

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Fluids for electrotechnical applications – Unused natural esters for transformers and similar electrical equipment

Fluides pour applications électrotechniques – Esters naturels neufs pour transformateurs et matériels électriques analogues





THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2013 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembé
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

Useful links:

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables you to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...).

It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available on-line and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) on-line.

Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: csc@iec.ch.

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Liens utiles:

Recherche de publications CEI - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée vous permet de trouver des publications CEI en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...).

Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

Just Published CEI - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) en ligne.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: csc@iec.ch.



IEC 62770

Edition 1.0 2013-11

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Fluids for electrotechnical applications – Unused natural esters for transformers and similar electrical equipment

Fluides pour applications électrotechniques – Esters naturels neufs pour transformateurs et matériels électriques analogues

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

Q

ICS 29.040

ISBN 978-2-8322-1191-5

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD.....	4
INTRODUCTION.....	6
1 Scope.....	7
2 Normative references	7
3 Terms and definitions	9
4 Properties, their significance and test methods.....	9
4.1 General.....	9
4.2 Physical properties	9
4.2.1 Appearance	9
4.2.2 Viscosity	10
4.2.3 Pour point.....	10
4.2.4 Water content	10
4.2.5 Density	10
4.3 Electrical properties	10
4.3.1 Breakdown voltage	10
4.3.2 Dielectric dissipation factor (DDF)	10
4.3.3 Relative permittivity (dielectric constant).....	11
4.4 Chemical properties	11
4.4.1 Acidity	11
4.4.2 Corrosive sulfur	11
4.4.3 Additive content.....	11
4.4.4 Furfural content	11
4.5 Performance	11
4.5.1 Oxidation stability	11
4.5.2 Total acidity	12
4.5.3 Viscosity.....	12
4.5.4 Dielectric dissipation factor (DDF)	12
4.6 Health, safety and environmental (HSE) properties	12
4.6.1 Fire point and flash point	12
4.6.2 Polychlorinated biphenyls (PCBs)	12
4.6.3 Biodegradation	12
4.6.4 Toxicity.....	12
5 Classification, identification, general delivery requirements and sampling.....	12
5.1 Classification	12
5.2 Identification and general delivery requirements	13
5.3 Sampling.....	13
Annex A (normative) Summary of the test method for evaluating oxidation stability of unused natural esters	15
A.1 Introductory remark.....	15
A.2 Test conditions	15
A.3 Precision.....	15
A.4 Relative repeatability (<i>r</i>).....	15
A.5 Relative reproducibility (<i>R</i>).....	15
Annex B (informative) Specifications of low-viscosity insulating fluids derived from natural esters	16
Bibliography.....	17

Table 1 – General specifications	14
Table A.1 – Relative repeatability and relative reproducibility obtained for different parameters during RRT.....	15
Table B.1 – Specifications for low-viscosity of monoesters derived from natural esters	16

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

FLUIDS FOR ELECTROTECHNICAL APPLICATIONS – UNUSED NATURAL ESTERS FOR TRANSFORMERS AND SIMILAR ELECTRICAL EQUIPMENT

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 62770 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

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

FDIS	Report on voting
10/909/FDIS	10/933/RVD

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

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

INTRODUCTION

Because of their higher fire points and better environmental compatibility relative to petroleum derived insulating mineral oil, the use of vegetable oils and other natural esters is on the rise as insulating and heat transfer fluids in electrical devices such as transformers.

This standard sets performance criteria for unused natural esters earmarked for electrical applications. However, the use of natural esters is recommended only for equipment that is not open to the atmosphere, e.g. sealed transformers and reactors because these fluids are prone to rapid oxidation.

This International Standard does not purport to address all the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of the standard to establish appropriate health and safety practices and determine the applicability of regulatory limitation prior to use.

Unused natural esters which are the subject of this standard should be handled with due regard to personal hygiene. Direct contact with eyes should be avoided. In case of eye contact, irrigation with copious amounts of clean running water should be carried out and medical advice sought.

Performance of some of the tests mentioned in this standard could lead to a hazardous situation. Attention is drawn to the relevant standard test method for guidance.

The disposal of natural esters, chemicals and sample containers mentioned in this standard should be carried out in accordance with current national legislation with regard to the impact on the environment. Every precaution should be taken to prevent the release of natural esters into the environment.

FLUIDS FOR ELECTROTECHNICAL APPLICATIONS – UNUSED NATURAL ESTERS FOR TRANSFORMERS AND SIMILAR ELECTRICAL EQUIPMENT

1 Scope

This International Standard describes specifications and test methods for unused natural esters in transformers and similar oil-impregnated electrical equipment in which a liquid is required as an insulating and heat transfer medium.

Use of natural esters is not recommended for electrical equipment that is open to the atmosphere.

In this standard the term “natural esters” applies to insulating fluids for transformers and similar electrical equipment with suitable biodegradability and environmental compatibility. Such natural esters are vegetable oils obtained from seeds and oils obtained from other suitable biological materials and delivered to an agreed point, at a set time period. These oils are comprised of triglycerides.

Natural esters with additives are within the scope of this standard. Because of their different chemical composition, natural esters differ from insulating mineral oils and other insulating fluids that have high fire points, such as synthetic esters or silicone fluids.

Natural, ester-derived insulating fluids with low viscosity have been introduced but are not covered by this standard. Pertinent properties of such fluids are given in Annex B.

This standard is applicable only to unused natural esters. Reclaimed natural esters and natural esters blended with non-natural esters fluids are beyond the scope of this standard.

The chemical nomenclature and scientific notations used in the standard are in accordance with the IUPAC handbook (Quantities, Units and Symbols in Physical Chemistry).

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60076-14, *Power transformers - Part 14: Liquid-immersed power transformers using high-temperature insulation materials*

IEC 60156, *Insulating liquids – Determination of the breakdown voltage at power frequency – Test method*

IEC 60247, *Insulating liquids – Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and DC resistivity of insulating fluids*

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

IEC 60475, *Method of sampling liquid dielectrics*

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

IEC 60814, *Insulating liquids – Oil-impregnated paper and pressboard – Determination of water by automatic coulometric Karl Fischer titration*

IEC 61100, *Classification of insulating liquids according to fire-point and net calorific value*¹

IEC 61125:1992, *Unused hydrocarbon-based insulating fluids – Test methods for evaluating the oxidation stability*

IEC 61198, *Mineral insulating oils – Methods for the determination of 2-furfural and related compounds*

IEC 61619, *Insulating liquids – Contamination by polychlorinated biphenyls (PCBs) – Method of determination by capillary column gas chromatography*

IEC 61620, *Insulating liquids – Determination of the dielectric dissipation factor by measurement of the conductance and capacitance – Test method*

IEC 62021-3, *Insulating liquids – Determination of acidity – Part 3: Test methods for non mineral insulating oils*²

IEC 62535:2008, *Insulating liquids – Test method for detection of potentially corrosive sulfur in used and unused insulating oils*

IEC 62697-1, *Test method for quantitative determination of corrosive sulfur compounds in unused and used insulating liquids – Part 1: Test method for quantitative determination of dibenzyl disulfide (DBDS)*

ISO 2592, *Determination of flash and fire point – Cleveland open cup method*

ISO 2719, *Determination of flash point – Pensky-Martens closed cup method*

ISO 3016, *Petroleum products – Determination of pour point*

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

ISO 3675, *Crude petroleum and liquid petroleum products – Laboratory determination of density – Hydrometer method*

ISO 12185, *Crude petroleum and petroleum products – Determination of density – Oscillating U-tube method*

ASTM D 1275, *Standard Test Method for Corrosive Sulfur in Electrical Insulating Oils*

OECD 201-203, *Test Guidelines for ecotoxicity*

OECD 301, *Guideline for testing of chemicals adopted by European Council on July 17th 1992*

US EPA, *Office of Prevention, Pesticides and Toxic Substances (OPPTS)*

835.311, *Fate, Transport and Transformation Test Guidelines*

¹ Withdrawn in 2009 and partially replaced by IEC 61039.

² To be published.

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following definitions apply.

3.1

additives

suitable chemical substances which are deliberately added to natural ester insulating fluids in order to improve certain characteristics, e.g. pour point, viscosity, foaming, and oxidation stability

Note 1 to entry: Examples include antioxidants, pour-point depressants, electrostatic charging tendency depressant, metal passivator or deactivators, antifoam agent, refining process improver, etc.

3.2

corrosive sulfur

free sulfur and corrosive sulfur compounds detected by subjecting metals such as copper to contact with an insulating liquid under standardized conditions

[SOURCE: IEC 60050-212:2010, definition 212-18-20, modified – inclusion of "metals such as"]

3.3

natural esters

vegetable oils obtained from seeds and oils obtained from other suitable biological materials and comprised of triglycerides

3.4

potentially corrosive sulfur

organo-sulfur compounds present in transformer oils that may cause copper sulfide formation

[SOURCE: IEC 62535:2008, definition 3.1 – modified, the NOTE to entry has been omitted]

3.5

unused natural esters

unused natural esters as delivered by the supplier

Note 1 to entry: Such a liquid has not been used in, nor been in contact with electrical equipment or other equipment not required for its manufacture, storage or transport.

Note 2 to entry: The manufacturer and supplier of unused natural esters will have taken all reasonable precautions to ensure that the natural esters are not contaminated with polychlorinated biphenyls, polychlorinated terphenyls or polycyclic aromatics (PCB,PCT, PCAs,) or corrosive sulfur compounds; used, reclaimed, or dechlorinated oils, or other contaminants.

4 Properties, their significance and test methods

4.1 General

Salient characteristics of unused natural esters are listed in Table 1.

NOTE Additional information on natural esters for transformers and similar electrical equipment is available in CIGRE brochure 436 and IEEE report C57.147.

4.2 Physical properties

4.2.1 Appearance

A visual inspection of unused natural esters (with light transmitted through approximately 10 cm thickness of natural esters at ambient temperature) indicates the presence of visible contaminants, free water and suspended matter.

4.2.2 Viscosity

Viscosity influences heat transfer and therefore affects the increase of temperature in the transformer and other equipment. The lower the viscosity, the easier the oil circulates leading to better heat transfer. Viscosities at lower temperatures is a critical factor for cold start of transformers with ON cooling (absence of circulation can lead to possible overheating at hot spots). It can have negative impact on the speed of moving parts such as on-load tap changer mechanism, pumps and regulators. Due consideration should be given to viscosity at the lowest cold start energizing temperature (LCSET). Viscosity at 40 °C and 100 °C shall be measured according to ISO 3104.

4.2.3 Pour point

Pour point of unused natural esters is the lowest temperature at which the natural esters will just flow. Pour point shall be measured in accordance with ISO 3016.

Crystallization behaviour of natural esters depends on time and temperature. Crystals should not be present in liquid at application temperature; precautions shall be taken if oil temperature inside the electrical device is lower than 0 °C. Below this temperature thermal and dielectric behavior of the device with natural esters can be adversely affected. A well-defined method to measure crystallization behavior is not available at present.

4.2.4 Water content

Water content of natural esters affects their dielectric properties. Water content shall be measured in accordance with IEC 60814.

NOTE Due to the moderately polar nature of natural esters, water content at which free water will appear and cause deterioration of electric strength is significantly higher in natural esters than that in mineral insulating oils.

4.2.5 Density

Density of natural esters shall be measured in accordance with ISO 3675 (reference method), but ISO 12185 is also acceptable.

4.3 Electrical properties

4.3.1 Breakdown voltage

Breakdown voltage of unused natural esters shall be measured in accordance with IEC 60156.

Because of the difference in properties of natural esters, an initial set-up time is required; it may range between 15 min and 30 min, when there are no visible bubbles in the liquid before measurements are made.

4.3.2 Dielectric dissipation factor (DDF)

DDF is a measure for dielectric losses caused by the liquid. High DDF can indicate contamination of the liquid with moisture, particles or soluble polar contaminants or poor refining quality. DDF shall be measured in accordance with IEC 60247 or IEC 61620 at 90 °C. In case of dispute, IEC 60247 at 90 °C should be used.

By agreement between parties, DDF may be measured at temperatures other than 90 °C. In such cases the measurement temperature should be stated in the report.

4.3.3 Relative permittivity (dielectric constant)

It is the ratio of the amount of electrical energy stored in the liquid at an applied voltage, relative to that stored in a vacuum. It shall be measured in accordance with IEC 60247 or IEC 61620 at 90 °C. In case of dispute, IEC 60247 at 90 °C should be used.

NOTE Typical value 2,8 – 3,3.

4.4 Chemical properties

4.4.1 Acidity

Unused natural esters should be near neutral; acidity shall be measured in accordance with IEC 62021-3.

NOTE Natural esters may contain very low concentrations of free fatty acids; presence of free fatty acids can affect acidity of natural esters.

4.4.2 Corrosive sulfur

Free corrosive sulfur and potentially corrosive compounds are detected by contacting copper with insulating liquid under standardized conditions (IEC 62535 or ASTM D1275B). Known corrosive sulfur compounds such as dibenzyl disulphide (DBDS) shall not be present above detection limit (IEC 62697-1).

NOTE Corrosive sulfur compounds are not naturally present in vegetable oils or other natural esters. The tests can verify that additives are non-corrosive and cross-contamination with potentially corrosive oils has not occurred.

4.4.3 Additive content

Additives include antioxidants, metal deactivators, pour point depressants, etc. Antioxidant additive slows down the oxidation of esters and, in turn, the formation of gels and acidity. One such antioxidant is 2, 6-di-tert-butyl-p-cresol (DBPC), also known as BHT, but others are also used. Detection and measurement of defined anti-oxidant additives shall be in accordance with IEC 60666 or other suitable methods. Total concentration of additives shall be less than a weight fraction of 5 %.

The supplier with mutual consent should declare the generic types of all additives, and their concentrations in the case of antioxidants and passivators. Information on initial type and concentration of additives is useful for supervision and maintenance guidance during the life of natural esters in transformers and similar electrical equipment.

