

Publication 590 de la CIEI

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

Page 10

2.2.4 *Mode opératoire*Point *m*), page 12:*au lieu de:*(1 torr =  $1,3 \cdot 10^3$  Pa)*lire:*(1 torr =  $1,3 \cdot 10^2$  Pa)

Juillet 1978

Page 11

2.2.4 *Procedure*Item *m*), page 13:*instead of:*(1 torr =  $1.3 \cdot 10^3$  Pa)*read:*(1 torr =  $1.3 \cdot 10^2$  Pa)

July 1978

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE  
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION  
IEC STANDARD

Publication 590  
Première édition — First edition  
1977

---

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

---

Determination of the aromatic hydrocarbon content  
of new mineral insulating oils

---



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varinblé  
Genève, Suisse

**Révision de la présente publication**

Le contenu technique des publications de la CIE est constamment revu par la Commission afin d'assurer qu'il reflète bien l'état actuel de la technique.

Les renseignements relatifs à ce travail de révision, à l'établissement des éditions révisées et aux mises à jour peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CIE et en consultant les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CIE**
- **Rapport d'activité de la CIE**  
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CIE**  
Publié annuellement

**Terminologie utilisée dans la présente publication**

Seuls sont définis ici les termes spéciaux se rapportant à la présente publication.

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la Publication 50 de la CIE: Vocabulaire électrotechnique international (V.E.I.), qui est établi sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini, l'index général étant publié séparément. Des détails complets sur le V.E.I. peuvent être obtenus sur demande.

**Symboles graphiques et littéraux**

Seuls les symboles graphiques et littéraux spéciaux sont inclus dans la présente publication.

Le recueil complet des symboles graphiques approuvés par la CIE fait l'objet de la Publication 117 de la CIE.

Les symboles littéraux et autres signes approuvés par la CIE font l'objet de la Publication 27 de la CIE.

**Autres publications de la CIE établies par le même Comité d'Etudes**

L'attention du lecteur est attirée sur la page 4 de la couverture, qui énumère les autres publications de la CIE préparées par le Comité d'Etudes qui a établi la présente publication.

**Revision 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 on the work of revision, the issue of revised editions and amendment sheets may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **Report on IEC Activities**  
Published yearly
- **Catalogue of IEC Publications**  
Published yearly

**Terminology used in this publication**

Only special terms required for the purpose of this publication are defined herein.

For general terminology, readers are referred to IEC Publication 50: International Electrotechnical Vocabulary (I.E.V.), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field, the General Index being published as a separate booklet. Full details of the I.E.V. will be supplied on request.

**Graphical and letter symbols**

Only special graphical and letter symbols are included in this publication.

The complete series of graphical symbols approved by the IEC is given in IEC Publication 117.

Letter symbols and other signs approved by the IEC are contained in IEC Publication 27.

**Other IEC publications prepared by the same Technical Committee**

The attention of readers is drawn to the back cover, which lists other IEC publications issued by the Technical Committee which has prepared the present publication.

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE  
NORME DE LA CEE

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION  
IEC STANDARD

Publication 500  
Première édition — First edition  
1977

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

Determination of the aromatic hydrocarbon content  
of new mineral insulating oils



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'autorisation écrite 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 recording, without permission in writing from the publisher.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembé

Genève, Suisse

Prix  
Price Fr. s. 23.50

## 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

## 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

## COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

## PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CIEI 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, exprimant 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 CIEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CIEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CIEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure en 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 CIEI: 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')	France
Allemagne	Hongrie
Autriche	Pays-Bas
Belgique	Pologne
Canada	Roumanie
Corée (République démocratique populaire de)	Suède
Danemark	Suisse
Egypte	Tchécoslovaquie
Espagne	Turquie
Etats-Unis d'Amérique	Union des Républiques Socialistes Soviétiques
Finlande	

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')	Espagne
Allemagne	Etats-Unis d'Amérique
Autriche	Pays-Bas
Belgique	Suède
Canada	Suisse
Danemark	Turquie
Egypte	

## INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

DETERMINATION OF THE AROMATIC HYDROCARBON CONTENT  
OF NEW MINERAL 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.

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

An addendum, Document 10A(Central Office)30A, relating to Figure J, 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	South Africa (Republic of)
Belgium	Spain
Canada	Sweden
Denmark	Switzerland
Egypt	Turkey
Germany	United States of America
Netherlands	



## 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  $1\ 610\text{ cm}^{-1}$  et l'analyse n-d-M<sup>1</sup> 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 200 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  $1\ 610\text{ cm}^{-1}$ . Cette absorption est fonction de la teneur en carbones aromatique.

##### 2.1.2 *Matériel*

###### *Spectrophotomètre infrarouge*

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

###### *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  $\pm 0,003\text{ mm}$ , 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.

<sup>1</sup> C. Brandes: *Erdbit und Kohle*, 17, pp. 700-702, octobre 1959.

## 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  $1\ 610\ \text{cm}^{-1}$  and the *n*-C-M analysis<sup>\*</sup> 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 250 to 500 and with an aromatic carbon content in the range 1.2% to 60%.

#### — *Absorption 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  $1\ 610\ \text{cm}^{-1}$  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  $3\ \text{cm}^{-1}$  in the region of  $1\ 600\ \text{cm}^{-1}$ .

###### *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  $\pm 0,003\ \text{mm}$ , 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.

### 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  $1\ 610\ \text{cm}^{-1}$  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 \*\* :

$$\% \text{CA} = 1,2 + 9,8 \frac{\log_{10} \frac{I_0}{I}}{l}$$

où :

- $l$  — épaisseur de la cellule utilisée, en millimètres
- $I_0$  — 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 < 40%	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. Brunel, *op. cit.*

\*\* B. M. Brook et B. T. Whitman: *Journal of Institute of Petroleum*, 34, (415), pp. 212-215 (1958).

### 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  $1\ 610\ \text{cm}^{-1}$  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<sup>8)</sup>:

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

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.

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

## 2.2 Absorption chromatography analysis<sup>\*\*</sup>

### 2.2.1 Principle of the method

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

<sup>8)</sup> G. Dondes, *op. cit.*

<sup>\*\*</sup> B. M. Brook et H. T. Whitham: *Journal of Institute of Petroleum*, 44, (415), pp. 212-215 (1958).

Deux fractions sont séparées:

- a) les hydrocarbures saturés (paraffiniques et naphiténiques);
- 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) et 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.
- éthoxythane 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 coups 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 n° 1;

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 silica 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 ending of the adsorbent).
- d) Weigh approximately 0.5 g (to the nearest  $\pm 0.0002$  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 points 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;

- 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 au lieu sur le papier.
- f)* 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).
- g)* Éluer les composés polaires toujours adsorbés avec 50 ml d'éthoxyéthane.
- h)* Recueillir la fraction élue 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 = 1,333 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 95 % 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

*Note 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 base sur l'hypothèse que tout dérivé oxygéné, sulfuré 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, sulfurés 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<sup>6</sup> 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.

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

- 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.
- f)* 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).
- g)* Elute the polar compounds still adsorbed in the column with 50 ml ethoxyethane.
- h)* 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<sup>3</sup> 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

*Note 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 resulting 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-, polyaromatic 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.

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



**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
Répétibilité	5	5
Reproductibilité	14	20

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	
	$\geq 10$	$< 10$
Repeatability	5	5
Reproducibility	14	20

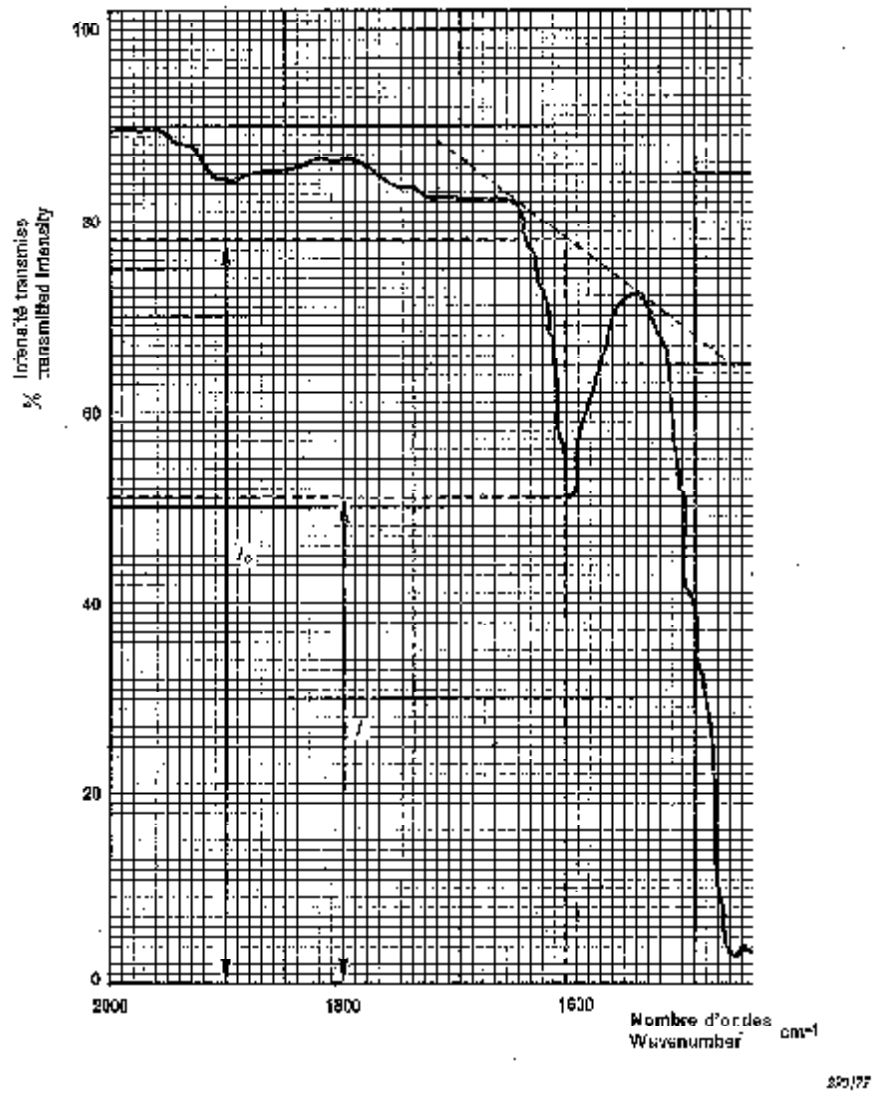
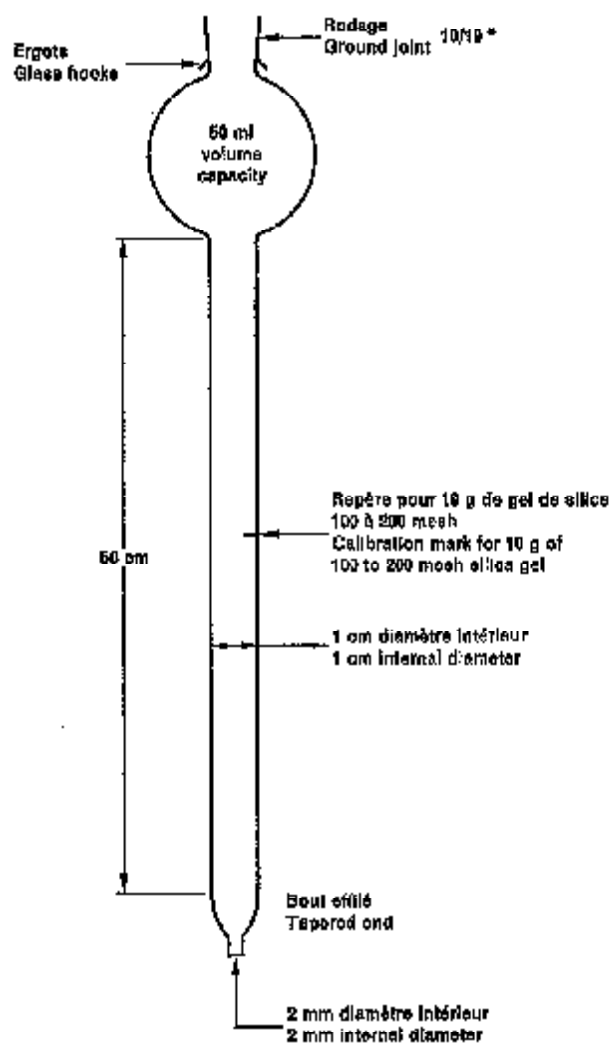


FIG. 1. — Exemple de spectre infrarouge pour déterminer la teneur en hydrocarbures aromatiques.

Typical infrared spectrum to determine aromatic hydrocarbon content.



20177

\* Voir norme ISO 383-1976.  
See ISO Standard 383-1976.

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

Glass adsorption column.

**Autres publications de la CEI préparées  
par le Comité d'Études N° 10**

- 74 (1963) Méthode pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles isolantes.  
Modifications N° 1 (1973).  
Modifications N° 2 (1974).
- 156 (1963) Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes.
- 296 (1969) Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs.  
Modification N° 1 (1972).
- 296A (1971) Premier complément.
- 376 (1971) Spécifications et réception de l'hexafluorure de soufre neuf.
- 376A (1973) Premier complément; Section treize: Taux d'huile minérale.
- 376B (1974) Deuxième complément; Article 26.
- 422 (1973) Guide pour la maintenance et la surveillance des huiles isolantes en service.
- 465 (1974) Diélectriques liquides neufs à base d'hydrocarbures (autres que les huiles minérales pour transformateurs et appareillage de coupure).
- 465A (1977) Premier complément.
- 474 (1974) Méthode d'essai pour la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes inhibées.
- 475 (1974) Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.
- 480 (1974) Guide relatif au contrôle de l'hexafluorure de soufre (SF<sub>6</sub>) prélevé sur le matériel électrique.
- 567 (1977) Guide pour le prélèvement des gaz et de l'huile dans le matériel électrique rempli d'huile et pour l'analyse des gaz libres et dissous.
588. — Ascarols pour transformateurs et condensateurs.
- 588-1 (1977) Première partie: Généralités.
- 588-3 (1977) Troisième partie: Spécifications pour ascarols neufs.

**Other IEC publications prepared  
by Technical Committee No. 10**

- 74 (1963) Method for assessing the oxidation stability of insulating oils.  
Amendment No. 1 (1973).  
Amendment No. 2 (1974).
- 156 (1963) Method for the determination of the electric strength of insulating oils.
- 296 (1969) Specification for new insulating oils for transformers and switchgear.  
Amendment No. 1 (1972).
- 296A (1971) First supplement.
- 376 (1971) Specification and acceptance of new sulphur hexafluoride.
- 376A (1973) First supplement; Section Thirteen: Mineral oil content.
- 376B (1974) Second supplement; Clause 26.
- 422 (1973) Maintenance and supervision guide for insulating oils in service.
- 465 (1974) New liquid hydrocarbon dielectrics (other than mineral transformer and switchgear oils).
- 465A (1977) First supplement.
- 474 (1974) Test method for oxidation stability of inhibited mineral insulating oils.
- 475 (1974) Method of sampling liquid dielectrics.
- 480 (1974) Guide to the checking of sulphur hexafluoride (SF<sub>6</sub>) taken from electrical equipment.
- 567 (1977) Guide for the sampling of gases and oil from oil-filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases.
- 588: — Ascarols for transformers and capacitors.
- 588-1 (1977) Part 1: General.
- 588-3 (1977) Part 3: Specifications for new ascarols.

PRINTED IN SWITZERLAND  
by Journal de Genève, Geneva