IEC 62535

Edition 1.0 2008-10

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Insulating liquids – Test method for detection of potentially corrosive sulphur in used and unused insulating oil

Liquides isolants – Méthode d'essai pour la détection du soufre potentiellement corrosif dans les huiles usagées et neuves

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

P

ICS 29.040.10

ISBN 978-2-88910-756-8

® Registered trademark of the International Electrotechnical Commission
Marque déposée de la Commission Electrotechnique Internationale

CONTENTS

FOREWORD 3
INTRODUCTION 5
1 Scope 6
2 Normative references 6
3 Terms and definitions 6
4 Sampling 7
5 Procedure 7
5.1 Principle 7
5.2 Apparatus and materials 7
5.3 Method 8
6 Inspection and interpretation 8
6.1 General 8
6.2 Copper 9
6.3 Paper 9
6.4 Result 9
7 Repeatability and reproducibility 9
8 Report 10
Annex A (informative) Copper strip method to detect corrosive and potentially corrosive sulphur in oil 11
Annex B (informative) Analysis for copper sulphide on insulating paper by scanning electron microscope-energy dispersive X-ray spectrometry (SEM/EDX) 14
Bibliography 16

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

INSULATING LIQUIDS – TEST METHOD FOR DETECTION OF POTENTIALLY CORROSIVE SULPHUR IN USED AND UNUSED INSULATING OIL

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 provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with an IEC Publication.
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 62535 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
10/746/FDIS	10/749/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 maintenance result 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

In recent years, several failures of transformers and reactors due to copper sulphide formation in/on the cellulose insulation have been reported worldwide. The tendency of transformer oils to form copper sulphide in the presence of copper is seen as one of the major contributing factors.

The most common reason for such failures is arcing between adjacent disks or conductors of a winding, due to the formation of deposits of copper sulphide on the cellulosic insulating paper.

It has been demonstrated that existing test methods for corrosive sulphur, ASTM D1275 method A and DIN 51353, are unable to detect oils having potentially corrosive behaviour.

For this reason, IEC technical committee 10 has prepared this International Standard for the detection of potentially corrosive sulphur in mineral insulating oils. The wrapped conductor test method is suitable for used and unused mineral oils.

This test method is based on a study performed by Conseil International des Grands Réseaux Electriques (CIGRE) working group A2.32 [1][1].

Health and safety

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 limitations prior to use.

The mineral oils which are the subject of this standard should be handled with due regard to personal hygiene. Direct contact with eyes may cause slight irritation. In the case of eye contact, irrigation with copious quantities of clean running water should be carried out and medical advice sought.

Some of the tests specified in this standard involve the use of processes that could lead to a hazardous situation. Attention is drawn to the relevant standard for guidance.

Environment

This standard involves mineral oils, chemicals and used sample containers. The disposal of these items 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 into the environment of mineral oil.

---

1 Figures in square brackets refer to the bibliography.

INSULATING LIQUIDS – TEST METHOD FOR DETECTION OF POTENTIALLY CORROSIVE SULPHUR IN USED AND UNUSED INSULATING OIL

1 Scope

This International Standard specifies a test method for detection of potentially corrosive sulphur in used and unused mineral insulating oil.

Most recent failures due to corrosive sulphur are related to the formation of copper sulphide deposits in and on the surface of winding cellulosic paper.

The test method uses a copper conductor, wrapped with one layer of paper, immersed in the oil and heated to evaluate the capability of the oil to yield copper sulphide and transfer it to paper layers.

The growth of copper sulphide on bare copper may cause the presence of conductive particulates in the oil, which can act as nuclei for electrical discharge and may lead to a fault. Other test methods exist using a bare copper strip immersed in oil and heated to detect the corrosive behaviour of oil against copper. ASTM D1275 Method B is also used for this test and a modified procedure using low oil volumes is included in Annex A.

Tests with and without paper are considered as complementary and may lead to different results.

2 Normative references

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

IEC 60475, *Method of sampling liquid dielectrics*

IEC 60554-3-1, *Specification for cellulosic papers for electrical purposes – Part 3: Specifications for individual materials – Sheet 1: General purpose electrical paper*

ASTM D1275, *Methods A and B: Standard test method for corrosive sulfur in electrical insulating oils*

ASTM D130, *Standard test method for corrosiveness to copper from petroleum products by copper strip test*

DIN 51353, *Testing of insulating oils; detection of corrosive sulfur; silver strip test*

EN 13601, *Copper and copper alloys. Copper rod, bar and wire for general electrical purposes*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 19
INTRODUCTION 21
1 Domaine d'application 22
2 Références normatives 22
3 Termes et définitions 23
4 Échantillonnage 23
5 Mode opératoire 23
5.1 Principe 23
5.2 Appareillage et matériaux 23
5.3 Méthode 24
6 Examen et interprétation 25
6.1 Généralités 25
6.2 Cuivre 25
6.3 Papier 25
6.4 Résultats 26
7 Répétabilité et reproductibilité 26
8 Rapport 26
Annexe A (informative) Méthode de la bande de cuivre pour détecter le soufre corrosif et potentiellement corrosif dans l'huile 27
Annexe B (informative) Analyse du sulfure de cuivre sur du papier isolant par microscope à balayage électronique-spectrométrie X à dispersion d'énergie (SEM/EDX) 30
Bibliographie 32

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

LIQUIDES ISOLANTS – MÉTHODE D'ESSAI POUR LA DÉTECTION DU SOUFRE POTENTIELLEMENT CORROSIF DANS LES HUILES USAGÉES ET NEUVES

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 n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
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 propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 62535 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
10/746/FDIS	10/749/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 maintenance 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

Au cours de ces dernières années, plusieurs défaillances de transformateurs et de bobines d'inductance ont été signalées à travers le monde, en raison de la formation de sulfure de cuivre dans/sur l'isolation en cellulose. La tendance des huiles de transformateur à la formation de sulfure de cuivre en présence de cuivre est perçue comme un des facteurs majeurs en cause.

La raison la plus courante de telles défaillances est l'apparition d'un arc (électrique) entre les disques ou les conducteurs adjacents d'un enroulement en raison de la formation de dépôts de sulfure de cuivre sur le papier isolant cellulosique.

Il a été démontré que les méthodes d'essai existantes relatives au soufre corrosif, ASTM D1275 méthode A et DIN 51353, sont incapables de détecter des huiles dont le comportement est potentiellement corrosif.

C'est pourquoi, le comité d'études 10 de la CEI a élaboré la présente Norme internationale relative à la détection du soufre potentiellement corrosif dans les huiles minérales isolantes. La méthode d'essai du conducteur guipé convient pour les huiles minérales usagées et neuves.

Cette méthode d'essai est fondée sur une étude réalisée par le groupe de travail A2.32 du Conseil International des Grands Réseaux Electriques (CIGRE) [1][1].

Santé et sécurité

La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité associés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la norme d'établir les pratiques sanitaires et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des limites réglementaires avant utilisation.

Il est recommandé de manipuler les huiles minérales qui font l'objet de la présente norme dans le respect de l'hygiène des personnes. Un contact direct avec les yeux peut provoquer une légère irritation. Dans le cas d'un contact oculaire, il convient d'effectuer un lavage avec une grande quantité d'eau courante propre et de consulter un médecin.

Certains des essais spécifiés dans la présente norme impliquent des opérations pouvant conduire à une situation dangereuse. L'attention est attirée sur la norme applicable à des fins de guide.

Environnement

La présente norme inclut les huiles minérales, les produits chimiques et les récipients d'échantillons usagés. Il convient d'éliminer ces éléments conformément à la législation nationale en vigueur pour ce qui concerne l'impact sur l'environnement. Il convient de prendre toutes les précautions pour éviter de rejeter ces huiles minérales dans l'environnement.

---

1 Les chiffres entre crochets renvoient à la bibliographie.

LIQUIDES ISOLANTS – MÉTHODE D'ESSAI POUR LA DÉTECTION DU SOUFRE POTENTIELLEMENT CORROSIF DANS LES HUILES USAGÉES ET NEUVES

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai relative à la détection du soufre potentiellement corrosif dans les huiles minérales isolantes usagées et neuves.

La plupart des défaillances récentes du fait du soufre corrosif sont liées à la formation de dépôts de sulfure de cuivre dans et à la surface du papier cellulosique de l'enroulement.

La méthode d'essai utilise un conducteur en cuivre, recouvert d'une couche de papier, immergé dans l'huile et chauffé pour évaluer la capacité de l'huile à produire du sulfure de cuivre et le transférer sur les couches de papier.

La croissance du sulfure de cuivre sur le cuivre nu peut provoquer la présence de particules conductrices dans l'huile, qui peuvent agir comme des noyaux pour la décharge électrique et peuvent conduire à un défaut. D'autres méthodes d'essai qui utilisent une bande de cuivre nu immergée dans l'huile et chauffée existent pour détecter le comportement corrosif de l'huile par rapport au cuivre. La norme ASTM D1275, méthode B est également utilisée pour cet essai et une procédure modifiée utilisant de faibles volumes d'huile est incluse dans l'Annexe A.

Des essais avec et sans papier sont considérés comme complémentaires et peuvent conduire à des résultats différents.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. 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 60475, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

CEI 60554-3-1, *Spécification pour papiers cellulosiques à usages électriques – Troisième partie: Spécifications pour matériaux particuliers – Feuille 1: Papier pour usage électrique général*

ASTM D1275, *Méthode A and B: Standard test method for corrosive sulfur in electrical insulating oils* (titre disponible seulement en anglais)

ASTM D130, *Standard test method for corrosiveness to copper from petroleum products by copper strip test* (titre disponible seulement en anglais)

DIN 51353, *Testing of insulating oils; detection of corrosive sulfur; silver strip test* (titre disponible seulement en allemand et anglais)

EN 13601, *Cuivre et alliages de cuivre. Barres et fils en cuivre pour usages électriques généraux*