

**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
PRÉAMBULE	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 -naphthylamine (PAN) and <i>n</i> -phenyl- β -naphthylamine (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 -naphthylamine 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

**DÉTECTION 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 Socialistes Soviétiques
Hongrie	

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme:

- Publications n^{os} 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.

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.