

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION
IEC STANDARD

Publication 813

Première édition — First edition
1985

**Méthode d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation
des diélectriques liquides à base d'hydrocarbures**

**Test method for evaluating the oxidation stability
of hydrocarbon insulating liquids**



© CEI 1985

Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

3, rue de Varembe

Genève, Suisse

Révision de la présente publication

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

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

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement

Terminologie

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

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit repris du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, symboles littéraux et signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera:

- la Publication 27 de la CEI: Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique;
- la Publication 617 de la CEI: Symboles graphiques pour schémas.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit repris des Publications 27 ou 617 de la CEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Publications de la CEI établies par le même Comité d'Etudes

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

Revision of this publication

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

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

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
- **Catalogue of IEC Publications**
Published yearly

Terminology

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

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV or have been specifically approved for the purpose of this publication.

Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to:

- IEC Publication 27: Letter symbols to be used in electrical technology;
- IEC Publication 617: Graphical symbols for diagrams.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC Publications 27 or 617, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

IEC publications prepared by the same Technical Committee

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

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION
IEC STANDARD

Publication 813

Première édition — First edition

1985

**Méthode d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation
des diélectriques liquides à base d'hydrocarbures**

**Test method for evaluating the oxidation stability
of hydrocarbon insulating liquids**



© CEI 1985

Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

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

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

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

3, rue de Varembe

Genève, Suisse

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
 Articles	
1. Domaine d'application	6
2. Résumé de la méthode	6
3. Appareillage	6
4. Réactifs	10
5. Nettoyage des récipients d'essai	12
6. Catalyseur	12
7. Conditionnement de l'échantillon d'huile	12
8. Durée de l'essai	12
9. Mode opératoire	12
10. Détermination sur l'huile oxydée	14
11. Rapport	18
12. Fidélité	18
 ANNEXE A — Détermination du diamètre maximal des pores d'un filtre en verre	 20
ANNEXE B — Spécification pour le thermomètre	22
 FIGURES	 24

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
1. Scope	7
2. Summary of the method	7
3. Equipment	7
4. Reagents	11
5. Cleaning of test vessels	13
6. Catalyst	13
7. Oil sample conditioning	13
8. Test duration	13
9. Procedure	13
10. Determinations on the oxidized oil	15
11. Report	19
12. Precision	19
APPENDIX A — Determination of maximum diameter of the pores of a glass filter	21
APPENDIX B — Thermometer specification	23
FIGURES	24

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MÉTHODE D'ESSAI POUR ÉVALUER LA STABILITÉ À L'OXYDATION DES DIÉLECTRIQUES LIQUIDES À BASE D'HYDROCARBURES

PRÉAMBULE

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

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Sous-Comité 10A: Huiles isolantes à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes n° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

Règle des Six Mois	Rapport de vote	Procédure des Deux Mois	Rapport de vote
10A(BC)48	10A(BC)52	10A(BC)56	10A(BC)58

Pour de plus amples renseignements, consulter les rapports de vote correspondants, mentionnés dans le tableau ci-dessus.

La publication suivante de la CEI est citée dans la présente norme:

Publication n° 247 (1978): Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants.

Autres publications citées:

Norme ISO 383 (1976): Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables.

Normes ISO 4792 (1980): Filtres frittés de laboratoire — Echelle de porosité — Classification et désignation.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**TEST METHOD FOR EVALUATING THE OXIDATION STABILITY
OF HYDROCARBON INSULATING LIQUIDS**

FOREWORD

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

PREFACE

This standard has been prepared by Sub-Committee 10A: Hydrocarbon Insulating Oils, of IEC Technical Committee No. 10: Fluids for Electrotechnical Applications.

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

Six Months' Rule	Report on Voting	Two Months' Procedure	Report on Voting
10A(CO)48	10A(CO)52	10A(CO)56	10A(CO)58

Further information can be found in the relevant Reports on Voting indicated in the table above.

The following IEC publication is quoted in this standard:

Publication No. 247 (1978): Measurement of Relative Permittivity, Dielectric Dissipation Factor and d.c. Resistivity of Insulating Liquids.

Other publications quoted:

ISO Standard 383 (1976): Laboratory Glassware — Interchangeable Conical Ground Joints.

ISO Standard 4793 (1980): Laboratory Sintered (Fritted) Filters — Porosity Grading, Classification and Designation.