4.4.4 Furfural content

Furanic compounds, including 2-Furfural, are degradation products of Kraft insulating paper; such compounds are not typically present in unused natural esters. 2-Furfural and related compounds shall be determined in accordance with IEC 61198.

NOTE Certain furanic compounds may be present at trace levels in unused natural esters.

4.5 Performance

NOTE This concerns the properties that are related to the long-term behaviour of natural ester insulating fluids in service and/or their reaction to high electric stress and temperature. Acceptable operating temperatures for esters are provided in IEC 60076-14.

4.5.1 Oxidation stability

Unused natural esters are recommended for application only in equipment that is not open to atmosphere because these fluids are prone to rapid oxidation. Oxidation stability of these fluids can be assessed with modifications to the procedure as described in Method C of IEC 61125:1992.

NOTE The modifications in IEC 61125 for natural esters are given in Annex A.

4.5.2 Total acidity

Acidity of natural esters subjected to oxidation stability test. Acidity should be measured in accordance with 1.9.4 of IEC 61125:1992.

4.5.3 Viscosity

Viscosity of natural esters subjected to oxidation stability test shall be measured at 40 °C according to ISO 3104.

4.5.4 Dielectric dissipation factor (DDF)

DDF measurements after oxidation stability test provides a measure for dielectric losses resulting from the water and soluble polar compounds formed in a dielectric liquid as a result of oxidation. DDF shall be measured in accordance with IEC 60247 or IEC 61620.

4.6 Health, safety and environmental (HSE) properties

NOTE These are the properties that are related to safe handling of natural esters and minimization of their adverse impact. Examples can include flash and fire points, polycyclic aromatics (PCAs), and polychlorinated biphenyls/polychlorinated terphenyls (PCBs/PCTs).

4.6.1 Fire point and flash point

The safe operation of electrical equipment requires an adequately high fire point that is measured in accordance with ISO 2592. Flash point is measured according to ISO 2719.

4.6.2 Polychlorinated biphenyls (PCBs)

Unused natural esters shall be free from PCBs.

Concentrations of these chemicals can be measured according to IEC 61619; total concentration shall be less than 2 mg kg⁻¹.

NOTE PCBs and related compounds can be present in unused natural esters only because of cross-contamination.

4.6.3 Biodegradation

Natural esters exhibit better environmental compatibility relative to petroleum-derived insulating mineral oils. Specific tests need to be undertaken to demonstrate ready biodegradability of these fluids. Tests include OECD 301B, C or F; or US EPA – OPPTS 835.311.

NOTE Natural esters can be classified in accordance with IEC 61039, based on biodegradability observed with OECD 301:1992.

4.6.4 Toxicity

Unused natural esters are considered non-toxic and suppliers shall supply assays that define the product as non-toxic.

NOTE Toxicity of natural esters can be assessed with test methods such as a modified Ames test or other suitable internationally recognized assays such as OECD 201-203; US EPA 600/4.82.068:1983.

5 Classification, identification, general delivery requirements and sampling

5.1 Classification

For the purpose of this standard, natural esters are classified in a single class.

- less flammable natural esters.

NOTE There are other natural ester derived liquids, which may have a different classification. However, these liquids are not covered by this standard, an example of such liquids is described in Annex B.

5.2 Identification and general delivery requirements

- a) Natural esters are normally delivered in bulk, rail tank cars, tank containers, or packed in drums or (intermediate bulk containers). These shall be clean and suitable for this purpose in order to avoid any contamination.
- b) Liquid drums and sample containers shall carry at least the following markings:
 - supplier's designation;
 - classification;
 - liquid net weight.
- c) Each natural esters delivery shall be accompanied by a document from the supplier specifying at least: supplier's designation, liquid classification and quality certificate. At the request of the purchaser and by mutual consent, the supplier should declare all generic types of additives and their concentrations in a datasheet in accordance with the international and local regulations.

5.3 Sampling

Sampling shall be carried out in accordance with the procedure described in IEC 60475.

Table 1 – General specifications

Property	Test method	Limits
Physical		
Appearance		Clear, free from sediment and suspended matter
Viscosity at 100 °C	ISO 3104	Max. 15 mm ² .s ⁻¹
Viscosity at 40 °C	ISO 3104	Max. 50 mm ² .s ⁻¹
Pour point	ISO 3016	Max. –10 °C
Water content	IEC 60814	Max. 200 mg.kg ⁻¹
Density at 20 °C	ISO 3675 or ISO 12185	Max. 1 000 kg.m ⁻³
Electrical		
Breakdown voltage	IEC 60156 (2,5 mm gap)	Min. 35 kV ^a
Dissipation factor (tan δ) 90 °C	IEC 60247	Max. 0,05
Chemical		
Soluble acidity	IEC 62021-3	Max. 0,06 mg KOH g _{oil} ⁻¹
Corrosive sulfur DBDS	IEC 62535 or ASTM D1275B IEC 62697-1	Non corrosive Below detection limit
Total additives	IEC 60666 or other suitable methods	Max. weight fraction 5 %
Performance – Salient properties after oxidation stability test in accordance with Method C of IEC 61125:1992 ^b		
Total acidity	1.9.4 of IEC 61125:1992	Max. 0,6 mg KOH g _{oil} ⁻¹
Viscosity at 40 °C	ISO 3104	Max. 30 % increase over the initial value
DDF (tan δ) at 90 °C	IEC 60247	Max. 0,5
Health, safety and environment (HSE)		
Fire point	ISO 2592	Min. 300 °C
Flash point	ISO 2719	Min. 250 °C
Biodegradation	US EPA OECD 301 B, C or F US EPA OPPTS 835.311	Readily biodegradable
^a At delivery. ^b See Annex A for details of oxidation stability parameters.		

Annex A (normative)

Summary of the test method for evaluating oxidation stability of unused natural esters

A.1 Introductory remark

Oxidation stability of natural esters is evaluated under accelerated aging conditions similar to those described in Method C of IEC 61125:1992.

Aliquots of the natural esters samples are maintained at 120 °C in the presence of a solid copper catalyst, while a constant volume of air is bubbled through the samples for 48 h. The resistance to oxidation is estimated by measuring volatile acidity, soluble acidity, sludge formation, viscosity and DDF. The values obtained for these parameters after accelerated oxidation are compared against the values obtained prior to accelerated oxidation.

A.2 Test conditions

All test conditions i.e. the amount of natural esters, length and diameter of copper catalyst, oxidation temperature and oxidant (air) flow rate are the same as described in Method C of IEC 61125:1992. The only modification is in the duration for accelerated aging, which is set at 48 h.

A.3 Precision

Precision values obtained during the Round Robin test on commercially available natural esters after 48 h oxidation are given in Table A.1. Relative reproducibility for each parameter is based on results obtained from 11 participating laboratories. The values reported in Table A.1 are in general agreement with values reported for mineral insulating oils in IEC 61125.

A.4 Relative repeatability (*r*)

Duplicate determinations carried out by one laboratory at the 95 % confidence level.

A.5 Relative reproducibility (*R*)

Duplicate determinations carried out by different laboratories at the 95 % confidence level.

**Table A.1 – Relative repeatability and relative reproducibility obtained
for different parameters during RRT**

Parameter	<i>r</i> %	<i>R</i> %
Viscosity at 40 °C	5	7,5
Total acidity	13	38
Sludge	22	57
DDF (tan δ) at 90 °C	–	47

Annex B (informative)

Specifications of low-viscosity insulating fluids derived from natural esters

From a chemical and biochemical point of view, the natural esters (i.e. esters that can be found in biological materials) comprise many other molecules besides the triglycerides to which the definition of natural esters in this standard refers.

The triglycerides are the main constituents of vegetable oils (and animal fats) and these fluids are usually characterized by high fire point and flash point, which categorize them in class K according to IEC 61100. Compared to mineral oils, they are less flammable but they have also a higher viscosity and a higher pour point.

NOTE According to IEC 61100, class K fluids have a fire point > 300 °C (according to ISO 2592 – open cup) and a flash point > 250 °C (according to ISO 2719 – closed cup)

Other insulating fluids, derived from various natural esters, have been developed for use in some electrotechnical applications (e.g. low/medium voltage power transformers with ONAN cooling). Such fluids mainly consist of fatty acid mono-esters that allow lowering the viscosity or mixtures of triglycerides and fatty acid mono-esters.

The properties of the low-viscosity insulating fluids derived from natural esters are close to those of mineral oils, as shown in Table B.1.

**Table B.1 – Specifications for low-viscosity of monoesters derived
from natural esters**

Property	Test method	Limits
Physical		
Viscosity at 100 °C	ISO 3104	Max. 6 mm ² .s ⁻¹
Viscosity at 40 °C	ISO 3104	Max. 18 mm ² .s ⁻¹
Viscosity at 0 °C	ISO 3104	Max. 90 mm ² .s ⁻¹
Pour point	ISO 3016	Max. –25 °C ^a
Electrical		
Breakdown voltage	IEC 60156 (2,5 mm gap)	Min. 35 kV ^b
Dissipation factor (tan δ) at 90 °C	IEC 60247	Max. 0,05
Health, safety and environment (HSE)		
Fire point	ISO 2592 (open cup)	Min. 175 °C
Flash point	ISO 2719 (closed cup)	Min. 135 °C
Biodegradation	US EPA OECD 301 B,C,F US EPA OPPTS 835.311	Readily biodegradable
^a LCSET Lowest cold start energizing temperature –10 K.		
^b At delivery and ≥70 kV after treatment (see IEC 60296 for a description of the laboratory treatment).		

Bibliography

IEC 60050-212:2010, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 212: Electrical insulating solids, liquids and gases*

IEC 60050-421, *International Electrotechnical Vocabulary – Chapter 421: Power transformers and reactors*

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

IEC 61039, *Classification of insulating fluids*

IEC 61099, *Specification for unused synthetic organic esters for electrical purposes*

IEC 61868, *Mineral insulating oils – Determination of kinematic viscosity at very low temperatures*

ASTM D6871: Standard specification for natural (vegetable oil) ester fluids used in electrical apparatus

International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) Handbook of terms and definitions

CIGRE Brochure 436, *Experiences in Service with New Insulating Liquids. Working Group A2. 35, October, 2010*

IEEE C57.147th, *Guide for Acceptance and Maintenance of Natural Ester Fluids in Transformers*

IP 346, *Determination of polycyclic aromatics in unused base oils and asphaltene free petroleum fraction – Dimethyl sulfoxide extraction refractive index method*

US EPA 600/4.82.068:1983, *Interim Procedure for Conducting the Salmonella/Microsomal Mutagenicity Assay (Ames Test)*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	20
INTRODUCTION.....	22
1 Domaine d'application	23
2 Références normatives	23
3 Termes et définitions	25
4 Propriétés, leur signification et méthodes d'essai.	26
4.1 Généralités	26
4.2 Propriétés physiques	26
4.2.1 Apparence	26
4.2.2 Viscosité	26
4.2.3 Point d'écoulement	26
4.2.4 Teneur en eau	26
4.2.5 Densité	26
4.3 Propriétés électriques	27
4.3.1 Tension de claquage	27
4.3.2 Facteur de dissipation diélectrique (FDD)	27
4.3.3 Permittivité relative (constante diélectrique)	27
4.4 Propriétés chimiques	27
4.4.1 Acidité	27
4.4.2 Soufre corrosif	27
4.4.3 Teneur en additifs.....	27
4.4.4 Teneur en furfural.....	28
4.5 Performance	28
4.5.1 Stabilité à l'oxydation.....	28
4.5.2 Acidité totale.....	28
4.5.3 Viscosité.....	28
4.5.4 Facteur de dissipation diélectrique (FDD)	28
4.6 Propriétés liées à l'hygiène, à la sécurité et à l'environnement (HSE)	28
4.6.1 Point de feu et point d'éclair	28
4.6.2 Polychlorobiphényles (PCB)	29
4.6.3 Biodégradation	29
4.6.4 Toxicité.....	29
5 Classification, identification, exigences générales de livraison et échantillonnage	29
5.1 Classification	29
5.2 Exigences générales et d'identification à la livraison	29
5.3 Echantillonnage	30
Annexe A (normative) Résumé de la méthode d'essai utilisée pour l'évaluation de la stabilité à l'oxydation des esters naturels neufs	31
A.1 Remarques introductives.....	31
A.2 Conditions d'essai.....	31
A.3 Précision.....	31
A.4 Répétabilité relative (<i>r</i>)	31
A.5 Reproductibilité relative (<i>R</i>).....	31
Annexe B (informative) Spécifications des fluides isolants à faible viscosité dérivés d'esters naturels	32
Bibliographie.....	34

Tableau 1 – Spécifications générales	30
Tableau A.1 – Répétabilité relative et reproductibilité relative obtenues pour différents paramètres durant les essais interlaboratoires	31
Tableau B.1 – Spécifications relatives à la faible viscosité des monoesters dérivés d'esters naturels	33

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

FLUIDES POUR APPLICATIONS ÉLECTROTECHNIQUES – ESTERS NATURELS NEUFS POUR TRANSFORMATEURS ET MATÉRIELS ÉLECTRIQUES ANALOGUES

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 62770 a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/909/FDIS	10/933/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de la CEI sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

INTRODUCTION

Du fait de leurs points de feu plus élevés et de leur meilleure compatibilité environnementale, par comparaison avec l'huile minérale isolante dérivée du pétrole, l'utilisation des huiles végétales et d'autres esters naturels est en augmentation en tant que liquides isolants et fluides caloporteurs dans les appareils électriques tels que les transformateurs.

La présente norme établit des critères de performance pour les esters naturels neufs destinés aux applications électriques. Cependant, l'utilisation des esters naturels est recommandée uniquement pour les matériels qui ne sont pas situés à l'air libre, par exemple les transformateurs et réacteurs scellés, car ces fluides sont exposés à une oxydation rapide.

La présente Norme internationale ne vise pas à répondre à tous les problèmes de sécurité associés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de cette norme de mettre en place les pratiques d'hygiène et de sécurité adéquates et de déterminer avant utilisation si des contraintes réglementaires s'appliquent.

Il convient que les esters naturels neufs dont traite cette norme soient manipulés en respectant l'hygiène personnelle. Il convient d'éviter tout contact direct avec les yeux. En cas de contact oculaire, il convient de laver les yeux abondamment à l'eau courante propre et demander un avis médical.

Certains des essais mentionnés dans la présente norme sont susceptibles d'entraîner une situation dangereuse. L'attention est attirée sur la norme applicable à des fins de conseil.

Il convient d'éliminer des esters naturels, des produits chimiques et des récipients d'échantillons mentionnés conformément à la législation nationale en vigueur pour ce qui concerne l'impact sur l'environnement. Il convient de prendre toutes les précautions afin d'empêcher le rejet d'esters naturels dans l'environnement.

FLUIDES POUR APPLICATIONS ÉLECTROTECHNIQUES – ESTERS NATURELS NEUFS POUR TRANSFORMATEURS ET MATÉRIELS ÉLECTRIQUES ANALOGUES

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit les spécifications et méthodes d'essai applicables aux esters naturels neufs dans les transformateurs et matériels électriques imprégnés d'huile analogues nécessitant un liquide en tant que milieu isolant et caloporteur.

L'utilisation d'esters naturels n'est pas recommandée pour les matériels électriques situés à l'air libre.

Dans la présente norme, le terme "esters naturels" s'applique aux fluides isolants pour transformateurs et matériels électriques présentant une biodégradabilité et une compatibilité environnementale convenables. Ces esters naturels sont des huiles végétales obtenues à partir de graines et des huiles obtenues à partir d'autres matériaux biologiques appropriés et livrés en lieu et temps convenus. Ces huiles sont composées de triglycérides.

Les esters naturels avec additifs entrent dans le domaine d'application de la présente norme. En raison de leur composition chimique différente, les esters naturels se distinguent des huiles minérales isolantes et d'autres fluides isolants qui possèdent des points de feu élevés, tels que les esters synthétiques ou les fluides silicones.

Les fluides isolants dérivés d'esters naturels présentant une faible viscosité ont été introduits, mais ne sont pas couverts par la présente norme. Les propriétés pertinentes de ces fluides sont indiquées dans l'Annexe B.

La présente norme n'est applicable qu'aux esters naturels neufs. Les esters naturels régénérés et les esters naturels mélangés à des fluides à base d'esters non naturels n'entrent pas dans le domaine d'application de cette norme.

La nomenclature chimique et les notations scientifiques utilisées dans la présente norme sont conformes au manuel de l'IUPAC (Union internationale de chimie pure et appliquée) (Quantités, Unités et Symboles en Chimie Physique).

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60076-14, *Transformateurs de puissance - Partie 14: Transformateurs de puissance immergés dans du liquide utilisant des matériaux isolants haute température*

CEI 60156, *Isolants liquides – Détermination de la tension de claquage à fréquence industrielle – Méthode d'essai*

CEI 60247, *Liquides Isolants – Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$) et de la résistivité en courant continu*

CEI 60296, *Fluides pour applications électrotechniques – Huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillages de connexion*

CEI 60475, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

CEI 60666, *Détection et dosage d'additifs spécifiques présents dans les huiles minérales isolantes*

CEI 60814, *Isolants liquides – Cartons et papiers imprégnés d'huile – Détermination de la teneur en eau par titrage coulométrique de Karl Fischer automatique*

CEI 61100, *Classification des liquides isolants selon le point de feu et le pouvoir calorifique inférieur¹*

CEI 61125:1992, *Isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures – Méthodes d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation*

CEI 61198, *Huiles minérales isolantes – Méthodes pour la détermination du 2-furfural et ses dérivés*

CEI 61619, *Isolants liquides – Contamination par les polychlorobiphényles (PCB) – Méthode de détermination par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire*

CEI 61620, *Isolants liquides – Détermination du facteur de dissipation diélectrique par la mesure de la conductance et de la capacité – Méthode d'essai*

CEI 62021-3, *Liquides isolants – Détermination de l'acidité – Partie 3: Méthodes d'essai pour les huiles non minérales isolantes²*

CEI 62535:2008, *Liquides isolants – Méthode d'essai pour la détection du soufre potentiellement corrosif dans les huiles usagées et neuves*

CEI 62697-1, *Méthodes d'essai pour la détermination quantitative des composés de soufre corrosif dans les liquides isolants usagés et neufs – Partie 1: Méthode d'essai pour la détermination quantitative du disulfure de dibenzyle (DBDS)*

ISO 2592, *Détermination des points d'éclair et de feu – Méthode Cleveland à vase ouvert*

ISO 2719, *Détermination du point d'éclair – Méthode Pensky-Martens en vase clos*

ISO 3016, *Petroleum products – Determination of pour point*
(disponible en anglais seulement)

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

ISO 3675, *Pétrole brut et produits pétroliers liquides – Détermination en laboratoire de la masse volumique – Méthode à l'aréomètre*

ISO 12185, *Pétroles bruts et produits pétroliers – Détermination de la masse volumique – Méthode du tube en U oscillant*

¹ Retirée en 2009 et remplacée partiellement par la CEI 61039.

² A publier.

ASTM D 1275, *Standard Test Method for Corrosive Sulfur in Electrical Insulating Oils* (disponible en anglais uniquement)

OCDE 201-203, *Lignes directrices pour les essais pour l'écotoxicité*

OCDE 301, *Lignes directrices pour les essais de produits chimiques, adoptées par le Conseil Européen le 17 juillet 1992*

US EPA, *Office of Prevention, Pesticides and Toxic Substances (OPPTS)*

835.311, *Fate Transport and Transformation Test Guidelines*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1

additifs

substances chimiques appropriées, volontairement ajoutées à des liquides isolants à base d'ester naturel pour en améliorer certaines propriétés, par exemple, le point d'écoulement, la viscosité, le moussage et la stabilité à l'oxydation

Note 1 à l'article: On peut citer à titre d'exemple les antioxydants, les abaisseurs de point d'écoulement, les agents antiélectrisation statiques, les passivants de métaux ou les désactiveurs de métaux, les agents antimousse, les adjuvants de raffinage, etc.

3.2

soufre corrosif

soufre libre et composés corrosifs du soufre détectés en mettant du cuivre au contact d'un isolant liquide dans des conditions normalisées

[SOURCE: CEI 60050-212:2010, définition 212-18-20]

3.3

esters naturels

huiles végétales obtenues à partir de graines et des huiles obtenues à partir d'autres matériaux biologiques et sont composés de triglycérides

3.4

soufre potentiellement corrosif

composés organosoufrés présents dans les huiles de transformateur, susceptibles de provoquer la formation de sulfure de cuivre

[SOURCE: CEI 62535:2008, définition 3.1, modifiée – omission de la Note à l'article)

3.5

esters naturels neufs

esters naturels neufs, tels que livrés par le fournisseur

Note 1 à l'article: Un tel liquide n'a été ni utilisé dans des appareillages électriques, ni mis à leur contact ou au contact de tout autre appareil non nécessaire à sa fabrication, son stockage ou son transport.

