

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

Publication 74

1955

Rapport sur les travaux du Sous-Comité Permanent
du Comité d'Etudes N° 10: Huiles isolantes

Report on the Work of the Permanent Sub-Committee
of Technical Committee No. 10: Insulating Oils



Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale
Genève, Suisse

BIBLIOTHÈQUE

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60074-1:1955

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

COMITE D'ETUDES N° 10 :
HUILES ISOLANTES

TECHNICAL COMMITTEE No. 10:
INSULATING OILS

R A P P O R T
sur les travaux
du
Sous-Comité Permanent

R E P O R T
on the work
of the
Permanent Sub-Committee

Reproduction interdite
Août 1954.

Not for reproduction
August, 1954.

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

Pour la première fois après la guerre, le Comité d'Etudes N° 10 se réunit à Stresa les 13, 14 et 15 juin 1949. Les membres de ce Comité, à l'issue de leurs travaux, approuvèrent à l'unanimité des décisions dont le détail est donné à l'annexe I.

Constatant que pour avancer rapidement dans ses travaux, il lui manquait un nombre important d'éléments d'information expérimentaux, le Comité estima utile de désigner parmi ses membres le Sous-Comité en question, dont la composition est donnée au paragraphe 9 de l'annexe I. Il lui demanda de concentrer ses efforts sur la mise au point d'un essai international de vieillissement artificiel pour les huiles pour transformateurs. Des directives furent données au Sous-Comité pour la conception générale de cet essai. Elles sont rappelées au paragraphe 8 de l'annexe I.

Il apparut, dès le début des travaux du Sous-Comité Permanent qui se réunit pour la première fois le 15 juin 1949 à Stresa, que les essais de vieillissement artificiel des huiles isolantes, principalement ceux destinés à la recherche, devaient s'appuyer sur des observations se rapprochant, autant que possible, des sollicitations auxquelles les huiles sont normalement soumises en service.

Les expérimentateurs disposent, pour accélérer les phénomènes d'altération de trois facteurs principaux :

- 1°) la température de l'essai
- 2°) le remplacement de l'air par l'oxygène
- 3°) l'emploi de catalyseurs d'oxydation.

Une quatrième influence, moins importante si on ne dépasse pas une certaine température, peut intervenir : celle des produits volatils susceptibles d'être plus ou moins éliminés au cours des essais d'oxydation.

La température de 120°C semble bien constituer, pour les essais effectués à la pression ordinaire dans des appareils non munis de dispositifs destinés à retenir les produits d'oxydation volatils, une limite au-dessus de laquelle les valeurs relatives pour le dépôt et l'acidité sont considérablement modifiées. La reproductibilité des essais est d'ailleurs d'autant plus difficilement réalisable que leur température est plus élevée.

Aucune objection sérieuse ne s'oppose au remplacement de l'air par l'oxygène; les dépôts obtenus en présence d'oxygène sont comparables à ceux formés en présence d'air, mais ils apparaissent plus rapidement.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

Technical Committee No.10 met for the first time after the war at Stresa, on 13th, 14th and 15th June, 1949. At the conclusion of the meeting the decisions which are given in detail in Appendix I were unanimously approved.

Since it was accepted that a considerable amount of experimental data was needed in order to make rapid progress with their work, the Committee considered it advisable to appoint from its members a Sub-Committee, of which the membership is given in Paragraph 9 of Appendix I. The Sub-Committee was asked to concentrate upon devising an international artificial ageing test for transformer oils. The general lines for the development of such a test were laid down for the Sub-Committee, as recapitulated in Paragraph 8 of Appendix I.

The first meeting of the Permanent Sub-Committee was held on 15th June, 1949, at Stresa, and it was evident from the beginning that artificial ageing tests for insulating oils, especially those intended for research purposes, should be based upon observations reconciling, as far as possible, the influences to which the oils are normally submitted in service.

In the acceleration of ageing, research workers have available three principal factors:-

- 1) the test temperature;
- 2) the replacement of air by oxygen;
- 3) the use of oxidation catalysts.

A fourth effect, of less importance if a certain temperature is not exceeded, can come into play - that of the volatile products which can be lost to a greater or lesser extent in the course of the test.

The temperature of 120°C seems to be the limit, for tests carried out at ordinary pressure in apparatus not designed especially to retain the volatile oxidation products, above which the relative figures for sludge and acidity are considerably modified. The reproducibility of the tests is, moreover, much more difficult to achieve when the test temperature is higher.

There is no serious objection to replacing the air by oxygen; the sludge obtained in the presence of oxygen is comparable with that formed in the presence of air, but it is produced more quickly.

Le résultat de ces délibérations fut concrétisé dans un procès-verbal donné en annexe II. Concernant l'appareillage de la méthode A de l'A.S.T.M. (D 670 - 42 T), le mode opératoire fut précisé et adapté à l'expérimentation. L'emploi de la bombe sous pression d'oxygène préconisé par la méthode B de l'A.S.T.M. (D 670 - 42 T) fut réservé aux membres du Sous-Comité qui auraient la possibilité de se la procurer.

Les huiles sur lesquelles les expériences seraient faites seraient procurées par chaque délégué national, chargé d'envoyer à ses collègues un gallon de la variété représentative de la qualité utilisée habituellement dans son pays.

Le 7 juillet 1950, les membres du Sous-Comité Permanent présents à Paris à l'occasion de la session de la CIGRE, se réunirent pour faire le bilan des premiers résultats obtenus.

Quelques précisions furent apportées à l'appareillage et au mode opératoire.

En dehors des séries des huiles dites nationales, choisies par les délégués nationaux, il fut décidé de faire porter les expériences également sur une demi-douzaine d'huiles n'ayant pas un caractère commercial et préparées spécialement à partir d'un brut déterminé par des traitements bien définis dont le détail n'est pas exactement connu du Sous-Comité. Ces huiles ont été fournies par le Thornton Research Centre de la SHELL; les renseignements sommaires sur le traitement appliqué figurent au paragraphe 5 de l'annexe III laquelle donne également le procès-verbal de la réunion du Sous-Comité Permanent du 7 juillet 1950 à Paris.

La réunion suivante eut lieu à Stockholm les 2, 3 et 4 août 1951. Tous les membres étaient présents à l'exception du Dr C. Janssen (Pays-Bas) et de M. T. Leardini (Italie).

M. Gösta Ericson assistait pour la première fois aux séances et apportera, dorénavant, sa collaboration aux travaux du Sous-Comité Permanent comme suppléant de M. H. Liander (Suède).

Les importantes études réalisées par les délégués nationaux montrèrent nettement que le moindre changement apporté aux méthodes d'essai pouvait influencer considérablement les résultats et modifier leur interprétation.

D'intéressantes conclusions furent dégagées de la discussion des résultats :

- 1) Le Sous-Comité a renoncé d'envisager l'emploi de deux températures d'essai, l'une basse pour apprécier le type d'huile pour transformateurs très fluide utilisé aux Etats-Unis et en Suède, l'autre plus élevée, pour le type d'huile pour transformateurs couramment utilisé dans les autres pays d'Europe.

Etant donné le comportement moins favorable du type d'huile très fluide aux essais effectués à 120°C à cause des pertes par évaporation beaucoup plus fortes, le Sous-Comité a décidé de réduire la température d'essai à 100°C afin d'appliquer un seul essai aux deux types d'huile actuellement en usage.

- 2) L'oxygène doit barboter dans l'huile au lieu de lécher sa surface comme c'est le cas dans l'essai A.S.T.M. D 670 - 42 T méthode A.
- 3) L'utilisation des réfrigérants, primitivement prévue pour capter les produits volatils n'est pas primordiale lorsque la température de l'essai ne dépasse pas 100°C.
- 4) Il est indispensable d'utiliser un catalyseur d'oxydation lorsqu'on désire réaliser un taux d'oxydation suffisant dans un temps relativement court.

The result of these discussions was set down in a report given in Appendix II. With regard to Method A in A.S.T.M. D.670 - 42 T, the test method was accurately specified and adapted for the work. The use of the pressure bomb prescribed for Method B in A.S.T.M. D.670 - 42 T was confined to the members of the Sub-Committee who were in a position to obtain a bomb.

The oils for the experimental work were to be obtained by each national delegate, who was requested to send to his colleagues one gallon of the type of oil representative of the quality generally used in his country.

On the 7th July, 1950, those members of the Permanent Sub-Committee who were present in Paris for the C.I.G.R.E. meeting met to compare the first results obtained.

Some details of the apparatus and of the test procedure were specified more closely.

Besides the series of oils termed "national", chosen by the national delegates, it was decided also to carry out tests on six oils not of a commercial type, but prepared especially with varying degrees of refinement, from a crude distillate upwards, the refining treatments used being closely controlled but not known in detail by the Sub-Committee. The oils were supplied by the Thornton Research Centre of the SHELL Company; summarized information on the treatments used are given in Paragraph 5 of Appendix III, which also includes the Minutes of the meeting of the Permanent Sub-Committee in Paris on 7th July, 1950.

The next meeting took place in Stockholm on the 2nd, 3rd and 4th August, 1951. All members were present except Dr. C. Janssen (Netherlands) and Mr. T. Leardini (Italy).

Mr. Gösta Ericson took part in the meetings for the first time and from then on collaborated in the work of the Permanent Sub-Committee as a deputy for Mr. H. Liander (Sweden).

The tests completed by the national delegates showed clearly that the slightest change in the test methods could have a considerable effect on the results, and could modify their interpretation.

Some interesting conclusions resulted from the discussion of the results:-

- 1) The Sub-Committee decided against the use of two test temperatures, a lower temperature for the low viscosity transformer oils used in the United States and Sweden, and a higher for the type of oil currently used in the other countries of Europe.

Since the behaviour of the low viscosity oil was less satisfactory in tests at 120°C because of higher losses by evaporation, the Sub-Committee decided to reduce the test temperature to 100°C so that a single test could be applied to the two types of oil at present in use.

- 2) The oxygen must bubble through the oil instead of passing over the surface as in the A.S.T.M. test D.670 - 42 T, Method A.
- 3) The use of condensers, originally considered necessary for retaining volatile products, is not essential when the test temperature does not exceed 100°C.
- 4) An oxidation catalyst is indispensable to obtain an adequate degree of oxidation in a relatively short time.

- 5) La teneur en catalyseur soluble correspondant à 100 ppm de métal, primitivement admise, paraît trop élevée et plusieurs délégués estiment qu'il ne faut pas dépasser une teneur correspondant à un poids de métal de 10 ppm.
- 6) Il a été proposé d'utiliser un mélange de catalyseurs solubles (naphténates de cuivre et de fer) en vue d'une meilleure différenciation des huiles dans certains cas.
- 7) La dépense élevée résultant de l'acquisition de plusieurs bombes métalliques nécessaires pour l'essai simultané d'un grand nombre d'huiles, incite plusieurs membres du Sous-Comité à ne pas prendre en considération l'essai à la bombe A.S.T.M.-B.

Ces discussions aboutirent à la proposition d'une méthode de vieillissement dont le principe fut admis par tous les membres du Sous-Comité Permanent.

Elle peut être résumée comme suit :

Les huiles au travers desquelles barbote un courant d'oxygène d'un débit d'un litre par heure sont maintenues pendant trois durées séparées à la température de 100°C en présence de catalyseurs solides ou de catalyseurs solubles. Il est entendu que tout le monde fera une expérience de 164 heures, les deux autres durées étant laissées au choix de l'expérimentateur. Le degré d'altération est apprécié par la détermination du dépôt et de l'indice d'acidité.

Les essais que les membres du Sous-Comité Permanent acceptent de réaliser sur les huiles nationales et sur les huiles IRO en leur possession seront effectués en présence de cuivre métallique, de fer métallique, de cuivre et de fer métalliques, de naphténate de cuivre (10 ppm), de naphténate de fer (10 ppm) et d'un catalyseur mixte composé de naphténates de cuivre et de fer (5 ppm de chaque constituant).

Les premiers résultats des essais effectués suivant la méthode arrêtée à Stockholm furent examinés, au cours d'une réunion tenue à Paris le 4 juin 1952, à l'occasion de la session de la CIGRE.

Tous les membres du Sous-Comité Permanent assistèrent à cette séance sauf MM. F.M. Clark (Etats-Unis) et T. Leardini (Italie) qui s'étaient fait excuser.