MÉTHODE D'ESSAI POUR ÉVALUER LA STABILITÉ À L'OXYDATION DES DIÉLECTRIQUES LIQUIDES À BASE D'HYDROCARBURES

1. Domaine d'application

Cette méthode décrit un essai permettant d'évaluer la stabilité à l'oxydation, sous des conditions accélérées, de diélectriques liquides à base d'hydrocarbures contenant ou ne contenant pas d'additif antioxydant.

2. Résumé de la méthode

L'échantillon d'huile maintenu à 120 °C en présence d'un fil de cuivre, agissant comme catalyseur, est traversé par un courant d'air, au débit de $0,15 \pm 0,015$ l/h.

La durée de l'essai dépend de la vitesse d'oxydation de l'échantillon d'huile.

Le degré d'oxydation est caractérisé par la mesure de l'acidité volatile, de l'acidité soluble dans l'huile et du dépôt.

D'autres critères tels que la période d'induction, le facteur de dissipation diélectrique et la résistivité peuvent également être déterminés.

3. Appareillage

3.1 Dispositifs de chauffage

On utilise un bloc chauffant en alliage d'aluminium ou un bain d'huile, à contrôle thermostatique, pour maintenir l'échantillon d'huile dans le nombre requis de tubes à essai à $120 \pm 0,5$ °C (comme exemples, voir figures 1 et 3, pages 24 et 25). La température est lue sur un thermomètre (voir annexe B) plongé dans un tube d'oxydation jusqu'à 5 mm du fond; ce tube d'oxydation est rempli d'huile jusqu'à la ligne d'immersion du thermomètre et ensuite placé dans le dispositif de chauffage.

La température de la paroi supérieure du dispositif chauffant doit être maintenue à 60 ± 5 °C. Cette température est contrôlée à l'aide d'un thermomètre placé dans la cavité d'un bloc en aluminium (voir figure 2, page 25). Les faces de ce bloc, autres que celles qui sont en contact avec la surface supérieure du dispositif de chauffage, sont protégées par une isolation thermique convenable de 4 mm d'épaisseur. Il convient de placer ce bloc au voisinage des trous et à l'intérieur de l'aire définie par ceux-ci sur la face supérieure du dispositif de chauffage.

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

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

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

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

TEST METHOD FOR EVALUATING THE OXIDATION STABILITY OF HYDROCARBON INSULATING LIQUIDS

1. Scope

This method describes a test for evaluating the oxidation stability of hydrocarbon based insulating liquids under accelerated conditions regardless of whether or not antioxidant additives are present.

2. Summary of the method

The oil sample is maintained at 120 °C in the presence of a copper wire serving as catalyst whilst air is bubbled through at a flow rate of 0.15 ± 0.015 l/h.

The test duration depends on the rate of oxidation of the oil sample.

The extent of oxidation is determined by measurement of volatile acids, oil soluble acids and sludge.

Additional criteria such as induction period, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity may also be determined.

3. Equipment

3.1 Heating arrangement

A thermostatically controlled aluminium alloy block heater or oil bath may be used to maintain the oil in the desired number of oxidation tubes at the required temperature of 120 ± 0.5 °C (as examples see Figures 1 and 3, pages 24 and 25). This temperature shall be read on a thermometer (see Appendix B) inserted in an oxidation tube to within 5 mm from the bottom; this oxidation tube shall be filled with oil up to the immersion line of the thermometer and placed in the heating bath.

The temperature of the upper surface of the heating device shall be maintained at 60 ± 5 °C. Measure this temperature by the use of a thermometer in a drilled aluminium block (see Figure 2, page 25). The surfaces of this block, other than that against the upper surface of the heating device, are protected by suitable insulation of 4 mm thickness. This block should be placed as near to the holes as practicable and within the area of the upper surface covering the heating device.

When using an aluminium heating block, the oxidation tubes are inserted into the holes to an overall depth of 150 mm. The depth of the holes in the heating part of the block shall be at least 125 mm and short aluminium 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 device, the height of the oxidation tubes above the upper surface shall be 60 mm and the diameter of the holes shall be just sufficient to allow insertion of the specified tube. In the case of slackness, a 25 mm internal diameter O-ring may be placed round the tube and pressed against the heater top. The heating bath should be equipped with supports to hold the absorption tubes.

The test shall be conducted away from sunlight.