

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

Publication 74

1955

Rapport sur les travaux du Sous-Comité Permanent
du Comité d'Etudes N° 10: Huiles isolantes

Report on the Work of the Permanent Sub-Committee
of Technical Committee No. 10: Insulating Oils



Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale
Genève, Suisse

BIBLIOTHÈQUE

 **Documents**
Document Sharing Hub

Withdrawn

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

COMITE D'ETUDES N° 10 :
HUILES ISOLANTES

TECHNICAL COMMITTEE No. 10:
INSULATING OILS

R A P P O R T
sur les travaux
du
Sous-Comité Permanent

R E P O R T
on the work
of the
Permanent Sub-Committee

Reproduction interdite
Août 1954.

Not for reproduction
August, 1954.

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

Pour la première fois après la guerre, le Comité d'Etudes N° 10 se réunit à Stresa les 13, 14 et 15 juin 1949. Les membres de ce Comité, à l'issue de leurs travaux, approuvèrent à l'unanimité des décisions dont le détail est donné à l'annexe I.

Constatant que pour avancer rapidement dans ses travaux, il lui manquait un nombre important d'éléments d'information expérimentaux, le Comité estima utile de désigner parmi ses membres le Sous-Comité en question, dont la composition est donnée au paragraphe 9 de l'annexe I. Il lui demanda de concentrer ses efforts sur la mise au point d'un essai international de vieillissement artificiel pour les huiles pour transformateurs. Des directives furent données au Sous-Comité pour la conception générale de cet essai. Elles sont rappelées au paragraphe 8 de l'annexe I.

Il apparut, dès le début des travaux du Sous-Comité Permanent qui se réunit pour la première fois le 15 juin 1949 à Stresa, que les essais de vieillissement artificiel des huiles isolantes, principalement ceux destinés à la recherche, devaient s'appuyer sur des observations se rapprochant, autant que possible, des sollicitations auxquelles les huiles sont normalement soumises en service.

Les expérimentateurs disposent, pour accélérer les phénomènes d'altération de trois facteurs principaux :

- 1°) la température de l'essai
- 2°) le remplacement de l'air par l'oxygène
- 3°) l'emploi de catalyseurs d'oxydation.

Une quatrième influence, moins importante si on ne dépasse pas une certaine température, peut intervenir : celle des produits volatils susceptibles d'être plus ou moins éliminés au cours des essais d'oxydation.

La température de 120°C semble bien constituer, pour les essais effectués à la pression ordinaire dans des appareils non munis de dispositifs destinés à retenir les produits d'oxydation volatils, une limite au-dessus de laquelle les valeurs relatives pour le dépôt et l'acidité sont considérablement modifiées. La reproductibilité des essais est d'ailleurs d'autant plus difficilement réalisable que leur température est plus élevée.

Aucune objection sérieuse ne s'oppose au remplacement de l'air par l'oxygène; les dépôts obtenus en présence d'oxygène sont comparables à ceux formés en présence d'air, mais ils apparaissent plus rapidement.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

Technical Committee No.10 met for the first time after the war at Stresa, on 13th, 14th and 15th June, 1949. At the conclusion of the meeting the decisions which are given in detail in Appendix I were unanimously approved.

Since it was accepted that a considerable amount of experimental data was needed in order to make rapid progress with their work, the Committee considered it advisable to appoint from its members a Sub-Committee, of which the membership is given in Paragraph 9 of Appendix I. The Sub-Committee was asked to concentrate upon devising an international artificial ageing test for transformer oils. The general lines for the development of such a test were laid down for the Sub-Committee, as recapitulated in Paragraph 8 of Appendix I.

The first meeting of the Permanent Sub-Committee was held on 15th June, 1949, at Stresa, and it was evident from the beginning that artificial ageing tests for insulating oils, especially those intended for research purposes, should be based upon observations reconciling, as far as possible, the influences to which the oils are normally submitted in service.

In the acceleration of ageing, research workers have available three principal factors:-

- 1) the test temperature;
- 2) the replacement of air by oxygen;
- 3) the use of oxidation catalysts.

A fourth effect, of less importance if a certain temperature is not exceeded, can come into play - that of the volatile products which can be lost to a greater or lesser extent in the course of the test.

The temperature of 120°C seems to be the limit, for tests carried out at ordinary pressure in apparatus not designed especially to retain the volatile oxidation products, above which the relative figures for sludge and acidity are considerably modified. The reproducibility of the tests is, moreover, much more difficult to achieve when the test temperature is higher.

There is no serious objection to replacing the air by oxygen; the sludge obtained in the presence of oxygen is comparable with that formed in the presence of air, but it is produced more quickly.

Le résultat de ces délibérations fut concrétisé dans un procès-verbal donné en annexe II. Concernant l'appareillage de la méthode A de l'A.S.T.M. (D 670 - 42 T), le mode opératoire fut précisé et adapté à l'expérimentation. L'emploi de la bombe sous pression d'oxygène préconisé par la méthode B de l'A.S.T.M. (D 670 - 42 T) fut réservé aux membres du Sous-Comité qui auraient la possibilité de se la procurer.

Les huiles sur lesquelles les expériences seraient faites seraient procurées par chaque délégué national, chargé d'envoyer à ses collègues un gallon de la variété représentative de la qualité utilisée habituellement dans son pays.

Le 7 juillet 1950, les membres du Sous-Comité Permanent présents à Paris à l'occasion de la session de la CIGRE, se réunirent pour faire le bilan des premiers résultats obtenus.

Quelques précisions furent apportées à l'appareillage et au mode opératoire.

En dehors des séries des huiles dites nationales, choisies par les délégués nationaux, il fut décidé de faire porter les expériences également sur une demi-douzaine d'huiles n'ayant pas un caractère commercial et préparées spécialement à partir d'un brut déterminé par des traitements bien définis dont le détail n'est pas exactement connu du Sous-Comité. Ces huiles ont été fournies par le Thornton Research Centre de la SHELL; les renseignements sommaires sur le traitement appliqué figurent au paragraphe 5 de l'annexe III laquelle donne également le procès-verbal de la réunion du Sous-Comité Permanent du 7 juillet 1950 à Paris.

La réunion suivante eut lieu à Stockholm les 2, 3 et 4 août 1951. Tous les membres étaient présents à l'exception du Dr C. Janssen (Pays-Bas) et de M. T. Leardini (Italie).

M. Gösta Ericson assistait pour la première fois aux séances et apportera, dorénavant, sa collaboration aux travaux du Sous-Comité Permanent comme suppléant de M. H. Liander (Suède).

Les importantes études réalisées par les délégués nationaux montrèrent nettement que le moindre changement apporté aux méthodes d'essai pouvait influencer considérablement les résultats et modifier leur interprétation.

D'intéressantes conclusions furent dégagées de la discussion des résultats :

- 1) Le Sous-Comité a renoncé d'envisager l'emploi de deux températures d'essai, l'une basse pour apprécier le type d'huile pour transformateurs très fluide utilisé aux Etats-Unis et en Suède, l'autre plus élevée, pour le type d'huile pour transformateurs couramment utilisé dans les autres pays d'Europe.

Etant donné le comportement moins favorable du type d'huile très fluide aux essais effectués à 120°C à cause des pertes par évaporation beaucoup plus fortes, le Sous-Comité a décidé de réduire la température d'essai à 100°C afin d'appliquer un seul essai aux deux types d'huile actuellement en usage.

- 2) L'oxygène doit barboter dans l'huile au lieu de lécher sa surface comme c'est le cas dans l'essai A.S.T.M. D 670 - 42 T méthode A.
- 3) L'utilisation des réfrigérants, primitivement prévue pour capter les produits volatils n'est pas primordiale lorsque la température de l'essai ne dépasse pas 100°C.
- 4) Il est indispensable d'utiliser un catalyseur d'oxydation lorsqu'on désire réaliser un taux d'oxydation suffisant dans un temps relativement court.

The result of these discussions was set down in a report given in Appendix II. With regard to Method A in A.S.T.M. D.670 - 42 T, the test method was accurately specified and adapted for the work. The use of the pressure bomb prescribed for Method B in A.S.T.M. D.670 - 42 T was confined to the members of the Sub-Committee who were in a position to obtain a bomb.

The oils for the experimental work were to be obtained by each national delegate, who was requested to send to his colleagues one gallon of the type of oil representative of the quality generally used in his country.

On the 7th July, 1950, those members of the Permanent Sub-Committee who were present in Paris for the C.I.G.R.E. meeting met to compare the first results obtained.

Some details of the apparatus and of the test procedure were specified more closely.

Besides the series of oils termed "national", chosen by the national delegates, it was decided also to carry out tests on six oils not of a commercial type, but prepared especially with varying degrees of refinement, from a crude distillate upwards, the refining treatments used being closely controlled but not known in detail by the Sub-Committee. The oils were supplied by the Thornton Research Centre of the SHELL Company; summarized information on the treatments used are given in Paragraph 5 of Appendix III, which also includes the Minutes of the meeting of the Permanent Sub-Committee in Paris on 7th July, 1950.

The next meeting took place in Stockholm on the 2nd, 3rd and 4th August, 1951. All members were present except Dr. C. Janssen (Netherlands) and Mr. T. Leardini (Italy).

Mr. Gösta Ericson took part in the meetings for the first time and from then on collaborated in the work of the Permanent Sub-Committee as a deputy for Mr. H. Liander (Sweden).

The tests completed by the national delegates showed clearly that the slightest change in the test methods could have a considerable effect on the results, and could modify their interpretation.

Some interesting conclusions resulted from the discussion of the results:-

- 1) The Sub-Committee decided against the use of two test temperatures, a lower temperature for the low viscosity transformer oils used in the United States and Sweden, and a higher for the type of oil currently used in the other countries of Europe.

Since the behaviour of the low viscosity oil was less satisfactory in tests at 120°C because of higher losses by evaporation, the Sub-Committee decided to reduce the test temperature to 100°C so that a single test could be applied to the two types of oil at present in use.

- 2) The oxygen must bubble through the oil instead of passing over the surface as in the A.S.T.M. test D.670 - 42 T, Method A.
- 3) The use of condensers, originally considered necessary for retaining volatile products, is not essential when the test temperature does not exceed 100°C.
- 4) An oxidation catalyst is indispensable to obtain an adequate degree of oxidation in a relatively short time.

- 5) La teneur en catalyseur soluble correspondant à 100 ppm de métal, primitivement admise, paraît trop élevée et plusieurs délégués estiment qu'il ne faut pas dépasser une teneur correspondant à un poids de métal de 10 ppm.
- 6) Il a été proposé d'utiliser un mélange de catalyseurs solubles (naphténates de cuivre et de fer) en vue d'une meilleure différenciation des huiles dans certains cas.
- 7) La dépense élevée résultant de l'acquisition de plusieurs bombes métalliques nécessaires pour l'essai simultané d'un grand nombre d'huiles, incite plusieurs membres du Sous-Comité à ne pas prendre en considération l'essai à la bombe A.S.T.M.-B.

Ces discussions aboutirent à la proposition d'une méthode de vieillissement dont le principe fut admis par tous les membres du Sous-Comité Permanent.

Elle peut être résumée comme suit :

Les huiles au travers desquelles barbote un courant d'oxygène d'un débit d'un litre par heure sont maintenues pendant trois durées séparées à la température de 100°C en présence de catalyseurs solides ou de catalyseurs solubles. Il est entendu que tout le monde fera une expérience de 164 heures, les deux autres durées étant laissées au choix de l'expérimentateur. Le degré d'altération est apprécié par la détermination du dépôt et de l'indice d'acidité.

Les essais que les membres du Sous-Comité Permanent acceptent de réaliser sur les huiles nationales et sur les huiles IRO en leur possession seront effectués en présence de cuivre métallique, de fer métallique, de cuivre et de fer métalliques, de naphténate de cuivre (10 ppm), de naphténate de fer (10 ppm) et d'un catalyseur mixte composé de naphténates de cuivre et de fer (5 ppm de chaque constituant).

Les premiers résultats des essais effectués suivant la méthode arrêtée à Stockholm furent examinés, au cours d'une réunion tenue à Paris le 4 juin 1952, à l'occasion de la session de la CIGRE.

Tous les membres du Sous-Comité Permanent assistèrent à cette séance sauf MM. F.M. Clark (Etats-Unis) et T. Leardini (Italie) qui s'étaient fait excuser.

Plusieurs délégués estimèrent que, par suite du faible degré d'oxydation, la détermination de l'acidité organique manquait, dans certains cas, de précision et qu'il convenait d'augmenter l'importance des prises destinées à cette mesure.

Certaines anomalies constatées au cours des déterminations de dépôts abondants et certaines difficultés éprouvées à détacher et à laver les dépôts adhérent aux parois des récipients d'oxydation et à les débarrasser de l'huile adsorbée furent signalées. Le délégué suisse estima nécessaire d'étudier l'influence de la condensation sur l'évaporation des peroxydes.

En résumé, la réunion de Paris permit de préciser différents points relatifs à la détermination de l'indice d'acidité et du dépôt, à la condensation des produits volatils, aux catalyseurs, au contrôle du débit et au nettoyage des tubes d'oxydation.

Le Sous-Comité Permanent tint, enfin, ses dernières réunions à Windsor (Royaume-Uni) les 25, 26 et 27 juin 1953.

Tous les délégués étaient présents sauf M. T. Leardini (Italie) et le Dr T. Salomon (France) qui s'étaient fait excuser.

- 5) An amount of soluble catalyst corresponding to 100 ppm of metal, permitted originally, would appear to be too high, and a number of delegates were of the opinion that it is not necessary to exceed a concentration of 10 ppm of metal by weight.
- 6) The use of a mixture of soluble catalysts (copper and iron naphthenates) was proposed because of the better differentiation obtained between oils in certain cases.
- 7) The heavy expense for the purchase of the several metal bombs required for simultaneously testing a large number of oils caused a number of members of the Sub-Committee to leave out of consideration the bomb test by A.S.T.M. Method B.

These discussions led to the proposal of a method which was approved in principle by all members of the Permanent Sub-Committee, as follows:-

The oils were to be maintained for three separate periods at a temperature of 100°C in the presence of solid or soluble catalysts while oxygen is bubbled through at a rate of one litre per hour. All workers would make a trial of 164 hours, the other two periods being left to choice. The degree of ageing would be assessed by determining the sludge and acid values.

It was agreed to carry out tests on the National and IRO oils in the presence of metallic copper, metallic iron, metallic copper and metallic iron, copper naphthenate (10 ppm), iron naphthenate (10 ppm), and mixed catalyst composed of copper and iron naphthenates (5 ppm of each constituent).

The first results by the method decided upon at Stockholm were considered at a meeting held in Paris on the 4th June, 1952, on the occasion of the C.I.G.R.E. conference.

All members of the Permanent Sub-Committee were present at this meeting except Messrs. F.M. Clark (United States) and T. Leardini (Italy), who had sent their apologies.

Several delegates considered that, because of the low degree of oxidation, the determination of organic acidity was not sufficiently accurate in some cases, and that it would be advisable to increase the size of the sample taken for this determination.

Certain anomalies had been found during the determination of heavy sludge deposits, and some difficulties had been experienced in removing and washing sludge adhering to the walls of oxidation vessels, and in freeing them from adsorbed oil. The Swiss delegate considered it necessary to study the effect of condensation on the evaporation of peroxides.

In short, the Paris meeting made it possible to specify more exactly various points concerning the determination of the acid value and sludge, the condensation of volatile products, the catalysts, the control of the oxygen flow, and the cleaning of the oxidation tubes.

Finally, the Permanent Sub-Committee held its last meeting at Windsor (United Kingdom) on the 25th, 26th and 27th June, 1953.

All delegates were present except Mr. T. Leardini (Italy) and Dr. T. Salomon (France), who sent apologies for absence.