Publication 590 de la CEI

Première édition — 1977

Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques des huiles isolantes minérales neuves

IEC Publication 590

First edition — 1977

Determination of the aromatic hydrocarbon content of new mineral insulating oils

CORRIGENDUM 1

Page 10

2.2.4 *Mode opératoire*

Point *m)*, page 12:

au lieu de:

(1 torr = 1,3 10^3 Pa)

lire:

(1 torr = 1,3 10^2 Pa)

Page 11

2.2.4 *Procedure*

Item *m)*, page 13:

instead of:

(1 torr = 1.3 10^3 Pa)

read:

(1 torr = 1.3 10^2 Pa)

Juillet 1978

July 1978

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

NORME INTERNATIONALE

INTERNATIONAL STANDARD

CEI
IEC
590

Première édition
First edition
1977-01

Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques des huiles isolantes minérales neuves

Determination of the aromatic hydrocarbon content of new mineral insulating oils

Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 590: 1977

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Numéros des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- **«Site web» de la CEI***
- **Catalogue des publications de la CEI**
  Publié annuellement et mis à jour régulièrement (Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
  Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI).

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique,* la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles,* et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas.*

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
  Published yearly with regular updates (On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
  Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV).

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams.*

* See web site address on title page.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

NORME INTERNATIONALE

INTERNATIONAL STANDARD

CEI
IEC
590

Première édition
First edition
1977-01

Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques des huiles isolantes minérales neuves

Determination of the aromatic hydrocarbon content of new mineral insulating oils

© IEC 1977 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

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

Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE J

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

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale

Publication 590 de la CEI

Première édition — 1977

Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques des huiles isolantes minérales neuves

IEC Publication 590

First edition — 1977

Determination of the aromatic hydrocarbon content of new mineral insulating oils

CORRIGENDUM 1

Page 10

2.2.4 *Mode opératoire*

Point *m)*, page 12:

au lieu de:

(1 torr = 1,3 10^3 Pa)

lire:

(1 torr = 1,3 10^2 Pa)

Page 11

2.2.4 *Procedure*

Item *m)*, page 13:

instead of:

(1 torr = 1.3 10^3 Pa)

read:

(1 torr = 1.3 10^2 Pa)

Juillet 1978

July 1978

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

SOMMAIRE

Pages

PRÉAMBULE 4

PRÉFACE 4

Articles

1. Domaine d'application 6

2. Méthodes d'analyse 6

2.1 Analyse par spectrophotométrie infrarouge 6

2.1.1 Principe de la méthode 6

2.1.2 Matériel 6

2.1.3 Mode opératoire 8

2.1.4 Calcul du résultat 8

2.1.5 Précision 8

2.2 Analyse par chromatographie d'adsorption 8

2.2.1 Principe de la méthode 8

2.2.2 Matériel 10

2.2.3 Réactifs 10

2.2.4 Mode opératoire 10

2.2.5 Calcul du résultat 12

2.2.6 Précision 12

FIGURES 16

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale

CONTENTS

Page

FOREWORD 5

PREFACE 5

Clause

1. Scope 7

2. Test methods 7

2.1 Infrared spectrophotometric analysis 7

2.1.1 Principle of the method 7

2.1.2 Apparatus 7

2.1.3 Procedure 9

2.1.4 Calculation of the result 9

2.1.5 Precision 9

2.2 Adsorption chromatography analysis 9

2.2.1 Principle of the method 9

2.2.2 Apparatus 11

2.2.3 Reagents 11

2.2.4 Procedure 11

2.2.5 Calculation of the result 13

2.2.6 Precision 13

FIGURES 16

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN HYDROCARBURES AROMATIQUES DES HUILES ISOLANTES MINÉRALES NEUVES

PRÉAMBULE

1) Les décisions ou accords officiels de la C E I en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.

2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.

3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la C E I exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la C E I, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la C E I et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Sous-Comité 10A: Huiles isolantes à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes N° 10 de la CEI: Diélectriques liquides et gazeux.

Un premier projet fut discuté au cours de la réunion tenue à Baden-Baden en 1975.

A la suite de cette réunion, un nouveau projet, document 10A(Bureau Central)30, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en mai 1976.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Afrique du Sud (République d')
Allemagne
Autriche
Belgique
Canada
Corée (République démocratique populaire de)
Danemark
Egypte
Espagne
Etats-Unis d'Amérique
Finlande
France
Hongrie
Pays-Bas
Pologne
Roumanie
Suède
Suisse
Tchécoslovaquie
Turquie
Union des Républiques Socialistes Soviétiques

Un additif, document 10A(Bureau Central)30A, relatif à la figure 1, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en août 1976.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Afrique du Sud (République d')
Allemagne
Autriche
Belgique
Canada
Danemark
Egypte
Espagne
Etats-Unis d'Amérique
Pays-Bas
Suède
Suisse
Turquie

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

DETERMINATION OF THE AROMATIC HYDROCARBON CONTENT OF NEW MINERAL INSULATING OILS

FOREWORD

1) The formal decisions or agreements of the I E C on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.

2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.

3) In order to promote international unification, the I E C expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the I E C recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the I E C recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This standard has been prepared by Sub-Committee 10A: Hydrocarbon Insulating Oils, of I E C Technical Committee No. 10, Liquid and Gaseous Dielectrics.

A first draft was discussed during the meeting held in Baden-Baden in 1975.

As a result of this meeting, a new draft, Document 10A(Central Office)30, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in May 1976.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Austria
Belgium
Canada
Czechoslovakia
Denmark
Egypt
Finland
France
Germany
Hungary
Korea (Democratic People's Republic of)
Netherlands
Poland
Romania
South Africa (Republic of)
Spain
Sweden
Switzerland
Turkey
Union of Soviet Socialist Republics
United States of America

An addendum, Document 10A(Central Office)30A, relating to Figure 1, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in August 1976.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Austria
Belgium
Canada
Denmark
Egypt
Germany
Netherlands
South Africa (Republic of)
Spain
Sweden
Switzerland
Turkey
United States of America

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN HYDROCARBURES AROMATIQUES DES HUILES ISOLANTES MINÉRALES NEUVES

1. Domaine d'application

La présente norme traite de la détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques des huiles isolantes minérales neuves.

Deux méthodes sont proposées:

— *Analyse par spectrophotométrie infrarouge*

Cette méthode est recommandée pour le contrôle de qualité et de réception des huiles isolantes minérales. Elle utilise la relation entre l'absorbance à 1 610 cm^{-1} et l'analyse n-d-M * pour déterminer la proportion des atomes de carbone présents dans les structures aromatiques. Le facteur de conversion provenant de cette relation est applicable aux huiles dont la masse moléculaire est comprise entre 290 et 500 et la proportion de carbones aromatiques comprise entre 1,2% et 60%.

— *Analyse par chromatographie d'adsorption*

Cette méthode décrit la mesure de la proportion massique des composés qui contiennent au moins un noyau aromatique dans leur molécule et des composés polaires présents dans les huiles isolantes minérales de faibles masses moléculaires.

2. Méthodes d'analyse

2.1 *Analyse par spectrophotométrie infrarouge*

2.1.1 *Principe de la méthode*

On relève le spectre d'absorption dans l'infrarouge de l'échantillon à analyser et on note l'absorption caractéristique du noyau aromatique à 1 610 cm^{-1}. Cette absorption est fonction de la teneur en carbone aromatique.

2.1.2 *Matériel*

Spectrophotomètre infrarouge

Spectrophotomètre à double faisceau possédant un pouvoir de résolution meilleur que 3 cm^{-1} dans la région de 1 600 cm^{-1}.

Cellule

Toute cellule du type à épaisseur variable ou à épaisseur fixe équipée de fenêtres en NaCl conçue pour être remplie par un liquide peut être utilisée. L'épaisseur entre fenêtres est comprise entre 0,05 mm et 0,30 mm, et doit être connue à $\pm$0,003 mm, ou mieux.

Le choix de l'épaisseur la plus appropriée sera dicté par la teneur en hydrocarbures aromatiques à déterminer.

L'épaisseur de la cellule peut être déterminée suivant les instructions données dans tout manuel traitant de la spectrophotométrie infrarouge.

---

* G. Brandes: *Erdöl und Kohle, 11*, pp. 700-702, octobre 1958.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

DETERMINATION OF THE AROMATIC HYDROCARBON CONTENT OF NEW MINERAL INSULATING OILS

1. Scope

This standard deals with the determination of the aromatic hydrocarbon content of new mineral insulating oils.

Two methods are proposed:

— *Infrared spectrophotometric analysis*

This method is recommended as a quality control and acceptance test for mineral insulating oils. It uses the relationship between the absorbance at 1 610 cm^{-1} and the n-d-M analysis * to determine the proportion of the total carbon atoms present in aromatic ring structures. The conversion factor derived from this relationship is applicable to oils with a molecular mass in the range 290 to 500 and with an aromatic carbon content in the range 1.2% to 60%.

— *Adsorption chromatographic analysis*

This method describes the measurement of the percentage by mass of polar compounds and compounds containing at least one aromatic ring per molecule present in low molecular mass mineral insulating oils.

2. Test methods

2.1 *Infrared spectrophotometric analysis*

2.1.1 *Principle of the method*

The infrared absorption spectrum of the sample to be analyzed is recorded and the absorption characteristic of the aromatic ring at 1 610 cm^{-1} is measured. This absorption is a function of the amount of aromatic carbon.

2.1.2 *Apparatus*

Infrared spectrophotometer

Double beam spectrophotometer having a resolution better than 3 cm^{-1} in the region of 1 600 cm^{-1}.

Cell

Any infrared liquid cell with variable or fixed path length with NaCl windows. The path length will be comprised between 0.05 mm and 0.30 mm and shall be known within $\pm$0.003 mm, or better.

The most suitable length will be dictated by the content of aromatic hydrocarbons which is to be determined.

The path length can be determined by any procedure described in any handbook on infrared spectrophotometry.

---

* G. Brandes: *Erdöl und Kohle, 11*, pp. 700-702, October 1958.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

2.1.3 *Mode opératoire*

a) Régler le spectrophotomètre en suivant les instructions décrites dans le manuel du constructeur.

b) Remplir la cellule avec l'huile à examiner.

c) Placer la cellule à l'emplacement prévu dans le spectrophotomètre.

d) Relever le spectre infrarouge complet.

e) Mesurer l'intensité transmise à 1 610 cm^{-1} en utilisant comme ligne de base la tangente aux minimums de cette bande d'absorption (voir la figure 1, page 16).

2.1.4 *Calcul du résultat*

Calculer la teneur en carbone aromatique à l'aide de la formule *:

$$\% \text{ CA} = 1{,}2 + 9{,}8 \frac{\log_{10} \frac{I_o}{I}}{l}$$

où:

l = épaisseur de la cellule utilisée, en millimètres

I_o = intensité du rayonnement incident

I = intensité du rayonnement transmis

2.1.5 *Précision*

Les critères suivants peuvent être utilisés pour apprécier la validité des résultats (intervalle de confiance: 95%).

Répétabilité (r): Les essais effectués en double par un même opérateur sont considérés comme suspects si l'écart entre les valeurs obtenues est supérieur aux valeurs données dans le tableau ci-après.

Reproductibilité (R): Les résultats obtenus par deux laboratoires sont considérés comme suspects si l'écart entre leurs résultats est supérieur aux valeurs données dans le tableau ci-après.

	5% ⩽ CA ⩽ 60%	1,2% < CA < 5%
Répétabilité	5%	20%
Reproductibilité	10%	25%

2.2 *Analyse par chromatographie d'adsorption* **

2.2.1 *Principe de la méthode*

L'échantillon dilué dans du n-pentane est chromatographié sur une colonne contenant du gel de silice activé.

---

* G. Brandes, *op. cit.*

** B. M. Brook et B. T. Whitham: *Journal of Institute of Petroleum, 44,* (415), pp. 212-215 (1958).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

2.1.3 *Procedure*

a) Adjust the spectrophotometer in accordance with the instructions given in the manufacturer's handbook.

b) Fill the cell with the oil to be examined.

c) Set the cell at the correct place in the spectrophotometer.

d) Record the complete infrared spectrum.

e) Measure the transmitted intensity at 1 610 cm^{-1} using, as a baseline, the tangent to the spectrum curve at the minima of this absorption band (see Figure 1, page 16).

2.1.4 *Calculation of the result*

Calculate the aromatic carbon content using the formula *:

$$\% \text{ CA} = 1.2 + 9.8 \frac{\log_{10} \frac{I_0}{I}}{l}$$

where:

l = cell path length, in millimetres

I_0 = intensity of incident radiation

I = intensity of transmitted radiation

2.1.5 *Precision*

The following criteria should be used for judging the acceptability of results (95% confidence).

Repeatability (r): Duplicate results by the same operator should be considered suspect if they differ by more than the amount given in the following table.

Reproducibility (R): The results submitted by each of two laboratories should be considered suspect if the two results differ by more than the amount given in the following table.

	$5\% \leqslant \text{CA} \leqslant 60\%$	$1.2\% < \text{CA} < 5\%$
Repeatability	5%	20%
Reproducibility	10%	25%

2.2 *Adsorption chromatography analysis* **

2.2.1 *Principle of the method*

The sample diluted in n-pentane is separated on a column filled with activated silica gel.

* G. Brandes, *op. cit.*

** B. M. Brook et B. T. Whitham: *Journal of Institute of Petroleum, 44*, (415), pp. 212-215 (1958).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Deux fractions sont séparées:

a) les hydrocarbures saturés (paraffiniques et naphténiques);

b) les composés polaires (hydrocarbures aromatiques plus les composés soufrés, oxygénés et azotés).

2.2.2 *Matériel*

— Colonne d'adsorption (figure 2, page 17) en verre de 50 cm de long et de 1 cm de diamètre intérieur, effilée à une extrémité (diamètre intérieur du bout effilé: 2 mm). Cette colonne est surmontée d'un réservoir dont le volume est approximativement de 50 ml.

La colonne est marquée d'un repère correspondant au remplissage par 10 g de gel de silice.

— Pompe à vide avec piège réfrigérant.

— Verres à pied gradués (1 division = 1 ml) de 25 ml.

— Dispositif de chauffage. Tout dispositif (bain-marie, bain d'huile, manteau chauffant) pouvant être maintenu à toute température comprise entre 50 °C et 100 °C.

— Récipients d'évaporation.

— Pèse-filtre (d'un volume approximatif de 20 ml).

2.2.3 *Réactifs*

— Gel de silice 100 à 200 mesh, activé à l'étuve à 160 °C pendant 8 h juste avant utilisation.

Note. — La dimension des pores sera de préférence comprise entre 2 nm et 4 nm.

— n-pentane pour analyse.

— ethoxyéthane pour analyse.

2.2.4 *Mode opératoire*

a) Placer un tampon d'ouate dans la partie inférieure de la colonne d'adsorption pour retenir l'adsorbant; cette colonne en verre doit être propre et sèche.

b) Le gel de silice, qui vient d'être activé, est versé, avant refroidissement, dans la colonne jusqu'à ce que le repère correspondant à 10 g soit atteint. Pendant le remplissage, la colonne est constamment soumise à de petits chocs de façon à obtenir un tassage régulier de l'adsorbant.

c) Placer un tampon d'ouate à la surface supérieure du gel de silice.

Note. — Dans la mesure du possible, il faut maintenir le gel de silice activé à l'abri de l'humidité de l'air (par exemple il est recommandé de boucher la colonne durant le tassage de l'adsorbant et le refroidissement).

d) Peser environ 0,5 g (à $\pm$0,0002 g près) d'échantillon d'huile dans un pèse-filtre de 20 ml et diluer dans 5 ml de n-pentane.

e) Verser 10 ml de n-pentane dans la colonne contenant l'adsorbant. Eluer ce solvant et juste avant que le niveau de solvant n'atteigne la surface supérieure de l'adsorbant, ajouter la solution contenant l'échantillon.

f) Rincer soigneusement le pèse-filtre avec aussi peu de n-pentane que possible. Verser ce solvant de rinçage dans la colonne.

g) Lorsque tout le solvant contenant l'échantillon est élué, ajouter des fractions successives de 10 ml de n-pentane de façon à toujours maintenir l'adsorbant mouillé.

h) Recueillir les fractions éluées dans des verres à pied de 25 ml.

i) Après avoir ajouté l'échantillon dilué et avoir recueilli de 17 ml à 20 ml de solvant élué, on détermine de la façon suivante le point de séparation entre hydrocarbures saturés et composés polaires (c'est-à-dire aromatiques):

— déposer une goutte de liquide élué sur un papier filtre Whatman nº 1;

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Two fractions are separated:

a) saturated hydrocarbons (paraffins and naphthenes);

b) polar compounds (aromatic hydrocarbons plus sulphur, oxygen or nitrogen compounds).

2.2.2 *Apparatus*

— Adsorption column (Figure 2, page 17) consisting of a glass tube 50 cm long, having 1 cm internal diameter, drawn out into a taper at one end (internal diameter of the tapered end: 2 mm) and having a bulb of about 50 ml capacity at the upper end.

This column is calibrated with one mark corresponding to the volume of 10 g of silica gel.

— Vacuum pump fitted with a cold trap.

— Graduated measuring cylinders (1 division = 1 ml) of 25 ml capacity.

— Heating device. Any device (water or oil bath, heating mantle) capable of being maintained at any temperature in the range of 50 °C to 100 °C.

— Evaporation flasks.

— Weighing bottle (volume approximately 20 ml).

2.2.3 *Reagents*

— Silica gel 100 to 200 mesh, activated in an oven at 160 °C for 8 h just before use.

Note. — The preferred range of pore size will be 2 nm to 4 nm.

— n-pentane, analytical grade.

— ethoxyethane, analytical grade.

2.2.4 *Procedure*

a) Insert a plug of cotton wool in the lower end of the clean dry glass adsorption column, to retain the adsorbent.

b) Immediately after being activated, and without being allowed to cool, the silica gel is poured into the column which is tapped gently to compact the silical gel uniformly until the level remains at the 10 g mark.

c) Place a small plug of cotton wool on top of the gel.

Note. — As far as possible, activated silica gel must be kept away from the moisture of the air (e.g. it is recommended to seal the column during the packing process and the cooling of the adsorbent).

d) Weigh approximately 0.5 g (to the nearest ± 0.0002 g) of oil sample into a 20 ml weighing bottle and dilute with 5 ml of n-pentane.

e) Pour 10 ml of n-pentane into the column containing the adsorbent. Elute this solvent and just before the level of the solvent reaches the upper face of the adsorbent add the diluted sample.

f) Thoroughly wash out the weighing bottle with the minimum amount of n-pentane. Pour this solvent into the top of the column.

g) When all the diluted sample has entered the silica gel, add further 10 ml quantities of n-pentane so that the column is never allowed to run dry.

h) Collect the fractions in 25 ml measuring cylinders.

i) After the diluted sample has been added and between 17 ml and 20 ml of n-pentane has been collected, determine the cut point between the saturated and polar compounds (i.e. aromatics) by the following procedure:

— take one drop of the percolate on a Whatman No. 1 filter paper;

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

— évaporer le solvant;

— si les hydrocarbures saturés sont complètement élués, on ne peut déceler par transparence aucune trace huileuse sur le papier;

— répéter ce test tous les 2 ml jusqu'à disparition de la trace de produit huileux sur le papier.

j) Les fractions recueillies depuis l'introduction de l'échantillon dilué jusqu'à élution complète des hydrocarbures saturés sont rassemblées dans un récipient d'évaporation préalablement taré (fraction 1).

k) Eluer les composés polaires toujours adsorbés avec 50 ml d'éthoxyéthane.

l) Recueillir la fraction éluée dans un récipient d'évaporation taré (fraction 2).

m) Les fractions 1 et 2 sont évaporées séparément, d'abord à 50 °C et ensuite sous vide (2 torr) à 100 °C (1 torr = 1,3 10^2 Pa) le temps nécessaire pour éliminer le solvant.

Note. — Au cours de l'évaporation, il faut prendre garde à ne pas évaporer des fractions légères de l'échantillon.

n) Peser les deux résidus à $\pm$0,0002 g près (masse S pour la fraction 1 et masse A pour la fraction 2).