Note 2 à l'article: Le fabricant et le fournisseur d'esters naturels neufs auront pris toutes les précautions utiles pour s'assurer que les esters naturels ne sont pas contaminés par des polychlorobiphényles, polychloroterphényles, des composés aromatiques polycycliques (PCB [*polychlorinated biphenyls*], PCT [*polychlorinated terphenyls*], PCA [*polycyclic aromatics*]), ou des composés soufrés corrosifs, des huiles usagées, régénérées ou déchlorées, ou par d'autres contaminants.

4 Propriétés, leur signification et méthodes d'essai.

4.1 Généralités

Les principales caractéristiques des esters naturels neufs sont répertoriées dans le Tableau 1.

NOTE Des informations supplémentaires concernant les esters naturels pour les transformateurs et matériels électriques analogues sont disponibles dans la brochure 436 du CIGRE et dans le rapport C57.147 de l'IEEE.

4.2 Propriétés physiques

4.2.1 Apparence

Un contrôle visuel des esters naturels neufs (par lumière transmise à travers des esters naturels d'environ 10 cm d'épaisseur à température ambiante) révèle la présence de contaminants visibles, d'eau libre et de matières en suspension.

4.2.2 Viscosité

La viscosité influe sur le transfert de chaleur et, par conséquent, affecte l'échauffement dans le transformateur et d'autres matériels. Plus la viscosité est basse, mieux l'huile circule et donc améliore le transfert de chaleur. La viscosité à des températures plus basses constitue un facteur critique lors du démarrage à froid des transformateurs à refroidissement de type ON (l'absence de circulation peut entraîner une éventuelle surchauffe des points chauds). Elle peut avoir une influence négative sur la vitesse des pièces mobiles telles que celles des sélecteurs en charge, des pompes et des régulateurs. Il convient de prendre en compte la viscosité à la température minimale de démarrage en puissance (TMDP). La viscosité à 40 °C et 100 °C doit être mesurée selon l'ISO 3104.

4.2.3 Point d'écoulement

Le point d'écoulement d'un liquide isolant à base d'ester naturel neuf est la température la plus basse à laquelle les esters naturels s'écoulent encore. Le point d'écoulement doit être mesuré selon l'ISO 3016.

Le comportement de cristallisation des esters naturels dépend du temps et de la température. Il convient que les cristaux ne soient pas présents dans le liquide à la température d'application; des précautions doivent être prises si la température de l'huile à l'intérieur du dispositif électrique est inférieure à 0 °C. Une température inférieure à ce niveau peut avoir une incidence négative sur le comportement thermique et diélectrique de l'appareil avec les esters naturels. Aucune méthode bien définie n'est disponible actuellement pour la mesure du comportement de cristallisation.

4.2.4 Teneur en eau

La teneur en eau des esters naturels influence leurs propriétés diélectriques. La teneur en eau doit être mesurée selon la CEI 60814.

NOTE En raison de la nature modérément polaire des esters naturels, la teneur en eau à laquelle apparaîtra l'eau libre, entraînant une détérioration de la rigidité diélectrique, est sensiblement plus élevée dans les esters naturels que dans les huiles isolantes minérales.

4.2.5 Densité

La densité des esters naturels doit être mesurée selon l'ISO 3675 (méthode de référence), mais l'ISO 12185 est également acceptable.

4.3 Propriétés électriques

4.3.1 Tension de claquage

La tension de claquage des esters naturels neufs doit être mesurée selon la CEI 60156.

En raison des différences existant au niveau des propriétés des esters naturels, un temps de préparation initiale est nécessaire; il peut varier entre 15 min et 30 min, jusqu'à ce qu'aucune bulle visible n'apparaisse dans le liquide, avant la réalisation des mesures.

4.3.2 Facteur de dissipation diélectrique (FDD)

Le FDD est une mesure des pertes diélectriques provoquées par le liquide. Des valeurs de FDD élevées peuvent indiquer la contamination du liquide par des moisissures, des particules, des contaminants polaires solubles ou une qualité de raffinage médiocre. Le FDD doit être mesuré selon la CEI 60247 ou la CEI 61620 à 90 °C. En cas de désaccord, il convient d'utiliser la CEI 60247 à 90 °C.

Par accord entre les parties prenantes, le FDD peut être mesuré à des températures autres que 90 °C. Dans de tels cas, il convient de mentionner la température de mesure dans le rapport.

4.3.3 Permittivité relative (constante diélectrique)

Il s'agit du rapport de la quantité d'énergie électrique accumulée dans le liquide à une tension appliquée, sur la quantité d'énergie accumulée dans un vide. Il doit être mesuré selon la CEI 60247 ou la CEI 61620 à 90 °C. En cas de désaccord, il convient d'utiliser la CEI 60247 à 90 °C.

NOTE Valeur type 2,8 – 3,3.

4.4 Propriétés chimiques

4.4.1 Acidité

Il convient que les esters naturels neufs soient pratiquement neutres; l'acidité doit être mesurée selon la CEI 62021-3.

NOTE Les esters naturels peuvent contenir de très faibles concentrations d'acides gras libres; la présence d'acides gras libres peut avoir une influence sur l'acidité des esters naturels.

4.4.2 Soufre corrosif

Le soufre corrosif libre et les composés potentiellement corrosifs sont détectés par une mise en contact du cuivre avec le liquide isolant dans des conditions normalisées (CEI 62535 ou ASTM 1275B). Les composés soufrés corrosifs connus tels que le disulfure de dibenzyle (DBDS, *dibenzylidissulphide*) ne doivent pas être présents au-delà de la limite de détection (CEI 62697-1).

NOTE Les composés soufrés corrosifs ne sont pas naturellement présents dans les huiles végétales ou d'autres esters naturels. Les essais peuvent permettre de vérifier que les additifs ne sont pas corrosifs et qu'aucune contamination croisée avec des huiles potentiellement corrosives ne s'est produite.

4.4.3 Teneur en additifs

Les additifs incluent les antioxydants, les désactiveurs de métaux, les abaisseurs de point d'écoulement, etc. L'additif antioxydant ralentit l'oxydation des esters et donc la formation de gels et d'acidité. Le DBPC (2, 6-di-tert-butyl-p-crésol), également appelé BHT, constitue l'un de ces antioxydants, mais d'autres sont également utilisés. La détection et la mesure d'additifs antioxydants définis doivent être réalisées selon la CEI 60666 ou d'autres méthodes

appropriées. La concentration totale d'additifs doit être inférieure à une fraction massique de 5 %.

Il convient, après accord mutuel, que le fournisseur déclare les types génériques de tous les additifs, ainsi que leurs concentrations dans le cas des antioxydants et des passivants. Les informations relatives au type initial et à la concentration des additifs sont utiles afin de définir des lignes directrices pour la surveillance et la maintenance pendant la durée de vie des esters naturels dans les transformateurs et matériels électriques analogues.

4.4.4 Teneur en furfural

Les composés furaniques incluant le 2-Furfural sont des produits de dégradation du papier kraft isolant; ces composés ne sont généralement pas présents dans les esters naturels neufs. Le 2-Furfural et ses dérivés doivent être déterminés selon la CEI 61198.

NOTE Certains composés furaniques peuvent être présents à l'état de traces dans les esters naturels neufs.

4.5 Performance

NOTE Ce sont les propriétés liées au comportement à long terme des liquides isolants à base d'esters naturels en service et/ou leur tenue sous contrainte électrique et température élevées. Les températures de fonctionnement acceptables sont indiquées dans la CEI 60076-14.

4.5.1 Stabilité à l'oxydation

L'utilisation des esters naturels neufs est recommandée uniquement pour les matériels qui ne sont pas situés à l'air libre car ces fluides sont exposés à une oxydation rapide. La stabilité à l'oxydation de ces fluides peut être évaluée en effectuant des modifications au niveau de la procédure décrite dans la Méthode C de la CEI 61125:1992.

NOTE Les modifications apportées à la CEI 61125 pour les esters naturels sont indiquées à l'Annexe A.

4.5.2 Acidité totale

Acidité des esters naturels soumis à un essai de stabilité à l'oxydation. Il convient de mesurer l'acidité selon 1.9.4 de la CEI 61125:1992.

4.5.3 Viscosité

La viscosité des esters naturels soumis à un essai de stabilité à l'oxydation doit être mesurée à 40 °C selon l'ISO 3104.

4.5.4 Facteur de dissipation diélectrique (FDD)

Les mesures du FDD réalisées après un essai de stabilité à l'oxydation fournissent une mesure des pertes diélectriques occasionnées par l'eau et les composés polaires solubles formés dans un liquide diélectrique du fait de l'oxydation. Le FDD doit être mesuré selon la CEI 60247 ou la CEI 61620.

4.6 Propriétés liées à l'hygiène, à la sécurité et à l'environnement (HSE)

NOTE Propriétés relatives à la sécurité des esters naturels lors de leur manipulation et qui diminuent leurs impacts néfastes. A titre d'exemple, on peut citer les points d'éclair et de feu, les HAP (hydrocarbures aromatiques polycycliques) et PCB/PCT (polychloro-biphényles et terphényles).

4.6.1 Point de feu et point d'éclair

La sécurité d'exploitation des équipements électriques exige un point de feu suffisamment élevé qui est mesuré selon l'ISO 2592. Le point d'éclair est mesuré selon l'ISO 2719.

4.6.2 Polychlorobiphényles (PCB)

Les esters naturels neufs doivent être sans PCB.

Les concentrations de ces produits chimiques peuvent être mesurées suivant la CEI 61619; les concentrations totales doivent être inférieures à 2 mg kg⁻¹

NOTE Les PCB et composés dérivés peuvent être présents dans les esters naturels neufs uniquement du fait d'une contamination croisée.

4.6.3 Biodégradation

Les esters naturels offrent une meilleure compatibilité environnementale que les huiles minérales isolantes dérivées du pétrole. Il est nécessaire d'effectuer des essais spécifiques afin de mettre en évidence la biodégradabilité facile de ces fluides. Parmi les essais, on distingue l'OCDE 301B, C ou F ou l'US EPA – OPPTS 835.311.

NOTE Les esters naturels peuvent être classés selon la CEI 61039, sur la base de la biodégradabilité observée suivant l'OCDE 301:1992.

4.6.4 Toxicité

Les esters naturels neufs sont considérés comme non toxiques et les fournisseurs doivent présenter des essais qui définissent le produit comme non toxique.

NOTE La toxicité des esters naturels peut être évaluée grâce à des méthodes d'essai telles que le test d'Ames modifié ou d'autres essais appropriés, reconnus au niveau international, par exemple, OCDE 201-203; US EPA - 600/4.82.068:1983.

5 Classification, identification, exigences générales de livraison et échantillonnage

5.1 Classification

Pour les besoins de cette norme, les esters naturels sont répartis en une seule classe.

- les esters naturels moins inflammables.

NOTE Il existe d'autres liquides dérivés des esters naturels, qui peuvent avoir une classification différente. Toutefois, ces liquides ne sont pas couverts par la présente norme, un exemple de tels liquides est décrit dans l'Annexe B.

5.2 Exigences générales et d'identification à la livraison

- a) Les esters naturels sont normalement livrés en vrac, en conteneurs ferroviaires ou routiers (citernes), ou conditionnés en fûts ou petits conteneurs (IBC, *intermediate bulk containers*). Ceux-ci doivent être propres et adaptés à cet usage, pour éviter toute contamination.
- b) Les fûts et récipients d'échantillons doivent au moins porter les marquages suivants:
 - désignation du fournisseur;
 - classification;
 - poids net du liquide.
- c) Chaque livraison d'esters naturels doit être accompagnée d'un document du fournisseur spécifiant au minimum: la désignation du fournisseur, la classification du liquide et le certificat de qualité. A la demande de l'acheteur et par accord mutuel, il convient que le fournisseur déclare les types génériques de tous les additifs ainsi que leurs concentrations dans une fiche, conformément aux réglementations internationales et locales.

5.3 Echantillonnage

L'échantillonnage doit se faire selon la procédure décrite dans la CEI 60475.

Tableau 1 – Spécifications générales

Propriété	Méthode d'essai	Limites
Physique		
Apparence		Limpide, exempte de dépôts et de matières en suspension
Viscosité à 100 °C	ISO 3104	Max. 15 mm ² ·s ⁻¹
Viscosité à 40 °C	ISO 3104	Max. 50 mm ² ·s ⁻¹
Point d'écoulement	ISO 3016	Max. -10 °C
Teneur en eau	CEI 60814	Max. 200 mg·kg ⁻¹
Densité à 20 °C	ISO 3675 ou ISO 12185	Max 1 000 kg·m ⁻³
Electrique		
Tension de claquage	CEI 60156 (écartement de 2,5 mm)	Min. 35 kV ^a
Facteur de dissipation (tan δ) 90 °C	CEI 60247	Max 0,05
Chimique		
Acidité soluble	CEI 62021.3	Max. 0,06 mg KOH g _{oil} ⁻¹
Soufre corrosif DBDS	CEI 62535 ou ASTM D1275B CEI 62697-1	Non corrosif En dessous de la limite de détection
Ensemble des additifs	CEI 60666 ou autres méthodes appropriées	Max. fraction massique de 5 %
Performance – Principales propriétés après l'essai de stabilité à l'oxydation selon la Méthode C de la CEI 61125:1992 ^b		
Acidité totale	1.9.4 de la CEI 61125:1992	Max.0,6 mg KOH g _{oil} ⁻¹
Viscosité à 40 °C	ISO 3104	Max. 30 % d'augmentation par rapport à la valeur initiale
FDD (tan δ) à 90 °C	CEI 60247	Max. 0,5
Hygiène, sécurité et environnement (HSE)		
Point de feu	ISO 2592	Min. 300 °C
Point d'éclair	ISO 2719	Min. 250 °C
Biodégradation	OCDE 301 B, C ou F OPPTS 835.311 (US EPA)	Facilement biodégradable
^a A la livraison. ^b Voir Annexe A pour plus d'informations sur les paramètres de stabilité à l'oxydation.		

Annexe A (normative)

Résumé de la méthode d'essai utilisée pour l'évaluation de la stabilité à l'oxydation des esters naturels neufs

A.1 Remarques introductives

La stabilité à l'oxydation des esters naturels est évaluée dans des conditions de vieillissement accéléré similaires à celles décrites dans la Méthode C de la CEI 61125:1992.

Les parties aliquotes des échantillons d'esters naturels sont maintenues à 120 °C en présence d'un catalyseur en cuivre massif, tandis qu'un volume d'air constant est insufflé par barbotage à travers les échantillons pendant 48 h. La tenue à l'oxydation est estimée en mesurant l'acidité volatile, l'acidité soluble, la formation de dépôts, la viscosité et le FDD et en comparant ces paramètres avec ceux du liquide avant le vieillissement accéléré.

A.2 Conditions d'essai

Toutes les conditions d'essai, c'est-à-dire la quantité d'esters naturels, la longueur et le diamètre du catalyseur en cuivre, la température d'oxydation, le débit d'oxydant (air), sont identiques à celles décrites dans la Méthode C de la CEI 61125:1992. La seule distinction réside dans la durée du vieillissement accéléré, qui est fixée à 48 h.

A.3 Précision

Les valeurs de précision obtenues durant l'essai comparatif interlaboratoires réalisé sur les esters naturels disponibles sur le marché après une oxydation de 48 h sont données au Tableau A.1. Reproductibilité relative pour chaque paramètre: ces valeurs sont fondées sur les résultats obtenus par 11 laboratoires participants. Les valeurs présentées dans le Tableau A.1 sont globalement conformes aux valeurs indiquées pour les huiles isolantes minérales dans la CEI 61125.

A.4 Répétabilité relative (*r*)

Duplications effectuées par un laboratoire à un niveau de confiance de 95 %.

A.5 Reproductibilité relative (*R*)

Duplications effectuées par différents laboratoires à un niveau de confiance de 95 %.

**Tableau A.1 – Répétabilité relative et reproductibilité relative obtenues
pour différents paramètres durant les essais interlaboratoires**

Paramètre	<i>r</i> %	<i>R</i> %
Viscosité à 40 °C	5	7,5
Acidité totale	13	38
Dépôts	22	57
FDD (tan δ) à 90 °C	–	47

Annexe B (informative)

Spécifications des fluides isolants à faible viscosité dérivés d'esters naturels

D'un point de vue chimique et biochimique, les esters naturels (c'est-à-dire les esters qui peuvent être présents dans les matériaux biologiques) contiennent beaucoup d'autres molécules que les triglycérides auxquels fait référence la définition des esters naturels donnée dans la présente norme.

Les triglycérides constituent les principaux composants des huiles végétales (et des graisses animales) et ces fluides se caractérisent généralement par un point de feu et un point d'éclair élevés, ce qui les désigne comme appartenant à la classe K selon la CEI 61100. Comparés aux huiles minérales, ils sont moins inflammables, mais ils présentent également une viscosité supérieure et un point d'écoulement plus élevé.

NOTE Selon la CEI 61100, les fluides de classe K ont un point de feu > 300 °C (selon l'ISO 2592 – vase ouvert) et un point d'éclair > 250 °C (selon l'ISO 2719 – vase clos)

D'autres fluides isolants dérivés de différents esters naturels ont été développés afin d'être utilisés dans certaines applications électrotechniques (par exemple, les transformateurs de puissance à basse/moyenne tension avec refroidissement de type ONAN). Ces fluides sont essentiellement composés de monoesters d'acides gras qui permettent la diminution de la viscosité ou le mélange de triglycérides et de monoesters d'acides gras.

Les propriétés des fluides isolants à faible viscosité dérivés d'esters naturels sont proches de celles des huiles minérales, comme indiqué au Tableau B.1.

**Tableau B.1 – Spécifications relatives à la faible viscosité
des monoesters dérivés d'esters naturels**

Propriété	Méthode d'essai	Limites
Physique		
Viscosité à 100 °C	ISO 3104	Max. 6 mm ² s ⁻¹
Viscosité à 40 °C	ISO 3104	Max. 18 mm ² s ⁻¹
Viscosité à 0 °C	ISO 3104	Max. 90 mm ² s ⁻¹
Point d'écoulement	ISO 3016	Max. –25 °C ^a
Electrique		
Tension de claquage	CEI 60156 (écartement de 2,5 mm)	Min. 35 kV ^b
Facteur de dissipation (tan δ) à 90 °C	CEI 60247	Max. 0,05
Hygiène, sécurité et environnement (HSE)		
Point de feu	ISO 2592 (vase ouvert)	Min. 175 °C
Point d'éclair	ISO 2719 (vase clos)	Min. 135 °C
Biodégradation	US EPA OCDE 301 B,C,F US EPA OPPTS 835.311	Facilement biodégradable
^a TMDP Température minimale de démarrage en puissance –10 K. ^b À la livraison et ≥70 kV après traitement (voir la CEI 60296 pour obtenir une description du traitement en laboratoire).		

Bibliographie

CEI 60050-212:2010, *Vocabulaire Electrotechnique International – Partie 212: Isolants électriques solides, liquides et gazeux*

CEI 6050-421, *Vocabulaire Electrotechnique International – Chapitre 421: Transformateurs de puissance et bobines d'inductance*

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

CEI 61039, *Classification des liquides isolants*

CEI 61099, *Liquides isolants – Spécifications relatives aux esters organiques de synthèse neufs destinés aux matériels électriques*

CEI 61868, *Huiles minérales isolantes – Détermination de la viscosité cinématique à très basse température*

ASTM D6871, *Standard specification for natural (vegetable oil) ester fluids used in electrical apparatus* (disponible en anglais uniquement)

International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) Handbook of terms and definitions
(disponible en anglais uniquement)

CIGRE Brochure 436, *Experiences in Service with New Insulating Liquids. Working Group A2. 35, October, 2010*
(disponible en anglais uniquement)

IEEE C57.147th, *Guide for Acceptance and Maintenance of Natural Ester Fluids in Transformers.*
(disponible en anglais uniquement)

IP 346, *Determination of polycyclic aromatics in unused base oils and asphaltene free petroleum fraction – Dimethyl sulfoxide extraction refractive index method* (disponible en anglais uniquement)

US EPA 600/4.82.068:1983, *Interim procedure for conducting the salmonella / microsomal mutagenicity assay (Ames test)*
(disponible en anglais uniquement)

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch