TECHNICAL REPORT

RAPPORT TECHNIQUE

IEC
CEI

TR 62036

First edition
Première édition
2007-04

Mineral insulating oils – Oxidation stability test method based on differential scanning calorimetry (DSC)

Huiles minérales isolantes – Méthode d'essai pour évaluer la stabilité d'oxydation fondée sur l'analyse calorimétrique différentielle par balayage

Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

PRICE CODE
CODE PRIX M

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

CONTENTS

FOREWORD 3
INTRODUCTION 5

1 Scope 6
2 General remarks 6
3 Effect of temperature on oxidation induction time 6
3.1 Isothermal 6
3.2 Temperature-programmed runs 7
4 Effect of sample size on oxidation induction time 7
4.1 Inhibited oil 7
4.2 Uninhibited oil 7
5 Other factors effecting oxidation induction time 8
6 Reliability of method 8
7 Different instruments 8
8 Interpretation of curves 9
9 Conclusion 9

Bibliography 13

Table 1 – Oxidation induction time of oil samples at different temperature programmes 10
Table 2 – Oxidation induction time of oil samples at different sample weight 10
Table 3 – Repeatability of oxidation induction time by PDSC 10
Table 4 – Reproducibility of oxidation induction time by PDSC 11
Table 5a – DSC Results analyzed at different laboratories – Uninhibited oil 12
Table 5b – DSC Results analyzed at different laboratories – Inhibited oil 12

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

MINERAL INSULATING OILS – OXIDATION STABILITY TEST METHOD BASED ON DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY (DSC)

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 62036, which is a technical report, has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

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

Enquiry draft	Report on voting
10/676/DTR	10/690/RVC

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

The existing methods to assess oxidation stability of mineral insulating oil are very time consuming. A faster method is necessary for effective quality control and status monitoring. Differential scanning calorimetry (DSC) as a technique has been used for monitoring grease and lubricants oxidation stability. The use of DSC for evaluation of oil oxidation stability was originally suggested to IEC, TC 10 following publication of a literature review of DSC oxidation tests performed on petroleum products (10/367/INF April 1996). During IEC's TC 10 meeting in Geneva, 1998, it was decided to set up a working group for development of a standard based on DSC for rapid evaluation of mineral insulating oil oxidation stability.

MINERAL INSULATING OILS – OXIDATION STABILITY TEST METHOD BASED ON DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY (DSC)

1 Scope

The purpose of IEC 62036, which is a technical report, is to develop a rapid oxidation stability test method based on differential scanning calorimetry (DSC) to assess the oxidation stability of mineral insulating oils.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 15
INTRODUCTION 17

1 Domaine d'application 18
2 Remarques générales 18
3 Effet de la température sur le temps d'induction de l'oxydation 19
3.1 Isothermique 19
3.2 Cycles à températures programmées 19
4 Effet de la taille de l'échantillon sur le temps d'induction de l'oxydation 20
4.1 Huile inhibée 20
4.2 Huile non inhibée 20
5 Autres facteurs ayant un impact sur le temps d'induction de l'oxydation 20
6 Fiabilité de la méthode 20
7 Différents instruments 21
8 Interprétation des courbes 21
9 Conclusion 22

Bibliographie 26

Tableau 1 – Temps d'induction de l'oxydation des échantillons d'huile à différents programmes de températures 23
Tableau 2 – Temps d'induction de l'oxydation des échantillons d'huile pour différentes masses d'échantillons 23
Tableau 3 – Répétabilité du temps d'induction de l'oxydation par PDSC 23
Tableau 4 – Reproductibilité du temps d'induction de l'oxydation par PDSC 24
Tableau 5a – Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle par balayage analysés dans différents laboratoires – Huile non inhibée 24
Tableau 5b – Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle par balayage analysés dans différents laboratoires – Huile inhibée 25

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

HUILES MINÉRALES ISOLANTES – MÉTHODE D'ESSAI POUR ÉVALUER LA STABILITÉ D'OXYDATION FONDÉE SUR L'ANALYSE CALORIMÉTRIQUE DIFFÉRENTIELLE PAR BALAYAGE

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 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 62036, qui est un rapport technique, a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

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

Projet d'enquête	Rapport de vote
10/676/DTR	10/690/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.

INTRODUCTION

Les méthodes existantes d'évaluation de la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes prennent énormément de temps. Une méthode plus rapide est nécessaire pour un contrôle de la qualité et une surveillance de l'état efficaces. La technique de l'analyse calorimétrique différentielle par balayage (DSC; en anglais *Differential scanning calorimetry*) a été utilisée pour contrôler la stabilité à l'oxydation des graisses et des lubrifiants. L'utilisation de l'analyse calorimétrique différentielle par balayage pour l'évaluation de la stabilité à l'oxydation des huiles a été suggérée à l'origine au CE 10 de la CEI après la publication d'une analyse documentaire sur les essais d'oxydation de l'analyse calorimétrique différentielle par balayage réalisés sur des produits pétroliers (10/367/INF Avril 1996). Lors de la réunion du CE 10 de la CEI à Genève, en 1998, il a été décidé de constituer un groupe de travail pour l'élaboration d'une norme fondée sur l'analyse calorimétrique différentielle par balayage pour une évaluation rapide de la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes.

HUILES MINÉRALES ISOLANTES – MÉTHODE D'ESSAI POUR ÉVALUER LA STABILITÉ D'OXYDATION FONDÉE SUR L'ANALYSE CALORIMÉTRIQUE DIFFÉRENTIELLE PAR BALAYAGE

1 Domaine d'application

Le but de la CEI 62036, qui est un rapport techique, est d'élaborer une méthode d'essai de la stabilité à l'oxydation rapide fondée sur l'analyse calorimétrique différentielle par balayage (DSC) pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes.