

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
1125**

Première édition
First edition
1992-08

**Isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures –
Méthodes d'essai pour évaluer la stabilité
à l'oxydation**

**Unused hydrocarbon-based insulating liquids –
Test methods for evaluating
the oxidation stability**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 1125: 1992

Validité de la présente publication

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

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles auprès du Bureau Central de la CEI.

Les renseignements relatifs à ces révisions, à l'établissement des éditions révisées et aux amendements peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et dans les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement

Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 50: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI), qui se présente sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande. Voir également le dictionnaire multilingue de la CEI.

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

Symboles graphiques et littéraux

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

- la CEI 27: *Symboles littéraux à utiliser en électro-technique;*
- la CEI 417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles;*
- la CEI 617: *Symboles graphiques pour schémas;*

et pour les appareils électromédicaux,

- la CEI 878: *Symboles graphiques pour équipements électriques en pratique médicale.*

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit tirés de la CEI 27, de la CEI 417, de la CEI 617 et/ou de la CEI 878, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Publications de la CEI établies par le même comité d'études

L'attention du lecteur est attirée sur les listes figurant à la fin de cette publication, qui énumèrent les publications de la CEI préparées par le comité d'études qui a établi la présente publication.

Validity 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 relating to the date of the reconfirmation of the publication is available from the IEC Central Office.

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

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
Published yearly
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates

Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC 50: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field. Full details of the IEV will be supplied on request. See also the IEC Multilingual Dictionary.

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 publications:

- IEC 27: *Letter symbols to be used in electrical technology;*
- IEC 417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets;*
- IEC 617: *Graphical symbols for diagrams;*

and for medical electrical equipment,

- IEC 878: *Graphical symbols for electromedical equipment in medical practice.*

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC 27, IEC 417, IEC 617 and/or IEC 878, 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 end pages of this publication which list the IEC publications issued by the technical committee which has prepared the present publication.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
1125**

Première édition
First edition
1992-08

**Isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures –
Méthodes d'essai pour évaluer la stabilité
à l'oxydation**

**Unused hydrocarbon-based insulating liquids –
Test methods for evaluating
the oxidation stability**

© CEI 1992 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



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

T

● Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

Publication 1125 de la CEI
(1^{re} édition - 1992)

Isolants liquides neufs base
d'hydrocarbures - Méthodes d'essai
pour valuer la stabilité
l'oxydation

IEC Publication 1125
(1st edition - 1992)

Unused hydrocarbon-based
insulating liquids -
Test methods for evaluating
the oxidation stability

C O R R I G E N D U M 1

*Remplacer la page 4 (avant-propos) par la
nouvelle page 4 ci-jointe.*

*Replace page 5 (foreword) by the new
page 5 attached.*

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ISOLANTS LIQUIDES NEUFS BASE D HYDROCARBURES - METHODES D ESSAI POUR VALUER LA STABILITE L OXYDATION

AVANT-PROPOS

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, prises par des Comités d'Etudes ou 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.

La Norme internationale CEI 1125 a été établie par le comité d'études n° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Les méthodes A, B et C décrites dans cette norme remplacent et annulent respectivement les CEI 74 (1963), CEI 474 (1974) et CEI 813 (1985).

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
10(BC)263	10(BC)272

Les rapports de vote indiqués dans le tableau ci-dessus donnent toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Les annexes A et B font partie intégrante de la CEI 1125.

Un trait vertical dans la marge de gauche indique où le texte a été corrigé ou complété.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**UNUSED HYDROCARBON-BASED INSULATING LIQUIDS -
TEST METHODS FOR EVALUATING THE OXIDATION STABILITY**

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.

International Standard IEC 1125 has been prepared by IEC technical committee No. 10: Fluids for electrotechnical applications.

Methods A, B and C described in this standard cancel and replace IEC 74 (1963), IEC 474 (1974) and IEC 813 (1985) respectively.

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

DIS	Report on Voting
10(CO)263	10(CO)272

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the Voting Report indicated in the above table.

Annexes A and B form an integral part of IEC 1125.

A vertical line in the left-hand margin indicates where the text is amended or completed.

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
Section 1: Généralités	
Articles	
1.1 Domaine d'application	6
1.2 Références normatives	6
1.3 Principe général des méthodes	8
1.4 Appareillage	8
1.5 Réactifs	14
1.6 Nettoyage des récipients d'essai	16
1.7 Catalyseur	16
1.8 Conditionnement de l'échantillon d'isolant liquide	16
1.9 Déterminations sur l'isolant liquide après oxydation	16
Section 2: Méthode A	
2.1 Résumé de la méthode	22
2.2 Conditions de l'essai	22
2.3 Mode opératoire	22
2.4 Déterminations sur l'huile oxydée	24
2.5 Rapport	24
2.6 Fidélité	24
Section 3: Méthode B	
3.1 Résumé de la méthode	26
3.2 Conditions de l'essai	26
3.3 Mode opératoire	28
3.4 Déterminations sur l'huile oxydée (facultatif)	30
3.5 Rapport	32
3.6 Fidélité	32
Section 4: Méthode C	
4.1 Résumé de la méthode	34
4.2 Conditions de l'essai	34
4.3 Mode opératoire	34
4.4 Déterminations sur l'isolant liquide oxydé	36
4.5 Rapport	38
4.6 Fidélité	38
Annexes	
A Détermination du diamètre maximal des pores d'un filtre en verre fritté	40
B Spécifications pour les thermomètres	42
Figures 1 à 6	44

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
Section 1: General	
Clause	
1.1 Scope	7
1.2 Normative references	7
1.3 General principle of the methods	9
1.4 Equipment	9
1.5 Reagents	15
1.6 Cleaning of test vessels	17
1.7 Catalyst	17
1.8 Insulating liquid sample conditioning	17
1.9 Determinations on the oxidized insulating liquid	17
Section 2: Method A	
2.1 Outline of the method	23
2.2 Test conditions	23
2.3 Procedure	23
2.4 Determinations on the oxidized oil	25
2.5 Report	25
2.6 Precision	25
Section 3: Method B	
3.1 Outline of the method	27
3.2 Test conditions	27
3.3 Procedure	29
3.4 Determinations on the oxidized oil (optional)	31
3.5 Report	33
3.6 Precision	33
Section 4: Method C	
4.1 Outline of the method	35
4.2 Test conditions	35
4.3 Procedure	35
4.4 Determinations on the oxidized insulating liquid	37
4.5 Report	39
4.6 Precision	39
Annexes	
A Determination of maximum diameter of the pores of a fritted glass filter	41
B Thermometer specifications	43
Figures 1 to 6	44

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ISOLANTS LIQUIDES NEUFS À BASE D'HYDROCARBURES – MÉTHODES D'ESSAI POUR ÉVALUER LA STABILITÉ À L'OXYDATION

AVANT-PROPOS

- 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.

La présente publication a été établie par le Comité d'Etudes n° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette publication est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
10(BC)263	10(BC)272

Les rapports de vote indiqués dans le tableau ci-dessus donnent toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette publication.

Les annexes A et B font partie intégrante de la CEI 1125.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**UNUSED HYDROCARBON-BASED INSULATING LIQUIDS –
TEST METHODS FOR EVALUATING THE OXIDATION STABILITY**

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.

This standard has been prepared by IEC Technical Committee No. 10: Fluids for electro-technical applications.

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

DIS	Report on Voting
10(CO)263	10(CO)272

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the Voting Report indicated in the above table.

Annexes A and B form an integral part of IEC 1125.

ISOLANTS LIQUIDES NEUFS À BASE D'HYDROCARBURES – MÉTHODES D'ESSAI POUR ÉVALUER LA STABILITÉ À L'OXYDATION

Section 1: Généralités

1.1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit trois méthodes d'essai, utilisant le même appareillage, pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes et des isolants liquides à base d'hydrocarbures. Elle comprend les quatre sections suivantes:

La Section 1 décrit les points suivants qui sont communs aux trois méthodes:

- l'appareillage et les réactifs;
- le nettoyage de la verrerie;
- la préparation du catalyseur et de l'échantillon d'isolant liquide à essayer;
- les déterminations sur l'échantillon d'isolant liquide après oxydation.

La Section 2 – Méthode A décrit une méthode permettant d'évaluer la stabilité à l'oxydation, sous conditions accélérées, des huiles minérales isolantes non inhibées.

La Section 3 – Méthode B décrit une méthode permettant d'évaluer la stabilité à l'oxydation, sous conditions accélérées, des huiles minérales isolantes inhibées.

La Section 4 – Méthode C décrit une méthode permettant d'évaluer la stabilité à l'oxydation, sous conditions accélérées, des isolants liquides à base d'hydrocarbures non inhibés et inhibés.

1.2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur.

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

ISO 383: (1976), *Verrerie de laboratoire – Assemblages coniques rodés interchangeables.*

ISO 4793: (1980), *Filtres frittés de laboratoire – Echelle de porosité – Classification et désignation.*

ISO/DIS 6344-1: *Abrasifs appliqués – Granulométrie – Partie 1: Définitions, désignation et principes.*

UNUSED HYDROCARBON-BASED INSULATING LIQUIDS – TEST METHODS FOR EVALUATING THE OXIDATION STABILITY

Section 1: General

1.1 Scope

This International Standard describes three test methods using the same apparatus for evaluating the oxidation stability of mineral insulating oils and of hydrocarbon-based insulating liquids. It comprises four sections as follows:

Section 1 describes the following items common to the three methods:

- the equipment and reagents;
- the cleaning of the glassware;
- the preparation of the catalyst and of the insulating liquid sample to be tested;
- the determinations on the oxidized insulating liquid.

Section 2 – Method A describes a method for evaluating the oxidation stability of unused uninhibited mineral insulating oils under accelerated conditions.

Section 3 – Method B describes a method for evaluating the oxidation stability of unused inhibited mineral insulating oils under accelerated conditions.

Section 4 – Method C describes a method for evaluating the oxidation stability of unused uninhibited and inhibited hydrocarbon insulating liquids under accelerated conditions.

1.2 Normative references

The following standards contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 247: (1978), *Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity of insulating liquids.*

ISO 383: (1976), *Laboratory glassware – Interchangeable conical ground joints.*

ISO 4793: (1980), *Laboratory sintered (fritted) filters – Porosity grading, classification and designation.*

ISO/DIS 6344-1: *Coated abrasives – Grain size analysis – Part 1: Definitions, designation and principles.*

1.3 Principe général des méthodes

L'échantillon de liquide à essayer, dans lequel barbote un courant d'oxygène ou d'air, est maintenu pendant un temps défini à une température donnée, 100 °C ou 120 °C, en présence de cuivre métallique. La résistance à l'oxydation est déduite de la quantité totale de boues et de l'acidité totale formées ou du temps nécessaire pour obtenir une quantité d'acidité volatile (période d'induction) fixée.

1.4 Appareillage

1.4.1 Dispositif de chauffage

Il est possible d'utiliser un bloc chauffant en alliage d'aluminium ou un bain d'huile, contrôlé par thermostat pour maintenir le nombre voulu de tubes à essai contenant l'échantillon d'isolant liquide à la température requise de 100 °C $\pm$ 0,5 °C ou 120 °C $\pm$ 0,5 °C (en exemple voir les figures 1 et 3, pages 44 et 45). La température doit être lue avec un thermomètre (voir annexe B) placé dans un tube d'oxydation jusqu'à 5 mm du fond; ce tube d'oxydation doit être rempli d'huile jusqu'à la ligne d'immersion du thermomètre et mis ensuite dans le dispositif de chauffage.

La température de la paroi supérieure du couvercle isolé thermiquement doit être maintenue à 50 °C $\pm$ 5 °C (méthode A) ou 60 °C $\pm$ 5 °C (méthodes B et C). Cette température est mesurée à l'aide d'un thermomètre placé dans la cavité d'un bloc en aluminium (voir figure 2, page 45). Les faces de ce bloc, autres que celle en contact avec la surface supérieure de l'isolant du dispositif de chauffage, sont protégées par une isolation thermique convenable d'épaisseur 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 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 puits et à une profondeur hors tout de 150 mm. La profondeur des puits 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, 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 à une profondeur de 137 mm; la hauteur hors tout dans le bain étant de 150 mm (voir figure 3, page 45).

Pour les deux types de dispositifs de chauffage, la hauteur du tube au-dessus de la paroi supérieure doit être de 60 mm et le diamètre des trous doit juste permettre l'introduction du tube d'oxydation spécifié. S'il y a du jeu, des joints toriques d'un diamètre intérieur de 25 mm peuvent être placés autour des tubes et pressés contre le couvercle isolé thermiquement ou introduits dans l'espace annulaire existant entre le tube et le couvercle isolé thermiquement. Les dispositifs de chauffage seront équipés de supports pour 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, pour des raisons de sécurité, il peut être prudent de les placer dans une hotte.

1.3 General principle of the methods

The liquid sample to be tested, through which a stream of oxygen or air is bubbled, is maintained for a given period at a given temperature, 100 °C or 120 °C, in the presence of solid copper. The resistance to oxidation is evaluated from the amount of total sludge and total acidity formed or from the time to develop a given amount of volatile acidity (induction period).

1.4 Equipment

1.4.1 Heating arrangement

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 $100\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ or $120\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ (as examples see figures 1 and 3, pages 44 and 45). This temperature shall be read on a thermometer (see annex 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 thermal insulation top shall be maintained at $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ (Method A) or $60\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ (Methods B and C). Measure this temperature by the use of a thermometer in a drilled aluminium block (see figure 2, page 45). 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 permit 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 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, page 45).

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 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, for safety reasons, it may be advisable to place them in a fume hood.

1.4.2 Récipients d'essai

Tubes à essai en verre neutre ou borosilicaté munis d'un rodage 24/29 (voir ISO 383), de dimensions suivantes:

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

Le tube à essai est muni d'une tête de type Drechsel, à laquelle est attaché le tube d'arrivée d'air qui se prolonge jusqu'à $2,5 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ du fond du tube à essai et dont le bout est taillé en biseau suivant un angle de 60° par rapport à l'axe horizontal (voir figure 4, page 46).

1.4.3 Tubes d'absorption (nécessaires seulement pour les méthodes B et C)

Ces tubes sont identiques aux tubes à essai et la distance entre axes des deux tubes doit être de $150 \text{ mm} \pm 50 \text{ mm}$ (voir figures 4 et 4 bis, page 46). Il convient que les raccords entre les tubes à essai et d'absorption soient aussi courts que possible; ce sont des tubes de verre, assemblés bout à bout par des manchons courts et flexibles (des manchons en caoutchouc au silicone conviennent bien). Ces tubes sont montés à l'extérieur du dispositif de chauffage.

1.4.4 Creusets filtrants

Creusets du type de Gooch avec plaque en verre fritté de porosité P 10 suivant ISO 4793 (indice de porosité $> 4 \text{ } \mu\text{m}$ et $\leq 10 \text{ } \mu\text{m}$) et, par exemple, d'un volume de 35 ml.

NOTES

1 Le diamètre des pores est déterminé conformément à la méthode décrite dans l'annexe A.

2 Des membranes filtrantes peuvent être utilisées en alternative, pourvu qu'elles soient compatibles avec l'huile et les solvants.

Des membranes convenables composées d'esters cellulosiques (nitrate de cellulose + acétate de cellulose) ont les caractéristiques suivantes:

porosité: $8 \text{ } \mu\text{m}$

épaisseur: $150 \text{ } \mu\text{m}$

température d'utilisation: 120°C en stérilisateur;

75°C en filtration continue.

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

1.4.2 Test vessels

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

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

The test tube is fitted with a Drechsel head to which is attached the inlet tube which extends to within $2,5 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ from the bottom and has its end ground at an angle of 60° to the horizontal axis (see figure 4, page 46).

1.4.3 Absorption tubes (only required for methods B and C)

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 figures 4 and 4 bis, page 46). Connections between the test and absorption tubes should be as short as possible, of glass tubing butt-jointed to the vessels by means of short flexible sleeves (silicone rubber sleeving has been found suitable for this purpose). These tubes are mounted outside the heating device.

1.4.4 Filtering crucibles

Gooch-type crucibles with fused-in fritted glass disk according to ISO 4793 - grade P 10 porosity (pore size index $> 4 \text{ } \mu\text{m}$ and $\leq 10 \text{ } \mu\text{m}$) of, for example, 35 ml capacity.

NOTES

1 Maximum diameter of the pores can be determined in accordance with the method described in annex A.

2 Alternatively polymeric membrane filters may be used, provided they are compatible with oil and solvents.

Suitable membranes consist of mixture of cellulose esters (cellulose nitrate + cellulose acetate) with the following characteristics:

pore size: $8 \text{ } \mu\text{m}$

thickness: $150 \text{ } \mu\text{m}$

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

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

1.4.5 *Récipients en porcelaine*

Creusets en porcelaine, de capacité 50 ml.

NOTE - Des nacelles en feuille d'aluminium de la même capacité peuvent être utilisées en alternative.

1.4.6 *Débitmètre à bulles de savon*

Pour la mesure du débit de gaz (voir figure 5, page 47).

1.4.7 *Chronomètre*

Pour la mesure du débit de gaz. Graduations: 0,2 s.

1.4.8 *Alimentation en gaz*

Le gaz (oxygène ou air suivant la méthode) provenant d'une bouteille de gaz comprimé est séché par passage dans un flacon laveur contenant de l'acide sulfurique concentré et ensuite dans une tour de séchage remplie de couches alternées de laine de verre et de chaux sodée.

Des cartouches contenant un agent desséchant peuvent être utilisées en alternative.

Le gaz sec est introduit dans le tube d'oxydation au moyen d'un système de régulation adapté au débit de gaz spécifié. Ce système peut consister en un tube relié au dispositif de purification de gaz, percé d'un certain nombre d'orifices, chacun pourvu d'une vanne à aiguille de réglage fin et alimentant en gaz un tube d'oxydation.

La mesure du débit de gaz peut être effectuée commodément au moyen d'un débitmètre à bulles de savon ou d'un débitmètre à tube capillaire calibré. Dans ce cas, la différence de niveau du liquide entre les deux branches du débitmètre doit être suffisamment grande pour effectuer la mesure avec la précision requise.

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

NOTE - Un détendeur à double détente ainsi qu'un récipient de compensation de pression peuvent être utiles pour ajuster correctement la pression d'air.

1.4.9 *Burette*

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

1.4.10 *Thermomètre*

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

1.4.11 *Erlenmeyer*

Des récipients de type Erlenmeyer, à bouchon rodé, d'une capacité de 500 ml.

1.4.5 *Porcelain vessels*

Porcelain crucibles, capacity: 50 ml.

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

1.4.6 *Soap bubble flowmeter*

For measuring gas flow-rate (see figure 5, page 47).

1.4.7 *Timer*

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

1.4.8 *Gas supply*

Gas (oxygen or air according to the method) from a compressed gas cylinder, 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 dessicant drying tubes 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 tapings, 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 soap bubble flowmeter or of a calibrated capillary tube flowmeter. 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.

Any system known to be of equal or greater efficiency can however be used.

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

1.4.9 *Burette*

Volume 10 ml with graduations of 0,01 ml.

1.4.10 *Thermometer*

A thermometer conforming to the requirements given in annex B.

1.4.11 *Erlenmeyer*

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

1.5 Réactifs

1.5.1 *Heptane normal* (qualité pour analyse)

1.5.2 *Indicateur au bleu alcalin 6 B*

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

Extraire 2 g de bleu alcalin 6 B par de l'éthanol azéotropique dans un appareil Soxhlet, filtrer si nécessaire et diluer à 100 ml par de l'éthanol azéotropique.

Ajouter 3 ml de HCl 0,1 M et, après 24 h, effectuer un essai d'acidité pour confirmer que l'indicateur a été sensibilisé, c'est-à-dire qu'il se produit un changement de coloration semblable à celui qui est décrit en 1.9.2 de la présente norme. Si la sensibilisation n'est pas suffisante, rajouter de l'HCl 0,1 M jusqu'à ce que la sensibilisation soit réalisée. Il peut être nécessaire de resensibiliser périodiquement.

1.5.3 *Indicateur à la phénolphthaléine*

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

1.5.4 *Solvant de titrage*

Mélanger trois parties par volume de toluène (qualité pour analyse) et deux parties par volume d'éthanol azéotropique.

1.5.5 *Hydroxyde de potassium*

Solution alcoolique 0,1 M.

1.5.6 *Gaz oxydant*

1.5.6.1 *Oxygène*

Obtenu par distillation d'air liquéfié, pureté 99,4 % au mieux.

1.5.6.2 *Air*

Prélevé dans une bouteille d'air comprimé.

1.5.7 *Acide chlorhydrique*

Solution aqueuse 0,1 M.

1.5.8 *Chloroforme* (qualité pour analyse)

* De l'isopropanol contenant 5 % d'eau peut également être utilisé.

1.5 Reagents

1.5.1 Normal heptane (analytical grade)

1.5.2 Alkali blue 6 B indicator

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

Extract 2 g of alkali blue 6 B with azeotropic ethanol in a Soxhlet apparatus, filter if necessary, and dilute to 100 ml with azeotropic ethanol.

Add 3 ml of 0,1 M HCl and after 24 h carry out a check acid value to confirm that the indicator has been sensitized, i.e. a colour change as given in 1.9.2 of this standard occurs. Should sensitization not be sufficient, then add more 0,1 M HCl until sensitization has occurred. Periodic resensitization may be necessary.

1.5.3 Phenolphthalein indicator

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

1.5.4 Titration solvent

Mix three parts by volume of toluene (analytical grade) and two parts by volume of azeotropic ethanol.

1.5.5 Potassium hydroxide

0,1 M alcoholic solution.

1.5.6 Oxidant gas

1.5.6.1 Oxygen

Obtained from liquid air, 99,4 % minimum purity.

1.5.6.2 Air

Obtained from cylinder.

1.5.7 Hydrochloric acid

Aqueous 0,1 M solution.

1.5.8 Chloroform (analytical grade)

* Alternatively isopropanol containing 5 % of water may be used.

1.6 Nettoyage des récipients d'essai

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

Egoutter et immerger ensuite, pendant au moins 16 h, dans de l'acide sulfurique concentré. Egoutter et éliminer complètement les traces d'acide, d'abord à l'eau du robinet, ensuite à l'eau distillée ou déionisée. Sécher les tubes dans une étuve atmosphérique à 105 °C pendant au moins 3 h et ensuite laisser refroidir, jusqu'à température ambiante, dans un dessiccateur ou une armoire sèche où les tubes à essai sont conservés prêts à l'emploi.

1.7 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 développée soit de $9,7 \text{ cm}^2 \pm 0,1 \text{ cm}^2$ pour la méthode A et de $28,6 \text{ cm}^2 \pm 0,3 \text{ cm}^2$ pour les méthodes B et C). Il est préparé comme suit:

1.7.1 Immédiatement avant usage, polir la longueur appropriée de fil de cuivre à l'aide d'une toile abrasive au carbure de silicium de granulométrie P220 (ISO 6344-1). Toute trace d'abrasif est éliminée à l'aide de papier filtre n'abandonnant pas de fibres, puis d'un chiffon sec non pelucheux.

1.7.2 Enrouler le fil poli en spirale ayant approximativement 2 cm de diamètre extérieur et une longueur d'environ 5 cm.

1.7.3 Nettoyer la spirale à fond en la trempant dans de l'heptane normal, puis la sécher à l'air et l'introduire immédiatement dans le récipient d'essai.

1.7.4 Afin d'éviter toute souillure la spirale ainsi préparée doit être manipulée à l'aide de pinces. Le fil de cuivre ne doit pas être réutilisé.

1.8 Conditionnement de l'échantillon d'isolant liquide

L'huile à examiner est filtrée sur un filtre en verre fritté (porosité P 10 suivant la Norme ISO 4793), préalablement séché (1 h à 105 °C) ou sur une membrane filtrante de 8 µm, afin d'éliminer toute trace de sédiments, de fibres et d'eau en excès. Il convient d'éliminer les 25 premiers millilitres du filtrat.

1.9 Déterminations sur l'isolant liquide après oxydation

1.9.1 Formation de boues

Les boues doivent être recueillies en suivant rigoureusement le mode opératoire décrit ci-après.

La prise initiale de 25 g d'isolant liquide vieilli artificiellement est refroidie pendant une heure dans l'obscurité, puis transférée dans un Erlenmeyer.

1.6 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 concentrated 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 to cool to room temperature in a desiccator or a dry cabinet in which they are kept ready for use.

1.7 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 $9,7 \text{ cm}^2 \pm 0,1 \text{ cm}^2$ for method A and $28,6 \text{ cm}^2 \pm 0,3 \text{ cm}^2$ for methods B and C). It is prepared as follows:

1.7.1 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.

1.7.2 Roll the wire into a spiral of approximately 2 cm external diameter and 5 cm long.

1.7.3 The spiral is thoroughly cleaned by dipping it into normal heptane, then dried in air and immediately introduced into the test vessel.

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

1.8 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, grade P 10 porosity) or on membrane filters of 8 μm to remove traces of sediment, fibre and excess water. The first 25 ml of filtrate should be discarded.

1.9 Determinations on the oxidized insulating liquid

1.9.1 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.

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

Laisser ensuite reposer le mélange, dans l'obscurité, pendant 24 h, à la température de $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, avant de le filtrer sur creuset filtrant (ou membrane filtrante) préalablement séché jusqu'à masse constante.

Au tout début de l'opération de filtration, il convient d'appliquer une faible dépression pour éviter que les boues ne passent au travers du filtre. Repasser une seconde fois les filtrats troubles.

Toutes 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 est fixé à 150 ml. Le filtre ayant retenu les boues est séché à $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ jusqu'à masse constante.

Les boues adhérent au catalyseur, au tube d'essai et au tube d'amenée de gaz sont transférées en les dissolvant par de petites quantités de chloroforme – au plus 30 ml – dans un creuset de porcelaine taré (ou nacelle en feuille d'aluminium). Elles sont séchées à $105\text{ }^{\circ}\text{C}$, après évaporation du chloroforme, jusqu'à masse constante et la masse du résidu est ajoutée à celle des boues obtenues par précipitation par l'heptane normal.

Les boues en totalité sont exprimées en pourcentage de la masse initiale de l'isolant liquide.

1.9.2 Acidité soluble (AS)

La solution heptanique obtenue après filtration des boues est recueillie dans un ballon jaugé de 500 ml dont le volume est ajusté avec de l'heptane normal. L'indice de neutralisation est déterminé en triple sur des prises de 100 ml de la solution heptanique de l'isolant liquide.

Juste avant l'emploi, préparer le solvant de titrage de la façon suivante: 1 ml à 3 ml de la solution de bleu alcalin sont ajoutés à 100 ml du solvant de titrage.

Ce mélange est neutralisé par la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 0,1 M, jusqu'à coloration rouge comparable à celle d'une solution à 10 % de nitrate de cobalt $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Cette coloration doit persister pendant 15 s au moins.

Ajouter à 100 ml de la solution heptanique, le solvant neutralisé tout en agitant. La solution est ensuite titrée à l'aide de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 0,1 M à une température ambiante ne dépassant pas $25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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 chloroform (a total of 30 ml), to a tared porcelain vessel (or aluminium foil pan). It is then dried at $105\text{ }^{\circ}\text{C}$, after the evaporation of the chloroform, 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.

1.9.2 Soluble acidity (SA)

The heptane solution obtained after filtering off the sludge is collected in a 500 ml measuring 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.

Immediately before use, the titrating solution is prepared as follows: 1 ml to 3 ml of the alkali blue solution are added to 100 ml of the titration solvent.

The mixture is neutralized by 0,1 M alcoholic potassium hydroxide to give a red colour comparable to that of a 10 % solution of cobalt $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. This colour shall persist for at least 15 s.

100 ml of the heptane solution is added to the neutralized titration solvent, while stirring, and the mixture is then titrated with 0,1 M alcoholic potassium hydroxide at an ambient temperature not above $25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

L'acidité soluble, exprimée en milligrammes de KOH par gramme d'isolant liquide, est calculée d'après la formule:

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

dans laquelle:

M = molarité de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium

V_2 = nombre de millilitres de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium, nécessaire pour neutraliser la solution d'isolant liquide dans l'heptane normal

V_1 = nombre de millilitres de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium, nécessaire pour neutraliser 100 ml d'heptane normal auxquels ont été ajoutés 100 ml du solvant de titration.

G = masse d'huile, en grammes.

1.9.3 Acidité volatile (AV)

L'acidité volatile est une mesure de la quantité des produits d'oxydation recueillis dans le tube d'absorption. Les mesures sont effectuées quotidiennement ou à des intervalles de temps appropriés.

Pour les titrages, procéder 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 0,1 M, en utilisant quelques gouttes de la solution indicatrice de phénolphtaléine;
- reconnecter le tube d'absorption contenant l'eau titrée;
- l'acidité volatile partielle AV_i , exprimée en milligrammes de KOH par gramme d'huile, est calculée d'après la formule:

$$AV_i = \frac{M \times 56,1 V}{G}$$

dans laquelle:

M = molarité de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium

V = nombre de millilitres de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium utilisé pour la titration.

G = masse d'huile, en grammes.

L'acidité volatile (AV) est égale à la somme des acidités volatiles partielles (AV_i).

$$AV = \sum AV_i$$

1.9.4 Acidité totale (AT)

L'acidité totale, en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme d'isolant liquide, est équivalente à la somme des acidités soluble et volatile.

$$AT = AS + AV$$

Calculate the soluble acidity (SA), in milligrammes of potassium hydroxide per gramme of insulating liquid, as follows:

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

where:

M = molarity of the alcoholic potassium hydroxide solution

V_2 = the number of ml of alcoholic potassium hydroxide solution necessary to titrate the normal heptane insulating liquid solution

V_1 = the number of ml of alcoholic potassium hydroxide solution necessary to titrate 100 ml of normal heptane (added to 100 ml of the titration solvent)

G = mass of oil, in grammes.

1.9.3 Volatile acidity (VA)

Volatile acidity is a measurement of the amount of oxidation products collected in the absorption tube. Measurements are performed daily or at suitable time intervals.

Titration are determined as follows:

- disconnect the absorption tube;
- titrate the volatile acidity directly in the absorption tube with 0,1 M alcoholic potassium hydroxide solution using a few drops of the solution of phenolphthalein as indicator;
- reconnect the absorption tube containing the titrated water;
- calculate the individual volatile acidity (VA_i), in milligrammes of potassium hydroxide per gramme of insulating liquid, as follows:

$$VA_i = \frac{M \times 56,1 \times V}{G}$$

where:

M = molarity of the alcoholic potassium hydroxide solution

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

G = mass of oil, in grammes.

The total volatile acidity (VA) is the sum of the individual volatile acidities (VA_i).

$$VA = \sum VA_i$$

1.9.4 Total acidity (TA)

Total acidity, in milligrammes of potassium hydroxyde per gramme of insulating liquid, is calculated as the sum of the volatile and soluble acidities.

$$TA = SA + VA$$

1.9.5 Vitesse d'oxydation (seulement pour les méthodes B et C)

Une représentation graphique de la vitesse d'oxydation couvrant toute la période d'essai, peut être obtenue en titrant l'acidité volatile quotidiennement (ou à tout autre intervalle de temps approprié) et en portant en graphique les résultats cumulés en fonction du temps.

Pour les titrations quotidiennes se reporter au mode opératoire décrit en 1.9.3.

1.9.6 Facteur de dissipation diélectrique

Dès qu'ils sont refroidis, filtrer sur verre fritté (porosité P 10 suivant l'ISO 4793) ou sur membrane filtrante de 8 µm, les échantillons de liquide oxydés séparément et mesurer le facteur de dissipation diélectrique, à 90 °C, suivant la CEI 247.

Section 2: Méthode A

2.1 Résumé de la méthode

Cette méthode décrit un essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes neuves non inhibées.

L'huile à essayer, dans laquelle barbote un courant constant d'oxygène, est maintenue à la température de 100 °C, en présence de cuivre métallique, pendant une période soigneusement notée. Le degré d'oxydation est caractérisé par la mesure de la quantité des boues et de l'indice de neutralisation.

2.2 Conditions de l'essai

Après avoir été filtrée (voir l'article 1.8), l'huile est oxydée dans les conditions expérimentales suivantes:

- masse d'huile: 25 g ± 0,1 g
- gaz oxydant: oxygène
- débit du gaz: 1 l/h ± 0,1 l/h
- température: 100 °C ± 0,5 °C
- durée de l'essai: 164 h
- catalyseur: longueur appropriée de fil de cuivre, correspondant à une surface développée de 9,7 cm² ± 0,1 cm² (voir l'article 1.7).

2.3 Mode opératoire

2.3.1 Préparation de l'essai

Régler le dispositif de chauffage pour que l'huile soit maintenue à la température requise de 100 °C ± 0,5 °C dans tous les tubes d'oxydation (thermomètre répondant aux exigences de l'annexe B.1).

1.9.5 Oxidation rate (only for methods B and C)

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.

For daily titration operate as per 1.9.3.

1.9.6 Dielectric dissipation factor

Filter separately oxidized insulating liquid samples as soon as cold through a fritted glass disk (ISO 4793 grade P 10 porosity) or on membrane filters of 8 µm and determine dissipation factor at 90 °C in accordance with IEC 247.

Section 2: Method A

2.1 Outline of the method

This method describes a test for evaluating the oxidation stability of unused uninhibited mineral insulating oil.

The oil to be tested, through which a constant stream of oxygen is bubbled, is maintained for a carefully measured period at a temperature of 100 °C in the presence of solid copper. The degree of oxidation is estimated by determining the amount of sludge and the soluble acidity.

2.2 Test conditions

After being filtered (see clause 1.8) the oil is oxidized under the following experimental conditions:

- mass of oil: 25 g ± 0,1 g
- oxidant gas: oxygen
- gas flow-rate: 1 l/h ± 0,1 l/h
- temperature: 100 °C ± 0,5 °C
- test duration: 164 h
- catalyst: appropriate length of copper wire to give a surface area of 9,7 cm² ± 0,1 cm² (see clause 1.7).

2.3 Procedure

2.3.1 Preparation of the test

Adjust the heating bath to maintain the oil in all oxidation tubes at the required temperature of 100 °C ± 0,5 °C (thermometer complying with the requirements of annex B.1).

Peser $25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'huile préalablement filtrée dans le tube d'oxydation (voir en 1.4.2) et insérer l'enroulement catalyseur préparé préalablement, comme décrit à l'article 1.7. Mettre en place la tête Drechsel et placer le tube dans le dispositif de chauffage, utilisant si nécessaire, un joint torique en caoutchouc, pour obstruer le passage existant entre le tube et le couvercle isolé thermiquement.

Ajuster le débit d'oxygène à $1,0 \text{ l/h} \pm 0,1 \text{ l/h}$ mesuré avec le débitmètre à bulles de savon connecté à la sortie du tube d'oxydation (voir figure 5, page 46).

2.3.2 Oxydation

2.3.2.1 Oxyder l'huile tout en maintenant la température à $100 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et le débit d'oxygène à $1,0 \text{ l/h} \pm 0,1 \text{ l/h}$.

2.3.2.2 Vérifier quotidiennement le débit d'oxygène et la température.

2.4 Déterminations sur l'huile oxydée

2.4.1 Boues

Voir en 1.9.1.

2.4.2 Acidité soluble (AS)

Voir en 1.9.2.

2.4.3 Autre détermination (facultatif)

2.4.3.1 Facteur de dissipation diélectrique

Voir en 1.9.6.

NOTE - Cette caractéristique sera déterminée, pour autant qu'elle soit requise, par la spécification appropriée.

2.5 Rapport

Le rapport doit comporter ce qui suit:

CEI 1125, méthode A;

- Acidité soluble (AS), exprimée à $0,01 \text{ mg KOH/g}$ près;
- Boues, exprimées à $0,01 \text{ \%}$ près;
- Facteur de dissipation diélectrique, exprimé à $0,001$ près.

2.6 Fidélité

Compte tenu de la précision que l'on peut normalement attendre des déterminations élémentaires utilisées, au cours de l'essai de stabilité à l'oxydation, les prescriptions suivantes s'adressent aux cas d'essais d'expertise:

a) Nombre d'éprouvettes

Les essais d'expertise doivent être exécutés simultanément en triple.

Weigh $25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ of previously filtered oil into the oxidation tube (see 1.4.2) and insert the catalyst coil previously prepared as described in clause 1.7. 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.

Adjust the oxygen flow to deliver $1,0 \text{ l/h} \pm 0,1 \text{ l/h}$ measured by means of the soapmeter connected to the outlet end of the oxidation tube (see figure 5, page 46).

2.3.2 Oxidation

2.3.2.1 Oxidize the oil while maintaining its temperature at $100 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ and an oxygen flow-rate of $1,0 \text{ l/h} \pm 0,1 \text{ l/h}$.

2.3.2.2 Check oxygen flow and temperature daily.

2.4 Determinations on the oxidized oil

2.4.1 Sludge

See 1.9.1.

2.4.2 Soluble acidity (SA)

See 1.9.2.

2.4.3 Other determination (optional)

2.4.3.1 Dielectric dissipation factor

See 1.9.6.

NOTE - This characteristic will be carried out as long as it is required by the appropriate specifications.

2.5 Report

The report shall include the following:

- IEC 1125, method A;
- Soluble acidity (SA), report to the nearest $0,01 \text{ mg KOH/g}$;
- Sludge, report to the nearest $0,01 \text{ \% by mass}$;
- Dielectric dissipation factor, report to the nearest $0,001$.

2.6 Precision

Taking into account the accuracy that can normally be expected from the basic measurements employed during the oxidation stability test, the following requirements apply to referee tests:

- a) Number of samples

Referee tests shall be carried out simultaneously in triplicate.

b) Pesée des boues

Si l'étendue des mesures de masse entre les trois résultats, par rapport à leur moyenne arithmétique ne dépasse pas la valeur maximale indiquée dans le tableau ci-dessous, alors l'essai est valable.

La teneur en boues est la moyenne arithmétique des trois essais, exprimée en pour-cent.

Masse de boues (moyenne) mg	Ecart maximal mg
jusqu'à 10	2
supérieur à 10 jusqu'à 20	4
supérieur à 20 jusqu'à 40	6
supérieur à 40 jusqu'à 50	8
supérieur à 50 jusqu'à 100	10
au-dessus de 100	20

c) Acidité

Si l'étendue maximale entre les trois résultats n'excède pas 40 % de leur moyenne arithmétique, l'essai est valable et la moyenne constitue le résultat.

Section 3: Méthode B

3.1 Résumé de la méthode

Cette méthode décrit un essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes neuves inhibées; il repose sur la détermination de la période d'induction.

Cette méthode est destinée seulement à vérifier la continuité des fournitures d'huile. Les résultats ne traduisent pas nécessairement les performances en service. L'échantillon d'huile maintenu à 120 °C, en présence d'un fil de cuivre agissant comme catalyseur, est traversé par un courant d'oxygène, à débit constant.

Le degré de stabilité à l'oxydation est évalué par le temps mis par l'huile à produire une quantité déterminée d'acidité volatile. D'autres critères, tels que les acidités soluble et volatile, les boues et le facteur de dissipation diélectrique peuvent également être mesurés après une période d'essai spécifiée.

3.2 Conditions de l'essai

Après filtration (voir l'article 1.8) l'huile est oxydée dans les conditions expérimentales suivantes:

- masse d'huile: 25 g ± 0,1 g
- gaz oxydant: oxygène
- débit de gaz: 1 l/h ± 0,1 l/h
- température: 120 °C ± 0,5 °C
- durée de l'essai: pas définie
- catalyseur: longueur appropriée de fil de cuivre, correspondant à une surface développée de 28,6 cm² ± 0,3 cm² (voir l'article 1.7).

b) Weight of sludge

If the spread between the three weights in relation to the arithmetical mean does not exceed the maximum value shown in the table below, then the test is valid.

The sludge is the arithmetical mean of the three tests expressed as a percentage.

Mass of sludge found (mean) mg	Maximum permissible spread of results mg
up to 10	2
over 10 up to 20	4
over 20 up to 40	6
over 40 up to 50	8
over 50 up to 100	10
above 100	20

c) Acidity

If the maximum spread between the three results does not exceed 40 % of their arithmetic mean, then the test is valid and this mean is the result.

Section 3: Method B

3.1 Outline of the method

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

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.

3.2 Test conditions

After being filtered (see clause 1.8) the oil is oxidized under the following experimental conditions:

- mass of oil: 25 g ± 0,1 g
- oxidant gas: oxygen
- gas flow-rate: 1 l/h ± 0,1 l/h
- temperature: 120 °C ± 0,5 °C
- test duration: not defined
- catalyst: appropriate length of copper wire to give a surface area of 28,6 cm² ± 0,3 cm² (see clause 1.7).

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

3.3 Mode opératoire

L'essai doit être effectué en double.

3.3.1 Préparation de l'essai

Régler le dispositif de chauffage pour que l'huile soit maintenue à la température requise de $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, dans tous les tubes d'oxydation (thermomètre satisfaisant aux exigences de l'annexe B.2).

Peser $25\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ d'huile dans son tube d'oxydation et insérer l'enroulement catalyseur préparé préalablement, comme décrit à l'article 1.7. Mettre en place la tête Drechsel et le tube dans le dispositif de chauffage, en utilisant, si nécessaire, un joint torique en caoutchouc pour obstruer le passage entre le tube et le couvercle isolé thermiquement.

Verser dans le tube d'absorption 25 ml d'une solution alcaline préparée par dilution de 50 ml de la solution alcoolique de KOH 0,1 M dans 1 litre d'eau distillée. Ajouter quelques gouttes de la solution d'indicateur à la phénolphthaléine. Mettre en place la tête de Drechsel et la relier au tube d'oxydation (voir figure 4 bis, page 46). Ajuster le débit d'oxygène à $1,0\text{ l/h} \pm 1\text{ l/h}$ mesuré avec le débitmètre à bulles de savon relié à la sortie du tube d'absorption (voir figure 5, page 46).

3.3.2 Oxydation

3.3.2.1 Oxyder l'huile tout en maintenant la température à $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ et le débit d'oxygène à $1,0\text{ l/h} \pm 0,1\text{ l/h}$.

3.3.2.2 Vérifier quotidiennement le débit d'oxygène et la température.

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

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

Si besoin est, on peut déterminer, après une durée spécifiée, des caractéristiques complémentaires (les boues, les acidités soluble et volatile, le facteur de dissipation diélectrique) de l'huile oxydée, suivant l'article 1.9.

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

3.3.3 Détermination de la période d'induction

Pour l'application de la présente méthode, la période d'induction a été arbitrairement définie comme le temps mis par l'huile à former une acidité volatile équivalente à 0,28 mg KOH/g huile.

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

3.3 Procedure

The test shall be run in duplicate.

3.3.1 Preparation of the test

Adjust the heating bath to maintain the oil in all oxidation tubes at the required temperature of $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ (thermometer complying with the requirements of annex B.2).

Weigh $25\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ of oil into the oxidation tube and insert the catalyst coil previously prepared as described in clause 1.7. 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 M alcoholic KOH solution to 1 l with distilled water. Add a few drops of phenolphthalein indicator solution. Insert the Drechsel head and connect to the oxidation tube (see figure 4 bis, page 46). Adjust the oxygen flow to deliver $1,0\text{ l/h} \pm 0,1\text{ l/h}$ measured by means of the soapmeter connected to the outlet end of the absorption tube (see figure 5, page 46).

3.3.2 Oxidation

3.3.2.1 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 $1,0\text{ l/h} \pm 0,1\text{ l/h}$.

3.3.2.2 Check oxygen flow and temperature daily.

3.3.2.3 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 clause 1.9.

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.

3.3.3 Determination of the induction period

For the purpose of this method, the induction period is arbitrarily set as the time taken for the oil to develop a volatile acidity corresponding to 0,28 mg KOH/g oil.

Prendre comme période d'induction la moyenne des temps correspondants aux observations faites immédiatement avant et après la décoloration de la solution dans le tube d'absorption. Il convient que l'intervalle entre les deux observations finales ne soit pas supérieur à 20 h.

NOTE - Les périodes d'induction peuvent être déterminées avec plus de précision et automatiquement par le changement brusque du niveau de la courbe obtenue par enregistrement continu du pH de la solution alcaline d'absorption. Dans ce cas, il est nécessaire de modifier les tubes d'absorption.

3.4 Déterminations sur l'huile oxydée (facultatif)

3.4.1 *Boues*

Voir en 1.9.1.

3.4.2 *Acidité soluble (AS)*

Voir en 1.9.2.

3.4.3 *Acidité volatile (AV)*

Titrer la solution dans le tube d'absorption par la solution alcoolique 0,1 M d'hydroxyde de potassium et calculer les résultats suivant 1.9.3.

Pour obtenir l'acidité volatile formée pendant la durée totale de l'essai, ajouter 0,28 mg KOH/g au résultat obtenu si la détermination est effectuée après que la période d'induction soit écoulée.

3.4.4 *Acidité totale (AT)*

Voir en 1.9.4.

3.4.5 *Vitesse d'oxydation*

Il peut être utile dans certains cas, de connaître la vitesse d'oxydation durant toute la période d'essai (voir en 1.9.5).

Dans ce cas, la période d'induction est donnée par le temps correspondant à une acidité volatile de 0,28 mg KOH/g. On utilise de l'eau pure (25 ml) comme milieu d'absorption au lieu de la solution alcaline.

L'acidité volatile totale (AV) est égale à la somme des acidités volatiles partielles (AV_i)

$$AV = \sum AV_i$$

3.4.6 *Facteur de dissipation diélectrique*

Voir en 1.9.6.

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, absorption tubes need to be modified.

3.4 Determinations on the oxidized oil (optional)

3.4.1 *Sludge*

See 1.9.1.

3.4.2 *Soluble acidity (SA)*

See 1.9.2.

3.4.3 *Volatile acidity (VA)*

Titrate the solution in the absorption tube with 0,1 M alcoholic potassium hydroxide solution and calculate as in 1.9.3.

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

3.4.4 *Total acidity (TA)*

See 1.9.4.

3.4.5 *Oxidation rate*

It will sometimes be useful to obtain the oil oxidation rate over the entire test period (see 1.9.5).

In this case, the induction period is obtained by the time corresponding to a volatile acidity of 0,28 mg KOH/g oil. Pure water (25 ml) is used as the absorbing agent instead of the alkali solution.

The total volatile acidity (VA) is the sum of the individual volatile acidities (VA_i).

$$VA = \sum VA_i$$

3.4.6 *Dielectric dissipation factor*

See 1.9.6.

3.5 Rapport

Le rapport doit comporter ce qui suit:

- CEI 1125, méthode B;
- La moyenne de deux déterminations de la période d'induction;
- Facultatif:
 - acidité soluble (AS), à 0,01 mg KOH/g près;
 - acidité volatile (AV), à 0,01 mg KOH/g près;
 - acidité totale (AT), à 0,01 mg KOH/g près;
 - boues à 0,01 % près;
 - facteur de dissipation diélectrique à 0,001 près.

3.6 Fidélité

Il convient d'utiliser les critères suivants pour apprécier la validité des résultats.

3.6.1 Répétabilité relative (*r*) (intervalle de confiance: 95 %)

Il convient de considérer les résultats obtenus par un même opérateur comme suspects, si l'écart entre les valeurs obtenues est supérieur aux valeurs indiquées dans le tableau ci-dessous.

3.6.2 Reproductibilité relative (*R*) (intervalle de confiance: 95 %)

Il convient de considérer les résultats obtenus par deux laboratoires différents comme suspects, si l'écart entre leurs résultats est supérieur aux valeurs mentionnées dans le tableau ci-dessous.

Période d'induction > 100 h	
<i>r</i> %	<i>R</i> %
10	40

3.5 Report

The report shall include the following:

- IEC 1125, method B;
- The average of two determinations as the induction period;
- 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.

3.6 Precision

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

3.6.1 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 the table hereinunder.

3.6.2 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 the table hereinunder.

Induction period > 100 h	
r %	R %
10	40

Section 4: Méthode C

4.1 Résumé de la méthode

Cette méthode décrit un essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation d'isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures sous des conditions accélérées, qu'ils contiennent un additif antioxydant ou non.

L'échantillon d'isolant liquide, maintenu à 120 °C en présence de cuivre métallique, agissant comme catalyseur, est parcouru par de l'air à débit constant. Le degré de stabilité à l'oxydation est évalué par la mesure de l'acidité volatile, de l'acidité soluble et des boues.

4.2 Conditions de l'essai

Après filtration (voir l'article 1.8) l'échantillon de liquide est oxydé dans les conditions expérimentales suivantes:

- masse de l'huile: 25 g $\pm$ 0,1 g
- gaz oxydant: air
- débit du gaz: 0,15 l/h $\pm$ 0,015 l/h
- température: 120 °C $\pm$ 0,5 °C
- durée de l'essai: La durée de l'essai est de 164 h. Les isolants liquides, dont la stabilité à l'oxydation est améliorée, exigent des essais de plus longue durée. Dans de tels cas, la durée de l'essai est augmentée par multiple de 168 h jusqu'à ce que le degré de détérioration devienne significatif.

Lorsque la méthode est utilisée pour déterminer la période d'induction, l'essai est poursuivi jusqu'à ce que l'acidité volatile (AV) excède significativement 0,10 mg KOH/g.

NOTE - Pour information générale seulement: reposant sur l'expérience actuelle, une durée d'essai de 164 h est suffisante pour évaluer les huiles minérales isolantes non inhibées.

Les huiles minérales inhibées nécessitent normalement des essais de plus longue durée, une durée de 500 h s'est avérée appropriée pour de nombreuses huiles commerciales.

- catalyseur: une longueur appropriée de fil de cuivre correspondant à une surface développée de 28,6 cm² $\pm$ 0,3 cm² (voir l'article 1.7).

Les produits d'oxydation volatils sont absorbés dans de l'eau contenant de la phénol-phtaléine.

4.3 Mode opératoire

4.3.1 Préparation de l'essai

Régler le dispositif de chauffage pour que l'isolant liquide soit maintenu à la température requise de 120 °C $\pm$ 0,5 °C (thermomètre satisfaisant aux exigences de l'annexe B.2).

Peser 25 g $\pm$ 0,1 g d'huile dans le tube d'oxydation et insérer l'enroulement de catalyseur préparé préalablement comme décrit à l'article 1.7. Mettre en place la tête de Drechsel et installer le tube dans le dispositif de chauffage en utilisant, si nécessaire, un joint torique en caoutchouc, pour obstruer le passage existant entre le tube et le couvercle isolé thermiquement.

Section 4: Method C

4.1 Outline of the method

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

The insulating liquid sample is maintained at 120 °C in the presence of a solid copper catalyst whilst bubbling a constant flow of air. The degree of oxidation stability is estimated by measurement of volatile acidity, soluble acidity and sludge.

4.2 Test conditions

After being filtered (see clause 1.8) the liquid sample is oxidized under the following experimental conditions:

- mass of oil: 25 g $\pm$ 0,1 g
- oxidant gas: air
- gas flow-rate: 0,15 l/h $\pm$ 0,015 l/h
- temperature: 120 °C $\pm$ 0,5 °C
- test duration: The test duration is 164 h. Insulating liquids with improved oxidation stability require longer test periods. In such cases the test duration is extended by multiples of 168 h until the degree of deterioration becomes significant.

If the method is used for measuring the induction period, the test shall be continued until the volatile acidity (VA) significantly exceeds 0,10 mg KOH/g.

NOTE - For general guidance only, based on current experience, a test period of 164 h is sufficient for evaluating uninhibited mineral insulating oil.

Inhibited oils normally require longer test periods and 500 h has been found adequate for many commercial oils.

- catalyst: appropriate length of copper wire to give a surface area of 28,6 cm² $\pm$ 0,3 cm² (see clause 1.7).

Volatile oxidation products are absorbed in water containing phenolphthalein.

4.3 Procedure

4.3.1 Preparation of the test

Adjust the heating bath to maintain the insulating liquid in all oxidation tubes at the required temperature of 120 °C $\pm$ 0,5 °C (thermometer complying with the requirements of annex B.2).

Weigh 25 g $\pm$ 0,1 g of insulating liquid into the oxidation tube and insert the catalyst coil previously prepared as described in clause 1.7. 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.

Verser dans le tube d'absorption 25 ml d'eau distillée. Ajouter quelques gouttes de la solution indicatrice de phénolphthaléine. Placer la tête de Drechsel et la relier au tube d'oxydation (voir figure 4 bis, page 46).

Ajuster le débit d'air à $0,15 \text{ l/h} \pm 0,015 \text{ l/h}$ mesuré avec le débitmètre à bulles de savon connecté à la sortie du tube d'absorption (voir figure 5, page 46).

4.3.2 Oxydation

4.3.2.1 Oxyder l'isolant liquide tout en maintenant la température à $120 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$ et le débit d'oxygène à $0,15 \text{ l/h} \pm 0,015 \text{ l/h}$.

4.3.2.2 Vérifier quotidiennement le débit d'air et la température.

4.3.2.3 S'il faut mesurer la période d'induction, déterminer l'acidité volatile à intervalle régulier, en titrant l'eau dans le tube d'absorption (voir en 1.9.5).

En fonction de la vitesse d'oxydation de l'échantillon examiné, des intervalles de 24 h ou 48 h (72 h pendant le week-end) conviennent.

4.4 Déterminations sur l'isolant liquide oxydé

4.4.1 Boues

Voir en 1.9.1.

4.4.2 Acidité soluble (AS)

Voir en 1.9.2.

4.4.3 Acidité volatile (AV)

Voir en 1.9.3.

4.4.4 Acidité totale (AT)

Voir en 1.9.4.

4.4.5 Autres déterminations (facultatif)

NOTE - Pour autant que ce soit requis par la spécification appropriée.

4.4.5.1 Facteur de dissipation diélectrique

Voir en 1.9.6.

4.4.5.2 Période d'induction (PI)

Placer sur un graphique les valeurs de l'acidité volatile cumulées en fonction du temps et noter le temps correspondant à une valeur de $0,10 \text{ mg KOH/g}$.

Pour into the absorption tube 25 ml of distilled water. Add a few drops of phenolphthalein indicator solution. Insert the Drechsel head and connect to the oxidation tube (see figure 4 bis, page 46).

Adjust the air flow to deliver $0,15 \text{ l/h} \pm 0,015 \text{ l/h}$ measured by means of the soapmeter connected to the outlet end of the absorption tube (see figure 5, page 46).

4.3.2 Oxidation

4.3.2.1 Oxidize the insulating liquid while maintaining its temperature at $120 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ and an air flow-rate of $0,15 \text{ l/h} \pm 0,015 \text{ l/h}$.

4.3.2.2 Check air flow and temperature daily.

4.3.2.3 If the induction period is required, determine the volatile acidity by titrating the water in the absorption tube (see 9.5) at suitable time intervals.

Depending upon the oxidation rate of the sample being tested, 24 h or 48 h intervals (72 h at weekends) are satisfactory.

4.4 Determinations on the oxidized insulating liquid

4.4.1 Sludge

See 1.9.1.

4.4.2 Soluble acidity (SA)

See 1.9.2.

4.4.3 Volatile acidity (VA)

See 1.9.3.

4.4.4 Total acidity (TA)

See 1.9.4.

4.4.5 Other determinations (optional)

NOTE - As long as it is required by the appropriate specification.

4.4.5.1 Dielectric dissipation factor

See 1.9.6.

4.4.5.2 Induction period (IP)

Plot cumulated volatile acidities against time and determine the induction period by reading off the time corresponding to 0,10 mg KOH/g volatile acidity.

4.5 Rapport

Le rapport doit comporter ce qui suit:

- CEI 1125, méthode C;
- Durée de l'essai;
- Acidité totale (AT) à 0,01 mg KOH/g près;
- Boues à 0,01 % près en masse;
- Facteur de dissipation diélectrique à 0,001 près;
- Période d'induction, à l'heure près.

4.6 Fidélité

Les valeurs de la fidélité, données ci-dessous, ont été obtenues pour des huiles minérales isolantes non inhibées et pour une durée d'essai de 164 h (voir note 1 ci-dessous).

4.6.1 Répétabilité relative (*r*) (limite de confiance à 95 %)

Deux résultats successifs obtenus par le même opérateur devront être considérés comme suspects si la différence, exprimée en pourcentage de la moyenne de ceux-ci, est supérieure aux valeurs figurant au tableau ci-dessous.

4.6.2 Reproductibilité relative (*R*) (limite de confiance à 95 %)

Les résultats obtenus par deux laboratoires (voir note 2) devront être considérés comme suspects si la différence, exprimée en pourcentage de la moyenne de ceux-ci, est supérieure aux valeurs figurant au tableau ci-dessous.

	<i>r</i>	<i>R</i>
Acidité totale	16	52
Dépôt	24	87

NOTES

1 La fidélité n'a pas été déterminée pour des huiles minérales isolantes inhibées. Cependant la répétabilité et la reproductibilité dépendent 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 fournira une précision comparable à celle obtenue pour une huile minérale isolante non inhibée.

Une courbe à forte pente peut conduire à une mauvaise précision si la rupture de pente se produit au voisinage de la fin de l'essai. La courbe définissant la vitesse d'oxydation s'obtient en portant en graphique les différentes valeurs de l'acidité volatile en fonction du temps, comme pour la période d'induction.

2 Le résultat d'un laboratoire est constitué par la moyenne de deux résultats obtenus conformément à 4.6.1 (répétabilité).

4.5 Report

The report shall include the following:

- IEC 1125, method C;
- Test duration;
- Total acidity (TA), report to the nearest 0,01 mg KOH/g;
- Sludge, report to the nearest 0,01 % by mass;
- Dielectric dissipation factor, report to the nearest 0,001;
- Induction period, report to the nearest hour.

4.6 Precision

The following precision values were obtained on uninhibited mineral insulating oils (see note 1 below) in a 164 h test.

4.6.1 Relative 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 more than the amount given in the following table.

4.6.2 Relative reproducibility (*R*) (95 % confidence)

The results (see note 2) 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 the table below.

	<i>r</i>	<i>R</i>
Total acidity	16	52
Sludge	24	87

NOTES

1 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 may 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.

2 A result from one laboratory is the mean of the two results obtained to show compliance with 4.6.1 (repeatability).

ANNEXE A (normative)

Détermination du diamètre maximal des pores d'un filtre en verre fritté

La détermination du diamètre maximal des pores fournit une indication sur la capacité de rétention du filtre, soit le diamètre maximal d'une particule sphérique pouvant le traverser.

Le diamètre maximal des pores est déterminé en mesurant la pression d'air nécessaire pour faire passer la première bulle d'air au travers du filtre mouillé par le liquide à essayer.

On utilise la relation:

$$D = \frac{400 \delta}{P}$$

dans laquelle:

D = diamètre du pore, en micromètres

δ = tension superficielle du liquide d'essai, en newtons/mètre

P = pression observée, en pascals.

Pour vérifier un filtre présentant un diamètre maximal des pores de 4 µm à 10 µm, on utilisera, comme liquide d'essai, soit de l'eau, soit du tétrachlorure de carbone.

Le filtre lavé est plongé complètement dans le liquide d'essai dont une couche de plusieurs millimètres d'épaisseur restera sur la surface supérieure du filtre fixé sur l'appareil (figure 6, page 47).

Exercer sur le filtre une pression croissante régulièrement jusqu'à ce qu'une ou deux bulles d'air apparaissent dans le liquide au-dessus du filtre. La lecture du manomètre permet de calculer le diamètre maximal des pores. Ce manomètre peut être calibré directement en diamètres de pores.

Pour un filtre dont le diamètre maximal des pores est compris entre 4 µm et 10 µm, la lecture du manomètre, en pascals, sera de 72 kPa à 29 kPa pour l'eau et de 26 kPa à 10,5 kPa pour le tétrachlorure de carbone.

ANNEX A

(normative)

Determination of maximum diameter of the pores of a fritted glass filter

The determination of the maximum diameter of the pores provides an indication of the retaining capacity of the filter, that is the maximum diameter of a spherical particle than can pass through it.

The maximum diameter of the pores is determined by measuring the air pressure necessary to cause the first air bubble to pass through the filter moistened by the liquid to be tested.

The following relationship is used:

$$D = \frac{400 \delta}{P}$$

where:

D = diameter, in micrometres, of the pore

δ = surface tension of the test liquid, in newtons/metre

P = observed pressure, in pascals.

In order to check a filter having a maximum pore diameter of 4 μm to 10 μm , either water or carbon tetrachloride is used as a test liquid.

The washed filter is completely immersed in the test liquid of which a film of several millimetres thickness will remain on the upper surface of the filter attached to the apparatus (figure 6, page 47).

A uniformly increasing pressure is applied to the filter until one or two bubbles of air appear in the liquid above the filter. The manometer reading enables the maximum diameter of the pores to be calculated. This manometer can be directly calibrated in pore diameters.

For a filter whose maximum pore diameter is between 4 μm and 10 μm , the manometer reading in pascals will be 72 kPa to 29 kPa for water and 26 kPa to 10,5 kPa for carbon tetrachloride.

ANNEXE B (normative)

Spécifications pour les thermomètres

B.1 Spécifications du thermomètre pour la méthode A

Echelle	72 °C à 126 °C
Ligne d'immersion, depuis le bas	100 mm
Graduations:	
Subdivisions	0,2 °C
Traits de marque, tous les	1 °C
Indications, tous les	2 °C
Erreur maximale d'échelle	0,2 °C
Chambre d'expansion permettant de chauffer jusqu'à	150 °C
Longueur totale	395 mm ± 5 mm
Diamètre du tube	6 mm à 8 mm
Longueur du bulbe	15 mm à 20 mm
Diamètre du bulbe	pas supérieur à celui du tube
Distance du bas du bulbe à 72 °C	125 mm à 145 mm
Distance maximale de la chambre de dilatation au sommet	35 mm

B.2 Spécifications du thermomètre pour les méthodes B et C

Echelle	98 °C à 152 °C
Ligne d'immersion, depuis le bas	100 mm
Graduations:	
Subdivisions	0,2 °C
Traits de marque, tous les	1 °C
Indications, tous les	2 °C
Erreur maximale d'échelle	0,3 °C
Chambre d'expansion permettant de chauffer jusqu'à	180 °C
Longueur totale	395 mm ± 5 mm
Diamètre du tube	6,0 mm à 8,0 mm
Longueur du bulbe	15 mm à 20 mm
Diamètre du bulbe	pas supérieur à celui du tube
Distance du bas du bulbe à 98 °C	125 mm à 145 mm
Distance maximale de la chambre de dilatation au sommet	35 mm

ANNEX B (normative)

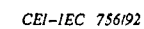
Thermometer specifications

B.1 Thermometer specification for method A

Range	72 °C to 126 °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	0,2 °C
Expansion chamber permits heating to	150 °C
Total length	395 ± 5 mm
Stem diameter	6 mm to 8 mm
Bulb length	15 mm to 20 mm
Bulb diameter	not greater than stem
Distance from bottom of bulb to 72 °C	125 mm to 145 mm
Distance of contraction chamber to top, maximum	35 mm

B.2 Thermometer specification for methods B and C

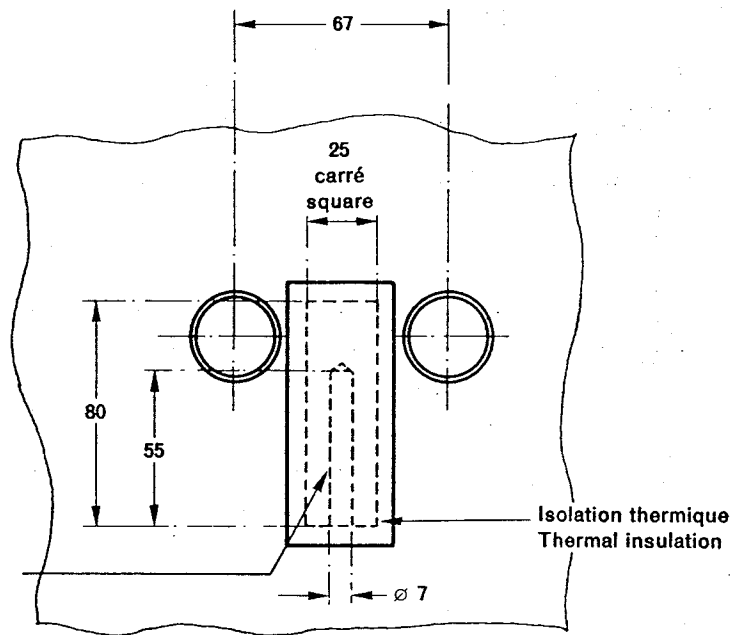
Range	98 °C to 152 °C
Immersion line from the bottom	100 mm
Graduations:	
Subdivisions	0,2 °C
Long lines at each	1 °C
Number at each	2 °C
Scale error, maximum	0,3 °C
Expansion chamber permits heating to	180 °C
Total length	395 ± 5 mm
Stem diameter	6,0 mm to 8,0 mm
Bulb length	15 mm to 20 mm
Bulb diameter	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



Dimensions in millimetres

1125 © CEI

Distance minimale entre les axes de deux tubes adjacents
Minimum distance between centres of adjacent tubes

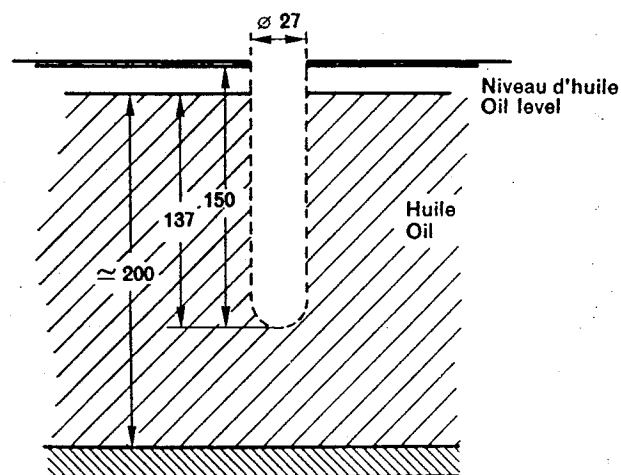


319/74

Dimensions en millimètres

Dimensions in millimetres

Figure 2 – Bloc en alliage d'aluminium pour la mesure de la température
Aluminium alloy temperature measuring block

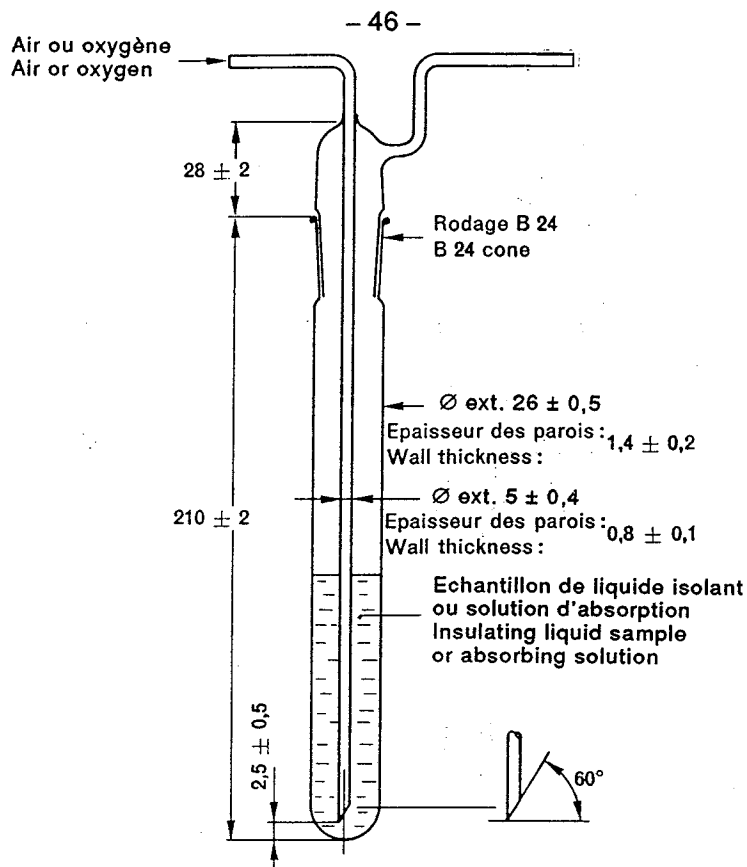


320/74

Dimensions en millimètres

Dimensions in millimetres

Figure 3 – Position du tube dans le bain d'huile
Position of the tube in the oil bath

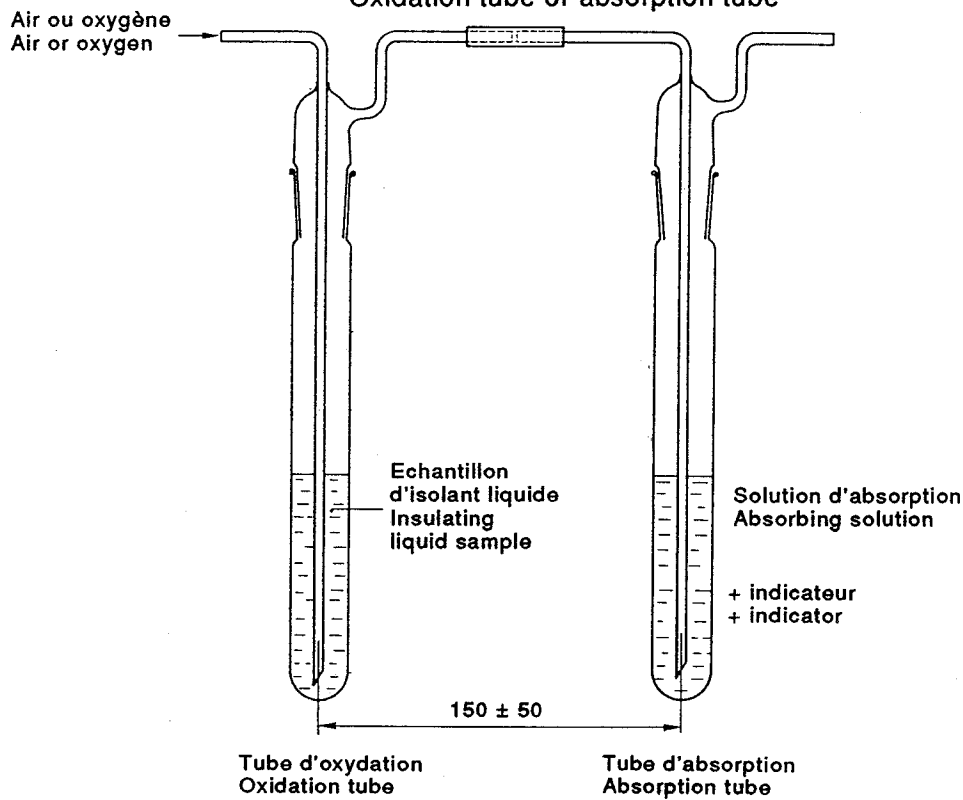


Dimensions en millimètres

Dimensions in millimetres

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

Oxidation tube or absorption tube



Dimensions en millimètres

Dimensions in millimetres

Figure 4 bis – Assemblage du tube d'oxydation et du tube d'absorption

Oxidation tube and absorption tube assembly

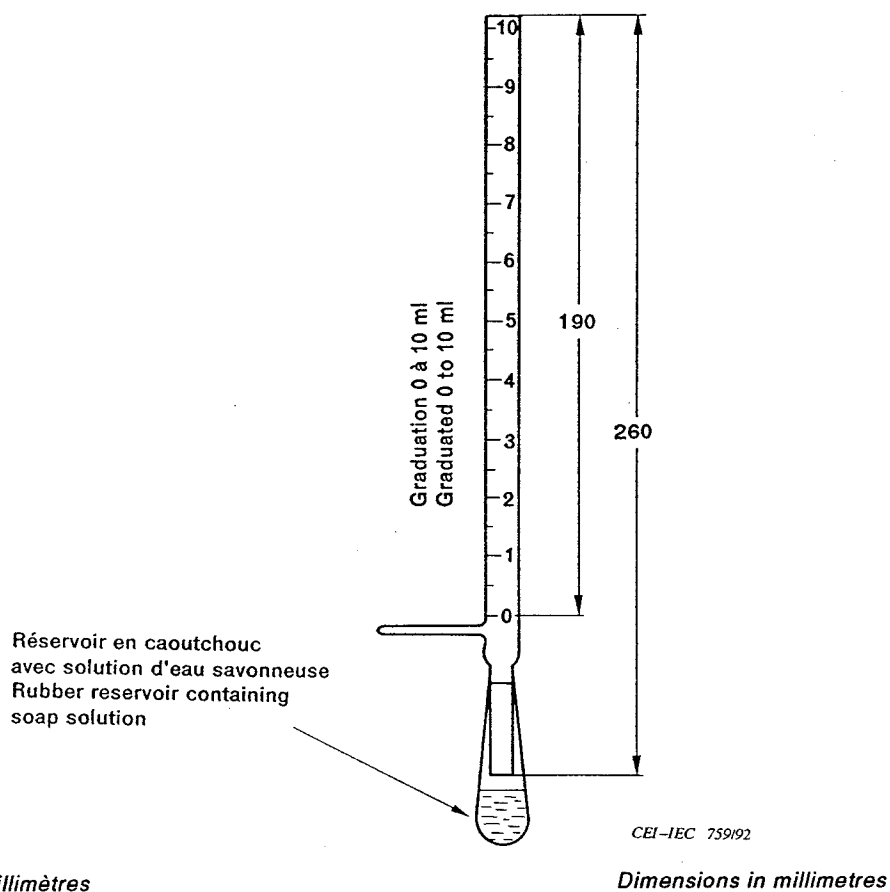


Figure 5 – Mesureur de débit à bulles de savon

Soap bubble flowmeter

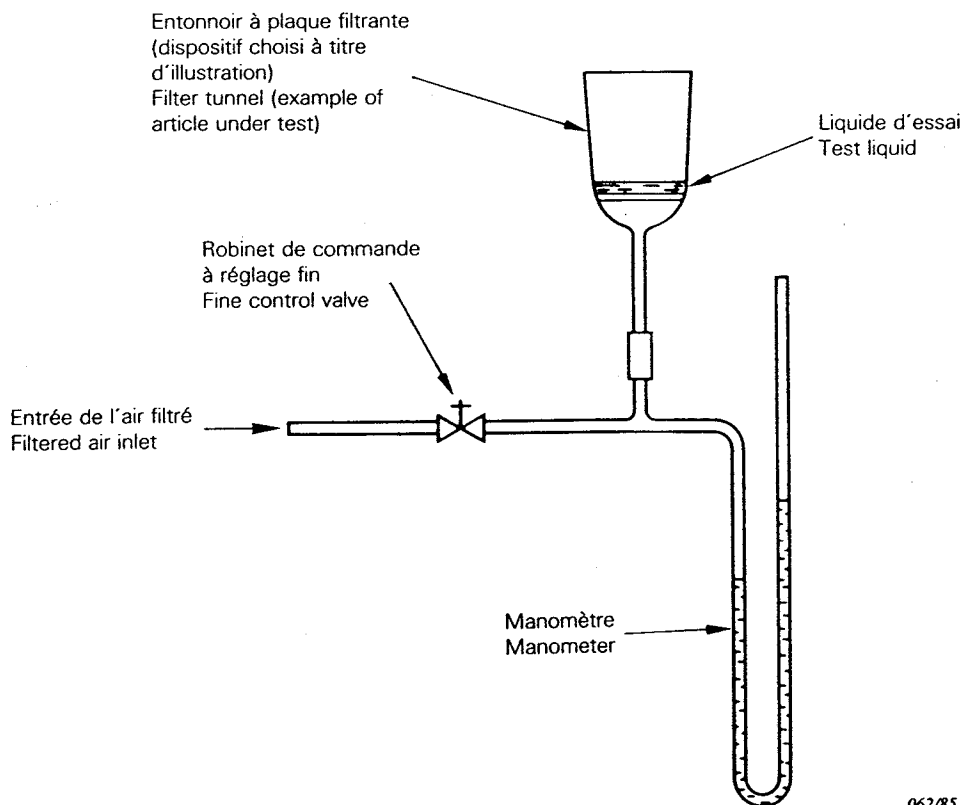


Figure 6 – Détermination du diamètre maximal des pores d'un filtre en verre
Determination of maximum diameter of the pores of a glass filter

ICS 17.220.99; 29.035.40

Typeset and printed by the IEC Central Office
GENEVA, SWITZERLAND