RAPPORT TECHNIQUE

TECHNICAL REPORT

CEI
IEC
TR 61946

Première édition
First edition
2007-02

Huiles minérales isolantes – Caractérisation de la nature paraffinique/naphténique – Méthode d'essai par analyse calorimétrique différentielle (DSC) à balayage à basse température

Mineral insulating oils – Characterization of paraffinic/naphthenic nature – Low temperature differential scanning calorimetry (DSC) test method

© IEC 2007 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, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: 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

AVANT-PROPOS 4
INTRODUCTION 8

1 Domaine d'application 10
2 Références normatives 10
3 Termes et définitions 10
4 Méthode d'essai 12
5 Interférences 12
6 Appareillage 12
7 Échantillonnage 14
8 Etalonnage 14
9 Procédure 16
10 Calculs – Classification des huiles 18
11 Rapport 18

Annexe A (informative) Calcul des températures de transition 20

Bibliographie 26

Figure 1 – Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC = *differential scanning calorimetry*) de deux huiles naphténiques différentes 22
Figure 2 – Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) (mode chauffage) en basse température d'une huile paraffinique 22
Figure 3 – Analyse calorimétrique différentielle à balayage en basse température (DSC) (mode refroidissement) d'une huile paraffinique 24

Tableau 1 – Matériaux de référence pour étalonnage à haute température 14
Tableau 2 – Matériaux de référence pour étalonnage à basse température 16

CONTENTS

FOREWORD....5
INTRODUCTION....9

1 Scope....11
2 Normative references....11
3 Terms and definitions....11
4 Test method....13
5 Interference....13
6 Apparatus....13
7 Sampling....15
8 Calibration....15
9 Procedure....17
10 Calculations – Classification of oils....19
11 Report....19

Annex A (informative) Calculation of transition temperatures....21

Bibliography....27

Figure 1 – Low temperature DSC of two different naphthenic oils....23
Figure 2 – Low temperature DSC (heating mode) of a paraffinic oil....23
Figure 3 – Low temperature DSC (cooling mode) of a paraffinic oil....25

Table 1 – Reference materials for high temperature calibration....15
Table 2 – Reference materials for low temperature calibration....17

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

HUILES MINÉRALES ISOLANTES – CARACTÉRISATION DE LA NATURE PARAFFINIQUE/NAPHTÉNIQUE – MÉTHODE D'ESSAI PAR ANALYSE CALORIMÉTRIQUE DIFFÉRENTIELLE (DSC) À BALAYAGE À BASSE TEMPÉRATURE

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 techniques – tous les comités nationaux de la CEI qui sont intéressés par le sujet traité peuvent participer à ces travaux d'élaboration. Des organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales peuvent également participer à ces travaux en liaison avec la CEI. 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'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 toute Publication de la CEI et toute publication nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
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 tâche principale des comités d'études de la CEI est l'élaboration des Normes internationales. Toutefois, un comité d'études peut proposer la publication d'un rapport technique lorsqu'il a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales, cela pouvant comprendre, par exemple, des informations sur l'état de la technique.

La CEI 61946, qui est un rapport technique, a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

MINERAL INSULATING OILS – CHARACTERIZATION OF PARAFFINIC/NAPHTHENIC NATURE – LOW TEMPERATURE DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY (DSC) TEST METHOD

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.

The main task of IEC technical committees is to prepare International Standards. However, a technical committee may propose the publication of a technical report when it has collected data of a different kind from that which is normally published as an International Standard, for example "state of the art".

IEC 61946, which is a technical report, has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

Le texte de ce rapport technique est issu des documents suivants:

Projet d'enquête	Rapport de vote
10/670/DTR	10/677/RVC

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

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.

The text of this technical report is based on the following documents:

Enquiry draft	Report on voting
10/670/DTR	10/677/RVC

Full information on the voting for the approval of this technical specification 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

Les huiles minérales isolantes sont des produits existant à l'état naturel obtenus par distillation et raffinage de pétroles bruts. En fonction de la source de pétrole, elles peuvent être classées comme paraffiniques ou naphthéniques.

Les huiles paraffiniques contiennent des paraffines cristallisables pouvant former des cristaux lorsque l'huile est refroidie. Les huiles naphthéniques ne contiennent pas de tels composés cristallisables.

La présence de ces composés affecte non seulement le comportement en basse température de l'huile mais peut également influer sur d'autres propriétés physiques telles que l'indice de viscosité et les propriétés de solubilité de l'huile.

L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) s'avère être une méthode facile et fiable pour effectuer la distinction entre ces deux classes d'huile.

NOTE Le DSC seul ne peut pas être utilisé pour prédire de manière fiable le comportement (cristallisation) des huiles isolantes à très basses températures, étant donné que ce comportement dépend non seulement de la quantité de paraffines linéaires, mais également de la durée de refroidissement à ces basses températures, de la quantité d'améliorant de point d'écoulement et du type de paraffines linéaires.

Avertissement général

Le présent rapport technique n'est pas censé aborder tous les problèmes de sécurité associés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent rapport d'établir les pratiques sanitaires et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des limites réglementaires avant utilisation.

Il convient que les huiles minérales qui font l'objet du présent rapport technique soient manipulées dans le respect de l'hygiène des personnes. Un contact direct avec les yeux peut provoquer une légère irritation. En cas de contact oculaire, il convient d'effectuer un lavage avec une grande quantité d'eau courante propre et de consulter un médecin.

Certaines procédures référencées dans le présent rapport concernent l'utilisation de processus qui pourraient entraîner une situation dangereuse. L'attention est attirée sur la norme applicable à des fins de lignes directrices.

Il convient de prêter attention à la présence de matériels ou de composants de matériels à très basses températures.

Environnement

Le présent rapport technique correspond aux huiles minérales isolantes, aux produits chimiques, aux récipients d'échantillons usagés et aux solides contaminés par des huiles. Il convient que l'élimination de ces éléments soit effectuée conformément aux réglementations locales pour ce qui concerne leur impact sur l'environnement. Il convient que toute précaution soit prise pour éviter de les rejeter dans l'environnement.

INTRODUCTION

Mineral insulating oils are naturally occurring products obtained by distillation and refining of petroleum crudes. Depending upon the petroleum source, they can be classified as paraffinics or naphthenics.

Paraffinic oils contain crystallizable paraffins which may form crystals when the oil is cooled. Naphthenic oils do not contain such crystallisable compounds.

The presence of these compounds not only affects the low temperature behaviour of the oil, but also may influence other physical properties such as the viscosity index and the solubility properties of the oil.

Differential scanning calorimetry (DSC) has been proven to be an easy and reliable method to distinguish between these two classes of oils.

NOTE DSC alone cannot be used to reliably predict the behaviour (crystallization) of insulating oils at very low temperatures, since this behaviour depends not only on the amount of linear paraffins, but also on the duration of cooling at these low temperatures, the amount of pour point depressant and the type of the linear paraffins.

General caution

This technical report does not purport to address all the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this report 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 technical report should be handled with due regard to personal hygiene. Direct contact with the 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 advise sought.

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

Attention should be drawn to the presence of equipment or equipment components at very low temperatures.

Environment

This technical report deals with mineral insulating oils, chemicals, used sample containers and oil contaminated solids. The disposal of these items should be carried out according to local regulations with regard to their impact on the environment. Every precaution should be taken to prevent their release into the environment.

HUILES MINÉRALES ISOLANTES – CARACTÉRISATION DE LA NATURE PARAFFINIQUE/NAPHTÉNIQUE – MÉTHODE D'ESSAI PAR ANALYSE CALORIMÉTRIQUE DIFFÉRENTIELLE (DSC) À BALAYAGE À BASSE TEMPÉRATURE

1 Domaine d'application

Le présent rapport technique couvre une méthode d'essai pour la classification des huiles minérales isolantes telles que paraffiniques ou naphthéniques, au moyen de l'analyse calorimétrique différentielle à balayage à basse température (DSC).

Dans le cadre du présent rapport, la plage typique de températures de fonctionnement s'étend de –100 °C à +100 °C. La plage de températures peut être étendue en fonction des appareils de mesure utilisés.

La méthode est applicable aux huiles minérales isolantes obtenues à partir de pétroles bruts. Elle peut également être appliquée aux huiles minérales contenant des améliorants de point d'écoulement, car ces additifs n'empêchent pas la formation de cristaux de paraffine mais uniquement le développement de micro-cristaux.

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*

MINERAL INSULATING OILS – CHARACTERIZATION OF PARAFFINIC/NAPHTHENIC NATURE – LOW TEMPERATURE DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY (DSC) TEST METHOD

1 Scope

This technical report offers a test method for the classification of mineral insulating oils as either paraffinic or naphthenic, by means of low-temperature differential scanning calorimetry (DSC).

For the purpose of this technical report, the typical operating temperature range extends from –100 °C to +100 °C. The temperature range can be extended, depending upon the instrumentation used.

The method is applicable to mineral insulating oils obtained from petroleum crudes. It may be also applied to mineral oils containing pour point depressants, as these additives do not prevent the formation of paraffin crystals but only the growing of such micro-crystals.

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*