against the upper surface of the heating device, are protected by suitable thermal insulation of nominal 4 mm thickness.

The thermal characteristics of this insulation shall be such as to allow the specified temperatures to be achieved. 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 aluminum 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 aluminum alloy 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).

For both types of heating devices, 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 tubes. In the case of slackness a 25 mm internal diameter O-ring may be placed around the tube and pressed against the thermal insulation top or inserted into the annular space between the tube and the thermal insulated top. The heating bath should be equipped with supports to hold the absorption tubes.

When in use the heater shall be shielded from direct sunlight and air draughts.

NOTE When oil baths are used, it would be safer to place them in a fume hood.

4.2.2 Test vessels

Test tubes of borosilicate or neutral glass provided with a 24/29 ground joint (see ISO 383), of the following dimensions in mm:

- overall length 210 ± 2
- external diameter $26 \pm 0,5$
- wall thickness $1,4 \pm 0,2$
- height of the head 28 ± 2
- air inlet tube:
 - external diameter $5,0 \pm 0,4$
 - wall thickness $0,8 \pm 0,1$

The test tube is fitted with a Drechsel head to which is attached the inlet tube which extends to within $2,5 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ from the bottom and has its end ground at an angle of 60° to the horizontal axis (see Figure 4).

4.2.3 Absorption tubes

These are identical to the test vessels and the distance between the axes of the two tubes shall be $150 \text{ mm} \pm 50 \text{ mm}$ (see Figure 4 and Figure 5). 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; however, the exposed silicone rubber surface shall be minimized in order to avoid acids from being absorbed by the material. The absorption tubes are mounted outside the heating device.

4.2.4 Filtering crucibles

Gooch-type crucibles with fused-in fritted glass disk according to ISO 4793 porosity 4, designation grade P 16 of, for example, 35 ml capacity.

NOTE Alternatively polymeric membrane filters can be used, provided they are compatible with the insulating liquids and solvents. Suitable membranes consist of a mixture of cellulose esters (cellulose nitrate + cellulose acetate) with the following characteristics:

pore size: 8 µm;

thickness: 150 µm;

operating temperature: 120 °C in sterilizer and 75 °C under continuous filtration.

The filtration is improved by impregnating the membrane with a suitable wetting agent (e.g. octyl ethoxylate).

4.2.5 Porcelain vessels

Porcelain crucibles, capacity: 50 ml.

NOTE Alternatively, aluminium foil pans of the same capacity can be used.

4.2.6 Flowmeter

For measuring gas flow-rate a soap bubble flowmeter, a calibrated capillary tube flowmeter or an electronic device can be used.

4.2.7 Timer

For measuring gas flow-rate with soap bubble flowmeter. Subdivisions of the graduation: 0,2 s.

4.2.8 Gas supply

To obtain accurate results it is of high importance to control and maintain the gas flow constant and have a consistent high quality of the gas, this is obtained by the following procedure: gas (oxygen or air according to the method) from a compressed gas cylinder or line, is dried by passing through a scrubber bottle containing concentrated sulphuric acid and then through a tower filled with alternate layers of glass wool and soda lime.

Alternatively drying tubes or a commercial gas purifier may be used.

The dried gas is passed into the oxidation tube via a flow control system which shall be suitable for the specified flow-rate. This may consist of a manifold, connected to the gas-purifying train, with a number of tappings, each provided with a fine-control adjustable needle valve and supplying the gas to one oxidation tube.

The rate of gas flow may be conveniently measured by means of a flowmeter (see 4.2.6). In that case, the difference in level of the liquid in the two limbs of the flowmeter should be sufficiently great to ensure that adequate sensitivity of measurement is obtained over the range of gas flow-rates.

However, any system known to be of equal or greater efficiency can be used.

NOTE A two-stage pressure regulator and a pressure compensator vessel can be helpful to achieve the required accurate regulation of the gas pressure.

4.2.9 Analytical balance

Readability 0,1 mg.

4.2.10 Burette

Volume 10 ml with graduations of 0,01 ml, class A according to ASTM E287.

4.2.11 Volumetric pipette

Volume 25 ml, class A according to ASTM E287.

4.2.12 Volumetric flask

Volume 500 ml, class A according to ASTM E287.

4.2.13 Graduated measuring cylinder

Volume 100 ml, class A according to ASTM E287.

4.2.14 Thermometer

A thermometer conforming to the requirements given in Annex A.

4.2.15 Erlenmeyer flask

Erlenmeyer flask, volume 500 ml, with ground glass stopper.

4.3 Reagents

4.3.1 Normal heptane

n-Heptane of analytical grade is to be used.

4.3.2 Alkali blue 6B indicator according to IEC 62021-2

Alkali blue 6B indicator is also known under the chemistry index 42765.

4.3.3 Phenolphthalein indicator

1 g of phenolphthalein per 100 ml of azeotropic ethanol (about 5 % water). Alternatively isopropanol containing 5 % of water may be used.

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.

4.3.4 Potassium hydroxide according to IEC 62021-2

0,05 mol/l alcoholic solution.

4.3.5 Oxidant gas

Synthetic air or air from compressed air line, free of hydrocarbons.

4.3.6 Acetone

Acetone of analytical grade is to be used.

4.4 Cleaning of test vessels

The test and the absorption tubes shall be chemically cleaned. Wash with acetone followed by distilled or deionized water.

Drain and then soak in 95 % to 97 % sulphuric acid for a minimum of 16 h. Drain and complete removal of acid by washing, first with tap water, then with distilled or deionized water. Dry the tubes in an air oven at 105 °C for at least 3 h, and then allow cooling to room temperature in a desiccator or a dry cabinet in which they are kept ready for use. Other cleaning methods giving the same cleanliness result can be used.

4.5 Catalyst

The solid copper used as oxidation catalyst consists of a wire of soft electrolytic copper, of diameter between 1 mm and 2 mm (of such a length as to give a surface area of $28,6 \text{ cm}^2 \pm 0,3 \text{ cm}^2$). To get accurate results it is of high importance that the copper surface is properly prepared according to the following procedure:

- Immediately before use, the requisite length of copper wire is cleaned with P220 grade silicon carbide abrasive cloth (ISO 6344-1). All traces of abrasive are removed with a lintless filter paper and then with a dry, lintless cloth.
- Roll the wire into a spiral of approximately 2 cm external diameter and 5 cm long.
- The spiral is thoroughly cleaned by dipping it into normal heptane, then dried in air and immediately introduced into the test vessel.

To avoid contamination, the prepared coil shall be handled only with tweezers. The copper wire shall not be re-used.

4.6 Insulating liquid sample conditioning

Liquid to be tested shall be filtered through a previously dried (1 h, at 105°C) fritted glass filter (ISO 4793, porosity 4, designation grade P16) or on membrane filters of $8 \mu\text{m}$ to remove traces of sediment, fiber and excess water. The first 25 ml of filtrate should be discarded.

4.7 Preparation of the test

Adjust the heating bath to maintain the insulating liquid in all oxidation tubes at the required temperature of $120^\circ\text{C} \pm 0,5^\circ\text{C}$ (thermometer complying with the requirements of Annex A).

Weigh in each $25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ of insulating liquid into three oxidation tubes and insert the catalyst coil previously prepared as described in 4.5. At least three oxidation tubes are required to be able to measure the DDF (minimum two tubes) and sludge/oil acid number (one tube). Insert the Drechsel head and place the tube into the heater using a rubber O-ring if necessary to close the gap between the tube and the thermal insulated top.

Pour 25 ml of distilled water into one absorption tube. Insert the Drechsel head and connect to the corresponding oxidation tube (see Figure 4).

Adjust the air flow to deliver $0,150 \text{ l/h} \pm 0,015 \text{ l/h}$ measured by means of the flowmeter (see 4.2.6) connected to the outlet end of the absorption tube (see Figure 5).

Oxidize the insulating liquid while maintaining its temperature at $120^\circ\text{C} \pm 0,5^\circ\text{C}$ and an air flow rate of $0,150 \text{ l/h} \pm 0,015 \text{ l/h}$.

Check air flow and temperature daily.

4.8 Determinations on the oxidized insulating liquid

4.8.1 Sludge formation

The sludge shall be precipitated by adhering strictly to the procedure described below.

The sample of 25 g of artificially aged insulating liquid is cooled in the dark for 1 h, and is then poured into an Erlenmeyer flask.

Use 300 ml normal heptane in successive fractions to rinse out the insulating liquid adhering to the test tube, copper spiral and gas lead-in tube and add the washings to the insulating liquid in the flask.

The mixture is then allowed to stand in the dark for 24 h, at a temperature of $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, before filtering through a filter crucible (or membrane filter) previously dried to constant mass.

At the start of filtering only a small pressure drop should be used, to prevent the sludge passing through the filter. Cloudy filtrates should be passed through a second time.

All traces of insulating liquid shall be removed by repeated washing of the sludge with normal heptane. The total volume of the normal heptane used for the washing of the sludge shall be 150 ml. The filter containing the sludge is dried at $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ to constant mass.

Sludge adhering to the catalyst, to the test tube, and to the gas lead-in tube is transferred, by dissolving it in small quantities of acetone (a total of 30 ml), to a tared porcelain vessel (or aluminum foil pan). It is then dried at $105\text{ }^{\circ}\text{C}$, after the evaporation of the acetone, to constant mass. The mass of the residue is added to that of the sludge obtained by precipitation with normal heptane.

The total sludge is expressed as a percentage of the initial weight of the insulating liquid.

4.8.2 Soluble acidity (SA)

The heptane solution obtained after filtering off the sludge is collected in a 500 ml volumetric flask and made up to mark with normal heptane. Three determinations of the neutralization value are made on 100 ml samples of the heptane insulating liquid solution.

The determination is carried out with 100 ml of the heptane solution according to IEC 62021-2.

Calculate (Formula 1) the soluble acidity (SA), in milligrams of potassium hydroxide per gram of insulating liquid, as follows:

$$SA = \frac{M \times 56,1 \times (V_2 - V_1) \times 5}{G} \quad (1)$$

where:

M is the molarity of the alcoholic potassium hydroxide solution;

V_2 is the volume of alcoholic potassium hydroxide solution in ml necessary to titrate the normal heptane insulating liquid solution;

V_1 is the volume of alcoholic potassium hydroxide solution in ml necessary to titrate 100 ml of normal heptane with an alkali blue 6B indicator solution according to IEC 62021-2;

G is the mass of insulating liquid, in grams.

NOTE The potentiometric method for the determination of soluble acidity (IEC 62021-1) can be used alternatively if proven to deliver the same result.

4.8.3 Volatile acidity (VA)

Volatile acidity is a measurement of the amount of oxidation products collected in the absorption tube. Measurements are performed at the end of the test duration by neutralizing the acids by titration with a 0,05 mol/l alcoholic potassium hydroxide solution using phenolphthalein as indicator.

Titration is determined as follows:

- disconnect the absorption tube;
- titrate the volatile acidity directly in the absorption tube with a 0,05 M alcoholic potassium hydroxide solution using a few drops of the solution of phenolphthalein as indicator;

- the volatile acidity (VA) is calculated (Formula 2) in milligrams of potassium hydroxide per gram of insulating liquid, as follows:

$$VA = \frac{M \times 56,1 \times V}{G} \quad (2)$$

where:

M is the molarity of the alcoholic potassium hydroxide solution;

V is the number of ml of the alcoholic potassium hydroxide solution used in the titration;

G is the mass of oil, in grams.

4.8.4 Total acidity (TA)

Total acidity, in milligrams of potassium hydroxide per gram of insulating liquid, is calculated as the sum of the volatile and soluble acidities (Formula 3):

$$TA = SA + VA \quad (3)$$

4.8.5 Dielectric dissipation factor (DDF)

Carried out according to IEC 60247 with the following additions.

Prepare separately oxidized insulating liquid as follows: after removing the test tubes from the oxidation bath, close the tubes and store them for 24 h at room temperature ($20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$). During this period the sample will cool down and insoluble sludge will settle to the bottom of the test tubes. Decant the insulating liquid without agitation into a cleaned test cell ensuring that the sludge remains undisturbed and is not transferred into the test cell. Only approximately 80 % of the insulating liquid shall be transferred; the remaining sludge/insulating liquid stays in the test tube and shall not be used for the DDF determination.

4.8.6 Oxidation rate with air

A graphical representation of the oxidation rate over the entire period can be obtained by titrating volatile acidity daily (or at other suitable time interval) and plotting the cumulated results against time.

4.8.7 Induction period with air (IP with air) (optional)

The induction period is determined by reading the time corresponding to 0,10 mg KOH/g volatile acidity in the case of mineral oils. In the case of ester insulating liquids higher acidity values may be applicable and shall be defined.

4.9 Report

The report shall include the following:

- IEC 61125;
- test duration;
- total acidity (TA), reported to the nearest 0,01 mg KOH/g;
- sludge, reported to the nearest 0,01 % by mass;
- dielectric dissipation factor, reported to the nearest 0,001.

4.10 Precision

4.10.1 General

The following precision values were obtained on uninhibited mineral insulating oils (see Note in 4.10.3) in a 164 h test.

4.10.2 Repeatability (r) (95 % confidence)

Duplicate results obtained at the same time by the same operator should be considered suspect if their difference, when expressed as a percentage of their mean, is higher than the amount given in Table 1.

4.10.3 Reproducibility (R) (95 % confidence)

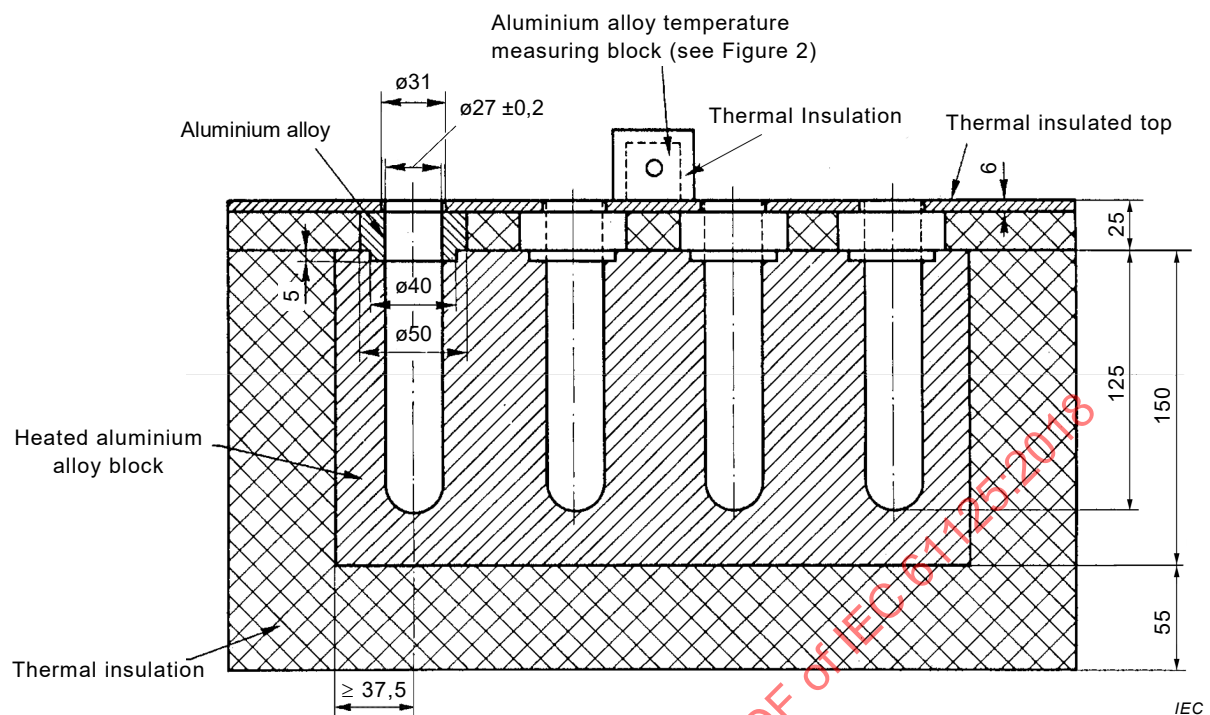
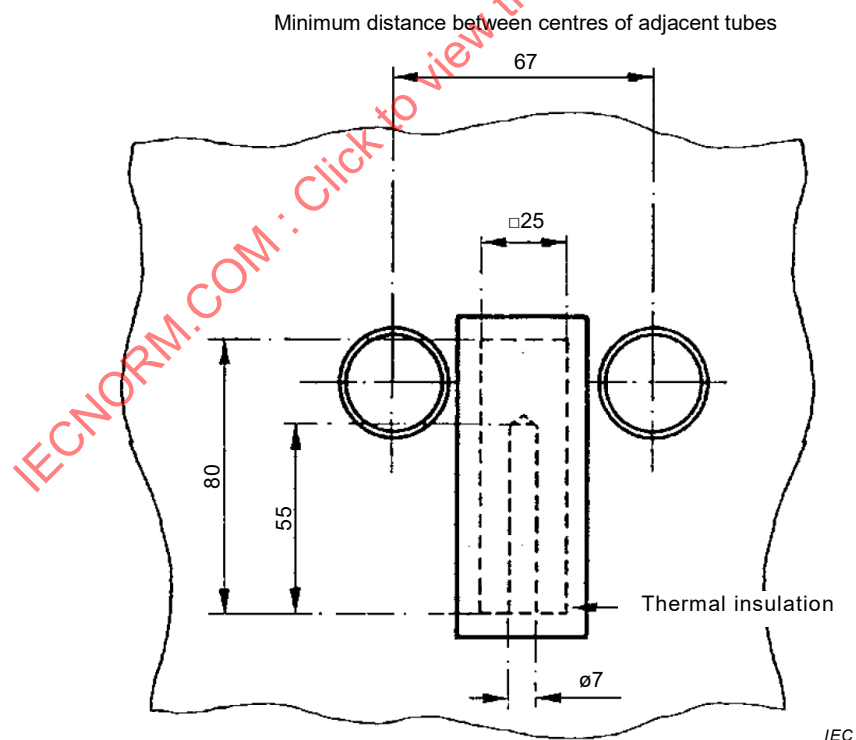
The results (see Note below) submitted by each of two laboratories should be considered suspect if their difference, when expressed as a percentage of their mean, is more than the amount given in Table 1.

Table 1 – Repeatability and reproducibility of the oxidation stability test of uninhibited mineral oil in the delivered state for 164 h at 120 °C

Parameter of oxidized liquid	r (%)	R (%)
Total acidity	16	52
Sludge	24	87
Dissipation factor at 90 °C	17	52

NOTE The precision has not been established for inhibited mineral insulating oils. However, both repeatability and reproducibility are dependent upon the precision of the induction period and the slope of the oxidation rate curve. A flat curve will give a precision comparable to that of the uninhibited mineral insulating oils.

A steep slope can give poor precision if the break point of the oil occurs near the termination of the test. The oxidation rate curve can be obtained by plotting the volatile acidity against time, as for the induction period.

Dimensions in millimetres**Figure 1 – Typical 8 hole (4 x 2) aluminium heating block***Dimensions in millimetres***Figure 2 – Aluminium alloy temperature measuring block**

Dimensions in millimetres

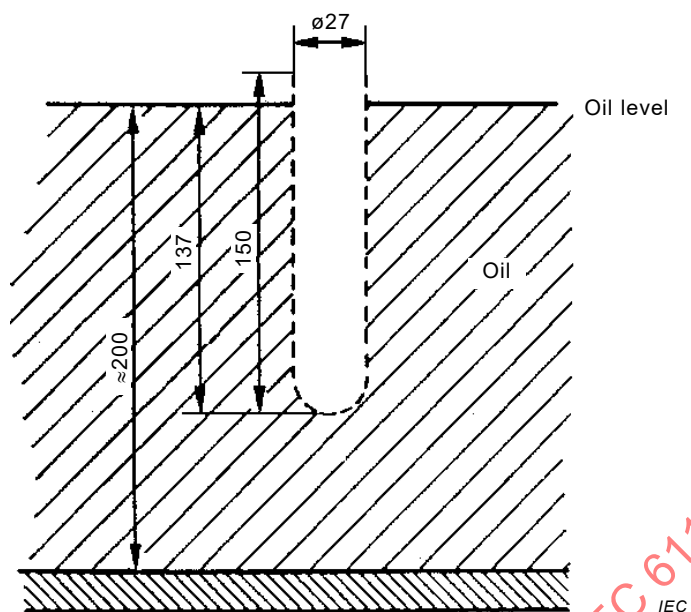


Figure 3 – Position of the tube in the oil bath

Dimensions in millimetres

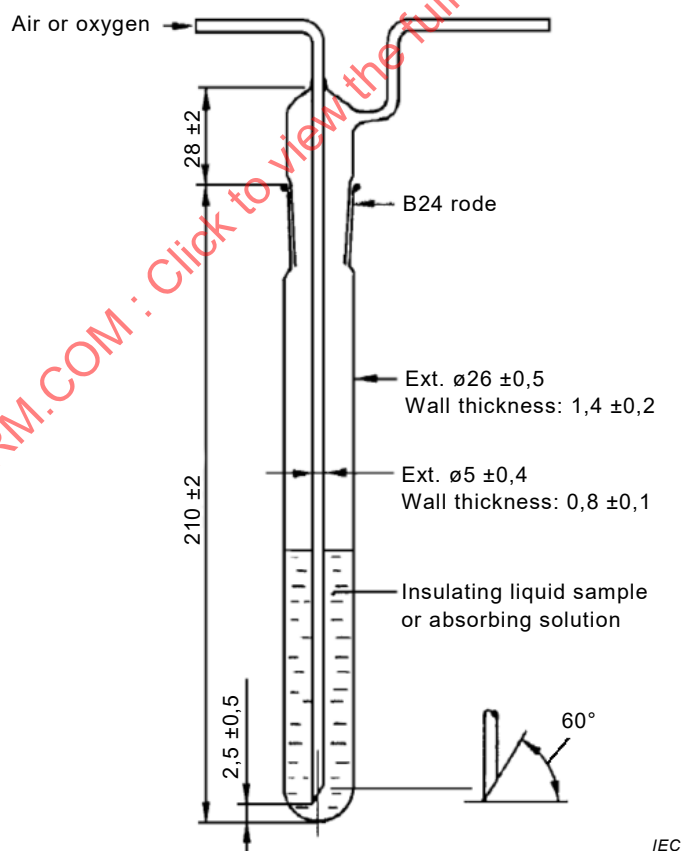
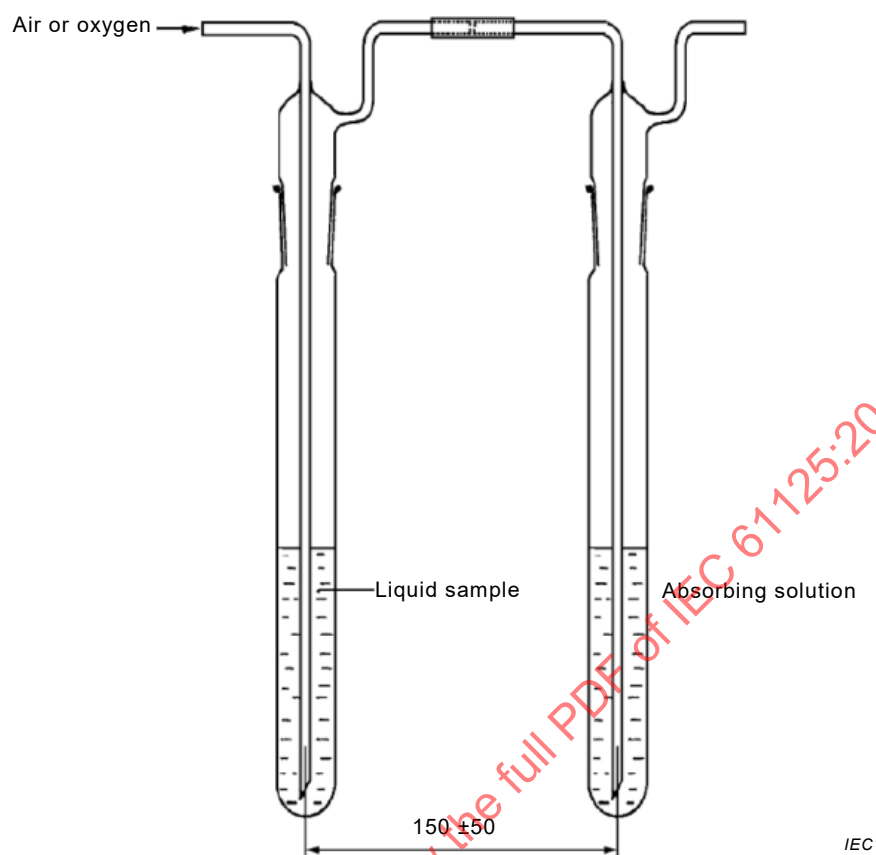


Figure 4 – Oxidation tube or absorption tube

Dimensions in millimetres**Figure 5 – Oxidation tube and absorption tube assembly**

Annex A (normative)

Thermometer specifications

See Table A.1.

Table A.1 – Thermometer specifications

Range	98 °C to 152 °C
Immersion line from the bottom	100 mm
Graduations:	
Subdivisions	0,2 °C
Long lines at each	1 °C
Number at each	2 °C
Scale error, maximum	0,3 °C
Expansion chamber permits heating to	180 °C
Total length	395 ± 5 mm
Stem diameter	6,0 mm to 8,0 mm
Bulb length	15 mm to 20 mm
Bulb diameter	not greater than stem
Distance from bottom of bulb to 98 °C	125 mm to 145 mm
Distance of contraction chamber to top, maximum	35 mm

NOTE Digital thermometers with the same or better resolution and complying with the specifications given in Table A.1 can be used.

Annex B

(informative)

Method for evaluating the oxidation stability of inhibited insulating liquids in the delivery state by measurement of the induction period with oxygen

B.1 Outline of the method

This method describes a test for evaluating the oxidation stability of inhibited mineral insulating oils by measurement of the induction period with oxygen. Sufficient information on oxidation stability of other insulating liquids using the induction period has not been established.

The method is only intended for testing the continuity of oil supplies. The results do not necessarily provide information on the performance in service. The oil sample is maintained at 120 °C in the presence of a solid copper catalyst whilst bubbling through a constant flow of oxygen.

The degree of oxidation stability is estimated by the time taken by the oil to develop a determined amount of volatile acidity. Additional criteria such as soluble and volatile acidities, sludge and dielectric dissipation factor may also be determined after a specified duration.

B.2 Reagents and test conditions

See 4.2 to 4.6.

After being filtered (see 4.5) the oil is oxidized under the following experimental conditions:

- mass of oil: 25 g $\pm$ 0,1 g
- oxidant gas: oxygen, obtained from liquid air, 99,4 % minimum purity
- gas flow-rate: 1 l/h $\pm$ 0,1 l/h
- temperature: 120 °C $\pm$ 0,5 °C
- test duration: not defined
- catalyst: appropriate length of copper wire to give a surface area of 28,6 cm² $\pm$ 0,3 cm² (see 4.5).

Volatile oxidation products are absorbed in an aqueous alkali solution containing phenolphthalein.

B.3 Procedure

B.3.1 General

The test shall be run in duplicate.

B.3.2 Preparation of the test

Adjust the heating bath to maintain the oil in all oxidation tubes at the required temperature of 120 °C $\pm$ 0,5 °C (thermometer complying with the requirements of Annex A).

Weigh 25 g $\pm$ 0,1 g of oil into the oxidation tube and insert the catalyst coil previously prepared as described in 4.5. Insert the Drechsel head and place the tube into the heater

using a rubber O-ring if necessary to close the gap between the tube and the thermal insulated top.

Pour into the absorption tube 25 ml of an alkaline solution prepared by diluting 50 ml of the 0,1 mol/l alcoholic KOH solution to one litre with distilled water. Add a few drops of phenolphthalein indicator solution. Insert the Drechsel head and connect to the oxidation tube (see Figure 4). Adjust the oxygen flow to deliver $1,0 \text{ l/h} \pm 0,1 \text{ l/h}$ measured by means of a suitable device connected to the outlet end of the absorption tube (see Figure 5).

For optional determinations on the oxidized oil (see B.3.5) weigh in each $25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ of insulating liquid into three oxidation tubes and insert the catalyst coil previously prepared as described in 4.5. At least three oxidation tubes are required to be able to measure the DDF (minimum two tubes) and sludge/oil acid number (one tube).

B.3.3 Oxidation

- Oxidize the oil while maintaining its temperature at $120 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ and an oxygen flow-rate of $1,0 \text{ l/h} \pm 0,1 \text{ l/h}$.
- 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, if no discolouration occurs.

If required, determine after a specified duration, additional characteristics (sludge, soluble and volatile acidities, dielectric dissipation factor) of the oxidized oil according to 4.8.

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.

B.3.4 Determination of the induction period with oxygen

For the purpose of this method, the induction period with oxygen is arbitrarily set as the time taken for the insulating liquid to develop a volatile acidity corresponding to $0,28 \text{ mg KOH/g}$ oil in the case of mineral oils. In the case of ester insulating liquids higher acidity values may be applicable and shall be defined.

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

NOTE 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, the modification of the absorption tubes would be applicable.

B.3.5 Determinations on the oxidized oil (optional)

B.3.5.1 Sludge

See 4.8.1.

B.3.5.2 Soluble acidity (SA)

See 4.8.2.

B.3.5.3 Volatile acidity (VA)

Titrate the solution in the absorption tube with a $0,05 \text{ mol/l}$ alcoholic potassium hydroxide standard solution and calculate as in 4.8.3.

Add 0,28 mg KOH/g to the result obtained if the test is performed after the induction period is over to obtain the volatile acidity formed during the total test period.

B.3.5.4 Total acidity (TA)

See 4.8.4.

B.3.5.5 Dielectric dissipation factor

See 4.8.5.

B.3.5.6 Oxidation rate with oxygen

It will sometimes be useful to obtain the oil oxidation rate over the entire test period (see 4.8.6). In this case, pure water (25 ml) is used as the absorbing agent instead of the alkali solution.

B.4 Report

The report shall include the following:

- IEC 61125, method defined in Annex B;
- the average of two determinations as the induction period with oxygen;
- optional:
 - soluble acidity (SA), to the nearest 0,01 mg KOH/g;
 - volatile acidity (VA), to the nearest 0,01 mg KOH/g;
 - total acidity (TA), to the nearest 0,01 mg KOH/g;
 - sludge, to the nearest 0,01 % by mass;
 - dielectric dissipation factor, to the nearest 0,001.

B.5 Precision

B.5.1 General

The following criteria should be used for judging the acceptability of results.

B.5.2 Relative repeatability (*r*) (95 % confidence)

Duplicate results by the same operator should be considered suspect if they differ by more than the amount mentioned in Table B.1.

B.5.3 Relative reproducibility (*R*) (95 % confidence)

The results submitted by each of two laboratories should be considered suspect if the two results differ by more than the amount mentioned in Table B.1.

Table B.1 – Precision data for induction time with oxygen for the oxidation test for mineral oil according to Annex B

Induction period with oxygen > 100 h	
<i>r</i> (%)	<i>R</i> (%)
10	40

Annex C

(informative)

Method for evaluation of thermo-oxidative behaviour of unused ester insulating liquids

C.1 Outline of the method

This method is intended to simulate the thermo-oxidative behaviour of unused ester insulating liquids in closed-type electrical equipment and high temperature applications (headspace air at 150 °C for 164 h).

C.2 Equipment

C.2.1 Heating arrangement

- Oven able to maintain a temperature of 150 °C ± 2 °C.

C.2.2 Test vessels

- Glass headspace vial, 50 ml.
- Headspace caps with a 20 mm silicone/PTFE (polytetrafluoroethylene) septum.
- Graduated measuring cylinder 50 ml, class A according to ASTM E287.
- Crimping tool.

C.2.3 Reagents

- Copper strip with a surface of approximately 11 cm², e.g. length 67 mm, width 7,5 mm and thickness 0,5 mm.
- Silicon carbide powder for polishing the strip.
- Air free of hydrocarbons (see 4.3.5).

C.3 Test procedure

C.3.1 Sample conditioning and preparation

Pretreatment: leave the liquid exposed to dry air (desiccator or similar equipment) in an open beaker 24 h in the dark and measure the water content afterwards. It should not exceed 200 mg/kg). If the moisture content exceeds 200 mg/kg do not test this sample, since hydrolysis can lead to false results. Check the functionality of the drying equipment and repeat the pretreatment procedure.

37,5 ml pretreated insulating liquid is poured in a 50 ml vial. This assumes a ratio fluid:air 3:1. The copper strip is polished from both sides with silicon carbide powder to ensure the same starting conditions. The strip is bent into two and put in the vial and lent against the vial wall. The vial is closed with a silicone/PTFE septum crimp cap (see Figure C.1).



Figure C.1 – Headspace vial with copper catalyst

C.3.2 Ageing procedure

The ageing takes place for 164 h at 150 °C in an oven, guaranteeing a temperature tolerance of ± 2 °C. Add half an hour to the overall ageing time in case you place the vessels in a non-preheated oven.

It is recommended to set four vials of insulating liquid in order to have enough liquid for all tests. For a repeated determination eight vials (300 ml of liquid) will be needed.

C.4 Determination of the oxidized insulating liquid

C.4.1 Soluble acidity

According to IEC 62021-3 directly from the oxidized oil.

C.4.2 Dielectric dissipation factor (DDF) at 90 °C

See 4.8.5 (three vials necessary).

C.4.3 Appearance

After accomplishing the procedure, store the vial for 24 h in a dark place and evaluate the turbidity against a light source according to IEC 60422:2013, 5.2. The evaluation is visual with result yes or no for turbidity.

C.4.4 Kinematic viscosity

According to ISO 3104.

C.5 Report

The report shall include the following:

- IEC 61125, thermo-oxidative method defined in Annex C;
 - soluble acidity (SA);
 - dielectric dissipation factor at 90 °C.
- optional:
 - appearance – turbid or not;

- kinematic viscosity.

C.6 Precision

The limit values after the oxidation stability test for esters in the current standards IEC 61099 and IEC 62770 are valid for the headspace vial method. Sludge is not meaningful in the case of esters.

A round robin test among 11 laboratories produced the following results (Table C.1).

Table C.1 – Precision data for headspace procedure according to Annex C

Parameter	<i>r</i> (%)	<i>R</i> (%)
Soluble acidity	12	31
DDF at 90 °C	26	99

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61125:2018

Bibliography

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

IEC 60296, *Fluids for electrotechnical applications – Unused mineral insulating oils for transformers and switchgear*

IEC 60666, *Detection and determination of specified additives in mineral insulating oils*

IEC 61099, *Insulating liquids – Specifications for unused synthetic organic esters for electrical purposes*

IEC 62021-1, *Insulating liquids – Determination of acidity – Part 1: Automatic potentiometric titration*

IEC TR 62036, *Mineral insulating oils – Oxidation stability test method based on differential scanning calorimetry (DSC)*

IEC 62770, *Fluids for electrotechnical applications – Unused natural esters for transformers and similar electrical equipment*

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61125:2018

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	31
1 Domaine d'application	33
2 Références normatives	33
3 Termes et définitions	34
4 Appareillage	35
4.1 Principe général de la méthode	35
4.2 Matériel	35
4.2.1 Dispositif de chauffage	35
4.2.2 Récipients d'essai	36
4.2.3 Tubes d'absorption	36
4.2.4 Creusets filtrants	37
4.2.5 Récipients en porcelaine	37
4.2.6 Débitmètre	37
4.2.7 Chronomètre	37
4.2.8 Alimentation en gaz	37
4.2.9 Balance de précision	38
4.2.10 Burette	38
4.2.11 Pipette jaugée	38
4.2.12 Fiole jaugée	38
4.2.13 Éprouvette graduée	38
4.2.14 Thermomètre	38
4.2.15 Récipients de type Erlenmeyer	38
4.3 Réactifs	38
4.3.1 Heptane normal	38
4.3.2 Indicateur au bleu alcalin 6B – conformément à l'IEC 62021-2	38
4.3.3 Indicateur à la phénolphtaléine	38
4.3.4 Hydroxyde de potassium – conformément à l'IEC 62021-2	38
4.3.5 Gaz oxydant	38
4.3.6 Acétone	39
4.4 Nettoyage des récipients d'essai	39
4.5 Catalyseur	39
4.6 Conditionnement de l'échantillon d'isolant liquide	39
4.7 Préparation de l'essai	39
4.8 Mesures réalisées sur l'isolant liquide oxydé	40
4.8.1 Formation de boues	40
4.8.2 Acidité soluble (AS)	40
4.8.3 Acidité volatile (AV)	41
4.8.4 Acidité totale (AT)	41
4.8.5 Facteur de dissipation diélectrique (FDD)	41
4.8.6 Vitesse d'oxydation sous air	42
4.8.7 Période d'induction sous air (PI sous air) (facultatif)	42
4.9 Rapport	42
4.10 Fidélité	42
4.10.1 Généralités	42
4.10.2 Répétabilité (<i>r</i>) (limite de confiance à 95 %)	42
4.10.3 Reproductibilité (<i>R</i>) (limite de confiance à 95 %)	42

Annexe A (normative) Spécifications du thermomètre	46
Annexe B (informative) Méthode d'évaluation de la stabilité à l'oxydation des isolants liquides inhibés tels que livrés par mesurage de la période d'induction	47
B.1 Présentation de la méthode	47
B.2 Réactifs et conditions d'essai	47
B.3 Mode opératoire	47
B.3.1 Généralités	47
B.3.2 Préparation de l'essai	47
B.3.3 Oxydation	48
B.3.4 Détermination de la période d'induction sous oxygène	48
B.3.5 Mesures réalisées sur l'huile oxydée (facultatif)	48
B.4 Rapport	49
B.5 Fidélité	49
B.5.1 Généralités	49
B.5.2 Répétabilité relative (r) (limite de confiance à 95 %)	49
B.5.3 Reproductibilité relative (R) (limite de confiance à 95 %)	49
Annexe C (informative) Méthode d'évaluation de la stabilité à l'oxydation thermique des esters isolants neufs	51
C.1 Présentation de la méthode	51
C.2 Appareillage	51
C.2.1 Dispositif de chauffage	51
C.2.2 Récipients d'essai	51
C.2.3 Réactifs	51
C.3 Mode opératoire	51
C.3.1 Conditionnement et préparation de l'échantillon	51
C.3.2 Mode opératoire de vieillissement	52
C.4 Mesures réalisées sur l'isolant liquide oxydé	52
C.4.1 Acidité soluble	52
C.4.2 Facteur de dissipation diélectrique (FDD) à 90 °C	52
C.4.3 Aspect	52
C.4.4 Viscosité cinématique	52
C.5 Rapport	52
C.6 Fidélité	53
Bibliographie	54
Figure 1 – Exemple de bloc chauffant à 8 trous (4 x 2) en aluminium	43
Figure 2 – Bloc en alliage d'aluminium pour la mesure de la température	43
Figure 3 – Position du tube dans le bain d'huile	44
Figure 4 – Tube d'oxydation ou tube d'absorption	44
Figure 5 – Assemblage des tubes d'oxydation et d'absorption	45
Figure C.1 – Flacon avec espace de tête avec catalyseur de cuivre	52
Tableau 1 – Répétabilité et reproductibilité de l'essai de stabilité à l'oxydation de l'huile minérale non inhibée telle que livrée pendant une durée de 164 h à 120 °C	42
Tableau A.1 – Spécifications du thermomètre	46
Tableau B.1 – Données de fidélité relatives au temps d'induction sous oxygène propre à l'essai d'oxydation de l'huile minérale selon l'Annexe B	50

Tableau C.1 – Données de fidélité relatives au mode opératoire avec espace de tête selon l'Annexe C.....	53
---	----

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61125:2018

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**ISOLANTS LIQUIDES – MÉTHODES D'ESSAI DE LA STABILITÉ
A L'OXYDATION****Méthode d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation des isolants
liquides tels que livrés****AVANT-PROPOS**

- 1) La Commission Électrotechnique 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 61125 a été établie par le comité d'études 10 de l'IEC: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 1992 et l'Amendement 1: 2004. Cette édition constitue une révision technique.

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

- a) modification du titre afin d'inclure les isolants liquides différents des huiles minérales isolantes (hydrocarbures);
- b) application de la méthode aux isolants liquides tels que livrés;

- c) l'ancienne méthode C est dorénavant la méthode normative principale;
- d) actualisation des données de fidélité de la méthode normative principale concernant le facteur de dissipation;
- e) suppression de l'ancienne méthode A;
- f) transfert de l'ancienne méthode B dans l'Annexe B;
- g) une nouvelle méthode d'évaluation de la stabilité à l'oxydation thermique des esters est proposée dans l'Annexe C.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/1047/FDIS	10/1052/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 à la publication recherchée. 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.

ISOLANTS LIQUIDES – MÉTHODES D'ESSAI DE LA STABILITÉ A L'OXYDATION

Méthode d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation des isolants liquides tels que livrés

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai permettant d'évaluer dans des conditions accélérées la stabilité à l'oxydation des isolants liquides tels que livrés, que des additifs antioxydants soient présents ou non. La durée de l'essai peut différer selon les types d'isolants liquides, et elle est définie dans les normes correspondantes (par exemple, dans l'IEC 60296, l'IEC 61099, l'IEC 62770). La méthode peut être utilisée pour mesurer la période d'induction, l'essai se poursuivant jusqu'à ce que l'acidité volatile dépasse significativement 0,10 mg KOH/g dans le cas des huiles minérales. Cette valeur peut être nettement plus élevée dans le cas des esters liquides.

L'échantillon d'isolant liquide, dans lequel barbote un flux d'air à un débit constant, est maintenu à 120 °C en présence d'un catalyseur de cuivre métallique. Les mesurages de l'acidité volatile, de l'acidité soluble, des boues et du facteur de dissipation diélectrique, ou le temps nécessaire pour obtenir une quantité d'acides volatils donnée (période d'induction sous air) permettent d'évaluer le degré de stabilité à l'oxydation.

L'Annexe B, informative, décrit une méthode d'essai qui permet, par mesurage de la période d'induction sous oxygène, d'évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes inhibées telles que livrées. La méthode est destinée uniquement à des fins de contrôle qualité. Les résultats obtenus ne fournissent pas nécessairement d'informations sur leurs performances en fonctionnement. L'échantillon d'huile dans lequel barbote un flux d'oxygène à débit constant est maintenu à 120 °C en présence d'un catalyseur de cuivre métallique. Le degré de stabilité à l'oxydation est évalué en fonction du temps nécessaire pour que l'huile atteigne une quantité déterminée d'acides volatils (période d'induction sous oxygène). D'autres critères tels que les acidités solubles et volatiles, les boues et le facteur de dissipation diélectrique peuvent également être déterminés après une durée spécifiée.

L'Annexe C, informative, décrit une méthode d'essai destinée à évaluer la stabilité à l'oxydation thermique des esters isolants liquides neufs (flacon étanche avec matelas d'air à 150 °C pendant 164 h).

Des méthodes d'essai complémentaires, par exemple celles basées sur l'analyse calorimétrique différentielle par balayage décrites dans l'IEC TR 62036, peuvent également être utilisées comme test de dépistage, mais elles ne font toutefois pas partie du domaine d'application du présent document.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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 60247, *Liquides isolants – Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$) et de la résistivité en courant continu*

IEC 62021-2, *Liquides isolants – Détermination de l'acidité – Partie 2: Titrage colorimétrique*

IEC 62021-3, *Liquides isolants – Détermination de l'acidité – Partie 3: Méthodes d'essai pour les huiles non minérales isolantes*

IEC 60422:2013, *Huiles minérales isolantes dans les matériels électriques – Lignes directrices pour la maintenance et la surveillance*

ISO 383, *Verrerie de laboratoire – Assemblages coniques rodés interchangeables*

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire – Échelle de porosité – Classification et désignation*

ISO 6344-1, *Abrasifs appliqués – Granulométrie – Partie 1: Contrôle de la distribution granulométrique*

ISO 3104, *Produits pétroliers – Liquides opaques et transparents – Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique*

ASTM E287, *Standard specification for laboratory glass graduated burets* (disponible en anglais seulement)

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions 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

isolant liquide neuf

isolant liquide qui n'a ni été utilisé dans des matériels électriques, ni mis à leur contact, ou au contact de tout autre appareil non nécessaire à sa fabrication, son stockage ou son transport

Note 1 à l'article: Voir également l'IEC 60296, l'IEC 61099 et l'IEC 62770.

3.2

isolant liquide recyclé

isolant liquide précédemment utilisé dans des matériels électriques et qui a fait l'objet d'un reraffinage ou d'une régénération hors site

Note 1 à l'article: Tout mélange d'huiles neuves et recyclées doit être considéré comme recyclé.

3.3

stabilité à l'oxydation

aptitude d'un isolant liquide à résister à l'oxydation sous contrainte thermique et en présence d'oxygène et d'un catalyseur de cuivre

Note 1 à l'article: La stabilité à l'oxydation fournit des informations générales sur la stabilité de l'isolant liquide dans des conditions de fonctionnement avec des matériels électriques. La propriété est définie comme la résistance à la formation de composés acides, de boues et de composés qui influencent le facteur de dissipation diélectrique (FDD) dans des conditions données. Les durées d'essai applicables aux isolants liquides sont décrites dans les normes correspondantes.

3.4

période d'induction sous air

représentation graphique de la vitesse d'oxydation sur toute la période qui peut être obtenue par un titrage quotidien de l'acidité volatile (ou à un autre intervalle de temps approprié) et le traçage des résultats cumulés en fonction du temps

Note 1 à l'article: La période d'induction sous air est déterminée par le relevé du temps correspondant à 0,10 mg KOH/g d'acidité volatile dans le cas de l'huile minérale. Il est nécessaire d'établir une valeur plus élevée dans le cas des esters liquides.

3.5

acidité volatile

mesurage de la quantité de produits d'oxydation recueillis dans la phase aqueuse du tube d'absorption

3.6

acidité soluble

acidité (valeur de neutralisation) d'une huile constituant une mesure des produits de dégradation acides dans l'isolant liquide

Note 1 à l'article: L'acidité d'une huile oxydée est due à la formation de produits d'oxydation acides. Les acides et d'autres produits d'oxydation, associés à l'eau et à des contaminants solides, affectent les propriétés diélectriques et autres propriétés de l'huile. Les acides influent sur la dégradation des matériaux celluloseux et peuvent également être à l'origine de la corrosion des parties métalliques d'un transformateur.

3.7

acidité totale

somme de l'acidité volatile et de l'acidité soluble

3.8

boues

produit polymérisé de la dégradation de matériaux isolants, solides et liquides

Note 1 à l'article: Les boues sont solubles dans l'huile jusqu'à une certaine limite, selon les caractéristiques de solubilité de l'huile et la température.

3.9

facteur de dissipation diélectrique

FDD

mesure des pertes diélectriques dans l'huile

Note 1 à l'article: Des valeurs FDD élevées peuvent indiquer une contamination de l'huile par des contaminants polaires ou une mauvaise qualité de raffinage.

Note 2 à l'article: Le FDD doit être mesuré à une température de 90 °C, conformément à l'IEC 60247.

4 Appareillage

4.1 Principe général de la méthode

L'échantillon de liquide à soumettre à l'essai, dans lequel barbote un flux d'air, est maintenu à 120 °C pendant une période donnée en présence de cuivre métallique. La résistance à l'oxydation est déduite de la quantité totale de boues, de l'acidité totale et du facteur de dissipation diélectrique mesurés, ou du temps nécessaire pour obtenir une quantité d'acides volatils donnée (période d'induction sous air).

4.2 Matériel

4.2.1 Dispositif de chauffage

Un contrôle strict de la température est particulièrement important pour pouvoir obtenir des mesures exactes de stabilité à l'oxydation. Un bloc chauffant en alliage d'aluminium ou un

bain d'huile, contrôlés par thermostat, peuvent être utilisés pour maintenir le nombre souhaité de tubes d'essai d'oxydation contenant l'isolant liquide à la température exigée de $120\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ (voir les Figure 1 et Figure 3 en exemples). Cette température doit être lue sur un thermomètre (voir l'Annexe A) placé dans un tube d'oxydation à moins de 5 mm du fond; ce tube d'oxydation doit être rempli d'isolant liquide jusqu'à la ligne d'immersion du thermomètre, puis placé dans le dispositif de chauffage.

La température de la paroi extérieure du capot d'isolation thermique doit être maintenue à $60\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Cette température est mesurée à l'aide d'un thermomètre placé dans la cavité d'un bloc en aluminium (voir la Figure 2). Les surfaces de ce bloc autres que celle en contact avec la paroi extérieure du dispositif de chauffage sont protégées par une isolation thermique appropriée d'une épaisseur nominale de 4 mm. Les caractéristiques thermiques de cette isolation doivent être telles qu'elles permettent d'atteindre les températures spécifiées. Il convient de placer ce bloc aussi près que possible des trous et à l'intérieur de l'aire du capot supérieur recouvrant le dispositif de chauffage.

En utilisant un bloc chauffant en aluminium, les tubes d'oxydation sont insérés dans les trous à une profondeur hors tout de 150 mm. La profondeur des trous dans la partie chauffante du bloc doit être au moins de 125 mm et de petits colliers en alliage d'aluminium, traversant le couvercle isolant et entourant chaque tube d'oxydation, assurent le chauffage du tube sur une hauteur de 150 mm.

Dans le cas des bains d'huile, les tubes d'oxydation doivent être immergés dans l'huile à une profondeur de 137 mm. La profondeur hors tout dans le bain est de 150 mm (voir la Figure 3).

Pour les deux types de dispositifs de chauffage, la hauteur des tubes d'oxydation au-dessus de la paroi extérieure doit être de 60 mm et le diamètre des trous doit permettre simplement l'introduction des tubes spécifiés. Un joint torique d'un diamètre intérieur de 25 mm peut, en cas de jeu, être placé autour du tube et appuyé contre le capot d'isolation thermique ou introduit dans l'espace annulaire existant entre le tube et le capot. Il convient que le dispositif de chauffage comporte des supports destinés à maintenir les tubes d'absorption.

Le dispositif de chauffage doit être utilisé à l'abri de la lumière du jour et des courants d'air.

NOTE Lorsque des bains d'huile sont utilisés, il peut être prudent, pour des raisons de sécurité, de les placer sous une hotte.

4.2.2 Récipients d'essai

Tubes à essai en verre neutre ou borosilicaté présentant un col rodé 24/29 (voir l'ISO 383), ayant les dimensions suivantes en mm:

- longueur totale 210 ± 2
- diamètre extérieur $26 \pm 0,5$
- épaisseur de paroi $1,4 \pm 0,2$
- hauteur de la tête 28 ± 2
- tube d'arrivée d'air:
 - diamètre extérieur $5,0 \pm 0,4$
 - épaisseur de paroi $0,8 \pm 0,1$

Le tube à essai est équipé d'une tête de type Drechsel à laquelle est fixé le tube d'arrivée d'air qui se prolonge à moins de $2,5\text{ mm} \pm 0,5\text{ mm}$ du fond du tube à essai et dont l'extrémité est taillée en biseau suivant un angle de 60° par rapport à l'axe horizontal (voir la Figure 4).

4.2.3 Tubes d'absorption

Ces tubes sont identiques aux récipients d'essai et la distance entre les axes des deux tubes doit être de $150\text{ mm} \pm 50\text{ mm}$ (voir la Figure 4 et la Figure 5). Il convient que les connexions

entre les tubes d'essai et les tubes d'absorption soient aussi courtes que possible. Il s'agit de tubes en verre raccordés aux tubes par des manchons courts et flexibles. Des manchons en caoutchouc de silicone sont appropriés à cet usage. La surface exposée du caoutchouc de silicone doit toutefois être réduite le plus possible afin d'éviter que le matériau n'absorbe les acides. Les tubes d'absorption sont montés à l'extérieur du dispositif de chauffage.

4.2.4 Creusets filtrants

Creusets du type Gooch avec plaque en verre fritté de porosité 4 et d'échelle de désignation P 16 conformément à l'ISO 4793 et d'une capacité de 35 ml par exemple.

NOTE En variante, des membranes filtrantes en polymère peuvent être utilisées sous réserve qu'elles soient compatibles avec l'isolant liquide et les solvants. Des membranes appropriées se composent d'un mélange d'esters cellulose (nitrate de cellulose + acétate de cellulose) présentant les caractéristiques suivantes:

porosité: 8 µm;

épaisseur: 150 µm;

température d'utilisation: 120 °C en stérilisateur et 75 °C en filtration continue.

La filtration est améliorée en imprégnant la membrane avec un agent mouillant approprié (par exemple: éthoxylate d'octyle).

4.2.5 Récipients en porcelaine

Creusets en porcelaine ayant une capacité de 50 ml.

NOTE En variante, des nacelles en feuille d'aluminium de même capacité peuvent être utilisées.

4.2.6 Débitmètre

Un débitmètre à bulles de savon, un débitmètre à tube capillaire étalonné ou un dispositif électronique peuvent être utilisés pour la mesure du débit de gaz.

4.2.7 Chronomètre

Pour la mesure du débit de gaz à l'aide d'un débitmètre à bulles de savon. Subdivisions de la graduation: 0,2 s.

4.2.8 Alimentation en gaz

Le contrôle et le maintien d'un débit de gaz constant, ainsi que l'utilisation systématique d'un gaz de haute qualité, sont particulièrement importants pour l'exactitude des résultats obtenus. Pour ce faire, appliquer le mode opératoire suivant: le gaz (oxygène ou air selon la méthode) provenant d'une bouteille ou d'une canalisation de gaz comprimé, est séché par passage dans un flacon laveur contenant de l'acide sulfurique concentré, puis dans une tour de séchage remplie de couches alternées de laine de verre et de chaux sodée.

En variante, des tubes de séchage ou un purificateur de gaz du commerce peuvent être utilisés.

Le gaz sec est introduit dans le tube d'oxydation au moyen d'un système de régulation qui doit être adapté au débit de gaz spécifié. Ce système peut consister en une tubulure, reliée au dispositif de purification de gaz, et percée d'un certain nombre d'orifices, équipé chacun d'une vanne à pointeau de réglage fin alimentant en gaz un unique tube d'oxydation.

La mesure du débit de gaz peut être effectuée aisément à l'aide d'un débitmètre (voir 4.2.6). Dans ce cas, il convient que la différence de niveau du liquide entre les deux branches du débitmètre soit suffisamment grande pour s'assurer d'une sensibilité de mesure appropriée sur l'ensemble des débits de gaz.

Tout système reconnu d'une efficacité supérieure ou égale peut être utilisé.

NOTE Un détendeur à double détente, ainsi qu'un récipient de compensation de pression, peuvent être utiles pour ajuster la pression du gaz avec l'exactitude exigée.

4.2.9 Balance de précision

Précision de lecture 0,1 mg.

4.2.10 Burette

Volume de 10 ml avec des graduations de 0,01 ml de classe A selon l'ASTM E287.

4.2.11 Pipette jaugée

Volume de 25 ml de classe A selon l'ASTM E287.

4.2.12 Fiole jaugée

Volume de 500 ml de classe A selon l'ASTM E287.

4.2.13 Éprouvette graduée

Volume de 100 ml de classe A selon l'ASTM E287.

4.2.14 Thermomètre

Thermomètre conforme aux exigences indiquées dans l'Annexe A.

4.2.15 Fiole de type Erlenmeyer

Fiole de type Erlenmeyer, d'un volume de 500 ml, à bouchon rodé.

4.3 Réactifs

4.3.1 Heptane normal

Du n-heptane de qualité analytique doit être utilisé.

4.3.2 Indicateur au bleu alcalin 6B – conformément à l'IEC 62021-2

Indicateur connu également sous l'indice chimique 42765.

4.3.3 Indicateur à la phénolphthaléine

1 g de phénolphthaléine dans 100 ml d'éthanol azéotropique (environ 5 % d'eau). En variante, de l'isopropanol contenant 5 % d'eau peut être utilisé.

NOTE La décoloration de la phénolphthaléine est plutôt rapide lorsque celle-ci est exposée à une lumière directe forte. Si une coloration légère est observée, il est suggéré d'ajouter quelques gouttes supplémentaires d'indicateur.

4.3.4 Hydroxyde de potassium – conformément à l'IEC 62021-2

Solution alcoolique à 0,05 mol/l.

4.3.5 Gaz oxydant

Air synthétique ou air issu d'une conduite d'air comprimé, exempt d'hydrocarbures.

4.3.6 Acétone

De l'acétone de qualité analytique doit être utilisée.

4.4 Nettoyage des récipients d'essai

Les tubes à essai et les tubes d'absorption doivent être nettoyés chimiquement. Laver successivement avec de l'acétone, puis de l'eau distillée ou désionisée.

Égoutter et immerger ensuite pendant au minimum 16 h dans de l'acide sulfurique concentré (concentration entre 95 % et 97 %). Égoutter et éliminer complètement l'acide, d'abord à l'eau du robinet, ensuite à l'eau distillée ou désionisée. Sécher les tubes dans une étuve atmosphérique à 105 °C pendant au moins 3 h, puis laisser refroidir jusqu'à la température ambiante, dans un dessiccateur ou une armoire sèche dans lesquels les tubes sont conservés prêts à l'emploi. D'autres méthodes de nettoyage assurant la même propreté peuvent être utilisées.

4.5 Catalyseur

Le cuivre métallique utilisé comme catalyseur d'oxydation est constitué d'un fil de cuivre électrolytique recuit dont le diamètre est compris entre 1 mm et 2 mm (d'une longueur telle que la surface soit de $28,6 \text{ cm}^2 \pm 0,3 \text{ cm}^2$). Une préparation correcte de la surface du cuivre selon le mode opératoire suivant est particulièrement importante pour l'exactitude des résultats obtenus:

- Immédiatement avant usage, la longueur nécessaire de fil de cuivre est polie à l'aide d'une toile abrasive au carbure de silicium de qualité P220 (ISO 6344-1). Toutes les traces d'abrasif sont éliminées à l'aide d'un papier filtre qui ne peluche pas, puis d'un chiffon sec non pelucheux.
- Enrouler le fil en une spirale, approximativement, d'un diamètre extérieur de 2 cm et d'une longueur de 5 cm.
- La spirale est soigneusement nettoyée en la trempant dans de l'heptane normal, puis séchée à l'air et immédiatement introduite dans le récipient d'essai.

La spirale ainsi préparée doit être manipulée uniquement à l'aide de pinces afin d'éviter toute souillure. Le fil de cuivre ne doit pas être réutilisé.

4.6 Conditionnement de l'échantillon d'isolant liquide

Le liquide à soumettre à l'essai doit être filtré au moyen d'un filtre en verre fritté (échelle de porosité 4 et de désignation P16 conformément à l'ISO 4793) préalablement séché (1 h à 105 °C) ou sur des membranes filtrantes de 8 µm afin d'éliminer toutes traces de sédiments, de fibres et d'eau en excès. Il convient d'éliminer les 25 premiers millilitres du filtrat.

4.7 Préparation de l'essai

Régler le dispositif de chauffage afin de maintenir l'isolant liquide dans tous les tubes d'oxydation à la température exigée de $120 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$ (thermomètre conforme aux exigences indiquées dans l'Annexe A).

Peser $25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'isolant liquide dans chacun des trois tubes d'oxydation et insérer la spirale de catalyseur préparée précédemment comme décrit en 4.5. Au moins trois tubes d'oxydation sont nécessaires pour pouvoir mesurer le FDD (deux tubes minimum) et l'indice d'acide des boues/huiles (un tube). Insérer la tête de type Drechsel et placer le tube dans le dispositif de chauffage en utilisant si nécessaire un joint torique en caoutchouc pour obstruer l'espace entre le tube et le capot d'isolation thermique.

Verser 25 ml d'eau distillée dans un tube d'absorption. Insérer la tête de type Drechsel et la raccorder au tube d'oxydation correspondant (voir la Figure 4).

Régler le débit d'air de manière à faire circuler $0,150 \text{ l/h} \pm 0,015 \text{ l/h}$, vérifié à l'aide du débitmètre (voir 4.2.6) raccordé à la sortie du tube d'absorption (voir la Figure 5).

Oxyder l'isolant liquide tout en maintenant sa température à $120 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$ et un débit d'air de $0,150 \text{ l/h} \pm 0,015 \text{ l/h}$.

Vérifier quotidiennement le débit d'air et la température.

4.8 Mesures réalisées sur l'isolant liquide oxydé

4.8.1 Formation de boues

Les boues doivent être précipitées en suivant rigoureusement le mode opératoire décrit ci-dessous.

L'échantillon de 25 g d'isolant liquide artificiellement vieilli est laissé à refroidir dans l'obscurité pendant 1 h, puis est versé dans une fiole de type Erlenmeyer.

Utiliser, par fractions successives, 300 ml d'heptane normal pour recueillir, par rinçage, l'isolant liquide adhérent au tube à essai, à la spirale de cuivre et au tube d'arrivée de gaz. Ajouter ensuite la totalité du volume de rinçage à l'isolant liquide contenu dans la fiole.

Le mélange est ensuite laissé à reposer dans l'obscurité pendant 24 h, à une température de $20 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$, avant de le filtrer sur un creuset filtrant (ou une membrane filtrante) préalablement séché(e) jusqu'à ce que sa masse soit constante.

Au début de l'opération de filtration, il convient d'appliquer uniquement une faible dépression pour éviter que les boues ne passent à travers le filtre. Il convient de filtrer une seconde fois les filtrats troubles.

Toutes les traces d'isolant liquide doivent être éliminées par des lavages répétés des boues à l'heptane normal. Le volume total d'heptane normal utilisé pour le lavage des boues doit être de 150 ml. Le filtre contenant les boues est séché à 105 °C jusqu'à ce que sa masse soit constante.

Les boues adhérent au catalyseur, au tube à essai et au tube d'arrivée de gaz sont transférées en les dissolvant par de petites quantités d'acétone (30 ml au total) dans un récipient en porcelaine taré (ou dans une nacelle en feuille d'aluminium tarée). Sécher ensuite les boues par évaporation de l'acétone à 105 °C , jusqu'à ce que la masse soit constante. La masse du résidu est ajoutée à celle des boues obtenues par précipitation à l'heptane normal.

Le volume total de boues est exprimé en pourcentage de la masse initiale de l'isolant liquide.

4.8.2 Acidité soluble (AS)

La solution d'heptane obtenue après filtration des boues est recueillie dans une fiole jaugée de 500 ml, complétée jusqu'au repère avec de l'heptane normal. L'indice de neutralisation est mesuré en triple sur des prélèvements de 100 ml de la solution d'heptane de l'isolant liquide.

Cette détermination s'effectue sur ces prélèvements de 100 ml de la solution d'heptane conformément à l'IEC 62021-2.

Calculer (Formule 1) l'acidité soluble (AS), en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme d'isolant liquide (mg KOH/g), comme suit:

$$AS = \frac{M \times 56,1 \times (V_2 - V_1) \times 5}{G} \quad (1)$$

où:

M est la molarité de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium;

V_2 est le volume en ml de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium nécessaire pour le titrage de la solution d'heptane normal d'isolant liquide;

V_1 est le volume en ml de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium nécessaire pour le titrage de 100 ml d'heptane normal à l'aide de la solution indicatrice au bleu alcalin 6B conformément à l'IEC 62021-2;

G est la masse d'isolant liquide, en grammes.

NOTE La méthode potentiométrique de détermination de l'acidité soluble (IEC 62021-1) peut être utilisée en variante s'il est avéré qu'elle produit le même résultat.

4.8.3 Acidité volatile (AV)

L'acidité volatile est la mesure de la quantité de produits d'oxydation recueillis dans le tube d'absorption. Les mesurages sont effectués à la fin de la durée d'essai par neutralisation des acides par titrage à l'aide de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 0,05 mol/l en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur.

Le titrage est déterminé comme suit:

- déconnecter le tube d'absorption;
- titrer l'acidité volatile directement dans le tube d'absorption à l'aide de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 0,05 M, en utilisant quelques gouttes de la solution indicatrice de phénolphthaléine;
- l'acidité volatile (AV) est calculée (Formule 2) en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme d'isolant liquide, comme suit:

$$AV = \frac{M \times 56,1 \times V}{G} \quad (2)$$

où:

M est la molarité de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium;

V est le volume en ml de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium utilisé pour le titrage;

G est la masse d'huile, en grammes.

4.8.4 Acidité totale (AT)

L'acidité totale, en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme d'isolant liquide, est calculée comme la somme de l'acidité volatile et de l'acidité soluble (Formule 3):

$$AT = AS + AV \quad (3)$$

4.8.5 Facteur de dissipation diélectrique (FDD)

Mesurage effectué conformément à l'IEC 60247 et complété par les opérations suivantes.

Préparer l'isolant liquide oxydé séparément comme suit: une fois les tubes à essai retirés du bain d'oxydation, les fermer et les stocker pendant 24 h à température ambiante ($20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$). Au cours de cette période, l'échantillon refroidit et les boues insolubles se déposent au fond des tubes à essai. Décanter l'isolant liquide sans l'agiter dans un tube à essai propre en s'assurant de ne pas entraîner les boues et en veillant à ce qu'elles ne pénètrent pas dans le tube à essai. Seuls 80 % environ de l'isolant liquide doivent être

transférés. Les boues et isolants liquides restants demeurent dans le tube à essai et ne doivent pas servir à déterminer le FDD.

4.8.6 Vitesse d'oxydation sous air

Une représentation graphique de la vitesse d'oxydation sur toute la période peut être obtenue par un titrage quotidien de l'acidité volatile (ou à un autre intervalle de temps approprié) et le traçage des résultats cumulés en fonction du temps.

4.8.7 Période d'induction sous air (PI sous air) (facultatif)

La période d'induction est déterminée par le relevé du temps correspondant à 0,10 mg KOH/g d'acidité volatile dans le cas de l'huile minérale. Des valeurs d'acidité plus élevées peuvent être appliquées et doivent être définies dans le cas des esters isolants liquides.

4.9 Rapport

Le rapport doit inclure les éléments suivants:

- IEC 61125;
- durée d'essai;
- acidité totale (AT), exprimée à 0,01 mg KOH/g près;
- boues, exprimées à 0,01 % près par masse;
- facteur de dissipation diélectrique, exprimé à 0,001 près.

4.10 Fidélité

4.10.1 Généralités

Les valeurs de fidélité suivantes ont été obtenues avec des huiles minérales isolantes non inhibées (voir la Note en 4.10.3) lors d'un essai d'une durée de 164 h.

4.10.2 Répétabilité (r) (limite de confiance à 95 %)

Il convient de considérer les résultats répétés obtenus simultanément par le même opérateur comme douteux si leur différence, exprimée en pourcentage de leur moyenne, est supérieure à la valeur indiquée dans le Tableau 1.

4.10.3 Reproductibilité (R) (limite de confiance à 95 %)

Il convient de considérer les résultats (voir la Note ci-dessous) obtenus par chacun des deux laboratoires comme douteux si leur différence, exprimée en pourcentage de leur moyenne, est supérieure à la valeur indiquée dans le Tableau 1.

Tableau 1 – Répétabilité et reproductibilité de l'essai de stabilité à l'oxydation de l'huile minérale non inhibée telle que livrée pendant une durée de 164 h à 120 °C

Paramètre du liquide oxydé	r (%)	R (%)
Acidité totale	16	52
Boues	24	87
Facteur de dissipation diélectrique à 90 °C	17	52

NOTE La fidélité n'a pas été déterminée pour les huiles minérales isolantes inhibées. Toutefois, la répétabilité et la reproductibilité dépendent toutes deux de la fidélité de la période d'induction et de la pente de la courbe de la vitesse d'oxydation. Une courbe à faible pente donne une fidélité comparable à celle des huiles minérales isolantes non inhibées.

Une forte pente peut donner une fidélité insuffisante si le point d'inflexion de l'huile se produit vers la fin de l'essai. La courbe de la vitesse d'oxydation peut être obtenue par le tracé de l'acidité volatile en fonction du temps, comme dans le cas de la période d'induction.

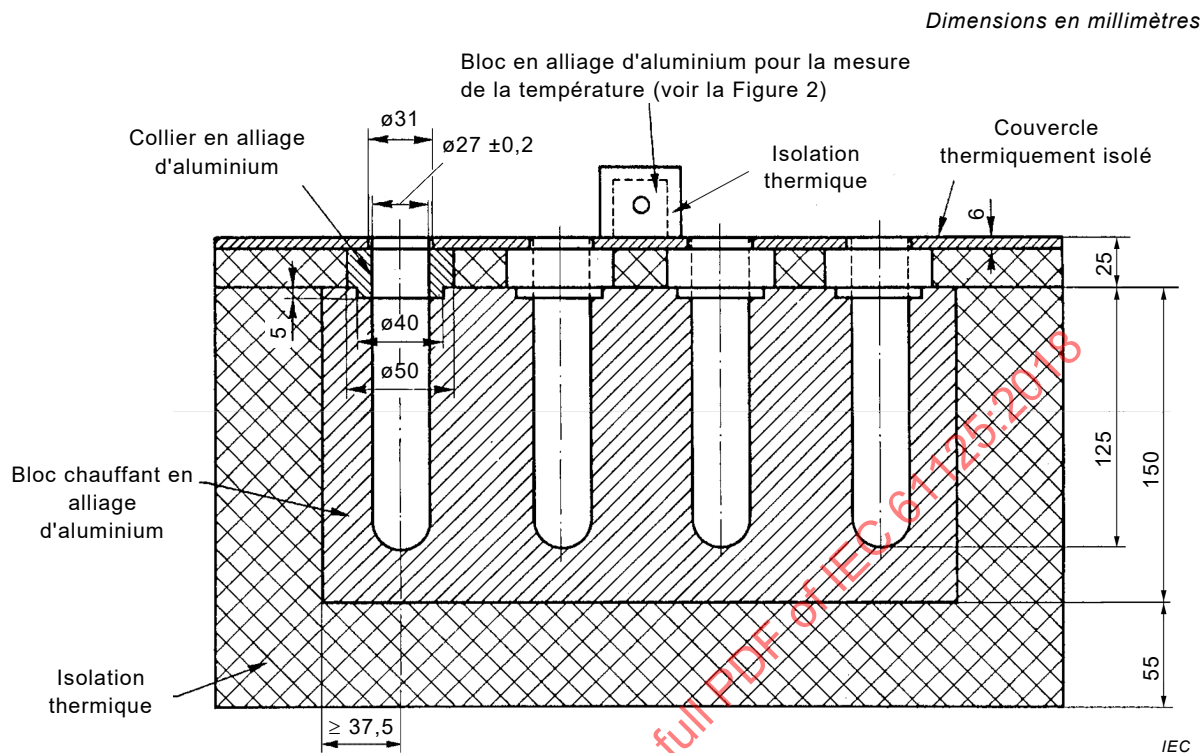


Figure 1 – Exemple de bloc chauffant à 8 trous (4 x 2) en aluminium

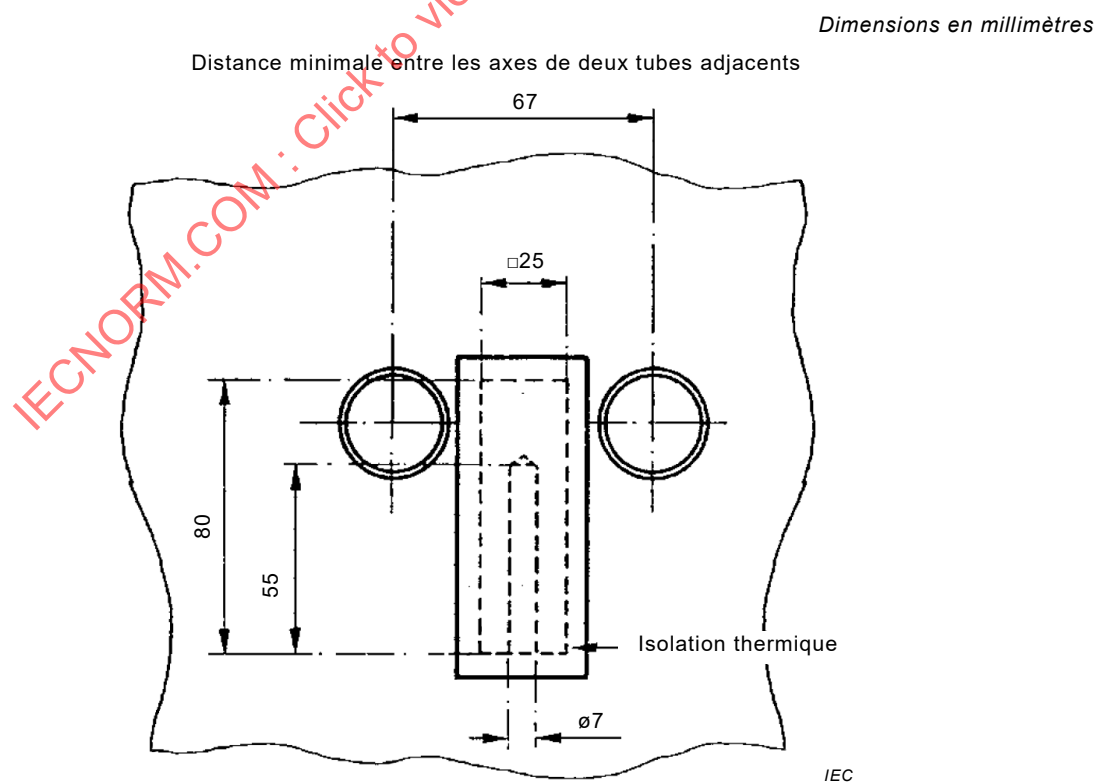


Figure 2 – Bloc en alliage d'aluminium pour la mesure de la température

Dimensions en millimètres

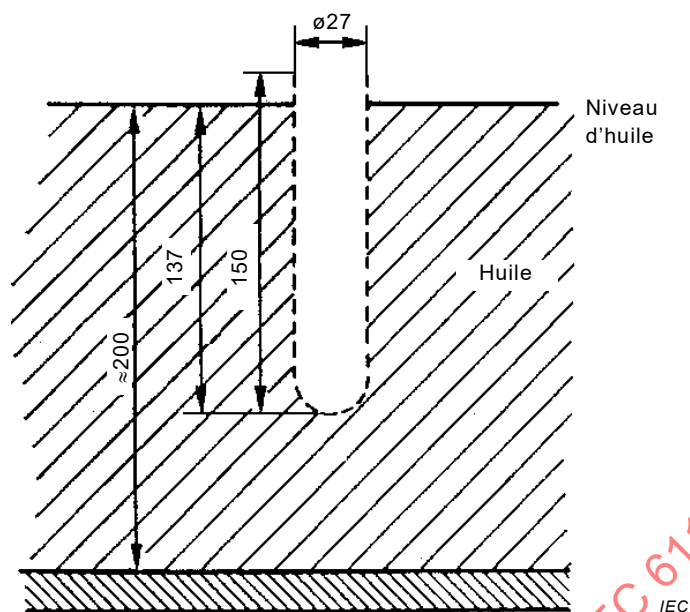


Figure 3 – Position du tube dans le bain d'huile

Dimensions en millimètres

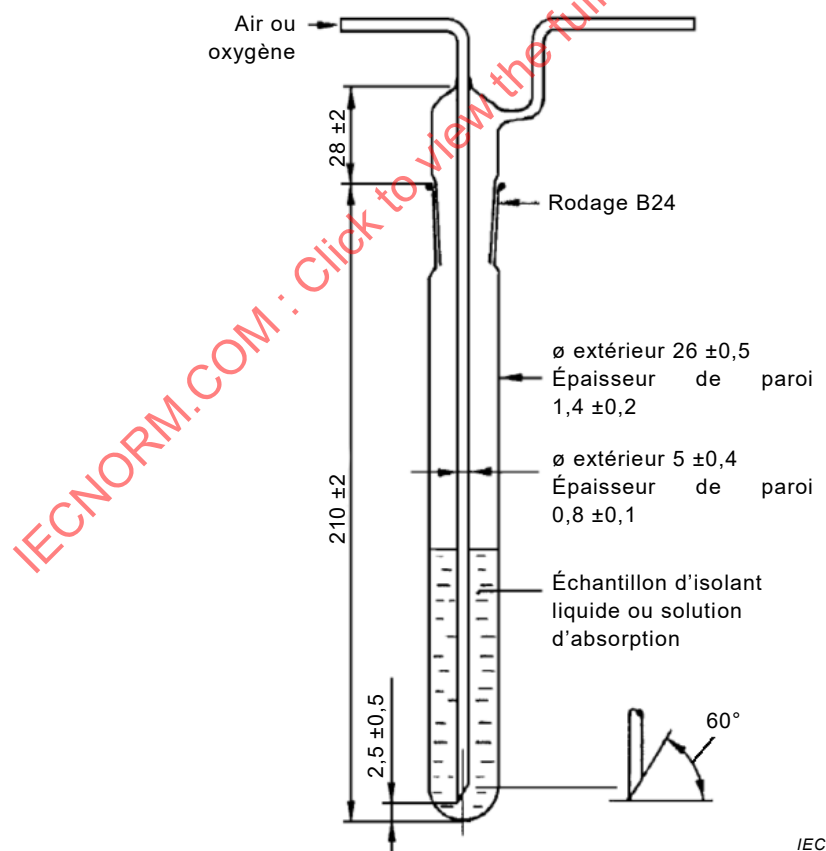


Figure 4 – Tube d'oxydation ou tube d'absorption