Plusieurs délégués estimèrent que, par suite du faible degré d'oxydation, la détermination de l'acidité organique manquait, dans certains cas, de précision et qu'il convenait d'augmenter l'importance des prises destinées à cette mesure.

Certaines anomalies constatées au cours des déterminations de dépôts abondants et certaines difficultés éprouvées à détacher et à laver les dépôts adhérent aux parois des récipients d'oxydation et à les débarrasser de l'huile adsorbée furent signalées. Le délégué suisse estima nécessaire d'étudier l'influence de la condensation sur l'évaporation des peroxydes.

En résumé, la réunion de Paris permit de préciser différents points relatifs à la détermination de l'indice d'acidité et du dépôt, à la condensation des produits volatils, aux catalyseurs, au contrôle du débit et au nettoyage des tubes d'oxydation.

Le Sous-Comité Permanent tint, enfin, ses dernières réunions à Windsor (Royaume-Uni) les 25, 26 et 27 juin 1953.

Tous les délégués étaient présents sauf M. T. Leardini (Italie) et le Dr T. Salomon (France) qui s'étaient fait excuser.

- 5) An amount of soluble catalyst corresponding to 100 ppm of metal, permitted originally, would appear to be too high, and a number of delegates were of the opinion that it is not necessary to exceed a concentration of 10 ppm of metal by weight.
- 6) The use of a mixture of soluble catalysts (copper and iron naphthenates) was proposed because of the better differentiation obtained between oils in certain cases.
- 7) The heavy expense for the purchase of the several metal bombs required for simultaneously testing a large number of oils caused a number of members of the Sub-Committee to leave out of consideration the bomb test by A.S.T.M. Method B.

These discussions led to the proposal of a method which was approved in principle by all members of the Permanent Sub-Committee, as follows:-

The oils were to be maintained for three separate periods at a temperature of 100°C in the presence of solid or soluble catalysts while oxygen is bubbled through at a rate of one litre per hour. All workers would make a trial of 164 hours, the other two periods being left to choice. The degree of ageing would be assessed by determining the sludge and acid values.

It was agreed to carry out tests on the National and IRO oils in the presence of metallic copper, metallic iron, metallic copper and metallic iron, copper naphthenate (10 ppm), iron naphthenate (10 ppm), and mixed catalyst composed of copper and iron naphthenates (5 ppm of each constituent).

The first results by the method decided upon at Stockholm were considered at a meeting held in Paris on the 4th June, 1952, on the occasion of the C.I.G.R.E. conference.

All members of the Permanent Sub-Committee were present at this meeting except Messrs. F.M. Clark (United States) and T. Leardini (Italy), who had sent their apologies.

Several delegates considered that, because of the low degree of oxidation, the determination of organic acidity was not sufficiently accurate in some cases, and that it would be advisable to increase the size of the sample taken for this determination.

Certain anomalies had been found during the determination of heavy sludge deposits, and some difficulties had been experienced in removing and washing sludge adhering to the walls of oxidation vessels, and in freeing them from adsorbed oil. The Swiss delegate considered it necessary to study the effect of condensation on the evaporation of peroxides.

In short, the Paris meeting made it possible to specify more exactly various points concerning the determination of the acid value and sludge, the condensation of volatile products, the catalysts, the control of the oxygen flow, and the cleaning of the oxidation tubes.

Finally, the Permanent Sub-Committee held its last meeting at Windsor (United Kingdom) on the 25th, 26th and 27th June, 1953.

All delegates were present except Mr. T. Leardini (Italy) and Dr. T. Salomon (France), who sent apologies for absence.

Il ne peut être question de reproduire, même d'une façon résumée, dans le cadre de ce rapport général, les résultats des travaux expérimentaux considérables entrepris par les membres du Sous-Comité Permanent dans le cours de ces deux dernières années. Nous nous bornerons à grouper, dans les tableaux ci-contre les valeurs moyennes des résultats obtenus par l'ensemble des laboratoires pour chaque échantillon et pour chaque catalyseur. Les valeurs moyennes obtenues après 164 heures de chauffe sont inscrites par ordre croissant. Les nombres entre parenthèses correspondent aux valeurs la plus faible et la plus élevée obtenues pour chaque caractéristique.

Les huiles soumises par les délégués nationaux sont représentées par une lettre sans indication d'origine.

Les huiles IRO (Insulating Reference Oils) sont identifiées par les nombres correspondant à la description donnée par la SHELL comme indiqué au paragraphe 5 de l'annexe III.

Parmi les huiles IRO, c'est l'huile 5 qui accuse la stabilité optimum. Tous les expérimentateurs ont été d'accord sur ce point. Les huiles 4 et 2 viennent immédiatement après; la première (4) a de meilleures caractéristiques de dépôt, la deuxième (2) de meilleures caractéristiques d'acidité. L'huile 1 accuse la plus faible stabilité parmi ces quatre huiles. Les huiles 3 et 6 ont nettement le caractère que l'on appelle surraffiné.

Les huiles marquées C.E.I., c'est-à-dire celles qui ont été envoyées par les délégués nationaux, groupent leurs caractéristiques dans le domaine des huiles 5, 4 et 2. Les huiles C.E.I. sont des huiles techniquement utilisées.

Plusieurs laboratoires européens ont soumis à la méthode A.S.T.M. B les huiles nationales et IRO. Elle ne peut pas être appliquée aux huiles 3 et 6 ayant le caractère surraffiné à cause du danger d'explosion.

En principe, cette méthode est un essai de réception et non de sélection.

Mais, dans l'ensemble, elle donne en gros des résultats comparables à ceux de la méthode de vieillissement proposée par le Sous-Comité Permanent.

Toutefois, il semble que l'huile IRO 1, nettement sous-raffinée, soit avantagée par l'essai A.S.T.M. B.

Les conclusions générales suivantes peuvent être dégagées des discussions qui marquèrent les réunions de Windsor :

- 1) L'action catalytique du fer métallique étant négligeable, l'emploi de ce catalyseur peut être abandonné.
- 2) L'utilisation simultanée du fer métallique et du cuivre métallique est inutile.

L'action catalytique du cuivre métallique est nettement prépondérante et les résultats obtenus en présence de catalyseur mixte sont pratiquement identiques à ceux constatés en présence du cuivre seul.

- 3) Si la température de l'essai ne dépasse pas 100°C, il est inutile de prévoir un système de condensation des matières volatiles.
- 4) Le délégué suisse signale que les essais effectués suivant la méthode proposée à Stockholm permettent de dégager, au point de vue des peroxydes, les mêmes conclusions que l'essai suisse actuel.

It is not possible to reproduce within the compass of this general report, even in a shortened form, the results of the large amount of experimental work undertaken by the members of the Permanent Sub-Committee in the course of the previous two years. We shall confine ourselves to grouping in the tables (see opposite) the average values of the results obtained by all laboratories for each sample and for each catalyst. The average values obtained after 164 hours' heating are entered in order of increasing magnitude. The figures in brackets are the lowest and highest values obtained in each case.

The oils submitted by the national delegates are designated by a letter, without indication of origin.

The IRO oils (Insulating Reference Oils) are identified by the numbers corresponding to the descriptions given by SHELL, as quoted in Paragraph 5 of Appendix III.

Among the IRO oils, No.5 displays the highest stability. All the investigators agree on this point. Oils Nos.4 and 2 follow close behind; the former (4) is better for sludge formation, whilst the latter (2) has better acidity characteristics. Oil No.1 shows the lowest stability of these four oils, Oils Nos.3 and 6 show clearly the properties of oils termed "over-refined".

The oils designated I.E.C., i.e. those sent in by national delegates, have properties which group them with oils 5, 4 and 2. The former are oils which are used commercially.

Several laboratories in Europe made tests by A.S.T.M. Method B on the national and IRO oils. This method could not be used for the over-refined oils and 6 owing to the danger of explosion.

This method is in principle an acceptance test, not a selection test.

On the whole it gives overall results comparable with those obtained by the method proposed by the Permanent Sub-Committee.

However, it would appear that oil IRO 1, which was clearly under-refined, was favoured by A.S.T.M. Method B.

The following general conclusions can be drawn from the discussions at the Windsor meetings:-

- 1) Since the catalytic action of metallic iron is negligible, the use of this catalyst can be discontinued.
- 2) There is no object in using metallic iron and metallic copper simultaneously.

The catalytic effect of metallic copper is clearly preponderant, and the results obtained in the presence of the mixed catalyst are practically identical with those obtained in the presence of copper alone.

- 3) If the temperature of test does not exceed 100°C, it is unnecessary to provide means for condensing volatile products.
- 4) The Swiss delegate stated that tests carried out by the method proposed at Stockholm made it possible to draw the same conclusions from the point of view of peroxides, as with the present Swiss test.

- 5) Le principe de l'emploi d'un catalyseur soluble apparaît prometteur à plusieurs membres du Sous-Comité et l'on convient d'entreprendre, dans les laboratoires des membres, l'étude de l'application des catalyseurs métalliques solubles (naphténate de fer et naphténate de cuivre) pour examen ultérieur par le Sous-Comité.

Plusieurs estiment cependant qu'on obtient une plus grande précision avec le cuivre métallique qu'avec le naphténate de cuivre.

- 6) Le catalyseur cuivre métallique donne des résultats d'altération qui permettent de distinguer les huiles insuffisamment raffinées. Le mélange de catalyseurs solubles (naphténate de cuivre et naphténate de fer) donne des résultats similaires.

- 7) Certains membres estiment que la teneur en catalyseur soluble ne doit pas dépasser une quantité correspondant à 10 ppm de métal.

D'autres conseillent l'emploi d'un catalyseur mixte qui contiendrait 20 ppm de cuivre et 20 ppm de fer; un tel mélange de catalyseurs réduirait la durée de l'essai à environ 48 heures.

- 8) Une étude statistique à laquelle s'est livré le Laboratoire de Recherches de la British Electricity Authority sur la série d'expériences 20 ppm de cuivre et 20 ppm de fer montre que, dans cette série, la répétabilité et la reproductibilité des résultats de la méthode utilisée sont suffisantes. On compte obtenir des résultats encore meilleurs par une définition plus précise des conditions d'expérience.

A l'issue des travaux du Sous-Comité Permanent, répartis sur une période de quatre ans, tous les membres du Sous-Comité Permanent se sont mis d'accord sur le plan d'un appareil de vieillissement et sur le principe de son fonctionnement.

Certaines divergences de vue apparaissent cependant au sujet des catalyseurs. Si le cuivre métallique est admis par tout le monde, certains membres hésitent à préconiser l'usage exclusif de catalyseurs solubles. Un membre précise que l'emploi de catalyseurs solubles rend impossible l'application de la méthode aux huiles usagées ayant déjà formé du dépôt en service, parce que la floculation libre du dépôt existant est gênée par l'action peptisante du naphténate de cuivre.

L'appareil, décrit à l'annexe IV, permettra d'ailleurs d'essayer les huiles à volonté en présence de cuivre métallique et de catalyseurs solubles.

CONCLUSIONS

Le Comité d'Etudes N°10 de la Commission Electrotechnique Internationale a chargé en 1949 son Sous-Comité Permanent de mettre au point une méthode internationale de vieillissement artificiel des huiles isolantes qui permettrait aux experts nationaux de conserver une corrélation acquise avec leurs méthodes et présenterait, en outre, des avantages de simplicité, de sensibilité et de précision.

Le Sous-Comité Permanent soumet à l'approbation du Comité d'Etudes N° 10 la méthode de sélection des huiles neuves décrite à l'annexe IV utilisant comme catalyseur le cuivre métallique.

Le Sous-Comité a accepté, en outre, à l'unanimité, de poursuivre les essais avec les catalyseurs solubles pour obtenir des informations plus nombreuses sur les avantages ou les désavantages de ce type d'oxydation avec le but précis de réduire la durée des essais selon les conditions adoptées à Stresa par le Comité N° 10.

- 5) The principle of using a soluble catalyst appeared promising to a number of members of the Sub-Committee and it was agreed to investigate in members' laboratories the application of soluble metallic catalysts (iron naphthenate and copper naphthenate), for later consideration by the Sub-Committee.

Several were of the opinion, however, that a better precision would be achieved with metallic copper than with copper naphthenate.

- 6) Metallic copper catalyst gave results from which it was possible to distinguish oils which were insufficiently refined. The mixture of soluble catalysts (copper naphthenate and iron naphthenate) gave similar results.

- 7) Certain members considered that the amount of soluble catalyst must not exceed a quantity corresponding to 10 ppm of metal.

Others were in favour of using a mixed catalyst containing 20 ppm copper and 20 ppm iron; this mixture of catalysts would reduce the duration of test to about 48 hours.

- 8) A statistical study made by the British Electricity Research Laboratories on the experiments with 20 ppm copper and 20 ppm iron showed that in this series the repeatability and the reproducibility of the results given by the method were satisfactory. It was thought that still better results would be obtained by specifying more precisely the experimental conditions.

At the conclusion of the Permanent Sub-Committee's work, spread over a period of four years, all members of the Permanent Sub-Committee are agreed on the design of an ageing apparatus and on its operating principle.

There are some divergences of view, however, on the subject of catalysts. While metallic copper is approved by everybody, some members would hesitate to advocate the exclusive use of soluble catalysts. One member stated that the use of soluble catalysts made it impossible to apply the method to used oils in which sludge had already formed in service, because the free flocculation of existing sludge was disturbed by the peptising action of copper naphthenate.

The apparatus described in Appendix IV enables oils to be tested as required in the presence of either metallic copper or soluble catalysts.

CONCLUSIONS

In 1949 Technical Committee No.10 of the International Electrotechnical Commission entrusted the Permanent Sub-Committee with the task of devising an international method for artificial ageing of insulating oils which would preserve the correlation achieved by national experts with their own methods and would also have the advantages of simplicity, sensitivity and accuracy.

The Permanent Sub-Committee now submits for approval by Technical Committee No.10 the selection method of new oils described in Appendix IV using metallic copper as catalyst.

Furthermore, the Sub-Committee has unanimously agreed to continue the trial of soluble catalysts to obtain more data on the advantages or disadvantages of this type of oxidation test, with the special aim of reducing the duration of test in accordance with the terms of reference given by Committee No.10 at Stresa.

Les membres profiteront de ces essais pour perfectionner l'outillage actuel et préciser plus étroitement ses normes. A l'issue de cette période, un projet définitif serait établi.

Pour le moment, cette méthode s'adresse uniquement aux huiles neuves, minérales, pures. Le problème des huiles inhibées et des huiles usagées sera traité ultérieurement.

Ont participé à ces travaux les organismes et personnalités suivants :

Belgique	M. van Rysselberge	Sofina
Etats-Unis	M. F.M. Clark	Gec°
France	M. P. de la Gorce	Laboratoire Central des Industries Electriques
	M. T. Salomon	Institut français du Pétrole
Italie	M. L. Chiabotto	Esso Standard
	M. T. Leardini	S A D E
	M. G. Palandri	Pirelli
Pays-Bas	M. C. Janssen	K E M A
Royaume-Uni	M. V. Biske	Lobitos Oilfields C° Ltd.
	M. W. Bravey	Shell Petroleum C° Ltd.
	M. J.S. Forrest	BEA Research Lab.
	M. P.W.L. Gossling	W.B. Dick & Company Ltd.
	M. L. Massey	Metropolitan Vickers Electrical Company Ltd.
	M. J. Romney	W.B. Dick & Company Ltd.
	C.N. Thompson	Shell Petroleum C° Ltd.
	G. Spurr	B E A Research Lab.
	M. J.M. Ward	B E A Research Lab.
	M. J.C. Wood-Mallock	Barton Oil Refinery
Suède	M. G. Ericson	A S E A
	M. H. Liander	A S E A
Suisse	M. Zurcher	S E V

Le Secrétaire du C.E.10

Le Président du C.E.10

Members would take the opportunity afforded by these trials to perfect the present apparatus and to specify it more precisely. At the end of this period a final draft would be drawn up.

At the moment this method was intended solely for new, pure, mineral oils; the problem of inhibited oils, and used oils, would be dealt with later.

The following organizations and persons have taken part in the work:-

Belgium	Dr. van Rysselberge	Sofina
France	Mr. P. de la Gorce	Laboratoire Central des Industries Electriques
	Dr. T. Salamon	Institut Français du Pétrole
Italy	Mr. L. Chiabotto	Esso Standard
	Dr. T. Leardini	S.A.D.E.
	Mr. G. Palandri	Pirelli
Netherlands	Dr. C. Janssen	K.E.M.A.
Sweden	Mr. G. Ericson	A.S.E.A.
	Mr. H. Liander	A.S.E.A.
Switzerland	Dr. Zurcher	S.E.V.
United Kingdom	Mr. V. Biske	Lobitos Oilfields Co. Ltd.
	Mr. W. Bravey	Shell Petroleum Co. Ltd.
	Mr. J.S. Forrest	B.E.A. Research Laboratories
	Mr. P.W.L. Gossling	W.B. Dick & Co. Ltd.
	Mr. L. Massey	Metropolitan Vickers Electrical Co. Ltd.
	Mr. J. Romney	W.B. Dick & Co. Ltd.
	Mr. C.N. Thompson	Shell Petroleum Co. Ltd.
	Mr. G. Spurr	B.E.A. Research Laboratories
	Mr. J.M. Ward	B.E.A. Research Laboratories
	Mr. J.C. Wood-Mallock	Barton Oil Refinery
U.S.A.	Mr. F.M. Clark	G.E.C.

The Secretary of T.C.10

The Chairman of T.C.10

ANNEXE I

Décisions du Comité d'Etudes N° 10

STRESA 15 Juin 1949

- 1) Les délégués sont unanimes à exprimer le désir et l'espoir de voir reprendre les travaux du Comité N° 10.
- 2) Les délégués officiels comptent que le Comité N° 10 ne se limitera pas à rédiger des recommandations et des spécifications en se basant sur des travaux effectués par ailleurs, mais qu'il fera une partie du travail lui-même par l'intermédiaire de son Sous-Comité Permanent.
- 3) Les membres du Comité marquent leur accord sur le fait que le Sous-Comité Permanent doit conserver la tradition de rassembler les observations bien faites et bien décrites, de façon à pouvoir s'appuyer sur elles.
- 4) Les délégués officiels feront des démarches auprès de leurs Comités nationaux respectifs pour que ces derniers s'associent à l'organisation d'un service de contrôle et de surveillance des huiles isolantes en service.
- 5) Les membres sont d'accord pour que le Comité N° 10 de la C.E.I. se tienne en liaison étroite avec le Comité des Huiles de la CIGRE, non seulement pour ce qui concerne l'essai de précipitation du dépôt, mais encore pour ce qui concerne la détermination des indices d'acidité et de saponification, du facteur de puissance et de la tension interfaciale.
- 6) La création d'un Sous-Comité Permanent est adoptée à l'unanimité.
- 7) En vue de créer un appareillage destiné à l'essai logique de vieillissement artificiel, les délégués sont d'accord pour prendre en considération les points suivants :
 - a) les produits d'altération volatils seront-ils conservés dans l'appareil, seront-ils éliminés dans l'air ou captés séparément ?
 - b) Désire-t-on se réserver la possibilité de mesurer l'oxygène absorbé ?
- 8) Le Comité N° 10 estime que l'essai international d'altération pour les huiles pour transformateurs à élaborer par le Sous-Comité doit remplir les conditions suivantes :
 - a) Conception aussi simple que possible;
 - b) Durée aussi courte que possible;
 - c) Reproductibilité suffisante;
 - d) Sélectivité appropriée;

de manière à fournir un classement des huiles en groupes qui soit corroboré par les résultats en service normal dans les conditions les plus sévères.

Cet essai doit servir, autant que possible, à la caractérisation des huiles neuves et à l'appréciation de l'état des huiles usagées.

L'attention du Sous-Comité Permanent est attirée sur le problème des huiles inhibées de manière à en tenir compte dans la suite de ses travaux.

Il est recommandé au Sous-Comité Permanent de s'inspirer autant que possible des deux appareillages ASTM de manière à s'en servir pour leur faire rendre tout ce que l'expérience acquise dans les travaux des vingt dernières années permet d'espérer.

APPENDIX I

Decisions of Technical Committee No.10

at STRESA, 15th June, 1949

- 1) The delegates are unanimous in expressing their desire and hope that the work of Technical Committee No.10 will be recommenced.
- 2) The delegates expect Committee No.10 not to limit its work to making recommendations and specifications based upon information received from others, but also to carry out work through its own permanent Sub-Committee.
- 3) The Committee agrees that the Permanent Sub-Committee should follow the practice of collecting the results of research which has been efficiently carried out and carefully described, and basing its work upon it.
- 4) The official delegates will ask their National Committees to collaborate in the organization of controlled surveys of the results achieved with insulating oils in practice.
- 5) It is agreed that Technical Committee No.10 of the I.E.C. will maintain a close liaison with the C.I.G.R.E. Committee on Oils not only with regard to the problem of the evaluation of existing sludge, but also with regard to the determination of acid and saponification values, power factor and interfacial tension.
- 6) The formation of a permanent Sub-Committee is unanimously agreed.
- 7) For the purpose of working out an apparatus for a logical artificial ageing test, the Committee agreed that the following points shall be taken into consideration:-
 - a) Should the volatile products of ageing be retained inside the apparatus, be allowed to escape or be collected separately?
 - b) Is it desirable to consider the measurement of oxygen absorption?
- 8) It is the opinion of Committee No.10 that the international ageing tests for transformer oils to be devised by the Sub-Committee should fulfil the following conditions:-
 - a) basic principle to be as simple as possible;
 - b) the duration of test to be as short as possible;
 - c) good reproducibility;
 - d) satisfactory selectivity;

so as to give a classification of oils confirmed by results obtained in practice under the most severe conditions of normal service.

This test should, if possible, be suitable for determining the characteristics of new oils, as well as for assessing the condition of used oils.

The Sub-Committee is asked to take into consideration the subject of inhibited oils.

It is recommended that special consideration be given to the use of the apparatus of the two existing A.S.T.M. test methods in the light of the experience acquired in the last twenty years.

- 9) Le Comité d'Etudes N° 10 approuve les désignations des délégués ci-après comme membres du Sous-Comité Permanent qui sera présidé comme le Comité d'Etudes N° 10 par le Professeur Henri WEISS (France) :

M. F.M. Clark	Etats-Unis
Dr C. Janssen	Pays-Bas
M. P.W.L. Gossling	Royaume-Uni
Dr Ing. T. Leardini	Italie
M. H. Liander	Suède
M. M.G. Palandri	Italie (suppléant)
Dr T. Salomon	France
Dr van Rysselberge	Belgique
Dr M. Zürcher	Suisse.

Le Secrétariat du Sous-Comité Permanent est assuré par le Dr M. van Rysselberge (Belgique), Secrétaire du Comité d'Etudes N° 10.

ANNEXE II

Décisions du Sous-Comité Permanent

STRESA 15 Juin 1949.

- 1) Chaque délégué national devra se procurer un fût de l'huile pour transformateurs considérée comme représentative de la qualité utilisée habituellement dans son pays.
- 2) Il se chargera de faire parvenir un gallon de cette huile à chaque membre du Sous-Comité Permanent.
- 3) Les membres du Sous-Comité Permanent disposeront donc de plusieurs échantillons d'huiles qu'ils devraient soumettre aux essais suivants :

- a) examen d'après leurs méthodes habituelles;
- b) examen d'après les méthodes habituelles, mais en ajoutant un catalyseur soluble, si la méthode ne prévoyait pas de catalyseur ou en remplaçant le catalyseur solide éventuel par le catalyseur soluble.

Les autres conditions de l'essai restent inchangées.

La quantité de catalyseur soluble ajoutée à l'huile, la même pour tous les essais, devra correspondre à 100 parties de cuivre pour un million de parties d'huile soit 0,01 %;

- c) examen d'après la méthode A de l'ASTM (D 670 - 42 T) dont le mode opératoire sera respecté sauf pour les points précisés ci-après :
 - oxygène fabriqué à partir de l'air liquéfié à l'exclusion de celui obtenu par électrolyse;
 - débit d'oxygène de 1 litre/heure;
 - pesée du tube à essai contenant l'huile à essayer avant et après l'essai et mesure de la variation du niveau d'huile dans le tube;
 - détermination du dépôt par précipitation directe à la température de 25°C en ajoutant à un volume d'huile trois volumes de n-heptane;
 - les essais suivant la méthode ASTM devront être réalisés pour trois durées différentes;

9) Technical Committee No.10 approved the following nominations to the Permanent Sub-Committee, which would be under the same Chairman as T.C.10, Professor Henri Weiss (France):-

Mr. F.M. Clark	U.S.A.
Dr. C. Janssen	Netherlands
Mr. P.W.L. Gossling	United Kingdom
Dr. Ing. T. Leardini	Italy
Mr. H. Liander	Sweden
Mr. M.G. Palandri	Italy (alternate)
Dr. T. Salomon	France
Dr. van Rysselberge	Belgium
Dr. M. Zurcher	Switzerland

Dr. M. van Rysselberge (Belgium), Secretary to T.C.10, undertook the Secretariat.

APPENDIX II

Decisions of the Permanent Sub-Committee

STRESA, 15th June, 1949

- 1) Each national delegate would obtain a drum of transformer oil considered to be representative of the quality generally used in his country.
- 2) He would send one gallon of this oil to each member of the Permanent Sub-Committee.
- 3) The members of the Permanent Sub-Committee would then have available a number of oil samples which they could subject to the following tests:-
 - a) examination by their usual methods;
 - b) examination by the usual methods but with the addition of a soluble catalyst, if the method did not include a catalyst, or by substituting a soluble catalyst for the solid catalyst, if any.
The other test conditions would remain unchanged. The amount of soluble catalyst added to the oil, the same for all the tests, should correspond to 100 parts of copper to one million parts of oil, i.e. 0.01%;
 - c) examination in accordance with A.S.T.M. Method A (D 670 - 42 T), the test conditions for this method being complied with except for the following points:-
 - oxygen from liquid air; that obtained by electrolysis to be excluded;
 - rate of flow of oxygen 1 litre/hour;
 - weighing of the test vessel containing the oil under test before and after the test, and measurement of the change in oil level in the tube;
 - determination of the sludge by direct precipitation at the temperature of 25°C by adding three volumes of n-heptane to one volume of oil;
 - the tests in accordance with the A.S.T.M. Method should be made for three different periods;

- d) examen d'après la méthode A de l'ASTM, le catalyseur solide étant remplacé par des catalyseurs solubles, toutes les autres conditions restant rigoureusement identiques à celles fixées en c;
- e) les membres du Sous-Comité Permanent qui en auront la possibilité devront également soumettre les huiles examinées à la méthode B de l'ASTM (D 670-42 T) sous pression d'oxygène.

ANNEXE III

Décisions du Sous-Comité Permanent

PARIS 7 juillet 1950

Assistaient à cette séance les membres du Sous-Comité Permanent qui participaient aux travaux de la CIGRE.

M. P.W.L. Gossling
Dr C. Janssen
M. H. Liander
M. M.G. Palandri
Dr T. Salomon
Dr M. van Rysselberge
Prof. H. Weiss
Dr M. Zurcher

Royaume-Uni
Pays-Bas
Suède
Italie
France
Secrétaire
Président
Suisse

M. F.M. Clark (Etats-Unis) s'était excusé.

- 1) Poursuivre le programme arrêté à Stresa sur les huiles envoyées par les délégués nationaux. Les essais devront être effectués en présence de catalyseurs solides et solubles et en présence d'oxygène agissant en surface ou barbotant à travers l'huile;
- 2) Etudier l'influence des modifications apportées aux tubes d'oxydation de façon à provoquer une condensation plus ou moins complète des constituants volatils;
- 3) Etudier, séparément et communément, l'influence catalytique du naphténate de fer avec celle du naphténate de cuivre;
- 4) Déterminer le dépôt uniquement par précipitation par le n-heptane et non par pesée directe comme cela se pratiquait encore dans certains laboratoires;
- 5) Soumettre aux essais, en outre des huiles choisies par les délégués nationaux, six huiles repérées IRO (Insulating Reference Oils) de degrés de raffinage très différents et bien connus préparées spécialement par le Thornton Research Centre de la Shell à partir du même brut :

IRO 1 : Huile traitée au solvant, servant de base à la fabrication d'huiles pour transformateurs par traitement ultérieur à l'oléum et à la terre.

IRO 2 : Huile traitée au solvant et à l'acide, ce dernier traitement étant moins énergique que celui auquel avaient été soumises les huiles IRO 3 et 4.

IRO 3 : Huile normale pour transformateurs ayant subi un traitement au solvant plus énergique que l'huile IRO 4.

IRO 4 : Huile normale pour transformateurs ayant subi un traitement au solvant moins énergique que l'huile IRO 3.

IRO 5 : Huile normale pour transformateurs contenant plus de composés aromatiques que les huiles IRO 3 et 4.

IRO 6 : Huile blanche technique ayant subi un traitement énergique à l'oléum.

- d) examination in accordance with A.S.T.M. Method A, the solid catalyst being replaced by soluble catalysts, all the other conditions remaining strictly in accordance with those laid down in c);
- e) those members of the Permanent Sub-Committee who were able could also test the oils under examination by A.S.T.M. Method B (D 670 - 42 T) with oxygen under pressure.

APPENDIX III

Decisions of the Permanent Sub-Committee

PARIS. 7th July. 1950

Those members of the Permanent Sub-Committee who were taking part in the work of C.I.G.R.E. were present at this meeting:-

Mr. P.W.L. Gossling	United Kingdom
Dr. C. Janssen	Netherlands
Mr. H. Liander	Sweden
Mr. M.G. Palandri	Italy
Dr. T. Salomon	France
Dr. M. van Rysselberge	Secretary
Prof. H. Weiss	Chairman
Dr. M. Zurcher	Switzerland

Mr. F.M. Clark (United States) apologized for absence.

1) Carry out the programme of tests drawn up at Stresa on the oils sent in by the national delegates. The tests would be made in the presence of solid catalysts and soluble catalysts, and with oxygen passing over the surface or bubbling through the oil;

2) Study the effect of modifications made to the oxidation tubes so as to cause condensation, more or less complete, of the volatile compounds;

3) Study the catalytic effect of iron naphthenate separately, and together with that of copper naphthenate;

4) Determine the sludge only by precipitation with n-heptane and not by direct weighing as is still the practice in some laboratories;

5) Besides the oils selected by the national delegates, to test also six oils designated IRO (Insulating Reference Oils) of widely varying and well-known degrees of refinement, specially prepared by the SHELL Thornton Research Centre from the same crude oil;

IRO 1 : The solvent refined feedstock from which transformer oils are normally produced by further oleum and earth treatment.

IRO 2 : An experimental oil produced by a combination of solvent extraction and acid treatment, the degree of refinement being somewhat less than in the case of IRO 3 and IRO 4.

IRO 3 : Normal transformer oil which has been more heavily solvent-extracted than IRO 4.

IRO 4 : Ordinary transformer oil which has been less heavily solvent-extracted than IRO 3.

IRO 5 : Normal transformer oil of higher aromatic content than IRO 3 and IRO 4.

IRO 6 : Commercial white oil which has undergone drastic oleum treatment.

ANNEXE IV

Description de l'appareil de vieillissement artificiel pour l'essai des huiles isolantes adopté par le Sous-Comité Permanent

Principe :

Les huiles au travers desquelles barbote un courant d'oxygène sont maintenues pendant des durées soigneusement notées à la température de 100° en présence de cuivre agissant comme catalyseur d'oxydation. Le degré d'oxydation est apprécié par la mesure du dépôt et de l'indice d'acidité.

Récipient d'essai :

Tube A.S.T.M. en verre Pyrex
Diamètre extérieur : 25 mm
Épaisseur des parois : 1,25 mm
Longueur : 150 mm
Capacité : environ 50 cm³

Le récipient d'essai est fermé imparfaitement au moyen d'un verre de montre percé d'un orifice de 6 mm de diamètre permettant le passage du tube d'amenée de l'oxygène.

Remarque : Le verre de montre sera vraisemblablement remplacé, après retouches, par un entonnoir de verre assurant une condensation mieux définie.

Quantité d'huile : 25 grammes

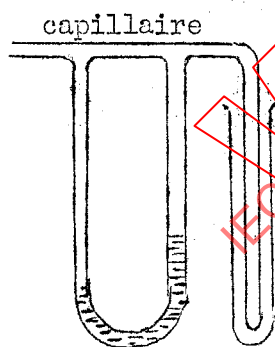
L'huile est filtrée soit sur papier soit sur filtre en verre fritté.

Tube d'amenée d'oxygène :

Diamètre intérieur : 3 mm au minimum
Diamètre extérieur : 4,5 mm au maximum
Distance du fond du récipient d'essai : 3 mm au minimum et 4 mm au maximum, telle que la bulle d'oxygène ne soit pas écrasée contre le fond du tube à essais.

Alimentation en oxygène :

Oxygène obtenu par liquéfaction de l'air.



L'oxygène est parfaitement séché par passage sur de l'acide sulfurique concentré et sur de la chaux ou par tout autre procédé d'efficacité égale ou supérieure.

Quantité : 1 litre/heure $\pm$ 0,1 litre, la méthode de contrôle étant laissée au choix de l'expérimentateur. A titre d'indication, le dispositif schématisé ci-contre a été utilisé avec succès et permet le contrôle sur chaque tube individuellement.

Conditions de nettoyage des récipients d'essai :

Les récipients d'essai seront lavés chimiquement. Une méthode de nettoyage qui a été trouvée satisfaisante consiste à **laver** successivement avec l'acétone, le savon et l'eau, puis avec de l'acide sulfurique concentré qui est éliminé par rinçage d'abord à l'eau de la canalisation puis à l'eau distillée.

On sèche dans une étuve à air maintenue à 105-110°C pendant au moins trois heures et on laisse refroidir à la température ordinaire dans un dessiccateur dans lequel les récipients sont conservés jusqu'au moment de l'emploi.

APPENDIX IV

Description of the Artificial Ageing Apparatus for Testing Insulating Oils, adopted by the Permanent Sub-Committee

Principle

The oils, through which a stream of oxygen is bubbling, are maintained for carefully measured periods at a temperature of 100°C in the presence of copper as an oxidation catalyst. The degree of oxidation is estimated by determining the amount of sludge and the acid value.

Test Vessel

A.S.T.M. tube of Pyrex glass.

External diameter : 25 mm

Wall thickness : 1.25 mm

Length : 150 mm

Volume : approx. 50 ml.

The test vessel is partially closed by means of a watch glass having a hole 6 mm diameter through which passes the oxygen lead-in tube.

Note.— The watch glass will probably be replaced, after further consideration, by a glass funnel to ensure a more closely defined degree of condensation.

Quantity of Oil

25 grammes.

The oil is filtered through paper or through a sintered glass filter.

Oxygen Lead-in Tube

Internal diameter : 3 mm minimum

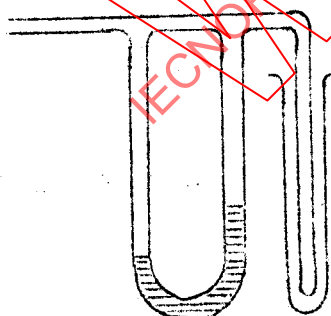
External diameter : 4.5 mm maximum

Distance from bottom of test vessel

: 3 mm minimum and 4 mm maximum, so that the oxygen bubble is not flattened against the bottom of the test tube.

Supply of Oxygen

Oxygen obtained from liquid air.



The oxygen shall be perfectly dried by passing through concentrated sulphuric acid and over lime, or by some other method which is of equal or higher efficiency.

Quantity : 1 litre/hour ± 0.1 litre, the method of control being left to the choice of the operator. As a guide, the device sketched opposite has been used with success and makes it possible to control each tube individually.

Methods of cleaning the Test Tubes

The test tubes shall be chemically clean. A method of cleaning which has been found satisfactory is to wash successively with acetone, soap and water, and then with concentrated sulphuric acid, which is removed by washing with tap water followed by distilled water.

The apparatus is dried in an air oven at 105° to 110°C for at least three hours, and then allowed to cool at room temperature in a desiccator in which the tubes are kept until they are used.

Régime thermique et dispositif de chauffage :

La température d'essai de l'huile a été fixée à 100°C.

En utilisant un chauffage par bloc d'aluminium en métal forgé percé de trous dans lesquels entrent les récipients d'essai (tubes ASTM), la répartition thermique suivant le schéma ci-dessous a été trouvée dans le cas où ces données ont été contrôlées.

