

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

RECOMMANDATION DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

IEC RECOMMENDATION

Publication 74

Deuxième édition — Second edition

1963

Modifiée selon
Modification N° 1 (1973)
Modification N° 2 (1974)

Amended in accordance with
Amendment No 1 (1973)
Amendment No 2 (1974)

Méthode pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles isolantes

Method for assessing the oxidation stability of insulating oils



Droits de reproduction réservés — Copyright all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe
Genève, Suisse

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60074:1963+AMD1:1973+AMD2:1974 CSV

Withdwn

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

RECOMMANDATION DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

IEC RECOMMENDATION

Publication 74

Deuxième édition — Second edition

1963

Modifiée selon
Modification N° 1 (1973)
Modification N° 2 (1974)

Amended in accordance with
Amendment No 1 (1973)
Amendment No 2 (1974)

Méthode pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles isolantes

Method for assessing the oxidation stability of insulating oils



Droits de reproduction réservés — Copyright all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1 rue de Varembe

Genève, Suisse

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
Articles	
1 Introduction	6
2 Principe	6
3 Récipient d'essai	6
4 Quantité d'huile	8
5 Réactifs	8
6 Alimentation en oxygène	8
7 Conditions de nettoyage des récipients d'essai	8
8 Régime thermique et dispositifs de chauffage	8
9 Catalyseur	10
10 Durée de l'essai	10
11 Déterminations sur l'huile oxydée	12
12 Essais d'expertise	14
ANNEXE A Dimensions des grains d'une toile abrasive N° 00	16
ANNEXE B Détermination du diamètre maximal des pores d'un filtre en verre	18
ANNEXE C Spécification pour le thermomètre	22

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
1 Introduction	7
2 Principle	7
3 Test vessel	7
4 Quantity of oil	9
5 Reagents	9
6 Oxygen supply	9
7 Methods of cleaning the test vessels	9
8 Heating arrangements	9
9 Catalyst	11
10 Duration of test	11
11 Determinations on the oxidized oil	13
12 Referee tests	15
APPENDIX A Grain dimensions for a No. 00 abrasive cloth	17
APPENDIX B Determination of the maximum diameter of the pores of a glass filter	19
APPENDIX C Thermometer specification	23

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**MÉTHODE POUR ÉVALUER LA STABILITÉ
A L'OXYDATION DES HUILES ISOLANTES**

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la C E I en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux
- 3) Dans le but d'encourager cette unification internationale, la C E I exprime le vœu que tous les Comités nationaux ne possédant pas encore de règles nationales, lorsqu'ils préparent ces règles, prennent comme base fondamentale de ces règles les recommandations de la C E I dans la mesure où les conditions nationales le permettent
- 4) On reconnaît qu'il est désirable que l'accord international sur ces questions soit suivi d'un effort pour harmoniser les règles nationales de normalisation avec ces recommandations dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Les Comités nationaux s'engagent à user de leur influence dans ce but.

PRÉFACE

La présente recommandation a été établie par le Comité d'Etudes N° 10 Huiles isolantes

Après la parution en 1955 de la première édition, qui avait le statut d'un rapport sur les progrès effectués en vue de l'élaboration d'une recommandation, les études se poursuivaient et un projet de révision fut discuté lors d'une réunion tenue à Interlaken en 1961. A la suite de cette réunion, un projet fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en novembre 1961.

Les pays ci-après se sont prononcés explicitement en faveur de la publication

Allemagne	Norvège
Autriche	Pays-Bas
Belgique	Portugal
Canada	Roumanie
Danemark	Royaume-Uni
Etats-Unis d'Amérique	Suède
Finlande	Suisse
France	Tchécoslovaquie
Hongrie	Turquie
Israël	Union des Républiques Socialistes Soviétiques
Italie	

La présente publication comprend la deuxième édition parue en 1963, la Modification N° 1 parue en 1973 et la Modification N° 2 parue en 1974.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**METHOD FOR ASSESSING THE OXIDATION STABILITY
OF INSULATING OILS**

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the I E C on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense
- 3) In order to promote this international unification, the I E C expresses the wish that all National Committees having as yet no national rules, when preparing such rules, should use the I E C recommendations as the fundamental basis for these rules in so far as national conditions will permit
- 4) The desirability is recognized of extending international agreement on these matters through an endeavour to harmonize national standardization rules with these recommendations in so far as national conditions will permit. The National Committees pledge their influence towards that end.

PREFACE

This recommendation has been prepared by Technical Committee No 10, Insulating Oils

Following the issue of the first edition in 1955, which had the status of a report on the progress made in the work of preparing a recommendation, studies were continued and a draft revision was discussed at a meeting held at Interlaken in 1961. As a result of this meeting, a draft was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in November 1961.

The following countries voted explicitly in favour of publication

Austria	Netherlands
Belgium	Norway
Canada	Portugal
Czechoslovakia	Romania
Denmark	Sweden
Finland	Switzerland
France	Turkey
Germany	Union of Soviet Socialist Republics
Hungary	United Kingdom
Israel	United States of America
Italy	

This publication is formed by the second edition issued in 1963, Amendment No 1 issued in 1973 and Amendment No 2 issued in 1974.

MÉTHODE POUR ÉVALUER LA STABILITÉ A L'OXYDATION DES HUILES ISOLANTES

1 Introduction

La description de cette méthode précise les conditions de réalisation d'un processus de réactions physiques et physicochimiques successives beaucoup plus complexe qu'une propriété physique simple comme une masse volumique, une viscosité ou même une rupture par traction mécanique d'une éprouvette de métal

Il est donc indispensable que cet essai soit effectué sous la responsabilité d'un spécialiste tant pour ce qui concerne son exécution que son interprétation

Celles-ci, relativement aisées dans le cas d'une huile déjà connue, peuvent être beaucoup plus délicates quand il s'agit d'un produit nouveau. On sait, par exemple, que certains bruts contiennent actuellement plus de soufre qu'autrefois. Il y a donc lieu de craindre, en examinant une huile inconnue, dont les composés sulfureux peuvent contaminer le catalyseur métallique, de se trouver en présence de résultats anormaux même lorsque toutes les précautions ont été prises pour travailler avec un appareillage conforme et pour confier les manipulations à une équipe expérimentée.

Il faut conclure de ce qui précède que les cas extraordinaires devront faire l'objet d'une étude séparée. L'essai a été élaboré pour l'examen de distillats de pétrole pur raffinés. Son extension à d'autres produits constitue une extrapolation.

La méthode est applicable, en principe, aux huiles inhibées. Dans ce cas, des précautions complémentaires devront être éventuellement prises, l'essai exigeant nécessairement une durée beaucoup plus longue.

2 Principe

L'huile à essayer, au travers de laquelle barbote un courant d'oxygène, est maintenue à la température de 100°C en présence de cuivre métallique pendant un temps soigneusement noté. Le degré d'oxydation est caractérisé par la mesure du dépôt et de l'indice de neutralisation.

3 Récipient d'essai

Ce récipient est un tube d'essai en verre au borosilicate ou en verre neutre équipé d'un rodage 24/29 et dont les dimensions sont les suivantes :

longueur totale :	210 ± 2 mm
diamètre extérieur :	26 ± 0,5 mm
épaisseur de la paroi :	1,4 ± 0,2 mm
hauteur de la tête :	28 ± 2 mm
tube d'arrivée d'oxygène : — diamètre extérieur :	5,0 ± 0,4 mm
— épaisseur de la paroi :	0,8 ± 0,1 mm

Ce tube est équipé d'une tête du type Drechsel à laquelle est soudé le tube d'arrivée d'oxygène qui plonge dans le récipient d'essai jusqu'à 2-3 mm du fond de celui-ci et dont l'extrémité se termine par un biseau faisant un angle de 60° avec l'axe horizontal (voir figure 2, page 24)

METHOD FOR ASSESSING THE OXIDATION STABILITY OF INSULATING OILS

1 Introduction

The description of this method specifies the conditions for bringing about a series of successive physical and physico-chemical reactions of a much more complex nature than measurement of a simple physical property such as density, viscosity or even the fracture of a metal sample under tension.

It is, therefore, essential that such a test should be carried out under the supervision of an expert, both as regards the manner in which it is done and the interpretation of results.

These are relatively easy in the case of an already known oil, but may be much more difficult where a new product is concerned. It is known, for example, that certain unrefined oils now contain more sulphur than formerly. It may therefore be feared, when examining an unknown oil whose sulphurous constituents are liable to contaminate the metallic catalyst, that abnormal results will be obtained even if every care has been taken to utilise the correct apparatus and to entrust the operations to experienced staff.

The conclusion to be drawn from the above is that special cases will have to be studied separately. The test has been primarily designed for the examination of pure refined petroleum distillates. Its extension to other products is an extrapolation.

The method is, in principle, applicable to inhibited oils. In that case, it may be necessary to take extra precautions as the test necessarily takes much longer.

2 Principle

The oil to be tested, through which a stream of oxygen is bubbled, is maintained for a carefully measured period at a temperature of 100°C in the presence of metallic copper. The degree of oxidation is estimated by determining the amount of sludge and the neutralization value.

3 Test vessel

This consists of borosilicate or neutral glass test tube, provided with a 24/29 ground joint, of the following dimensions:

over-all length:	210 ± 2 mm
external diameter:	26 ± 0.5 mm
wall thickness:	1.4 ± 0.2 mm
height of the head:	28 ± 2 mm
oxygen inlet tube: — external diameter:	5.0 ± 0.4 mm
— wall thickness:	0.8 ± 0.1 mm

This test tube is fitted with a Drechsel head to which is attached the inlet tube which extends to within 2-3 mm of the bottom and has its end ground at an angle of 60° to the horizontal axis (see Figure 2, page 24).

4 Quantité d'huile

La quantité d'huile doit être $25 \pm 0,1\text{g}$

L'huile, mélangée par agitation, est préalablement filtrée sur filtre en verre fritté identique à celui défini au paragraphe 11.1

5 Réactifs

a) Oxygène

Obtenu par liquéfaction de l'air
pureté minimale 99,4 %

b) Heptane normal

Masse volumique à 20°C : 0,6836-0,6839

Indice de réfraction à 20°C 1,3876-1,3879

Température de congélation $-90,72^\circ\text{C}$ minimum

Distillation

50 % distillent entre $98,38$ et $98,48^\circ\text{C}$

La température s'élève au maximum de $0,20^\circ\text{C}$ entre les fractions correspondant à 20 et à 80 % *

c) Solution indicatrice

Solution de 2 g de bleu alcalin 6 B dans 100 ml d'alcool éthylique pur

d) Solution de titration

Solution alcoolique de potasse 0,1 N

6 Alimentation en oxygène

L'oxygène est parfaitement séché par passage dans de l'acide sulfurique concentré et sur de la chaux ordinaire ou sodée ou par tout autre procédé d'efficacité égale ou supérieure

Un flacon de 10 litres de capacité, servant de volant, régularise le débit d'oxygène dont l'excès barbote au travers d'une huile minérale contenue dans une éprouvette

Débit 1 litre/heure $\pm 0,1$ litre

La méthode de contrôle du débit est laissée au choix de l'expérimentateur

7 Conditions de nettoyage des récipients d'essai

Les tubes d'essai sont lavés chimiquement. Une méthode de nettoyage qui a été trouvée satisfaisante consiste à laver successivement avec de l'acétone, de l'eau distillée, puis avec de l'acide sulfurique concentré qui est éliminé par rinçage, d'abord à l'eau de la canalisation, puis à l'eau distillée

Les réactifs utilisés doivent être chimiquement purs

On sèche dans une étuve à air maintenue à $105-110^\circ\text{C}$ pendant au moins trois heures et on laisse refroidir à la température ordinaire dans un dessiccateur dans lequel les tubes d'essai sont conservés jusqu'au moment de l'emploi

8 Régime thermique et dispositifs de chauffage

Depuis le 1^{er} juillet 1975, les appareils de chauffage utilisés pour les essais d'arbitrage doivent être conformes à toutes les prescriptions indiquées ci-dessous

* L'heptane normal ainsi défini est identique à celui utilisé comme carburant de référence dans les essais d'indice d'octane pour carburants de moteurs à essence

4 Quantity of oil

The quantity of oil shall be 25 ± 0.1 g

The oil, mixed by stirring, is first filtered through a sintered glass filter, identical with that described under Sub-clause 11.1

5 Reagents

a) Oxygen

Obtained from liquid air
minimum purity 99.4%

b) Normal heptane

Density at 20°C 0.6836-0.6839

Refractive index at 20°C 1.3876-1.3879

Solidification temperature below or equal to -90.72°C

Distillation

50% distills between 98.38°C and 98.48°C

A maximum temperature rise of 0.20°C between 20 and 80% recovery *

c) Indicator solution

A solution of 2 g of alkali blue 6 B in 100 ml of pure ethyl alcohol

d) Titration solution

0.1 N alcoholic potassium hydroxide solution

6 Oxygen supply

The oxygen shall be thoroughly dried by passing it through concentrated sulphuric acid and over lime or soda lime, or by any other method of equal or greater efficacy

A 10 litre flask, acting as a surge vessel, smoothes the oxygen flow, excess of which bubbles through a mineral oil contained in a test tube

Flow rate 1 litre/hour ± 0.1 litre

The method used to check the flow rate is left to the discretion of the operator

7 Methods of cleaning the test vessels

The test tube shall be chemically cleaned. A method of cleaning which has been found satisfactory is to wash with acetone, distilled water, then with concentrated sulphuric acid which is removed by washing, first with tap water, then with distilled water

The reagents used must be of chemically pure grade

The apparatus is dried in an air oven at $105-110^{\circ}\text{C}$ for at least 3 hours, and then allowed to cool to room temperature in a desiccator in which the test-tubes are kept until they are used

8 Heating arrangements

Since 1st July 1975, the heating devices used for referee tests shall conform to all the requirements given below

* Normal heptane as described above is exactly the same as that used as a reference fuel in testing the octane index of internal combustion engine fuels

Pour les essais de routine, il est permis d'utiliser des blocs chauffants en alliage d'aluminium dont la surface d'élément a une température quelconque, à condition que la température de l'air situé à l'intérieur du tube à essai au niveau de la surface de l'élément chauffant ne soit pas inférieure à 70 °C

On utilise un bloc chauffant en alliage d'aluminium ou un bain d'huile, à contrôle thermostatique, pour maintenir l'échantillon d'huile dans autant de tubes à essai qu'on le désire, à $100 \pm 0,5$ °C (comme exemples, voir figures 3 et 5, pages 25 et 26) ¹ Cette température sera lue à l'aide d'un thermomètre² plongé dans un tube d'oxydation jusqu'à 5 mm de fond, ce tube d'oxydation sera rempli d'huile jusqu'à la ligne d'immersion du thermomètre et ensuite placé dans le dispositif de chauffage

La température de la paroi supérieure du dispositif chauffant doit être maintenue à 50 ± 5 °C Cette température est contrôlée à l'aide d'un thermomètre placé dans la cavité d'un bloc en aluminium (voir figure 4, page 26) Les faces de ce bloc, autres que celles en contact avec la surface supérieure du dispositif de chauffage, sont protégées par une isolation convenable (par exemple plaques d'amiante) de 4 mm d'épaisseur Ce bloc sera placé aussi près que possible des trous et à l'intérieur de la surface supérieure du dispositif de chauffage

Si on utilise un bloc chauffant en aluminium, les tubes d'oxydation sont insérés dans les trous sous une profondeur totale de 150 mm La profondeur des alésages dans la partie chauffante du bloc sera au moins de 125 mm et de petits colliers métalliques, traversant le couvercle isolant et entourant chaque tube d'oxydation, assureront le chauffage du tube sur une hauteur de 150 mm

Dans le cas de l'utilisation d'un bain d'huile, les tubes d'oxydation devront être immergés dans l'huile sous une profondeur de 137 mm et la hauteur totale dans le bain sera de 150 mm (voir la figure 5)

Pour les deux types de dispositif de chauffage, la hauteur du tube au-dessus de la paroi supérieure sera de 60 mm et le diamètre des trous devra être juste suffisant pour permettre l'introduction du tube d'oxydation S'il y a du jeu, on pourra utiliser des anneaux souples d'un diamètre intérieur de 25 mm que l'on placera autour des tubes et que l'on pressera contre le couvercle isolé du dispositif de chauffage

9 Catalyseur

Le cuivre métallique utilisé comme catalyseur d'oxydation est constitué par un fil de cuivre électrolytique pur commercial, non recuit, dont le diamètre est compris entre 1,00 et 1,02 mm Il est préparé comme suit

- Immédiatement avant usage, polir le fil de cuivre à l'aide d'une toile émeri N° 00 ou d'une autre toile abrasive équivalente (voir annexe A) Toute trace d'abrasif est éliminée à l'aide de papier filtre n'abandonnant pas de fibres, puis d'un drap sec n'abandonnant pas de fibres
- Enrouler une longueur de 30,5 cm ($\pm 0,1$ cm) de fil poli en une spirale ayant approximativement 2,2 cm de diamètre extérieur et une longueur d'environ 5,0 cm
- Nettoyer la spirale à fond en la trempant dans l'éther éthylique chimiquement pur, sécher à l'air et introduire immédiatement dans le récipient d'essai
- Le cuivre préparé ne peut plus être manipulé qu'à l'aide de pinces afin d'éviter toute souillure Le fil de cuivre ne sera pas réutilisé

10 Durée de l'essai

Le tube d'essai est introduit dans l'appareil porté préalablement à la température de régime La durée de l'essai est de 164 heures, calculée à partir du moment où l'huile atteint la température de 100 °C

¹ Il est recommandé que ces dispositifs de chauffage puissent également être utilisés à $120 \pm 0,5$ °C (stabilité à l'oxydation des huiles inhibées)

² Voir annexe C

For routine tests it is permitted to use aluminium alloy heating blocks with any top surface temperature provided that the temperature in the air space inside the test tube at the level of the heater top surface should not be less than 70 °C

A thermostatically controlled aluminium alloy heating block or oil bath may be used to maintain the oil in the desired number of oxidation tubes at the required temperature of 100 ± 0.5 °C (as examples, see Figures 3 and 5, pages 25 and 26) ¹ This temperature shall be read on a thermometer² inserted in an oxidation tube to within 5 mm from the bottom, this oxidation tube shall be filled with oil up to the immersion line of the thermometer and placed in the heating device

The temperature of the upper surface shall be kept at 50 ± 5 °C Measure this temperature by the use of a thermometer in a drilled aluminium block (see Figure 4, page 26) The surfaces of this block, other than that against the upper surface of the heating device, are protected by suitable insulation (e.g. asbestos sheets) of 4 mm thickness This block should be placed as near to the holes as practicable and within the area of the upper surface covering the heating device

When using an aluminium heating block, the oxidation tubes are inserted into the holes to an overall depth of 150 mm The depth of the holes in the heating part of the block shall be at least 125 mm and short metal collars, passing through the insulating cover and surrounding each oxidation tube, will ensure heating over the 150 mm length of the tube

In the case of oil baths, the oxidation tubes shall be immersed to a depth of 137 mm in the oil and to an overall depth of 150 mm in the bath (see Figure 5)

For both types of heating device, the height of the oxidation tubes above the upper surface shall be 60 mm and the diameter of the holes shall be just sufficient to allow insertion of the specified tube In the case of slackness, a 25 mm diameter O-ring may be placed around the tube and pressed against the insulated top

9 Catalyst

The metallic copper used as oxidation catalyst consists of a wire of non-annealed commercial electrolytic copper of diameter between 1.00 and 1.02 mm It is prepared as follows

- a) Immediately before use, the copper wire is polished with No. 00 emery cloth or an equivalent abrasive cloth (see Appendix A) All traces of abrasive are removed with a lintless filter paper and then with a dry, lintless cloth
- b) A piece of the polished wire 30.5 cm (± 0.1 cm) long is rolled into a spiral of approximately 2.2 cm external diameter and 5 cm long
- c) The spiral is thoroughly cleaned by dipping it into chemically pure ethyl ether, dried in air and immediately introduced into the test vessel
- d) To avoid contamination the prepared copper must be handled only with tweezers
The copper wire shall not be re-used

10 Duration of test

The test-tube is introduced into the apparatus previously brought to operational temperature The duration of the test is 164 hours, this being reckoned from the time when the oil reaches a temperature

¹ It is recommended that these devices could also be used at 120 ± 0.5 °C (oxidation stability of inhibited insulating oils)

² See Appendix C

et où la vitesse du courant d'oxygène est réglée à la valeur prescrite de 1 litre/heure. Le temps nécessaire pour ajuster le débit d'oxygène ne doit pas dépasser 10 minutes.

Les déterminations du dépôt et de l'indice de neutralisation, après 48 et 96 heures, ne seront effectuées que dans les cas où l'on désire établir une courbe de vieillissement.

11 Déterminations sur l'huile oxydée

11.1 Dépôt

La précipitation du dépôt est effectuée en suivant rigoureusement la technique décrite ci-après.

La prise initiale de 25 g d'huile vieillie artificiellement est versée, après une heure de refroidissement dans l'obscurité dans un Erlenmeyer de 500 ml à bouchon rodé. On utilise par fractions successives, 300 ml d'heptane normal pour recueillir par rinçage l'huile adhérent à l'éprouvette, à la spirale de cuivre et au tube d'arrivée de l'oxygène, la totalité de cet heptane est ajoutée à l'huile contenue dans l'Erlenmeyer.

On laisse ensuite reposer le mélange dans l'obscurité pendant 24 heures, à la température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$, avant de le filtrer sur filtre en verre préalablement séché jusqu'à poids constant. Le diamètre maximal des pores du filtre en verre, compris entre 5 et 15 microns, est déterminé suivant la méthode décrite en annexe B.

Au début de toute opération de filtration, opérer avec une dépression faible pour éviter la traversée du dépôt. Repasser les filtrats troubles.

Toute trace d'huile adhérente est soigneusement éliminée par des lavages répétés du dépôt à l'heptane normal. Le volume total d'heptane normal utilisé pour le lavage du dépôt est fixé à 150 ml. Le filtre contenant le dépôt est séché à 110°C jusqu'à poids constant.

Le dépôt adhérent au catalyseur, au tube d'essai et au tube d'amenée de l'oxygène est transféré par dissolution dans de petites portions de chloroforme — au total 30 ml — dans un creuset de porcelaine taré. On sèche à 110°C après évaporation du chloroforme jusqu'à poids constant et on ajoute le poids du résidu à celui du dépôt obtenu par précipitation par l'heptane normal.

Le dépôt total est exprimé en % du poids initial de l'huile.

Il importe de vérifier l'acidité de l'heptane normal de récupération provenant d'essais antérieurs, qui serait éventuellement utilisé. Un produit qui ne serait pas neutre devrait être purifié avant usage.

11.2 Indice de neutralisation

La solution heptanique séparée par filtration du dépôt est recueillie dans un ballon jaugé de 500 ml et portée à volume. L'indice de neutralisation est déterminé en triple sur des prises de 100 ml de la solution heptanique de l'huile.

Juste avant l'emploi, on prépare le solvant de titration de la façon suivante :

1 à 3 ml de la solution de bleu alcalin [5 c)] et une goutte de HCl , 0,1 N, pour sensibiliser l'indicateur sont ajoutés à 100 ml d'un mélange de 3 volumes de benzène et de 2 volumes d'alcool éthylique.

Ce mélange est neutralisé par de la potasse alcoolique 0,1 N jusqu'à coloration rouge comparable à celle d'une solution à 10% de nitrate de cobalt $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$. Cette coloration persistera pendant au moins quinze secondes.

Le solvant neutralisé est ajouté, en agitant, à 100 ml de la solution heptanique.

La solution est ensuite titrée à l'aide de potasse alcoolique 0,1 N à une température ne dépassant pas 25°C .

of 100°C and when the flow of oxygen has been adjusted to the prescribed rate of 1 litre/hour. The time taken to adjust the oxygen flow shall not exceed 10 minutes.

The measurements of sludge and neutralisation value, after 48 and 96 hours, are carried out only when it is desired to plot an ageing curve.

11 Determinations on the oxidized oil

11.1 Sludge formation

The sludge shall be precipitated by adhering strictly to the procedure described below.

The sample of 25 g of artificially aged oil is cooled in the dark for 1 hour, and is then poured into an Erlenmeyer flask of 500 ml capacity, fitted with a ground glass stopper. 300 ml normal heptane is then used to recover, by swilling, the oil adhering to the test-tube, copper spiral and oxygen lead-in tube, the heptane is then added to the oil in the flask.

The mixture is then allowed to stand in the dark for 24 hours, at a temperature of $20 \pm 2^\circ\text{C}$, before filtering through a glass filter, previously dried to constant weight. The maximum diameter of the pores of the glass filter shall be between 5 and 15 microns, and is determined in accordance with the method described in Appendix B.

At the start of filtering only a small pressure drop should be used, to prevent the sludge passing through the filter. Cloudy filtrates should be passed through a second time.

All traces of oil shall be carefully removed by repeated washing of the sludge with normal heptane. The total volume of the normal heptane used for the washing of the sludge shall be 150 ml. The filter containing the sludge is dried at 110°C to constant weight.

Sludge adhering to the catalyst, to the test-tube, and to the oxygen lead-in tube is dissolved, by dissolving it in small quantities of chloroform (a total of 30 ml), and transferred to a tared porcelain vessel. It is then dried at 110°C after the evaporation of the chloroform, to constant weight. The weight of the residue is added to that of the sludge obtained by precipitation with normal heptane.

The total sludge is expressed as a percentage of the initial weight of the oil.

If normal heptane recovered from previous tests is used, it is important that its acidity be checked before re-use. A product which is not neutral must be purified before use.

11.2 Neutralization value

The heptane solution obtained after filtering off the sludge is collected in a 500 ml measuring flask and made up to the mark with n-heptane. Three determinations of the neutralization value are made on 100 ml samples of the heptane/oil solution.

Immediately before use, the titration solvent is prepared as follows:

1 to 3 ml of the alkali blue solution and a drop of 0.1 N HCl to sensitize the indicator are added to 100 ml of a mixture of 3 parts of benzene to 2 parts of ethyl alcohol in volume.

The mixture is neutralized by 0.1 N potassium hydroxide to give a red colour comparable to that of a 10% solution of cobalt nitrate $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. This colour shall persist for at least 15 seconds.

The neutralized solvent is added, while stirring, to 100 ml of the heptane solution.

This solution is then titrated with 0.1 N alcoholic potassium hydroxide at a temperature not exceeding 25°C.

L'indice de neutralisation sera calculé d'après la formule

$$I_n = \frac{(n_2 - n_1) 5,61}{5}$$

dans laquelle

n_2 = nombre de millilitres de la solution alcoolique de potasse caustique 0,1 N nécessaire pour neutraliser la solution d'huile dans l'heptane normal

n_1 = nombre de millilitres de solution alcoolique de potasse caustique 0,1 N nécessaire pour neutraliser 100 ml d'heptane normal auxquels ont été ajoutés 100 ml du solvant de titration

12 Essais d'expertise

Compte tenu de la précision que l'on peut normalement attendre des déterminations élémentaires utilisées au cours de l'essai de stabilité à l'oxydation, on observe les prescriptions suivantes dans le cas d'essais d'expertise

a) Nombre d'éprouvettes

Les essais d'expertise sont exécutés simultanément en triple

b) Pesée du dépôt

Si l'écart maximal de poids entre les trois résultats par rapport à leur moyenne arithmétique ne dépasse pas la valeur maximale indiquée dans le tableau ci-dessous, l'essai est valable

La teneur en dépôt est la moyenne arithmétique des trois essais, exprimée en %

Poids du dépôt (moyenne) mg	Ecart maximal mg
jusqu'à 10	2
jusqu'à 20	4
jusqu'à 40	6
jusqu'à 50	8
jusqu'à 100	10
au-dessus de 100	20

c) Indice de neutralisation

Si l'écart maximal entre les trois résultats ne dépasse pas de plus de 40% leur moyenne arithmétique, l'essai est valable et la moyenne constitue le résultat

The neutralization value shall be calculated according to the following formula

$$\text{N V} = \frac{(n_2 - n_1) 5.61}{5}$$

where

n_2 = the number of millilitres of 0.1 N alcoholic potassium hydroxide solution necessary to neutralize the normal heptane/oil solution

n_1 = the number of millilitres of 0.1 N alcoholic potassium hydroxide solution necessary to neutralize 100 ml of normal heptane to which have been added 100 ml of the titration solvent

12 Referee tests

Taking into account the accuracy that can normally be expected from the basic measurements employed during the oxidation stability test, the following requirements apply to referee tests

a) Number of samples

Referee tests shall be carried out simultaneously in triplicate

b) Weight of sludge

If the spread between the three weights in relation to the arithmetical mean does not exceed the maximum value shown in the table below, then the test is valid

The sludge content is the arithmetical mean of the three tests expressed as a percentage

Weight of sludge found (mean) mg	Max. permissible spread of results mg
up to 10	2
up to 20	4
up to 40	6
up to 50	8
up to 100	10
above 100	20

c) Acidity

If the maximum spread between the three results does not exceed 40% of their arithmetic mean, then the test is valid and this mean is the result

ANNEXE A

DIMENSIONS DES GRAINS D'UNE TOILE ABRASIVE N° 00

Les grains utilisés dans la fabrication d'une toile abrasive N° 00 traverseront complètement un tamis de 67 mailles/cm (170 mailles/inch)

Les caractéristiques de la maille sont définies par les dimensions suivantes

Ouverture du tamis: 0,0089 cm (0,0035 in)

Diamètre du fil: 0 0061 cm (0,0024 in)

APPENDIX A

GRAIN DIMENSIONS FOR A No 00 ABRASIVE CLOTH

The emery grains used in the manufacture of a No 00 abrasive cloth shall pass completely through a 67 mesh/cm sieve (170 mesh/inch)

The mesh characteristics are defined by the following dimensions

Aperture width: 0 0089 cm (0 0035 in)

Wire diameter: 0 0061 cm (0 0024 in)

—

ANNEXE B

DÉTERMINATION DU DIAMÈTRE MAXIMAL DES PORES D'UN FILTRE EN VERRE

Il n'est pas aisé de déterminer le diamètre moyen des pores d'un filtre en verre

La détermination du diamètre maximal des pores fournit une indication valable du pouvoir de rétention du filtre, soit le diamètre maximal d'une particule sphérique pouvant le traverser

Le diamètre maximal des pores est déterminé en mesurant la pression d'air nécessaire pour faire passer la première bulle d'air au travers du filtre mouillé par le liquide à essayer

On utilise la relation

$$D = \frac{30\gamma}{P}$$

dans laquelle

D = diamètre du pore en microns,

γ = tension superficielle du liquide d'essai en dynes/centimètre,

P = pression observée, en millimètres de mercure

Pour vérifier un filtre présentant un diamètre maximal des pores de 5 à 15 microns, on utilisera comme liquide d'essai soit l'eau, soit le tétrachlorure de carbone

Le filtre lavé est complètement plongé dans le liquide d'essai dont une couche de plusieurs millimètres d'épaisseur restera sur la surface supérieure du filtre fixé sur l'appareil (figure 1 page 20)

APPENDIX B

DETERMINATION OF MAXIMUM DIAMETER OF THE PORES OF A GLASS FILTER

It is not easy to determine the mean diameter of the pores of a glass filter

The determination of the maximum diameter of the pores provides a valuable indication of the retaining capacity of the filter, that is the maximum diameter of a spherical particle that can pass through it

The maximum diameter of the pores is determined by measuring the air pressure necessary to cause the first air bubble to pass through the filter moistened by the liquid to be tested

The following relation is used

$$D = \frac{30 \gamma}{P}$$

in which

D = diameter, in microns, of the pore,

γ = surface tension of the test liquid in dynes/centimetre,

P = observed pressure, in millimetres of mercury

In order to check a filter having a maximum pore diameter of 5 to 15 microns either water or carbon tetrachloride is used as a test liquid

The washed filter is completely immersed in the test liquid of which a film of several millimetres thickness will remain on the upper surface of the filter attached to the apparatus (Figure 1, page 21)

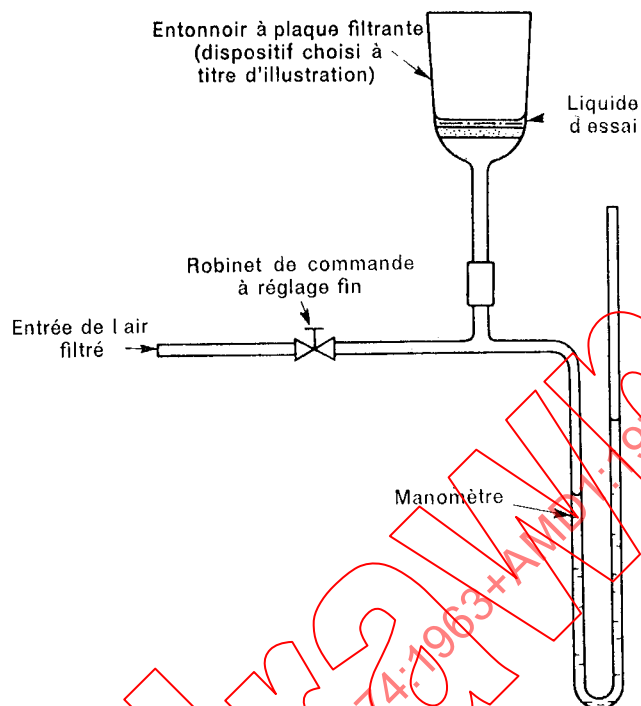


FIGURE 1

On applique sur le filtre une pression régulièrement croissante jusqu'à ce qu'une ou deux bulles d'air apparaissent dans le liquide au-dessus du filtre. La lecture du manomètre permet de calculer le diamètre maximal des pores. Ce manomètre peut être calibré directement en diamètres de pores.

Pour le filtre dont le diamètre maximal des pores est compris entre 5 et 15 microns, la lecture au manomètre, en millimètres de mercure, sera de 435-145 pour l'eau et de 160-55 pour le tétrachlorure de carbone.

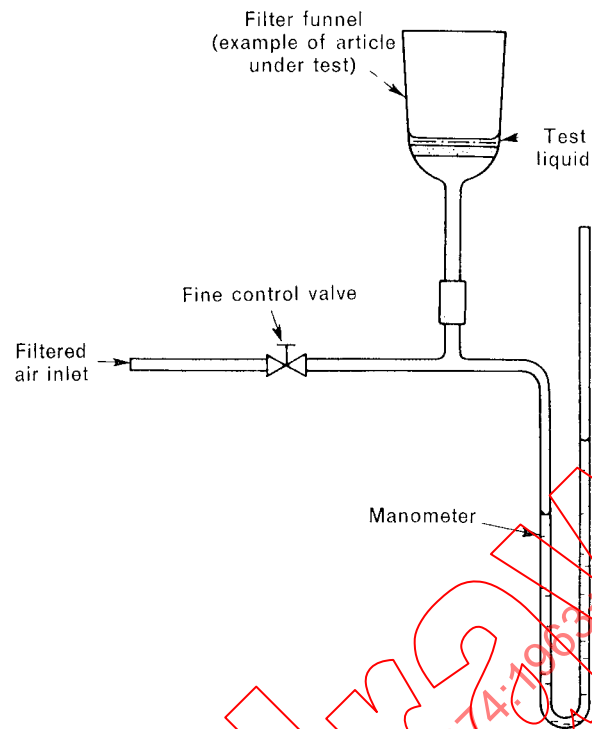


FIGURE 1

A uniformly increasing pressure is applied to the filter until one or two bubbles of air appear in the liquid above the filter. The manometer reading enables the maximum diameter of the pores to be calculated. This manometer can be directly calibrated in pore diameters.

For a filter whose maximum pore diameter is between 5 and 15 microns, the manometer reading in millimetres of mercury will be 435-145 for water and 160-55 for carbon tetrachloride.

ANNEXE C

SPÉCIFICATION POUR LE THERMOMÈTRE

Echelle	72 °C à 126 °C
Ligne d'immersion, depuis le bas	100 mm
Graduations	
Subdivisions	0,2 deg C
Longs traits tous les	1 deg C
Indication chiffrée, tous les	2 deg C
Erreur d'échelle, maximum	0,2 deg C
Chambre d'expansion permettant le chauffage jusqu'à	150 °C
Longueur totale	395 ± 5 mm
Diamètre de la tige	6 mm à 7 mm
Longueur du réservoir	15 mm à 20 mm
Diamètre du réservoir	Pas supérieur à celui de la tige
Distance du bas du réservoir à 72 °C	125 mm à 145 mm
Distance entre le sommet de la chambre de contraction et le bas du réservoir	35 mm

Note - Le thermomètre ASTM 40 C est conforme à ces prescriptions