NORME INTERNATIONALE

INTERNATIONAL STANDARD

CEI
IEC
61198

Première édition
First edition
1993-09

Huiles minérales isolantes – Méthodes pour la détermination du 2-furfural et ses dérivés

Mineral insulating oils – Methods for the determination of 2-furfural and related compounds

© IEC 1993 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.

International Electrotechnical Commission 3, rue de Varembé Geneva, Switzerland
Telefax: +41 22 919 0300 e-mail: inmail@iec.ch IEC web site http: //www.iec.ch

Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE N

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

SOMMAIRE

Pages

AVANT-PROPOS 4

INTRODUCTION 6

Articles

1 Domaine d'application 8

2 Références normatives 8

3 Echantillonnage 8

4 Etiquetage des échantillons 8

5 Appareillage 8

5.1 Equipement général 8
5.2 Equipement pour l'extraction par la méthode A 10
5.3 Equipement pour l'extraction par la méthode B 10
5.4 Chromatographe liquide haute performance (HPLC) 10

6 Réactifs 10

7 Symboles et unités 10

8 Analytes 12

9 Mode opératoire 12

9.1 Extraction des analytes 12
9.2 Analyse de l'extrait 14

10 Etalonnage 14

10.1 Etalons en solution dans l'huile 16
10.2 Solution étalon dans l'éluant chromatographique 16
10.3 Mode opératoire 16

11 Calculs 18

12 Rapport 18

13 Niveau minimal de détection 18

14 Fidélité 20

14.1 Répétabilité 20
14.2 Reproductibilité 20

Annexe A – Vérification de l'extraction et de la récupération 22

Figures 25

CONTENTS

Page

FOREWORD 5

INTRODUCTION 7

Clause

1 Scope 9

2 Normative references 9

3 Sampling 9

4 Labelling of samples 9

5 Apparatus 9

5.1 General equipment 9
5.2 Equipment for extraction by Method A 11
5.3 Equipment for extraction by Method B 11
5.4 High-performance liquid chromatograph (HPLC) 11

6 Reagents 11

7 Symbols and units 11

8 Analytes 13

9 Operating procedure 13

9.1 Extraction of the analytes 13
9.2 Analysis of the extract 15

10 Calibration 15

10.1 Standard solutions in oil 17
10.2 Standard solution in the chromatographic eluent 17
10.3 Procedure 17

11 Calculations 19

12 Report 19

13 Minimum level of detection 19

14 Precision 21

14.1 Repeatability 21
14.2 Reproducibility 21

Annex A – Checking extraction and recovery 23

Figures 25

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

HUILES MINÉRALES ISOLANTES – MÉTHODES POUR LA DÉTERMINATION DU 2-FURFURAL ET SES DÉRIVÉS

AVANT-PROPOS

1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) 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. 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 en ce qui concerne les questions techniques, préparés par les comités d'études 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.
3) Ces décisions constituent des recommandations internationales publiées sous forme de normes, de rapports techniques ou de guides et agréées comme telles par les Comités nationaux.
4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

La Norme internationale CEI 1198 a été établie par comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
10(BC)270	10(BC)278

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

L'annexe A fait partie intégrante de cette norme.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

MINERAL INSULATING OILS – METHODS FOR THE DETERMINATION OF 2-FURFURAL AND RELATED COMPOUNDS

FOREWORD

1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international cooperation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. 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. The 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 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.
3) They have the form of recommendations for international use published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.

International Standard IEC 1198 has been prepared by IEC by technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

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

DIS	Report on voting
10(CO)270	10(CO)278

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

Annex A forms an integral part of this standard.

INTRODUCTION

La dégradation des matériaux cellulosiques constituant l'isolation solide des matériels électriques remplis d'huile conduit à la formation de plusieurs composés spécifiques de la dégradation de la cellulose, comme les sucres et les dérivés furaniques.

Les dérivés furaniques, dont une grande partie reste adsorbée dans le papier, sont néanmoins légèrement solubles dans l'huile. Leur présence peut être utilisée comme outil de diagnostic pour les matériels en service et apporter un complément d'information à l'analyse des gaz dissous.

INTRODUCTION

The degradation of cellulosic materials constituting the solid insulation of oil-filled electrical equipment leads to the formation of several compounds specific to cellulose decomposition, such as sugars and furan derivatives.

The furan derivatives, of which a large proportion remains adsorbed on the paper, are nevertheless slightly soluble in oil. Their presence can be used as a diagnostic tool to equipments in service and to supplement information from dissolved gas analysis.

HUILES MINÉRALES ISOLANTES – MÉTHODES POUR LA DÉTERMINATION DU 2-FURFURAL ET SES DÉRIVÉS

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale précise les méthodes d'essais pour l'analyse du 2-furfural et des dérivés furaniques apparentés résultant de la dégradation de l'isolation cellulosique et trouvés dans les échantillons d'huile minérale isolante prélevés sur des matériels électriques.

Le 2-furfural et les dérivés furaniques dissous dans l'huile minérale sont analysés par chromatographie liquide haute performance (HPLC). Avant l'analyse par HPLC, les dérivés furaniques sont extraits de l'huile en utilisant une méthode d'extraction appropriée telle que l'extraction liquide-liquide (méthode A) ou une séparation en phase solide sur cartouche en silice (méthode B).

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants 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. Tout document normatif est sujet 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 documents normatifs indiqués ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

CEI 475: 1974, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

CEI 567: 1992, *Guide d'échantillonnage de gaz et d'huile dans les matériels électriques immergés, pour l'analyse des gaz libres et dissous*

MINERAL INSULATING OILS – METHODS FOR THE DETERMINATION OF 2-FURFURAL AND RELATED COMPOUNDS

1 Scope

This International Standard specifies test methods for the analysis of 2-furfural and related furan compounds resulting from the degradation of cellulosic insulation and found in mineral insulating oil samples taken from electrical equipment.

2-furfural and related furan compounds dissolved in mineral oil are analysed by high performance liquid chromatography (HPLC). Prior to HPLC analysis, furan derivatives are extracted from the oil by use of a suitable extraction method such as liquid-liquid extraction (method A) or solid-phase separation on a silica cartridge (method B).

2 Normative references

The following normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication of this standard, the editions indicated were valid. All normative documents 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 normative documents indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 475: 1974, *Method of sampling liquid dielectrics*

IEC 567: 1992, *Guide for the sampling of gases and of oil from oil-filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases*