

	Neue Isolierflüssigkeiten auf Mineralölbasis Prüfverfahren zur Beurteilung der Oxidationsbeständigkeit (IEC 1125:1992 + Corrigendum 1992) Deutsche Fassung EN 61125:1993	DIN EN 61125
VDE	Diese Norm ist zugleich eine VDE-Bestimmung im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Vorstand beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter nebenstehenden Nummern in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der etz Elektrotechnische Zeitschrift bekanntgegeben worden.	Klassifikation VDE 0380 Teil 4

Diese Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm **IEC 1125**

ICS 29.040.20

Deskriptoren: Isolierflüssigkeit, Mineralölerzeugnis, Elektro-Isoliermittel, Prüfverfahren, Oxidationsbeständigkeit

Unused hydrocarbon-based insulating liquids –
Test methods for evaluating the oxidation stability
(IEC 1125:1992 + corrigendum 1992) –
German version EN 61125:1993

Isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures –
Méthodes d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation
(CEI 1125:1992 + corrigendum 1992) –
Version allemande EN 61125:1993

Die Europäische Norm EN 61125:1993 hat den Status einer Deutschen Norm.

Beginn der Gültigkeit

Diese Norm gilt ab 1. Dezember 1994.

Der Entwurf war veröffentlicht als DIN VDE 0370-10 (VDE 0370 Teil 10): 1992-03.

Fortsetzung Seite 2
und 20 Seiten EN

Deutsche Elektrotechnische Kommission im DIN und VDE (DKE)
Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Nationales Vorwort

Diese Norm enthält die Deutschen Fassungen der EN 61125:1993, in der die Internationale Norm IEC 1125, 1. Ausgabe, 1992-08, „Unused hydrocarbon-based insulating liquids – Test methods for evaluating the oxidation stability“ sowie deren Corrigendum 1992 unverändert übernommen worden sind.

Für die vorliegende Norm ist in Deutschland das nationale Arbeitsgremium K 182 „Flüssigkeiten und Gase für elektrotechnische Anwendung“ der DKE zuständig.

Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Norm gelten die angegebenen Ausgaben.

Europäische Norm	Internationale Norm	Deutsche Norm	Klassifikation im VDE-Vorschriftenwerk
–	IEC 247:1978 ¹⁾	E DIN IEC 247 (VDE 0380 Teil 2):1983-07	VDE 0380 Teil 2
–	ISO 383:1976 ¹⁾	DIN 12242-1:1980-07	–
–	ISO 4793:1980 ¹⁾	kein Zusammenhang bekannt	–
–	ISO/DIS 6344-1 ¹⁾	kein Zusammenhang bekannt	–
1) IEC Publikationen: Zu beziehen durch: vde-verlag gmbh, Bismarckstraße 33, 10625 Berlin ISO-Publikationen: Zu beziehen durch: Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin			

Zum Inhalt des Corrigendums 1992:

Das von IEC 1992 veröffentlichte Corrigendum betrifft nicht den Normtext der EN; es enthält lediglich eine Korrektur zum IEC-Vorwort, das besagt, daß die in IEC 1125 beschriebenen Verfahren A, B und C die entsprechenden Verfahren in IEC 74:1963, IEC 474:1974 und IEC 813:1985 ersetzen und die genannten Normen mit Erscheinen der IEC 1125 ungültig wurden.

Hinweis zum Umgang mit Chemikalien:

Der Umgang mit den in dieser Norm genannten Chemikalien muß mit entsprechender Sorgfalt erfolgen, und es sind in Deutschland bei der Entsorgung die diesbezüglichen Verordnungen zu beachten. Es wird daher in diesem Zusammenhang darauf hingewiesen, daß neben irgendwelchen Empfehlungen in anderen Internationalen Normen die jeweils relevanten national bzw. regional gültigen Rechtsvorschriften zu beachten sind.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise in nationalen Zusätzen

E DIN IEC 247 (VDE 0380 Teil 2)	Isolierflüssigkeiten – Messung der Dielektrizitätszahl, des dielektrischen Verlustfaktors und des spezifischen Widerstandes (bei Gleichstrom) von Isolierflüssigkeit (VDE-Bestimmung)
DIN 12242-1	Laborgeräte aus Glas – Kegelschliffe für austauschbare Verbindungen – Maße, Toleranzen

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

EN 61125

März 1993

DK 621.315.615.620.1

Ersatz für HD 486 S1:1987

Deskriptoren: Elektroisierstoffe, flüssige Elektroisierstoffe, Mineralöle, Kohlenwasserstoffe, Prüfungen, Berechnung, Oxidation, Stabilität

Deutsche Fassung

Neue Isolierflüssigkeiten auf Mineralölbasis

Prüfverfahren zur Beurteilung der Oxidationsbeständigkeit

(IEC 1125:1992 + Corrigendum 1992)

Unused hydrocarbon-based insulating liquids –
Test methods for evaluating the oxidation stability
(IEC 1125:1992 + corrigendum 1992)

Isolants liquides neufs à base
d'hydrocarbures – Méthodes d'essai pour
évaluer la stabilité à l'oxydation
(CEI 1125:1992 + corrigendum 1992)

Diese Europäische Norm wurde von CENELEC am 1993-03-09 angenommen.

Die CENELEC-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CENELEC-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CENELEC-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CENELEC-Mitglieder sind die nationalen elektrotechnischen Komitees von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und dem Vereinigten Königreich.

CENELEC

Europäisches Komitee für Elektrotechnische Normung
European Committee for Electrotechnical Standardization
Comité Européen de Normalisation Electrotechnique

Zentralsekretariat: rue de Stassart 35, B-1050 Brüssel

Vorwort

Der Text des Schriftstücks 10(CO)263, wie ausgearbeitet vom IEC Technical Committee N° 10: Fluids for electro-technical applications, wurde im November 1991 in die IEC-CENELEC-Parallel-Abstimmung gegeben.

Das Referenzdokument wurde von CENELEC am 9. März 1993 als EN 61125 genehmigt.

Diese Europäische Norm ersetzt HD 486 S1:1987.

Nachstehende Daten wurden festgelegt:

- spätestes Datum der Veröffentlichung einer identischen nationalen Norm (dop): 1994-03-01
- spätestes Datum für die Zurückziehung entgegenstehender nationaler Normen (dow): 1994-03-01

Anhänge, die als „normativ“ bezeichnet sind, gehören zum Norminhalt. In dieser Norm sind die Anhänge A, B und ZA normativ.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm IEC 1125:1992 und deren Corrigendum von September 1992 wurde von CENELEC als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Inhalt

	Seite
Hauptabschnitt 1: Allgemeines	
1.1 Anwendungsbereich	3
1.2 Normative Verweisungen	3
1.3 Allgemeine Grundlage der Verfahren	3
1.4 Geräte	3
1.5 Reagenzien	5
1.6 Reinigung der Prüfgefäße	6
1.7 Katalysator	6
1.8 Konditionierung der Flüssigkeitsprobe	6
1.9 Bestimmungen an der oxidierten Isolierflüssigkeit	6
Hauptabschnitt 2: Verfahren A	
2.1 Grundlage des Verfahrens	8
2.2 Prüfbedingungen	8
2.3 Durchführung	8
2.4 Bestimmungen am oxidierten Öl	8
2.5 Prüfbericht	8
2.6 Präzision	9
Hauptabschnitt 3: Verfahren B	
3.1 Grundlage des Verfahrens	9
3.2 Prüfbedingungen	9
3.3 Durchführung	9
3.4 Bestimmungen am oxidierten Öl (wahlweise)	10
3.5 Prüfbericht	11
3.6 Präzision	11
Hauptabschnitt 4: Verfahren C	
4.1 Grundlage des Verfahrens	11
4.2 Prüfbedingungen	11
4.3 Durchführung	12
4.4 Bestimmungen an der oxidierten Isolierflüssigkeit	12
4.5 Prüfbericht	12
4.6 Präzision	12
Anhang A (normativ) Bestimmung des maximalen Porendurchmessers eines Glasfiltertiegels	14
Anhang B (normativ) Anforderungen an die Thermometer	15
Bilder	16 bis 19
Anhang ZA (normativ)	20

Hauptabschnitt 1: Allgemeines

1.1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt drei Prüfverfahren, die die gleiche Apparatur zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von Isolierölen auf Mineralölbasis und von Isolierflüssigkeiten auf Kohlenwasserstoffbasis verwenden. Sie enthält die folgenden vier Hauptabschnitte:

Hauptabschnitt 1 beschreibt die folgenden Punkte, die für alle drei Prüfverfahren gelten:

- die Geräte und die Reagenzien;
- die Reinigung der Glasteile;
- die Vorbereitung des Katalysators und der zu prüfenden Isolierflüssigkeitsprobe;
- die Bestimmungen an den oxidierten Isolierflüssigkeitsproben.

Hauptabschnitt 2 – Verfahren A beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von neuen, nichtinhibierten Isolierölen auf Mineralölbasis unter beschleunigten Bedingungen.

Hauptabschnitt 3 – Verfahren B beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von neuen, inhibierten Isolierölen auf Mineralölbasis unter beschleunigten Bedingungen.

Hauptabschnitt 4 – Verfahren C beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von neuen, nichtinhibierten und inhibierten Isolierflüssigkeiten auf Kohlenwasserstoffbasis unter beschleunigten Bedingungen.

1.2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung, und Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

IEC 247:1978	<i>Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity of insulating liquids</i>
ISO 383:1976	<i>Laboratory glassware – Interchangeable conical ground joints</i>
ISO 4793:1980	<i>Laboratory sintered (fritted) filters – Porosity grading, classification and designation</i>
ISO/DIS 6344-1	<i>Coated abrasives – Grain size analysis – Part 1: Definitions, designation and principles</i>

1.3 Allgemeine Grundlage der Verfahren

Die zu prüfende Flüssigkeitsprobe, durch die Sauerstoff oder Luft strömt, wird in Gegenwart von metallischem Kupfer für eine festgelegte Zeit auf einer festgelegten Temperatur, 100 °C oder 120 °C, gehalten. Der Oxidationswiderstand wird durch den Gesamtschlammgehalt und den Gesamtsäuregehalt bestimmt oder aus der Zeit, die nötig ist, um einen festgelegten Betrag an flüchtigen Säuren zu erzeugen (Induktionsperiode).

1.4 Geräte

1.4.1 Heizeinrichtung

Um die gewünschte Anzahl von Oxidationsrohren auf der vorgeschriebenen Temperatur von $(100 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ oder $(120 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ zu halten, dürfen ein thermostatisch geregelter Heizblock aus Aluminiumlegierung oder ein thermostatisch geregeltes Ölbad verwendet werden (Beispiele siehe Bilder 1 und 3). Diese Temperatur muß in einem Oxidationsrohr an einem Thermometer (siehe Anhang B), das auf Abstand bis 5 mm vom Boden eingesetzt wird, abgelesen werden; dieses Oxidationsrohr muß bis zur Eintauchmarke des Thermometers mit Öl gefüllt und in die Heizeinrichtung gebracht werden.

Die Temperatur muß an der oberen Oberfläche der Wärmeisolierung bei $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ (Verfahren A) oder $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ (Verfahren B und C) gehalten werden. Diese Temperatur ist mit einem Thermometer in einem aufgebohrten Aluminiumblock (siehe Bild 2) zu messen. Die Oberflächen dieses Blockes werden – im Gegensatz zu der oberen Oberfläche der Heizeinrichtung – mit einer geeigneten Wärmeisolierung von 4 mm Nenndicke versehen. Die thermischen Eigenschaften dieser Isolierung müssen so beschaffen sein, daß damit die festgelegten Temperaturen aufrecht gehalten werden können. Dieser Block sollte so nahe wie möglich an die Bohrungen gestellt werden, derart, daß die obere Oberfläche von der Heizeinrichtung umschlossen wird.

Wird ein Aluminiumheizblock verwendet, so werden die Oxidationsrohre 150 mm tief in die Bohrungen eingesetzt. Die Bohrlöcher im Heizteil des Blockes müssen mindestens 125 mm tief sein, und kurze Aluminiumlegierungsmanchetten, die durch die Wärmeisolierschicht ragen und jedes Oxidationsrohr umschließen, stellen die Beheizung über 150 mm Rohrlänge sicher.

Bei Verwendung eines Ölbades müssen die eingesetzten Oxidationsrohre bis 137 mm tief in das Badöl und überall gleichmäßig 150 mm tief in das Ölbad eintauchen (siehe Bild 3).

Bei beiden Heizeinrichtungstypen muß die Höhe der Oxidationsrohre über der Abdeckplatte 60 mm betragen, und der Durchmesser der Bohrungen muß gerade ausreichen, um das Einführen des vorgeschriebenen Rohres zu erlauben. Bei lockerem Sitz darf ein O-Ring mit 25 mm Innendurchmesser um das Rohr gelegt und gegen die Oberfläche der Wärmeisolierung gedrückt oder in den ringförmigen Zwischenraum von Rohr und Wärmeisolierungsoberfläche eingeführt werden. Das Heizbad sollte mit Halterungen für die Absorptionsrohre ausgerüstet sein. Die Heizeinrichtung muß im Einsatz vor direktem Sonnenlicht und Luftzug geschützt werden.

ANMERKUNG: Wenn Ölbäder verwendet werden, empfiehlt es sich aus Sicherheitsgründen, diese unter einen Rauchabzug zu stellen.

1.4.2 Prüfgefäße

Prüfrohre aus Borosilikat- oder Neutralglas mit einem 24/29-Normalschliff (siehe ISO 383) und folgenden Maßen in mm:

– Gesamtlänge	210 ±2
– äußerer Durchmesser	26 ±0,5
– Wanddicke	1,4 ±0,2
– Höhe des Kopfes	28 ±2
– Lufteinleitungsrohr:	
äußerer Durchmesser	5,0 ±0,4
Wanddicke	0,8 ±0,1

Das Prüfrohr trägt einen Drechselkopf mit dem Einleitungsrohr, das in einem Abstand bis (2,5 ±0,5) mm zum Boden reicht, und es besitzt am Ende eine Abschrägung, die mit der horizontalen Achse einen Winkel von 60° bildet (siehe Bild 4).

1.4.3 Absorptionsrohre (wird nur für Verfahren B und C gefordert)

Diese Rohre sind identisch mit den Prüfrohren, und der Abstand zwischen den Achsen der beiden Rohre muß (150 ±50) mm betragen (siehe Bild 4*) und Bild 4 bis*). Die Verbindungen zwischen den Prüf- und Absorptionsrohren sollten so kurz wie möglich sein, wobei die Glasrohre mit den Prüfgefäßen durch kurze, flexible Schlauchstücke verbunden sind (Verbindungsschläuche aus Silicon haben sich für diesen Zweck als geeignet erwiesen). Diese Rohre werden außerhalb der Heizeinrichtung angebracht.

1.4.4 Filtertiegel

Goochtiegel mit eingeschmolzener Glasfritte nach ISO 4793, Porösität P 10 (4 µm > Porendurchmesser ≤ 10 µm) mit z. B. 35 ml Fassungsvermögen.

ANMERKUNG 1: Der maximale Porendurchmesser kann nach dem im Anhang A beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

ANMERKUNG 2: Alternativ dürfen auch polymere Membranfilter verwendet werden, vorausgesetzt, daß sie sich mit dem Öl und den Lösemitteln vertragen.

Geeignete Membranen bestehen aus einer Mischung von Zelluloseestern (Zellulosenitrat + Zelluloseacetat) mit den folgenden Eigenschaften:

Porengröße: 8 µm

Dicke: 150 µm

Betriebstemperaturen: 120 °C im Sterilisator;
75° C bei ununterbrochener Filterung.

Die Filterung wird verbessert, wenn die Membranen mit einem geeigneten Feuchtemittel getränkt wird (z. B. Octyl-Ethoxylat).

1.4.5 Porzellangefäße

Porzellantiegel mit 50 ml Fassungsvermögen.

ANMERKUNG: Alternativ dürfen auch Schalen aus Aluminiumfolie mit gleichem Fassungsvermögen verwendet werden.

1.4.6 Seifenblasenströmungs-Meßvorrichtung

Zur Messung der Gasdurchflußrate (siehe Bild 5).

1.4.7 Stoppuhr

Zur Messung der Gasdurchflußrate. Graduierung: 0,2 s.

*) Nationale Fußnote: Es müßte Bild „4a“ und Bild „4b“ heißen; „bis“ wird adverbial für „noch einmal“ verwendet (siehe Langenscheidts Handwörterbuch, Ausgabe 1977).

1.4.8 Gasversorgung

Gas (Sauerstoff oder Luft, entsprechend dem Verfahren) aus einer Gasflasche wird getrocknet, indem es durch eine Waschflasche, die konzentrierte Schwefelsäure enthält, und danach durch einen Trockenturm, der im Wechsel mit Lagen aus Glaswolle und Natriumcarbonat gefüllt ist, geleitet wird.

Alternativ dürfen auch Trockenrohre mit einem Trockenmittel verwendet werden.

Das getrocknete Gas wird über ein Durchflußregelsystem, das für die vorgeschriebene Durchflußrate geeignet ist, in das Oxidationsrohr eingeleitet. Dieses System kann aus einer Sammelleitung bestehen, die mit der Gasreinigungsvorrichtung verbunden ist und eine Anzahl von Anschlüssen besitzt, von denen jeder Anschluß mit einem feinregulierbaren Nadelventil bestückt ist und jeweils ein Oxidationsrohr mit Gas versorgt.

Die Gasdurchflußrate darf wie üblich mit einer Seifenblasenströmungs-Meßvorrichtung oder einem kalibrierten Kapillardurchfluß-Meßgerät bestimmt werden. In diesem Fall sollte der Niveauunterschied der Flüssigkeiten in den beiden Schenkeln des Durchfluß-Meßgerätes ausreichend groß sein, um eine genügende Empfindlichkeit der Messung für den gesamten Bereich aller Gasdurchflußraten zu erzielen.

Es darf aber auch jedes andere Verfahren mit gleicher oder größerer Leistungsfähigkeit verwendet werden.

ANMERKUNG: Ein zweistufiger Druckregler und ein Druckausgleichsbehälter können nützlich sein, um die geforderte genaue Regelung des Gasdruckes zu erreichen.

1.4.9 Bürette

Fassungsvermögen 10 ml, mit einer Graduierung von 0,01 ml.

1.4.10 Thermometer

Ein Thermometer, das den im Anhang B angegebenen Anforderungen entspricht.

1.4.11 Erlenmeyer

500-ml-Erlenmeyer-Kolben mit geschliffenem Glasstopfen.

1.5 Reagenzien

1.5.1 *n*-Heptan (*p.a.*)

1.5.2 Alkaliblau 6B-Indikator

2 g Alkaliblau 6 B in 100 ml azeotropem Ethanol (etwa 5 % Wasser). ²⁾ **)

Es sind 2 g Alkaliblau 6 B mit azeotropem Ethanol in einem Soxhlet zu extrahieren, falls erforderlich zu filtrieren und mit azeotropem Ethanol auf 100 ml zu verdünnen.

Hierzu sind 3 ml 0,1 M HCl^{***}) hinzufügen, und nach 24 h ist der Säurewert zu kontrollieren, um sicherzustellen, daß der Indikator sensibilisiert ist, d. h., daß ein Farbumschlag erfolgt, wie in 1.9.2 dieser Norm angegeben. Sollte die Sensibilisierung nicht ausreichend sein, so sind weitere 0,1 M HCl^{***}) bis zur Sensibilisierung hinzuzufügen. Eine periodische Nachsensibilisierung kann erforderlich sein.

1.5.3 Phenolphthalein-Indikator

1 g Phenolphthalein in 100 ml azeotropem Ethanol (etwa 5 %**) Wasser).

1.5.4 Titrationslösung

Es sind 3 Volumenteile Toluol (*p. a.*) und 2 Volumenteile azeotropes Ethanol zu mischen.

1.5.5 Kaliumhydroxid

0,1 M^{***}) alkoholische Lösung.

1.5.6 Oxidationsgas

1.5.6.1 Sauerstoff

Aus flüssiger Luft, Reinheit: min. 99,4 %.

1.5.6.2 Luft

Aus der Druckgasflasche.

1.5.7 Salzsäure

0,1 M^{***}) wäßrige Lösung.

1.5.8 Chloroform (*p.a.*)

2) Alternativ kann Isopropanol, das 5 % Wasser enthält, verwendet werden.

**) Nationale Fußnote: gemeint ist ein Massenanteil von ... %.

***) Nationale Fußnote: „Molarität“, Kurzzeichen „M“, ist durch Stoffmengenkonzentration zu ersetzen; z. B. 0,1 M HCl → c (HCl) = 0,1 mol/l.