

**Detection and determination of specified anti-oxydant
additives in insulating oils**

This document is a preview generated by EVS

EESTI STANDARDI EESSÕNA

NATIONAL FOREWORD

Käesolev Eesti standard EVS-HD 415 S1:2003 sisaldab Euroopa standardi HD 415 S1:1981 ingliskeelset teksti.

Standard on kinnitatud Eesti Standardikeskuse 15.01.2003 käskkirjaga ja jõustub sellekohase teate avaldamisel EVS Teatajas.

Euroopa standardimisorganisatsioonide poolt rahvuslikele liikmetele Euroopa standardi teksti kättesaadavaks tegemise kuupäev on 15.04.1981.

Standard on kättesaadav Eesti standardiorganisatsioonist.

This Estonian standard EVS-HD 415 S1:2003 consists of the English text of the European standard HD 415 S1:1981.

This standard is ratified with the order of Estonian Centre for Standardisation dated 15.01.2003 and is endorsed with the notification published in the official bulletin of the Estonian national standardisation organisation.

Date of Availability of the European standard text 15.04.1981.

The standard is available from Estonian standardisation organisation.

ICS 29.040.10

Standardite reprodutseerimis- ja levitamiseõigus kuulub Eesti Standardikeskusele

Andmete paljundamine, taastekitamine, kopeerimine, salvestamine elektroonilisse süsteemi või edastamine ükskõik millises vormis või millisel teel on keelatud ilma Eesti Standardikeskuse poolt antud kirjaliku loata.

Kui Teil on küsimusi standardite autorikaitse kohta, palun võtke ühendust Eesti Standardikeskusega:
Aru 10 Tallinn 10317 Eesti; www.evs.ee; Telefon: 605 5050; E-post: info@evs.ee

Right to reproduce and distribute Estonian Standards belongs to the Estonian Centre for Standardisation

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying, without permission in writing from Estonian Centre for Standardisation.

If you have any questions about standards copyright, please contact Estonian Centre for Standardisation:
Aru str 10 Tallinn 10317 Estonia; www.evs.ee; Phone: +372 605 5050; E-mail: info@evs.ee

EUROPEAN COMMITTEE FOR ELECTROTECHNICAL STANDARDIZATION

CENELEC HARMONIZATION DOCUMENT

HD 415

IEC 666 (1979 - 1st edition)

Detection and determination of specified anti-oxydant additives in insulating oils

This Harmonization Document was adopted by CENELEC on 1980-12-11.

The National Electrotechnical Committees, members of CENELEC, in

A : Austria
B : Belgium
CH : Switzerland
D : Germany
DK : Denmark
E : Spain
F : France
GR : Greece
I : Italy
IRL : Ireland
L : Luxemburg
N : Norway
NL : Netherlands
P : Portugal
S : Sweden
SF : Finland
UK : United Kingdom

Reference of the
relevant
National Harmonized
Standards
Overleaf

are obliged, in accordance with the CENELEC Internal Regulations, to implement this Harmonization Document in their respective country by

- Issuing harmonized national standard(s) and/or
- Withdrawing conflicting national standard(s)

Latest date of implementation 1982-01-01

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60666

Première édition
First edition
1979-01

**Détection et dosage d'additifs antioxydants
spécifiques présents dans les huiles isolantes**

**Detection and determination of specified
anti-oxidant additives in insulating oils**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60666: 1979

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60 000.

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 60 000 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.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60666

Première édition
First edition
1979-01

**Détection et dosage d'additifs antioxydants
spécifiques présents dans les huiles isolantes**

**Detection and determination of specified
anti-oxidant additives in insulating oils**

© IEC 1979 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
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembé, Geneva, Switzerland
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

M

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

SOMMAIRE

	Pages
PREAMBULE	4
PRÉFACE	4
Articles	
1. Domaine d'application	6
SECTION I – MÉTHODES DE DÉTECTION DES ADDITIFS ANTIOXYDANTS	
2. Détection du 2,6-di-tert-butyl-paracrésol (DBPC) par chromatographie en couche mince ...	6
2.1 Résumé de la méthode	6
2.2 Réactifs	6
2.3 Matériel	6
2.4 Mode opératoire	6
3. Détection du <i>n</i> -phényl- α -naphtylamine (PAN) et du <i>n</i> -phényl- β -naphtylamine (PBN) par chromatographie en couche mince	8
3.1 Résumé de la méthode	8
3.2 Réactifs	8
3.3 Matériel	8
3.4 Mode opératoire	8
4. Détection par chromatographie en couche mince de l'acide anthranilique dans les huiles isolantes neuves	10
4.1 Résumé de la méthode	10
4.2 Réactifs	10
4.3 Matériel	10
4.4 Mode opératoire	10
SECTION II – MÉTHODES DE DOSAGE DES ADDITIFS ANTIOXYDANTS	
5. Dosage du 2,6-di-tert-butyl-paracrésol	12
5.1 Détermination quantitative par spectrophotométrie infrarouge	12
5.2 Détermination semi-quantitative par chromatographie en couche mince	18
6. Dosage du <i>n</i> -phényl- β -naphtylamine par spectrophotométrie	20
6.1 Résumé de la méthode	20
6.2 Réactifs	22
6.3 Matériel	22
6.4 Mode opératoire	22
6.5 Calculs	22
6.6 Limite de détection	22
FIGURE	24

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
1. Scope	7
SECTION I – METHODS FOR THE DETECTION OF ANTI-OXIDANT ADDITIVES	
2. Detection of 2,6-di-tert-butyl-paracresol (DBPC) by thin layer chromatography	7
2.1 Summary of the method	7
2.2 Reagents	7
2.3 Equipment	7
2.4 Procedure	7
3. Detection of <i>n</i> -phenyl- α -naphtylamine (PAN) and <i>n</i> -phenyl- β -naphtylamine (PBN) by thin layer chromatography	9
3.1 Summary of the method	9
3.2 Reagents	9
3.3 Equipment	9
3.4 Procedure	9
4. Detection of anthranilic acid in new insulating oils by thin layer chromatography	11
4.1 Summary of the method	11
4.2 Reagents	11
4.3 Equipment	11
4.4 Procedure	11
SECTION II – METHODS FOR THE DETERMINATION OF ANTI-OXIDANT ADDITIVES	
5. Determination of 2,6-di-tert-butyl-paracresol	13
5.1 Quantitative determination by infra-red spectrophotometry	13
5.2 Semi-quantitative determination by thin layer chromatography	19
6. Determination of <i>n</i> -phenyl- β -naphtylamine by spectrophotometry	21
6.1 Summary of the method	21
6.2 Reagents	23
6.3 Equipment	23
6.4 Procedure	23
6.5 Calculation	23
6.6 Lower limit of detection	23
FIGURE	24

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**DETECTION ET DOSAGE D'ADDITIFS ANTIOXYDANTS SPÉCIFIQUES
PRÉSENTS DANS LES HUILES ISOLANTES**

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI 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 CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI 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.

Des projets furent discutés au cours des réunions tenues à Baden-Baden en 1975 et à Moscou en 1977. A la suite de cette dernière réunion, un projet, document 10A(Bureau Central)39, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en août 1978.

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

Afrique du Sud (République d')	Israël
Allemagne	Italie
Australie	Pays-Bas
Autriche	Pologne
Belgique	Roumanie
Bulgarie	Royaume-Uni
Danemark	Suède
Egypte	Suisse
Espagne	Tchécoslovaquie
Etats-Unis d'Amérique	Turquie
France	Union des Républiques
Hongrie	Socialistes Soviétiques

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme:

- Publications n°s 474: Méthode d'essai pour la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes inhibées.
590: Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques des huiles isolantes minérales neuves.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**DETECTION AND DETERMINATION OF SPECIFIED ANTI-OXIDANT
ADDITIVES IN INSULATING OILS**

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC 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 IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC 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 IEC Technical Committee No. 10: Liquid and Gaseous Dielectrics.

Drafts were discussed at the meetings held in Baden-Baden in 1975 and in Moscow in 1977. As a result of this latter meeting, a draft, Document 10A(Central Office)39, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in August 1978.

The National Committees of the following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia	Netherlands
Austria	Poland
Belgium	Romania
Bulgaria	South Africa (Republic of)
Czechoslovakia	Spain
Denmark	Sweden
Egypt	Switzerland
France	Turkey
Germany	Union of Soviet
Hungary	Socialist Republics
Israel	United Kingdom
Italy	United States of America

Other IEC publications quoted in this standard:

- Publications Nos. 474: Test Method for Oxidation Stability of Inhibited Mineral Insulating Oils.
590: Determination of the Aromatic Hydrocarbon Content of New Mineral Insulating Oils.
-

DÉTECTION ET DOSAGE D'ADDITIFS ANTIOXYDANTS SPÉCIFIQUES PRÉSENTS DANS LES HUILES ISOLANTES

1. Domaine d'application

Les méthodes décrites sont à utiliser pour la détection et le dosage d'additifs antioxydants spécifiques présents dans les huiles isolantes. Les méthodes de détection sont à appliquer pour vérifier si une huile isolante à base d'hydrocarbure contient ou non un additif antioxydant comme le déclare le fournisseur.

Les méthodes de dosage s'utilisent pour la détermination quantitative des additifs antioxydants préalablement décelés au moyen des méthodes de détection appropriées.

Note. – Dans certains cas, les méthodes décrites peuvent également être utilisées pour les huiles en service.

SECTION I – MÉTHODES DE DÉTECTION DES ADDITIFS ANTIOXYDANTS

2. Détection du 2,6-di-tert-butyl-paracrésol (DBPC) par chromatographie en couche mince

2.1 Résumé de la méthode

L'additif antioxydant est extrait de l'huile au moyen d'un solvant approprié. Le solvant de l'extrait est évaporé et le résidu analysé par chromatographie en couche mince au moyen d'un réactif spécifique.

2.2 Réactifs

- Méthanol, pour analyse.
- *n*-heptane, pour analyse.
- Acide phosphomolybdique: solution de 5 g d'acide phosphomolybdique dans 100 ml d'isopropanol.
- Solution d'ammoniaque, pour analyse (masse spécifique à 20 °C: 0,91 g/cm³).
- Di-isopropyl éther, pour analyse.

2.3 Matériel

- Appareillage usuel de chromatographie en couche mince (CCM).
- Plaques recouvertes de gel de silice.
- Microseringue.

2.4 Mode opératoire

- Procéder à une extraction sur 50 ml d'huile isolante au moyen de trois fois 20 ml de méthanol.
- Mélanger les extraits et évaporer le méthanol jusqu'à un volume final d'environ 5 ml, en évitant toute surchauffe. Il est préférable d'effectuer l'évaporation sous un courant d'azote.

DETECTION AND DETERMINATION OF SPECIFIED ANTI-OXIDANT ADDITIVES IN INSULATING OILS

1. Scope

The methods described are to be used for the detection and determination of specified anti-oxidant additives in new hydrocarbon insulating oils. The detection methods are to be applied to assess whether or not a hydrocarbon insulating oil contains an anti-oxidant additive as specified by the supplier.

The determination methods are used for the quantitative determination of anti-oxidant additives previously detected by the appropriate detection method.

Note. – In certain cases, the methods described may also be used for oils in service.

SECTION I – METHODS FOR THE DETECTION OF ANTI-OXIDANT ADDITIVES

2. Detection of 2,6-di-tert-butyl-paracresol (DBPC) by thin layer chromatography

2.1 Summary of the method

The anti-oxidant additive is extracted from the oil with a suitable solvent. The solvent from the extract is evaporated and the residue analyzed by thin layer chromatography with the aid of a specific reagent.

2.2 Reagents

- Methanol, analytical grade.
- *n*-heptane, analytical grade.
- Phosphomolybdic acid: solution of 5 g phosphomolybdic acid in 100 ml isopropanol.
- Ammonia solution, analytical grade (density at 20 °C: 0.91 g/cm³).
- Di-isopropyl ether, analytical grade.

2.3 Equipment

- Usual thin layer chromatography (TLC) equipment.
- Silica-gel coated plates.
- Microsyringe.

2.4 Procedure

- Extract 50 ml of the insulating oil three times with 20 ml portions of methanol.
- Combine the extracts and evaporate the methanol to a final volume of about 5 ml taking care to avoid overheating. It is best to carry out the evaporation under a nitrogen stream.