

**NORME  
INTERNATIONALE  
INTERNATIONAL  
STANDARD**

**CEI  
IEC  
1198**

Première édition  
 First edition  
 1993-09

---

---

**Huiles minérales isolantes –  
Méthodes pour la détermination du 2-furfural  
et ses dérivés**

**Mineral insulating oils –  
Methods for the determination of 2-furfural and  
related compounds**



Numéro de référence  
 Reference number  
 CEI/IEC 1198: 1993

### Révision de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI 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 CEI et en consultant les documents ci-dessous:

- Bulletin de la CEI
- Annuaire de la CEI
- Catalogue des publications de la CEI  
Publié annuellement

### Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la Publication 50 de la CEI: Vocabulaire Electrotechnique International (VEI), qui est établie sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini. L'index général étant publié séparément. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit repris du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

### Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, symboles littéraux et signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera:

- la Publication 27 de la CEI: Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique;
- la Publication 617 de la CEI: Symboles graphiques pour schémas.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit repris des Publications 27 ou 617 de la CEI soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

### Publications de la CEI établies par le même Comité d'Etudes

L'attention du lecteur est attirée sur le deuxième feuillet de la couverture, qui énumère les publications de la CEI 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
- IEC Yearbook
- Catalogue of IEC Publications  
Published yearly

### Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC Publication 50: International Electrotechnical Vocabulary (IEV), 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 IEV will be supplied on request.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV or have been specifically approved for the purpose of this publication.

### Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to:

- IEC Publication 27: Letter symbols to be used in electrical technology;
- IEC Publication 617: Graphical symbols for diagrams.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC Publications 27 or 617, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

### IEC publications prepared by the same Technical Committee

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

**NORME  
INTERNATIONALE  
INTERNATIONAL  
STANDARD**

**CEI  
IEC  
1198**

Première édition  
First edition  
1993-09

---

---

**Huiles minérales isolantes –  
Méthodes pour la détermination du 2-furfural  
et ses dérivés**

**Mineral Insulating oils –  
Methods for the determination of 2-furfural and  
related compounds**

© CEI 1993 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 pro-  
cédé, 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.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale, 3, rue de Varembé, Genève, Suisse



Commission Electrotechnique Internationale  
International Electrotechnical Commission  
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX  
PRICE CODE

**N**

For price, see catalogue en français  
For price, see current catalogue

## SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS .....	4
INTRODUCTION .....	6
<b>Articles</b>	
1 Domaine d'application .....	8
2 Références normatives .....	8
3 Échantillonnage .....	8
4 Etiquetage des échantillons .....	8
5 Appareillage .....	8
5.1 Équipement général .....	8
5.2 Équipement pour l'extraction par la méthode A .....	10
5.3 Équipement pour l'extraction par la méthode B .....	10
5.4 Chromatographe liquide haute performance (HPLC) .....	10
6 Réactifs .....	10
7 Symboles et unités .....	10
8 Analytes .....	12
9 Mode opératoire .....	12
9.1 Extraction des analytes .....	12
9.2 Analyse de l'extrait .....	14
10 Etalonnage .....	14
10.1 Etalons en solution dans l'huile .....	16
10.2 Solution étalon dans l'éluant chromatographique .....	16
10.3 Mode opératoire .....	16
11 Calculs .....	18
12 Rapport .....	18
13 Niveau minimal de détection .....	18
14 Fidélité .....	20
14.1 Répétabilité .....	20
14.2 Reproductibilité .....	20
Annexe A – Vérification de l'extraction et de la récupération .....	22
Figures .....	25

## CONTENTS

	Page
FOREWORD .....	5
INTRODUCTION .....	7
Clause	
1 Scope .....	9
2 Normative references .....	9
3 Sampling .....	9
4 Labelling of samples .....	9
5 Apparatus .....	9
5.1 General equipment .....	9
5.2 Equipment for extraction by Method A .....	11
5.3 Equipment for extraction by Method B .....	11
5.4 High-performance liquid chromatograph (HPLC) .....	11
6 Reagents .....	11
7 Symbols and units .....	11
8 Analytes .....	13
9 Operating procedure .....	13
9.1 Extraction of the analytes .....	13
9.2 Analysis of the extract .....	15
10 Calibration .....	15
10.1 Standard solutions in oil .....	17
10.2 Standard solution in the chromatographic eluent .....	17
10.3 Procedure .....	17
11 Calculations .....	19
12 Report .....	19
13 Minimum level of detection .....	19
14 Precision .....	21
14.1 Repeatability .....	21
14.2 Reproducibility .....	21
Annex A – Checking extraction and recovery .....	23
Figures .....	25

## COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**HUILLES MINÉRALES ISOLANTES – MÉTHODES POUR  
LA DÉTERMINATION DU 2-FURFURAL ET SES DÉRIVÉS**

## AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par les comités d'études 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.
- 3) Ces décisions constituent des recommandations internationales publiées sous forme de normes, de rapports techniques ou de guides et agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

La Norme internationale CEI 1198 a été établie par comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DTS	Rapport de vote
10(BC)270	10(BC)278

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

L'annexe A fait partie intégrante de cette norme.

## INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**MINERAL INSULATING OILS -- METHODS FOR  
THE DETERMINATION OF 2-FURFURAL AND RELATED COMPOUNDS**

## FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international cooperation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) 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.
- 3) They have the form of recommendations for international use published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.

International Standard IEC 1198 has been prepared by IEC by technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

The text of this standard is based on the following documents:

DIS	Report on voting
10(CO)276	10(CO)278

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

Annex A forms an integral part of this standard.

## INTRODUCTION

La dégradation des matériaux celluloseux constituant l'isolation solide des matériels électriques remplis d'huile conduit à la formation de plusieurs composés spécifiques de la dégradation de la cellulose, comme les sucres et les dérivés furaniques.

Les dérivés furaniques, dont une grande partie reste adsorbée dans le papier, sont néanmoins légèrement solubles dans l'huile. Leur présence peut être utilisée comme outil de diagnostic pour les matériels en service et apporter un complément d'information à l'analyse des gaz dissous.



### INTRODUCTION

The degradation of cellulosic materials constituting the solid insulation of oil-filled electrical equipment leads to the formation of several compounds specific to cellulose decomposition, such as sugars and furan derivatives.

The furan derivatives, of which a large proportion remains adsorbed on the paper, are nevertheless slightly soluble in oil. Their presence can be used as a diagnostic tool to equipments in service and to supplement information from dissolved gas analysis.

## HUILES MINÉRALES ISOLANTES - MÉTHODES POUR LA DÉTERMINATION DU 2-FURFURAL ET SES DÉRIVÉS

### 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale précise les méthodes d'essais pour l'analyse du 2-furfural et des dérivés furaniques apparentés résultant de la dégradation de l'isolation cellulosique et trouvés dans les échantillons d'huile minérale isolante prélevés sur des matériels électriques.

Le 2-furfural et les dérivés furaniques dissous dans l'huile minérale sont analysés par chromatographie liquide haute performance (HPLC). Avant l'analyse par HPLC, les dérivés furaniques sont extraits de l'huile en utilisant une méthode d'extraction appropriée telle que l'extraction liquide-liquide (méthode A) ou une séparation en phase solide sur cartouche en silice (méthode B).

### 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Tout document normatif est sujet à révision et les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

CEI 475: 1974, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

CEI 567: 1992, *Guide d'échantillonnage de gaz et d'huile dans les matériels électriques immergés, pour l'analyse des gaz libres et dissous*

### 3 Echantillonnage

Les échantillons d'huile sont collectés conformément aux CEI 475 et CEI 567. Il convient de protéger les échantillons de la lumière directe.

### 4 Etiquetage des échantillons

Les échantillons doivent être étiquetés conformément à la CEI 567.

### 5 Appareillage

#### 5.1 Equipement général:

- verrerie de laboratoire;
- bechers et erlenmeyers;
- fioles jaugées;
- pipettes;
- balance de précision (0,1 mg).

## MINERAL INSULATING OILS – METHODS FOR THE DETERMINATION OF 2-FURFURAL AND RELATED COMPOUNDS

### 1 Scope

This International Standard specifies test methods for the analysis of 2-furfural and related furan compounds resulting from the degradation of cellulosic insulation and found in mineral insulating oil samples taken from electrical equipment.

2-furfural and related furan compounds dissolved in mineral oil are analysed by high performance liquid chromatography (HPLC). Prior to HPLC analysis, furan derivatives are extracted from the oil by use of a suitable extraction method such as liquid-liquid extraction (method A) or solid-phase separation on a silica cartridge (method B).

### 2 Normative references

The following normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication of this standard, the editions indicated were valid. All normative documents are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the normative documents indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 475: 1974, *Method of sampling liquid dielectrics*

IEC 567: 1992, *Guide for the sampling of gases and of oil from oil-filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases*

### 3 Sampling

Oil samples are collected in accordance with IEC 475 and IEC 567. Samples should be protected from direct light.

### 4 Labelling of samples

Samples shall be labelled in accordance with IEC 567.

### 5 Apparatus

#### 5.1 General equipment:

- laboratory glassware;
- beakers or Erlenmeyer flasks;
- volumetric flasks;
- pipettes;
- analytical balance (0,1 mg).

**5.2 Équipement pour l'extraction par la méthode A**

- éprouvette graduée à bouchon, de 25 ml;
- pipette 5 ml;
- agitateur mécanique.

**5.3 Équipement pour l'extraction par la méthode B**

- cartouche de silice contenant environ 1 g de silice, avec une taille de particules de 15  $\mu\text{m}$  à 100  $\mu\text{m}$ . Les cartouches disponibles dans le commerce conviennent;
- un dispositif de vide capable de produire un vide léger (pompe filtrante ou collecteur à vide), voir figure 1;
- seringue luer lock de 10 ml;
- fioles jaugées de 2 ml.

**5.4 Chromatographe liquide haute performance (HPLC)**

Un chromatographe pour chromatographie liquide haute performance équipé de:

- un système de pompage pour au moins deux solvants;
- un dispositif d'injection pouvant injecter de 10  $\mu\text{l}$  à 20  $\mu\text{l}$  et une seringue de précision (50  $\mu\text{l}$  à 250  $\mu\text{l}$ );
- une colonne pour phase inverse remplie avec de la silice greffée avec des groupes octyle ou octadécyle;
- une pré-colonne remplie avec le même matériau que la colonne d'analyse (optionnel);
- un détecteur UV permettant l'enregistrement du spectre UV; un détecteur à barrette de diodes est recommandé;
- un système d'acquisition des données (enregistreur ou intégrateur).

**6 Réactifs**

- acétonitrile      qualité HPLC
- méthanol        "    "
- eau                "    "
- acide acétique    "    "
- n-pentane        qualité analytique
- analytes         "    "      (voir liste à l'article 8).

**7 Symboles et unités**

$F_i$  Facteur de réponse du détecteur pour chacun des analytes.

$R_s^i$  Réponse du détecteur pour chaque analyte dans la solution étalon (la réponse peut s'exprimer en surface de pic ou en hauteur de pic).

$R_i$  Réponse du détecteur pour chaque analyte détecté.

$C_s^i$  ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ) Concentration de chaque analyte dans la solution étalon.

$C_i$  ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ) Concentration de chaque analyte dans l'échantillon d'huile minérale isolante.

**5.2 Equipment for extraction by method A**

- 25 ml glass stoppered graduated cylinder;
- 5 ml pipette;
- mechanical shaker.

**5.3 Equipment for extraction by method B**

- silica cartridges, containing about 1 g of silica with a particle size ranging from 15 µm to 100 µm. Commercially available cartridges are suitable;
- a vacuum device suitable to produce a slight vacuum (i.e. filter pump or vacuum manifold), see figure 1;
- a 10 ml luer lock syringe;
- volumetric flasks, 2 ml.

**5.4 High-performance liquid chromatograph (HPLC)**

A high-performance liquid chromatograph equipped with:

- pumping system suitable for at least two solvents;
- injection device capable of injecting 10 µl to 20 µl and suitable precision syringe (50 µl to 250 µl);
- reversed phase column packed with octyl or octadecyl bonded silica;
- pre-column packed with the same material as the analytical column (optional);
- UV detector capable of recording UV spectra; a diode array UV detector is recommended;
- data acquisition system (recorder or integrator).

**6 Reagents**

- HPLC grade acetonitrile;
- HPLC grade methanol;
- HPLC grade water;
- HPLC grade acetic acid;
- Analytical grade n-pentane;
- Analytical grade analytes as listed in clause 8.

**7 Symbols and units**

$F_i$  Detector response factor for each of the analytes.

$R_s^i$  Detector response for each analyte in the calibration standards (the response may be expressed by peak area or peak height).

$R_d$  Detector response for each of the detected analytes.

$C_s^i$  ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ) Concentration of each analyte in the calibration standards.

$C_i$  ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ) Concentration of each of the analytes in the mineral insulating oil sample.

## 8 Analytes

Les conditions d'analyse doivent être adaptées à la détermination des dérivés furaniques suivants:

- 5-hydroxyméthyl-2-furfural (5HMF)
- 2-furfurylalcool (2FOL)
- 2-furfural (2FAL)
- 2-acétylfurane (2ACF)
- 5-méthyl-2-furfural (5MEF)

Dans cette norme, la détermination des acides furoniques est optionnelle car il est souvent difficile de les différencier des autres acides organiques qui peuvent être présents dans les échantillons d'huile minérale isolante vieillie.

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Extraction des analytes

#### 9.1.1 Méthode A: extraction liquide-liquide

Extraire approximativement 20 ml de l'échantillon d'huile, pesé à 0,1 g près, à l'aide de 5 ml d'acétonitrile, mesurés à l'aide d'une pipette, dans une éprouvette graduée bouchée de 25 ml. Agiter les échantillons à l'agitateur mécanique pendant au moins 2 min.

Laisser reposer jusqu'à complète séparation du solvant et de l'huile. L'extrait peut alors être analysé comme décrit en 9.2.

NOTE - Le temps nécessaire pour la séparation des phases a tendance à augmenter avec les indices d'acidité élevés.

#### 9.1.2 Méthode B: extraction solide-liquide

Peser 10 g  $\pm$  0,1 g exactement de l'échantillon d'huile et diluer dans 10 ml de n-pentane pur pour analyse.

Rincer une cartouche de silice neuve avec 2 ml de n-pentane, écarter l'éluat. La cartouche étant encore humide, passer immédiatement la solution échantillon à travers la cartouche, sous un vide léger, avec un débit de 3 ml/min maximum, puis rincer la cartouche avec 20 ml de n-pentane. Ecarter tous les éluats.

Sécher la cartouche par aspiration en maintenant le vide au minimum 5 min.

Casser le vide et récupérer les composés retenus dans la cartouche à l'aide de l'éluant utilisé dans les premières minutes du chromatogramme (voir 9.2), en employant une seringue de 10 ml comme distributeur.

Recueillir les deux premiers millilitres dans une fiole jaugée de 2 ml.

NOTE - L'annexe A décrit une méthode pour estimer l'efficacité des cartouches de silice.

## 8 Analytes

Analytical conditions shall be suitable for the determination of the following furan derivatives:

- 5-hydroxymethyl-2-furfural (5HMF)
- 2-furfuryl alcohol (2FOL)
- 2-furfural (2FAL)
- 2-acetylfuran (2ACF)
- 5-methyl-2-furfural (5MEF)

For the purpose of this standard the determination of furoic acids is optional as it is often difficult to resolve them from other organic acids that may be present in aged mineral insulating oil samples.

## 9 Operating procedure

### 9.1 Extraction of the analytes

#### 9.1.1 Method A: liquid-liquid extraction

Extract approximately 20 ml of oil sample, weighed to the nearest 0,1 g, with 5 ml of acetonitrile, measured by a pipette, in a 25 ml stoppered cylinder, shaking the samples on a mechanical shaker for at least 2 min.

Allow the samples to stand until the solvent and oil layers separate completely. The extract can then be analysed as described in 9.2.

NOTE - The time period necessary for phase separation tends to increase for oils with higher acid values.

#### 9.1.2 Method B: solid-liquid extraction

Weigh exactly 10 g  $\pm$  0,1 g of oil sample and dissolve it in 10 ml analytical grade n-pentane.

Rinse a new silica cartridge with 2 ml n-pentane and discard the eluate. While the silica is still wet, immediately pass the sample solution through the cartridge under a slight vacuum at a maximum flow of 3 ml/min followed by 20 ml n-pentane. Discard all eluates.

Dry the cartridge by suction by maintaining the vacuum for at least 5 min.

Release the vacuum and elute the retained material with the same eluent used in the first minutes of the chromatogram (see 9.2), using a 10 ml syringe as the dispenser.

Collect the first two millilitres in a 2 ml volumetric flask.

NOTE - Annex A describes a method to assess the efficiency of the silica cartridge.

## 9.2 Analyse de l'extrait

9.2.1 Régler le chromatographe selon les instructions du constructeur et se mettre dans les conditions opératoires appropriées.

9.2.2 Les conditions suivantes ont donné satisfaction mais des ajustements peuvent être nécessaires en fonction de caractères spécifiques à chaque instrumentation ou de conditions locales:

- conditions isocratiques;
- éluant: eau 60 % à 80 % en volume;  
méthanol ou acétonitrile 20 % à 40 % en volume;
- débit: 0,5 à 2,0 ml/min.

NOTE - Dans certains cas, un gradient d'éluion peut être utile pour améliorer la séparation. De plus l'addition d'une petite quantité d'acide acétique (0,01 %) peut améliorer la séparation des composés les plus polaires.

9.2.3 Le détecteur UV doit travailler aux longueurs d'ondes suivantes:

220 nm pour le 2-furfurylalcool.

275 à 280 nm pour les autres composés énumérés à l'article 8.

NOTE - Les maxima d'absorption se trouvent aux environs des longueurs d'ondes suivantes:

- |                              |        |
|------------------------------|--------|
| - 5-hydroxyméthyl-2-furfural | 260 nm |
| - 2-furfurylalcool           | 215 nm |
| - 2-furfural                 | 274 nm |
| - 2-acétylfurane             | 272 nm |
| - 5-méthyl-2-furfural        | 268 nm |

L'utilisation de ces longueurs d'onde accroît la sensibilité de l'analyse, pour chacun des composés.

9.2.4 Quand le chromatographe et le détecteur sont équilibrés, injecter une partie aliquote de l'extrait et enregistrer la réponse du détecteur. Des exemples de chromatogrammes types sont montrés sur la figure 2.

9.2.5 Après l'éluion du dernier pic qui nous intéresse (5-méthyl-2-furfural avec les colonnes prescrites), commuter la phase mobile à 100 % de méthanol ou d'acétonitrile et augmenter le débit jusqu'à ce que tous les résidus d'huile soient chassés de la colonne.

## 10 Etalonnage

Pour étalonner l'analyse des extraits obtenus par la méthode A, il est nécessaire d'utiliser des étalons en solution dans l'huile.

Pour analyser des extraits préparés conformément à la méthode B, on peut utiliser des étalons en solution soit dans l'huile soit dans l'éluant de chromatographie.



## 9.2 Analysis of the extract

9.2.1 Adjust the liquid chromatograph in accordance with the manufacturer's instructions and establish suitable operating conditions.

9.2.2 The following set of conditions has been found satisfactory but some adjustments may be appropriate depending upon specific features of the instrumentation and local conditions.

- isocratic conditions;
- eluent: water 60 % to 80 % in volume;  
methanol or acetonitrile 20 % to 40 % in volume;
- flow rate: 0,5 to 2,0 ml/min.

NOTE - In some cases an elution gradient may be useful to improve the separation. Also the addition of a small amount of acetic acid (0,01 %) may improve the separation of the more polar compounds.

9.2.3 The UV detector shall monitor the following wavelengths:

220 nm for 2-furfurylalkohol.

275 nm to 280 nm for all other compounds listed in clause 8.

NOTE - Maximum light absorption occurs at approximately the following wavelengths:

- |                              |        |
|------------------------------|--------|
| - 5-hydroxymethyl-2-furfural | 280 nm |
| - 2-furfurylalkohol          | 215 nm |
| - 2-furfural                 | 274 nm |
| - 2-acetyl furan             | 272 nm |
| - 5-methyl-2-furfural        | 288 nm |

Selection of the above wavelengths will enhance the sensitivity of the analysis for specific compounds.

9.2.4 When the chromatograph and detector are equilibrated inject an aliquot of the extract and record the detector response. Examples of typical chromatograms are shown in figure 2.

9.2.5 After elution of the last peak of interest (5-methyl-2-furfural with specified columns) switch the mobile phase to 100 % methanol or acetonitrile and increase the flow rate until all oil residues have been flushed out of the column.

## 10 Calibration

Standard solutions in oil are required to calibrate analyses of extracts obtained from method A.

Standard solutions either in oil or in chromatographic eluent may be used with extracts prepared in accordance with method B.

### 10.1 *Étalons en solution dans l'huile*

#### 10.1.1 *Préparation des solutions mères*

- dissoudre 0,025 g de chacun des cinq composés dans 25 ml de toluène (concentration 1 000 mg/l);
- ces solutions mères doivent être stockées en flacon de verre brun et conservées à l'obscurité. Elles doivent être remplacées à des intervalles ne dépassant pas 3 mois.

#### 10.1.2 *Préparation des solutions étalons*

- diluer une partie aliquote de la solution mère préparée en 10.1.1 avec une quantité pesée d'huile minérale isolante, de façon à obtenir la concentration désirée (par exemple 0,5, 1,0, 5 et 10 mg/kg);
- stocker en flacons de verre brun et conserver à l'obscurité.

#### NOTES

- 1 Choisir une huile minérale isolante exempte d'espèces susceptibles d'interférer avec les analyses
- 2 Les solutions étalons se détériorent rapidement si elles ne sont pas correctement stockées; il est préférable d'utiliser des solutions fraîchement préparées.

### 10.2 *Solutions étalons dans l'éluant chromatographique*

Si la méthode B est utilisée, une autre procédure d'étalonnage, plus facile et plus rapide, peut être employée:

- peser 0,015 g de chacun des 5 composés;
- les dissoudre dans 100 ml de l'éluant de chromatographie pour obtenir une solution mère à 150 mg/l;
- diluer cette solution mère pour obtenir des solutions étalons aux concentrations désirées (par exemple 2,5, 5, 25 et 50 mg/l).

NOTE - A cause du facteur de concentration introduit par cette méthode, une solution étalon ayant par exemple 5 mg/l dans l'éluant méthanol-eau, est équivalente à la concentration de 1 mg/kg dans l'huile.

### 10.3 *Mode opératoire*

Extraire et analyser les solutions étalons préparées dans l'huile (voir 10.1) suivant le mode opératoire décrit à l'article 9.

Ou encore, analyser les solutions étalons préparées dans l'éluant chromatographique (voir 10.2) suivant le mode opératoire décrit en 9.2.

Il est recommandé d'utiliser 4 solutions étalons dans la gamme 0,5 mg/kg à 10 mg/kg pour obtenir une courbe d'étalonnage qui normalement est une droite passant par l'origine. L'expérience a montré que pour les analyses de routine, l'utilisation d'un seul point d'étalonnage à 1 mg/kg donne satisfaction.

NOTE - Voir note 2, 10.1.2.

Chaque produit est identifié sur le chromatogramme par son temps de rétention et son spectre UV. Pour mémoire, un spectre UV type est montré figure 3 mais l'apparence peut légèrement varier en fonction de chaque instrumentation.

## 10.1 *Standard solutions in oil*

### 10.1.1 *Preparation of stock solution*

- dissolve 0,025 g of each of the five compounds in 25 ml toluene (concentration 1 000 mg/l);
- stock solutions shall be stored in a brown glass bottle and kept in the dark. They should be replaced at intervals of not more than three months.

### 10.1.2 *Preparation of standard solutions*

- dilute an aliquot of the toluene stock solution in a weighed amount of unused mineral insulating oil to prepare a standard solution of the desired concentration (i.e. 0,5, 1,0, 5 or 10 mg/kg);
- store in brown glass bottles and keep in the dark.

#### NOTES

- 1 Select an appropriate mineral insulating oil which is free from species likely to interfere with the analytes.
- 2 Standard solutions deteriorate rapidly if they are not properly stored. Freshly-prepared solutions are preferred.

## 10.2 *Standard solution in the chromatographic eluent*

If method B is used, an alternative easier and faster calibration procedure may be used:

- weigh 0,015 g of each of the five compounds;
- dissolve them in 100 ml of the chromatographic eluent to obtain a stock solution of about 150 mg/l;
- dilute the stock solution to obtain a standard solution of the desired concentration (i.e. 2,5, 5, 25 and 50 mg/l).

NOTE - Due to the concentration factor introduced by this method, a standard solution of, for example, 5 mg/l in methanol/water is equivalent to a concentration of 1 mg/kg in the oil.

## 10.3 *Procedure*

Extract and analyse the standard solutions prepared in oil (10.1) following the procedures described in clause 9.

Alternatively, analyse the standard solutions prepared in chromatographic eluent (10.2) following the procedure described in 9.2.

Four standard solutions in the concentration range 0,5 to 10 mg/kg are recommended to obtain a calibration line which should normally be a straight line through the origin. Experience has indicated that for everyday routine work a single point calibration at 1 mg/kg in oil is satisfactory.

NOTE - See note 2 of 10.1.2.

Identify each peak in the chromatogram by its retention time and UV spectrum. For guidance, typical UV spectra are shown in figure 3 but their appearance may change slightly depending on the particular instruments.

Calculer le facteur de réponse  $F_i$  de chaque analyte:

$$F_i = \frac{C_s^i}{R_s^i} \quad \text{pour les étalons en solution dans l'huile.}$$

$$F_i = \frac{C_s^i}{5R_s^i} \quad \text{pour les étalons en solution dans l'éluant de chromatographie.}$$

où

$C_s^i$  est la concentration du produit  $i$  dans la solution étalon, en mg/kg (huile) ou en mg/l (éluant chromatographique).

$R_s^i$  est la réponse du détecteur (surface de pic ou hauteur de pic) pour le produit  $i$ .

## 11 Calculs

Identifier chaque pic sur le chromatogramme de l'échantillon, par son temps de rétention et son spectre UV.

Mesurer la réponse du détecteur (surface du pic ou hauteur du pic) pour chaque pic identifié et calculer la concentration dans l'huile comme suit:

$$C_i = F_i \times R_i$$

où

$C_i$  est la concentration du produit  $i$  dans l'huile (mg/kg d'huile)

$F_i$  est le facteur de réponse du produit  $i$

$R_i$  est la réponse du détecteur pour le pic relatif à l'analyte  $i$

## 12 Rapport

Le rapport doit comporter les précisions suivantes:

- le numéro de la présente norme;
- la méthode d'extraction et le type d'étalonnage utilisés;
- l'identification des échantillons;
- la concentration de chaque analyte exprimée en mg/kg avec une précision de 0,01 mg/kg.

## 13 Niveau minimal de détection

En suivant les méthodes décrites à l'article 8, les concentrations minimales, pour les cinq produits qui peuvent être déterminés dans l'huile minérale isolante, doivent être de 0,05 mg/kg ou moins.

Dans les échantillons considérablement oxydés, la présence de composés polaires ayant des temps de rétention comparables aux analytes occasionne des incertitudes dans l'établissement d'une ligne de base convenable et la limite de détection ci-dessus peut ne pas être obtenue.

Calculate the response factor  $F_i$  of each analyte as follows:

$$F_i = \frac{C_s^i}{R_s^i} \quad \text{for standard solutions in oil}$$

$$F_i = \frac{C_s^i}{SR_s^i} \quad \text{for standard solution in chromatographic eluent}$$

where

$C_s^i$  is the concentration of analyte  $i$  in the standard solution mg/kg (o-i) or mg/l (chromatographic eluent),

$R_s^i$  is the response of the detector (peak area or peak height) of analyte  $i$

## 11 Calculations

Identify each peak in the sample chromatogram from its retention time and UV spectrum.

Measure the detector response (peak area or peak height) of each identified peak and calculate the concentration in oil as follows:

$$C_i = F_i \times R_i$$

where

$C_i$  is the concentration of analyte  $i$  in the oil (mg/kg oil)

$F_i$  is the response factor of analyte  $i$

$R_i$  is the detector response of the peak relative to analyte  $i$

## 12 Report

The report shall include the following items:

- number of this standard;
- method of extraction and type of calibration used;
- identification of the sample;
- concentration of each analyte expressed in mg/kg to the nearest 0,01 mg/kg.

## 13 Minimum level of detection

Following the methods described in clause 9, the minimum concentration of the five analytes which can be determined in unused mineral oil shall be 0,05 mg/kg or lower.

In considerably oxidized samples the presence of polar compounds having similar retention times to the analytes may cause uncertainties in establishing a proper baseline and then the above detection limit may not be achieved.

## 14 Fidélité

### 14.1 Répétabilité

Lorsque cette méthode est correctement appliquée, il y a une probabilité de 5 % pour que la différence entre deux résultats obtenus pour deux essais réalisés sur la même huile, dans les mêmes conditions (même opérateur, même appareillage, même laboratoire, et à peu de temps d'intervalle), excède les valeurs données dans le tableau ci-après:

Concentration en dérivés furaniques	Valeur de la répétabilité en %
< 1,0 mg/kg	10
≥ 1,0 mg/kg	5

NOTE - Dans les huiles usagées, ces valeurs peuvent ne pas être atteintes à cause d'interférences avec des produits de vieillissement.

### 14.2 Reproductibilité

Lorsque la méthode est correctement appliquée, il y a une probabilité de 5 % pour que la différence entre deux résultats obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents sur la même huile, excède les valeurs données dans le tableau ci-après:

Concentration en dérivés furaniques	Valeur de la reproductibilité en %
< 1,0 mg/kg	15
≥ 1,0 mg/kg	10

## 14 Precision

### 14.1 Repeatability

When the method is correctly applied there is 5 % probability that the difference between two results obtained from two tests performed on the same oil under the same conditions (same operator, same apparatus, same laboratory and short interval of time) will exceed the values given in the following table:

Concentration of furan compounds	Value of repeatability in %
< 1,0 mg/kg	10
≥ 1,0 mg/kg	5

NOTE - In aged oils these values may not be achieved due to interferences with ageing products.

### 14.2 Reproducibility

When the method is correctly applied there is 5 % probability that the difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical oil will exceed the values given in the following table:

Concentration of furan compounds	Value of repeatability in %
< 1,0 mg/kg	15
≥ 1,0 mg/kg	10

## Annexe A (normative)

### Vérification de l'extraction et de la récupération

L'utilisation de la méthode B suppose la complète rétention des analytes par la cartouche de silice et la complète récupération lors de l'élution avec l'éluant HPLC.

Il est cependant de bonne pratique d'évaluer les cartouches de silice lot par lot et de déterminer la performance de la méthode pour les huiles fortement oxydées pour lesquelles des produits plus polaires peuvent être retenus sur la cartouche de préférence aux analytes.

#### A.1 Vérification de l'extraction

Mesurer l'efficacité de rétention de la cartouche en suivant le mode opératoire décrit en 9.1.2., mais récupérer les éluats de n-pentane. Passer ces éluats à travers une deuxième cartouche neuve. Récupérer les produits retenus sur cette deuxième cartouche et les analyser par HPLC.

Le chromatogramme obtenu ne doit indiquer la présence d'aucun des cinq produits à analyser.

Si, au cours de l'analyse d'huiles fortement oxydées, le chromatogramme indique la présence d'analytes, cela peut être dû à la présence dans l'huile de grandes quantités de produits polaires. Dans ce cas la quantité d'huile minérale à analyser doit être diminuée.

S'il y a un doute sur les performances du lot de cartouches, vérifier le mode d'extraction en utilisant une solution étalon des analytes dans l'huile neuve.

#### A.2 Vérification de la récupération

Pour s'assurer que tous les analytes retenus dans la cartouche ont bien été récupérés par l'éluant HPLC, procéder comme indiqué ci-dessous:

Une fois que la cartouche a été éluée avec l'éluant HPLC, la sécher à l'air au minimum 10 min, puis éluer avec du méthanol pur et analyser l'éluant par HPLC.

Le chromatogramme doit indiquer l'absence de chacun des analytes. Un résultat positif indique que la quantité d'eau dans l'éluant HPLC est trop forte, ou que la cartouche est inutilisable pour cette méthode car la silice est trop activée.

Un procédé plus rapide consiste à collecter séquentiellement deux fois 2 ml successifs pour la même extraction. Ce procédé donne des informations uniquement sur l'activité anormale de la silice.



## Annex A (normative)

### Checking extraction and recovery

Method B assumes complete retention of the analytes by the silica cartridge and complete recovery upon elution with HPLC eluent.

It is, however, good practice to evaluate the performance of the cartridges from batch to batch and the performance of the method with strongly oxidized oils in which the more polar compounds may be retained in preference to the analytes on the cartridge.

#### A.1 Checking extraction

Test the cartridge for retention efficiency following the procedure described in clause 9.1.2 but retaining the n-pentane eluates. Re-filter the eluate through a second, new cartridge, extract the cartridge and analyse by HPLC.

The chromatogram of this second extract must indicate the absence of any of the five analytes.

If the chromatogram indicates the presence of analytes during the analysis of strongly oxidized oils, it can be due to the presence of large amounts of polar compounds. In such a case the amount of mineral oil to be analysed shall be reduced.

If there are doubts about the performance of the cartridge batch, check the extraction procedure using a standard solution of analytes in unused mineral oil.

#### A.2 Checking recovery

To ensure that all the analytes retained in the cartridge have been recovered with HPLC eluent proceed as follows:

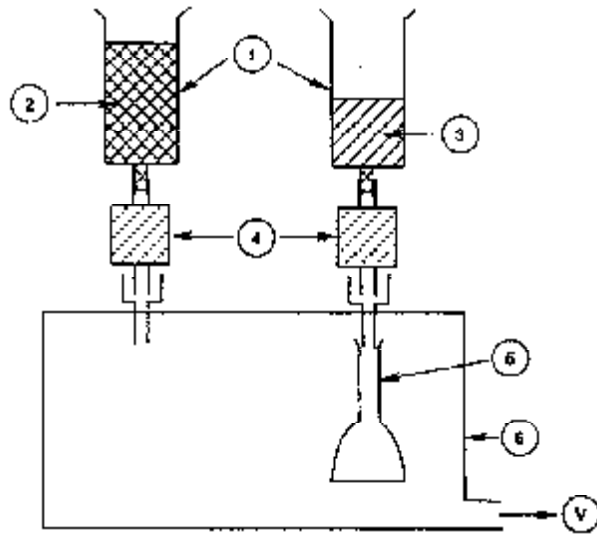
Once the cartridge has been eluted with HPLC eluent, dry it with air for at least 10 min, elute with pure methanol and analyse by HPLC.

The chromatogram must indicate the absence of any of the analytes. A positive result indicates that the amount of water in the mixture with HPLC eluent is excessively high or the cartridge is unsuitable for this method because the silica is excessively activated.

A more rapid procedure consists of collecting sequentially two separate 2 ml portions from the same extraction. This procedure gives information only about the irregular activity of the silica.

- Page blanche -

- Blank page -



CEI-IEC 1094/03

- ① Seringue  
Syringe
- ② Solution d'huile dans le n-pentane  
Oil solution in pentane
- ③ Eluant chromatographique  
Chromatographic eluent
- ④ Cartouche de silice  
Silica cartridge
- ⑤ Fiole jaugée, 2 ml  
Volumetric flask, 2 ml
- ⑥ Collecteur à vide  
Vacuum manifold
- ⑦ Connexion avec le vide  
Connection to vacuum

Figure 1 – Exemple de dispositif pour l'extraction à l'aide d'une cartouche de silice (méthode B)  
 Example of suitable device for extraction with silica cartridge (method B)

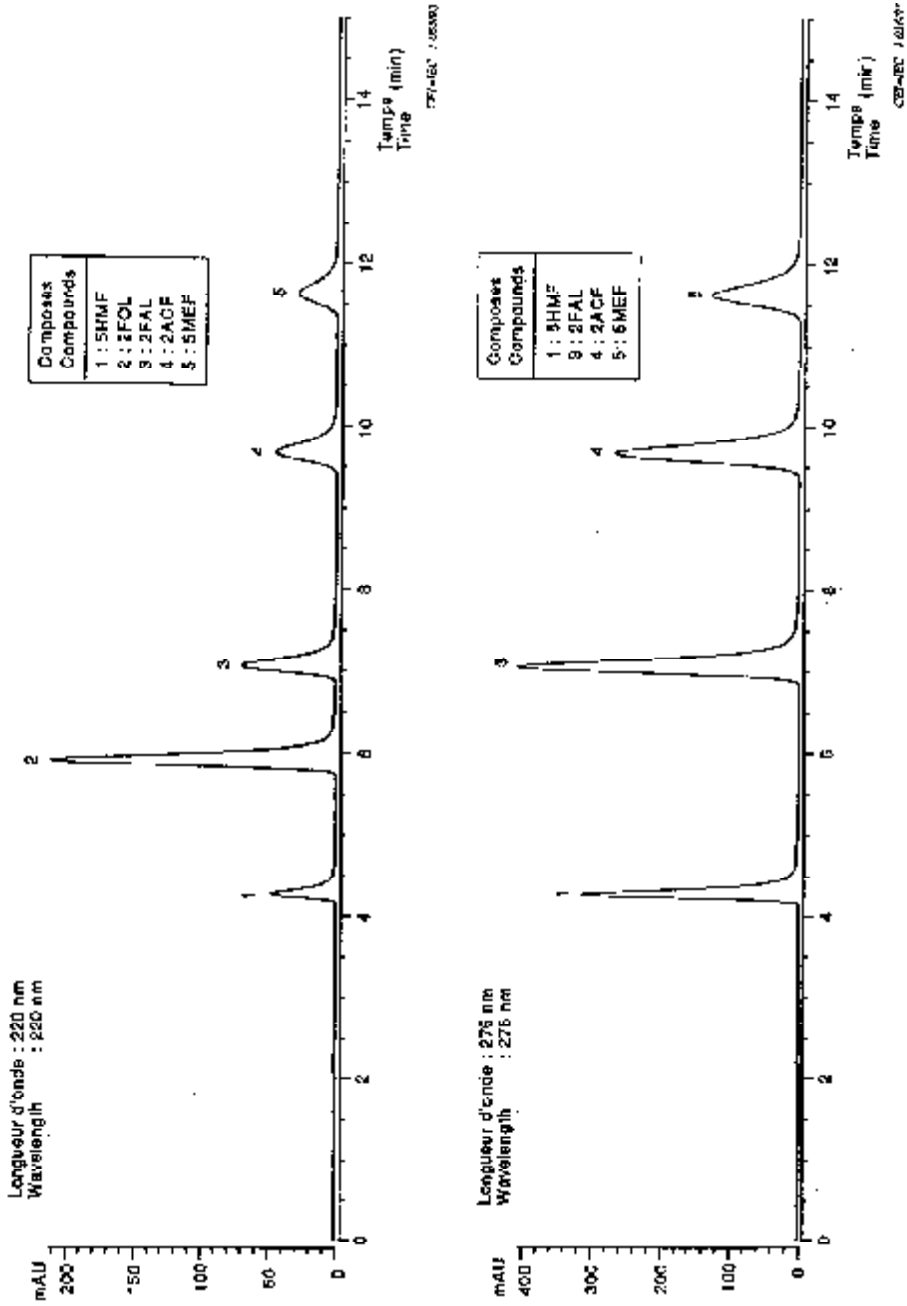


Figure 2 - Exemples de chromatogrammes enregistrés à deux longueurs d'ondes (220 nm et 276 nm)  
Examples of chromatograms recorded at two wavelengths (220 nm and 276 nm)

**Légendes de la figure 2**

Conditions analytiques utilisées pour obtenir le chromatogramme donné dans la figure 2

- Colonne phase inverse: C18  
taille des particules: 5µm  
Longueur: 250 mm  
diamètre intérieur: 4,6 mm
- Volume injecté: 10 µl

Conditions HPLC

Solvant A: eau

Solvant B: méthanol

**Table des gradients d'éluion en fonction du temps**

Temps	
00,00 – 15,00	débit: 0,750 ml/min solvant A: 60 % B: 40 %
15,01 – 25,00	débit: 0,750 ml/min à 1,000 ml/min solvant A: 0 % B: 100 %
25,01 – 30,00	débit: 1,000 ml/min à 0,750 ml/min solvant A: 60 % B: 40 %

Concentrations des analytes dans l'huile: 3 mg/kg

Méthode d'extraction: Méthode B

**Captions to figure 2**

Analytical conditions used to obtain the chromatograms given in figure 2

- Column reversed phase: C18  
particle size: 5 µm  
Length: 250 mm  
inner diameter: 4,6 mm
- Injected volume: 10 µl

HPLC conditions

Solvent A: water

Solvent B: methanol

**Liquid timetable**

Time	
00,00 – 15,00	flow: 0,750 ml/min solvent A: 60 % B: 40 %
15,01 – 25,00	flow: 0,750 ml/min to 1,000 ml/min solvent A: 0 % B: 100 %
25,01 – 30,00	flow: 1,000 ml/min to 0,750 ml/min solvent A: 60 % B: 40 %

Concentrations of analytes in oil: 3 mg/kg

Method of extraction: Method B

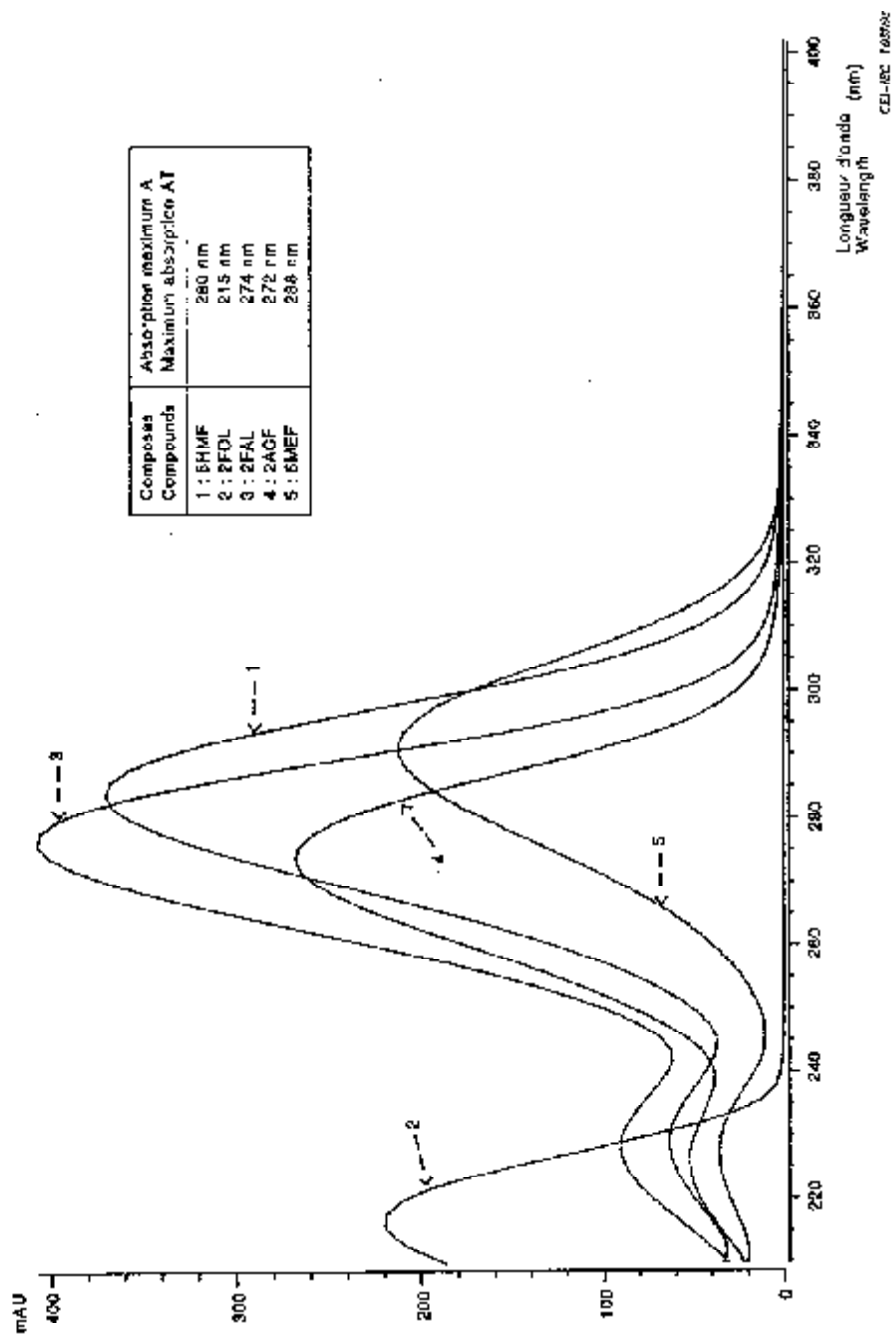


Figure 3 - Spectres UV des dérivés du 2-furfural  
UV spectra of the 2-furfural derivatives

**Publications de la CIEI préparées  
par le Comité d'Etudes n° 10**

156 (1963)	Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes.
247 (1978)	Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants.
295 (1982)	Spécification des huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillage de connexion. Modification n° 1 (1986).
376 (1971)	Nomenclature et réception de l'hexafluorure de soufre pur.
376A (1973)	Premier complément: Section treize: Taux d'huile minérale.
376B (1974)	Deuxième complément: Article 26.
422 (1989)	Guide de maintenance et de surveillance des huiles minérales isolantes en service dans les matériels électriques.
465 (1988)	Spécification pour huiles minérales isolantes neuves pour câbles à circulation d'huile.
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 (1992)	Guide d'échantillonnage de gaz et d'huile dans les matériels électriques immergés, pour l'analyse des gaz libres et dissous.
588 — Askarel	pour transformateurs et condensateurs
588-1 (1977)	Première partie: Généralités.
588-2 (1978)	Deuxième partie: Méthodes d'essai.
588-3 (1977)	Troisième partie: Spécifications pour askarel's purs.
588-4 (1979)	Quatrième partie: Guide pour la maintenance des askarels dans les transformateurs.
588-5 (1979)	Cinquième partie: Essai éliminatoire pour déterminer la compatibilité des matériaux avec les askarels pour transformateurs.
588-6 (1979)	Sixième partie: Essai éliminatoire pour déterminer les effets des matériaux sur les askarels pour condensateurs.
590 (1977)	Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques des huiles isolantes minérales neuves.
599 (1978)	Interprétation de l'analyse des gaz dans les transformateurs et autres matériels électriques remplis d'huile en service.
624 (1985)	Gassing des isolants liquides sous contraintes électrique et thermique.
666 (1979)	Détection et dosage d'additifs antioxydants spécifiés présents dans les huiles isolantes.
733 (1982)	Dosage de l'eau dans les huiles isolantes, dans les papiers et cartons imprégnés d'huile.
814 (1985)	Dosage de l'eau dans les diélectriques liquides par titration coulométrique de Karl Fischer automatique.
836 (1988)	Spécifications pour liquides silicones pour usages électriques.
867 (1995)	Isolants liquides — Spécifications pour liquides neufs à base d'hydrocarbures aromatiques de synthèse.
897 (1987)	Méthodes de détermination de la tension de claquage au champ à l'onde des liquides isolants.

(Suite)

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

156 (1963)	Method for the determination of the electric strength of insulating oils.
247 (1978)	Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity of insulating liquids.
295 (1982)	Specification for unused oil used insulating oils for transformers and switchgear. Amendment No. 1 (1986).
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 (1989)	Supervision and maintenance guide for mineral insulating oils in electrical equipment.
465 (1988)	Specification for unused insulating mineral oils for cables with oil ducts.
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 (1992)	Guide for the sampling of gases and oil from oil-filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases.
588 — Askarel	for transformers and capacitors.
588-1 (1977)	Part 1: General.
588-2 (1978)	Part 2: Test methods.
588-3 (1977)	Part 3: Specifications for new askarels.
588-4 (1979)	Part 4: Guide for maintenance of transformer askarels in equipment.
588-5 (1979)	Part 5: Screening test for compatibility of materials and transformer askarels.
588-6 (1979)	Part 6: Screening test for effects of materials on capacitor askarels.
590 (1977)	Determination of the aromatic hydrocarbon content of new mineral insulating oils.
599 (1978)	Interpretation of the analysis of gases in transformers and other oil filled electrical equipment in service.
624 (1985)	Gassing of insulating liquids under electrical stress and oxidation.
666 (1979)	Detection and determination of specified antioxidant additives in insulating oils.
733 (1982)	Determination of water in insulating oils, and in oil-impregnated paper and pressboard.
814 (1985)	Determination of water in insulating liquids by automatic coulometric Karl Fischer titration.
836 (1988)	Specifications for silicone liquids for electrical purposes.
867 (1995)	Insulating liquids — Specifications for unused liquids based on synthetic aromatic hydrocarbons.
897 (1987)	Methods for the determination of the lightning impulse breakdown voltage of insulating liquids.

(Continued)

**Publications de la CEI préparées  
par le Comité d'Etudes n° 10 (Suite)**

- 944 (1988) Guide de maintenance des liquides silicoles pour transformateurs.
- 962 (1988) Guide de maintenance et d'emploi des huiles lubrifiantes de pétrole pour turbines à vapeur.
- 963 (1988) Spécification pour polybutènes.
- 976 (1989) Méthodes de détermination du nombre et de la taille des particules dans les isolants liquides.
- 978 (1989) Guide de maintenance et d'emploi des fluides de régulation esters phosphates de triaryle pour turbines.
- 997 (1989) Détermination des polychlorobiphényles (PCB) dans les huiles minérales isolantes par chromatographie en phase gazeuse (CPG) sur colonnes remplies.
- 1039 (1990) Classification générale des isolants liquides.
- 1065 (1991) Méthode d'évaluation des propriétés d'écoulement à basse température des huiles minérales isolantes après vieillissement.
- 1099 (1992) Spécifications pour esters organiques de synthèse à usages électriques.
- 1100 (1992) Classification des isolants liquides selon le point de feu et le pouvoir calorifique inférieur.
- 1125 (1992) Isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures – Méthodes d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation.
- 1144 (1992) Méthode d'essai pour la détermination de l'indice d'oxygène des isolants liquides.
- 1181 (1993) Matériaux isolants imprégnés – Application de l'analyse des gaz dissous (DGA) lors d'essais en usine de matériels électriques.
- 1197 (1993) Isolants liquides – Propagation linéaire de la flamme – Méthode d'essai utilisant un tube en fibres de verre.
- 1198 (1993) Huiles minérales isolantes – Méthodes pour la détermination du 2-furfural et ses dérivés.
- 1203 (1992) Esters organiques de synthèse à usages électriques – Guide de maintenance des esters pour transformateurs dans les matériels.
- 1221 (1993) Produits pétroliers et lubrifiants – Fluides de régulation pour turbines, esters phosphates de triaryle (catégorie ISO-L-TCD) – Spécifications.

**IEC publications prepared  
by Technical Committee No. 10 (Continued)**

- 944 (1988) Guide for the maintenance of silicone transformer liquids.
- 962 (1988) Maintenance and use guide for petroleum lubricating oils for steam turbines.
- 963 (1988) Specification for unaged polybutenes.
- 976 (1989) Methods for counting and sizing particles in insulating liquids.
- 978 (1989) Maintenance and use guide for triaryl phosphate ester turbine control fluids.
- 997 (1989) Determination of polychlorinated biphenyls (PCBs) in mineral insulating oils by packed column gas chromatography (GC).
- 1039 (1990) General classification of insulating liquids.
- 1065 (1991) Method for evaluating the low temperature flow properties of mineral insulating oils after ageing.
- 1099 (1992) Specifications for unaged synthetic organic esters for electrical purposes.
- 1100 (1992) Classification of insulating liquids according to fire-point and net calorific value.
- 1125 (1992) Unaged hydrocarbon-based insulating liquids – Test methods for evaluating the oxidation stability.
- 1144 (1992) Test method for the determination of oxygen index of insulating liquids.
- 1181 (1993) Impregnated insulating materials – Application of dissolved gas analysis (DGA) to factory tests on electrical equipment.
- 1197 (1993) Insulating liquids – Linear flame propagation – Test method using a glass fibre tape.
- 1198 (1993) Mineral insulating oils – Methods for the determination of 2-furfural and related compounds.
- 1203 (1992) Synthetic organic esters for electrical purposes – Guide for maintenance of transformer esters in equipment.
- 1221 (1993) Petroleum products and lubricants – Triaryl phosphate ester turbine control fluids (category ISO-L-TCD) – Specifications.

Publications 1198

Typeset and printed by the IEC Central Office  
GENTVA, SWITZERLAND