Note. — La procédure a été correctement appliquée si la somme des masses des résidus ($S + A$) représente entre 98% et 102% de la masse de l'échantillon initial.

2.2.5 *Calcul du résultat*

$$\text{Le pourcentage en hydrocarbures aromatiques (et autres composés polaires)} = \frac{A \times 100}{A + S}$$

où:

A = masse (g) des hydrocarbures aromatiques (et autres composés polaires)

S = masse (g) des hydrocarbures saturés

Notes 1. — Pour l'application de cette méthode on peut considérer que tous les composés polaires sont des hydrocarbures aromatiques.

2. — Si, dans un cas particulier, il est souhaitable de distinguer les hydrocarbures aromatiques des autres composés polaires (c'est-à-dire les composés organiques contenant O, S ou N), on se basera sur l'hypothèse que tout dérivé oxygéné, soufré et azoté présent ne contient dans sa molécule qu'un seul hétéroatome (O, S ou N) et que la masse moléculaire moyenne de ce dérivé est la même que la masse moléculaire moyenne de l'huile isolante.
La teneur réelle en hydrocarbures aromatiques s'obtient par déduction des teneurs en composés oxygénés, soufrés et azotés de la teneur totale en composés aromatiques et polaires.

3. — Dans le cas où, pour des problèmes de recherche, des renseignements supplémentaires seraient désirés concernant les différentes classes d'hydrocarbures aromatiques (mono-, di-, polyaromatiques et composés polaires associés) une méthode analytique plus élaborée que les méthodes décrites dans cette norme peut être utilisée. A titre d'exemple, la méthode de Snyder * est recommandée.

2.2.6 *Précision*

Les critères suivants peuvent être utilisés pour apprécier la validité des résultats (intervalle de confiance: 95%).

Répétabilité (r): Les essais effectués en double par un même opérateur sont considérés comme suspects si l'écart entre les valeurs obtenues est supérieur aux valeurs données dans le tableau ci-dessous.

---

* L. R. Snyder: *Analytical Chemistry*, *37* (6), pp. 713-717, 1965.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

— allow the solvent to evaporate;

— if the saturated hydrocarbons are completely eluted, no oil residue will be visible on the paper by transmitted light;

— repeat this every 2 ml until a drop leaves no more oil residue on the filter paper.

j) The fractions eluted from the introduction of the diluted sample until complete elution of saturated hydrocarbons are collected in a previously weighed evaporation flask (fraction 1).

k) Elute the polar compounds still adsorbed in the column with 50 ml ethoxyethane.

l) Collect the eluted fraction in a weighed evaporation flask (fraction 2).

m) The fractions 1 and 2 are separately evaporated first at 50 °C and finally under vacuum (2 torr) at 100 °C (1 torr = 1.3 10^2 Pa) during a sufficient time to get rid of the solvent.

Note. — During the evaporation care should be taken not to lose light fractions of the sample itself.

n) Weigh the two residues to the nearest ± 0.0002 g (mass S for the fraction 1 and mass A for the fraction 2).

Note. — The procedure has been correctly applied if the sum of the masses of the residues ($S + A$) is between 98% and 102% of the mass of the original sample.

2.2.5 *Calculation of the result*

$$\text{The percentage of aromatic hydrocarbons (and other polar compounds)} = \frac{A \times 100}{A + S}$$

where:

A = mass (g) of aromatic hydrocarbons (and other polar compounds)

S = mass (g) of saturated hydrocarbons

Notes 1. — For the application of this method it may be assumed that all polar derivatives are compound hydrocarbons.

2. — If, in special cases, the actual aromatic hydrocarbon content must be distinguished from the other polar compounds (i.e. organic compounds containing O, S or N), the following procedure shall be used. One assumes that all oxygen, sulphur and nitrogen compounds contain only one heteroatom (O, S or N) per molecule and have the same mean molecular mass as the insulating oil.

The actual content of aromatic hydrocarbons is the difference between the total aromatic and polar compound content and the content of oxygen, nitrogen and sulphur compounds.

3. — If more information is required on the different classes of aromatic hydrocarbons (mono-, di-, polyaromatics and associated polar compounds), a more sophisticated method than that described in this standard may be used for research investigation. For example, the method of Snyder * is recommended.

2.2.6 *Precision*

The following criteria may be used for judging the acceptability of results (95% confidence).

Repeatability (r): Duplicate results by the same operator should be considered suspect if they differ by more than the amount given in the following table.

* L. R. Snyder: *Analytical Chemistry, 37* (6), pp. 713-717, 1965.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Reproductibilité (R): Les résultats obtenus par deux laboratoires sont considérés comme suspects si l'écart entre leurs résultats est supérieur aux valeurs données dans le tableau ci-dessous.

	% hydrocarbures aromatiques	
	⩾ 10	< 10
Répétabilité	5	5
Reproductibilité	14	20

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Reproducibility (R): The results submitted by each of two laboratories should be considered suspect if the two results differ by more than the amount given in the following table.

	% aromatic hydrocarbons	
	⩾ 10	< 10
Repeatability	5	5
Reproducibility	14	20

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

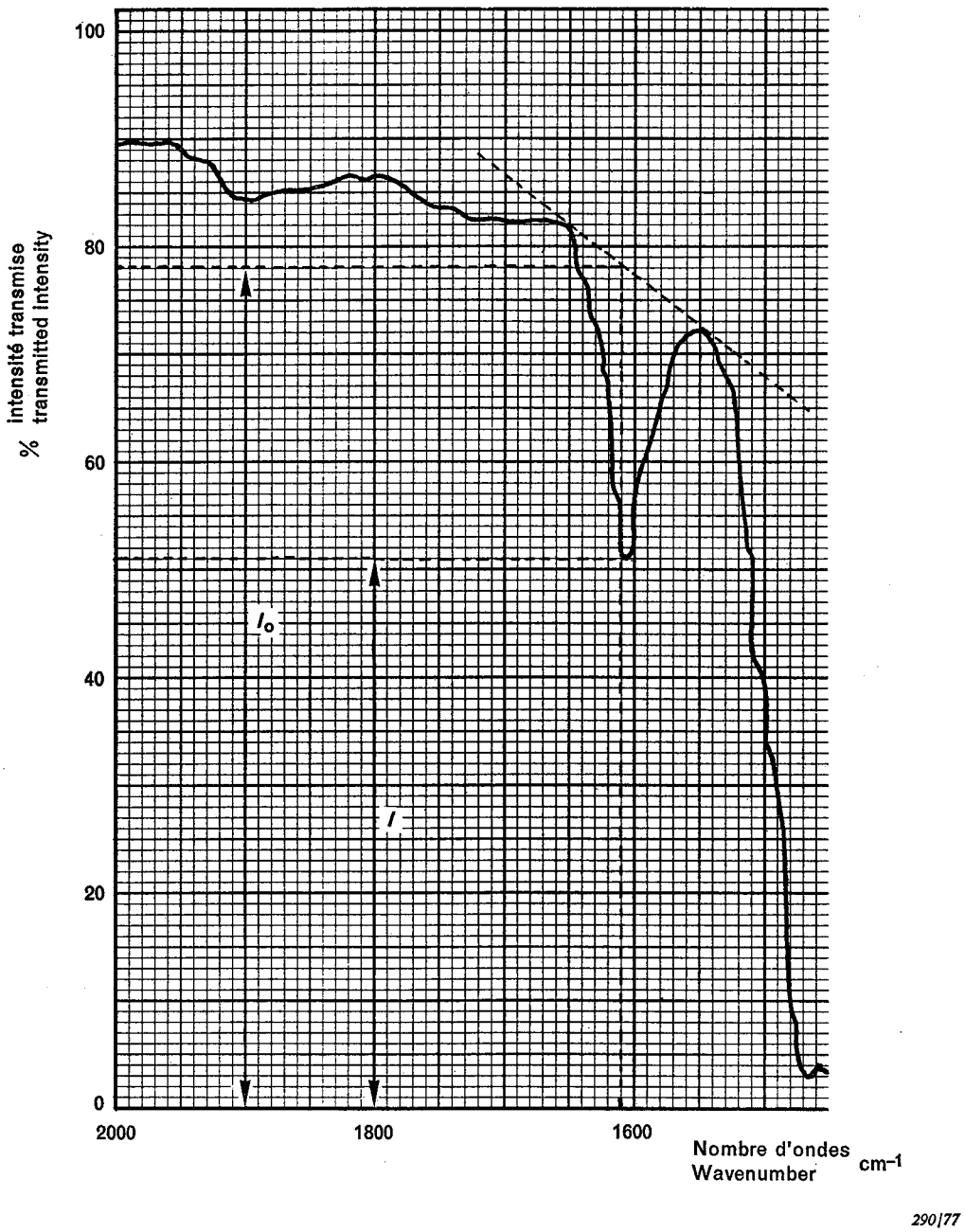
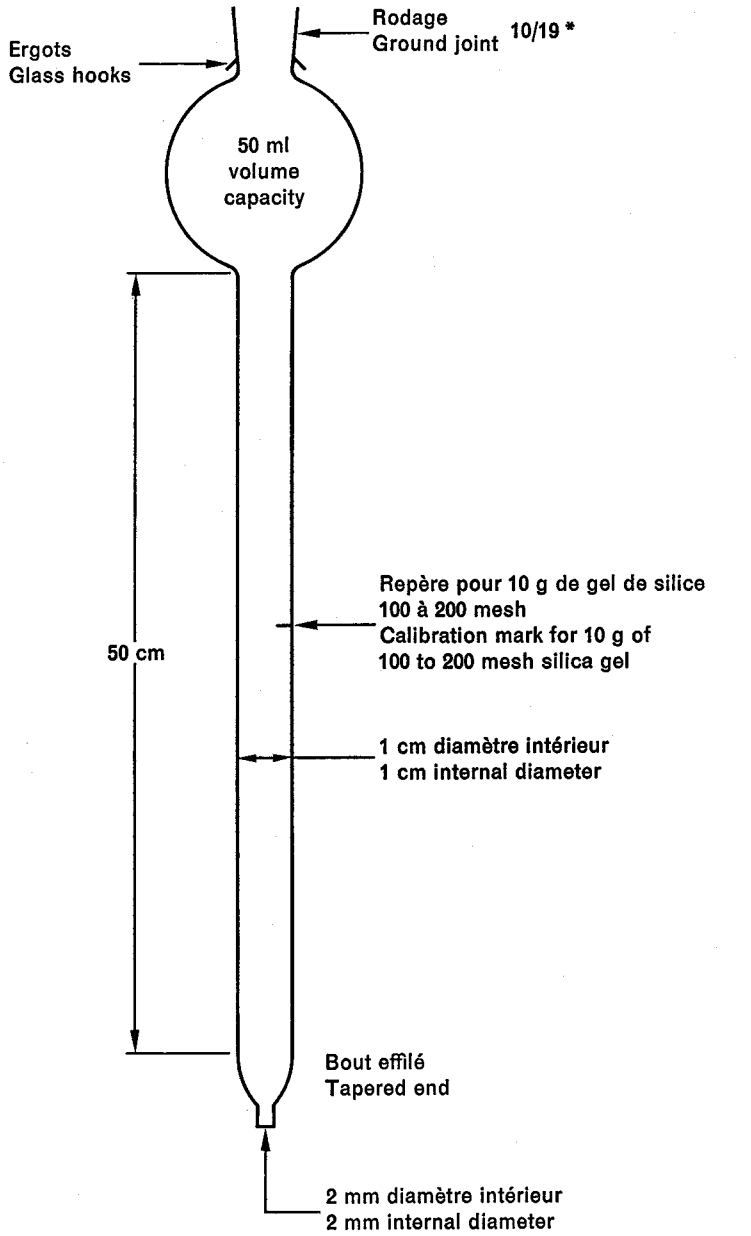


FIG. 1. — Exemple de spectre infrarouge pour déterminer la teneur en hydrocarbures aromatiques.

Typical infrared spectrum to determine aromatic hydrocarbon content.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale



* Voir norme ISO 383-1976.

See ISO Standard 383-1976.

FIG. 2. — Colonne d'adsorption en verre.

Glass adsorption column.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

--`,,```,,,,````-`-`,,`,,`,`,,`---

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

ICS 29.035.40

Typeset and printed by the IEC Central Office
GENEVA, SWITZERLAND

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale