

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Insulating liquids – Unused modified or blended esters for electrotechnical applications

Isolants liquides – Esters neufs modifiés ou mélangés pour applications électrotechniques

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 63012:2019



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2019 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, 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 either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigendum or an amendment might have been published.

IEC publications search - webstore.iec.ch/advsearchform

The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and once a month by email.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: sales@iec.ch.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary on electrotechnology, containing more than 22 000 terminological entries in English and French, with equivalent terms in 16 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

67 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and Definitions clause of IEC publications issued since 2002. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

A propos de l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC

Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Recherche de publications IEC -

webstore.iec.ch/advsearchform

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et une fois par mois par email.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: sales@iec.ch.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire d'électrotechnologie en ligne au monde, avec plus de 22 000 articles terminologiques en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 16 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

67 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et Définitions des publications IEC parues depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Insulating liquids – Unused modified or blended esters for electrotechnical applications

Isolants liquides – Esters neufs modifiés ou mélangés pour applications électrotechniques

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 29.040.10

ISBN 978-2-8322-6894-0

Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.

CONTENTS

FOREWORD	4
INTRODUCTION	6
1 Scope	7
2 Normative references	7
3 Terms and definitions	9
4 Classification	10
4.1 General	10
4.2 Fire performance classification	10
4.3 Viscosity classification	10
5 Properties, significance and test methods	10
5.1 Physical properties	10
5.1.1 Appearance	10
5.1.2 Colour	11
5.1.3 Viscosity	11
5.1.4 Lubricity	11
5.1.5 Thermal conductivity	11
5.1.6 Thermal expansion coefficient	11
5.1.7 Specific heat capacity	11
5.1.8 Pour point	11
5.1.9 Water content	12
5.1.10 Water saturation	12
5.1.11 Density	12
5.1.12 Interfacial tension	12
5.2 Electrical properties	12
5.2.1 AC breakdown voltage	12
5.2.2 Lightning impulse breakdown voltage	12
5.2.3 Partial discharge inception voltage (PDIV)	13
5.2.4 Dielectric dissipation factor (DDF)	13
5.2.5 Relative permittivity (dielectric constant)	13
5.2.6 DC resistivity	13
5.2.7 Electrostatic charging tendency (ECT)	13
5.3 Chemical properties	13
5.3.1 Acidity	13
5.3.2 Additive content	13
5.3.3 Corrosive and potentially corrosive sulphur compounds	13
5.3.4 Methanol content	14
5.4 Properties related to long term performance	14
5.4.1 Oxidation stability	14
5.4.2 Operating temperature	14
5.4.3 Material compatibility	15
5.4.4 Stray gassing	15
5.4.5 Gassing tendency	15
5.5 Health, safety and environmental properties	15
5.5.1 General	15
5.5.2 Polychlorinated biphenyls (PCBs)	15
5.5.3 Environmental toxicity	15

5.5.4	Flash point and fire point	15
5.5.5	Sustainability	16
5.5.6	Biodegradation	16
5.5.7	Disposal	16
6	Minimum performance requirements	16
7	Identification and general delivery requirements	16
Annex A (informative)	Miscibility and compatibility of liquids and retrofilling of transformers	19
Bibliography		20
Table 1	– Required performance characteristics of modified or blended esters	17
Table 2	– Optional performance characteristics of modified or blended esters	18

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 63012:2019

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

INSULATING LIQUIDS – UNUSED MODIFIED OR BLENDED ESTERS FOR ELECTROTECHNICAL APPLICATIONS

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). 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. 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 IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 63012 has been prepared by IEC Technical Committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

The text of this International Standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
10/1078/FDIS	10/1082/RVD

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

This document has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific document. At this date, the document will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 63012:2019

INTRODUCTION

Electrical insulation and heat transfer are essential functions of insulating liquids for electrotechnical applications. Until recently, these liquids have been normally homogeneous, selected from different categories, such as most common mineral oils or newer synthetic esters, natural esters or silicone liquids. The continuous research for improvement of performance characteristics of equipment drives an interest in exploring benefits from combinations of liquids. Some known examples of desired improved characteristics include optimized liquid cost, increased cooling performance, improved flash point, extended insulation life or reduced environmental impacts.

Currently, international standards exist for specifically defined liquid categories (mineral oils, synthetic esters, natural esters, silicone liquids). None of them cover chemically modified natural ester liquids or blends of various esters. Moreover, the existing standards do not cover synthetic esters whose characteristics may go beyond the limits defined in IEC 61099.

Some modified esters or their blends are already available as commercial products by liquid suppliers. Examples are:

- Palm fatty acid ester with low viscosity of 5 mm²/s at 40 °C and with flash point of 176 °C.
- Blend of triglycerides (50 %) and monoesters (50 %) with low viscosity of 17 mm²/s at 40 °C and with flash point of 200 °C.

The number of sources for ester liquids or their blends is expected to grow over the coming years. Such liquids need to be characterized to confirm suitability for the intended application by the user. Performance characteristics of blends should not be solely assumed from performance characteristics of their individual components. This document is to provide minimum requirements on characterization of new compositions.

WARNING

This document sets performance criteria for unused modified/synthesized or blended esters earmarked for electrical applications. This document does not purport to address all the safety problems associated with their use. It is the responsibility of the user of this document to establish appropriate health and safety practices and determine the applicability of regulatory limitation prior to use.

Performance of some of the tests mentioned in this document could lead to a hazardous situation. Attention is drawn to the relevant standard test method for guidance.

The disposal of liquids, chemicals and sample containers mentioned in this document should be carried out in accordance with current local and national legislation with regards to the impact on the environment. Every precaution should be taken to prevent the release of the liquid into the environment.

INSULATING LIQUIDS – UNUSED MODIFIED OR BLENDED ESTERS FOR ELECTROTECHNICAL APPLICATIONS

1 Scope

This document defines requirements for the characterization of unused modified esters or blends of unused esters used as insulating liquids for electrotechnical applications. It does not cover liquids that contain any proportion of used liquids.

The liquids covered by this document are intended mainly for transformer applications.

Unused modified/synthesized esters are derived from a natural or synthetic base, or are blends of both. This document covers a variety of ester liquids not covered by other standards specific to natural esters (IEC 62770) or synthetic esters (IEC 61099).

As it addresses various categories of liquids, this document also covers a wide range of values for certain performance characteristics. An important property is viscosity, which can affect the design and cooling performance of electrical equipment. A categorization is defined based on the kinematic viscosity of the different liquids. The category of low viscosity ester liquids is established.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60156, *Insulating liquids – Determination of the breakdown voltage at power frequency – Test method*

IEC 60247, *Insulating liquids – Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) and d.c. resistivity*

IEC 60666, *Detection and determination of specified additives in mineral insulating oils*

IEC 60628, *Gassing of insulating liquids under electrical stress and ionization*

IEC 60814, *Insulating liquids – Oil-impregnated paper and pressboard – Determination of water by automatic coulometric Karl Fischer titration*

IEC 60897, *Methods for the determination of the lightning impulse breakdown voltage of insulating liquids*

IEC 61099:2010, *Insulating liquids – Specifications for unused synthetic organic esters for electrical purposes*

IEC 61125, *Insulating liquids – Test methods for oxidation stability – Test method for evaluating the oxidation stability of insulating liquids in the delivered state*

IEC TR 61294, *Insulating liquids – Determination of the partial discharge inception voltage (PDIV) – Test procedure*

IEC 61619, *Insulating liquids – Contamination by polychlorinated biphenyls (PCBs) – Method of determination by capillary column gas chromatography*

IEC 61620, *Insulating liquids – Determination of the dielectric dissipation factor by measurement of the conductance and capacitance – Test method*

IEC 62021-3, *Insulating liquids – Determination of acidity – Part 3: Test methods for non-mineral insulating oils*

IEC 62535, *Insulating liquids – Test method for detection of potentially corrosive sulphur in used and unused insulating oil*

IEC 62697-1, *Test method for quantitative determination of corrosive sulfur compounds in unused and used insulating liquids – Part 1: Test method for quantitative determination of dibenzyl disulfide (DBDS)*

IEC 62770, *Fluids for electrotechnical applications – Unused natural esters for transformers and similar electrical equipment*

IEC 62961, *Insulating liquids – Test methods for the determination of interfacial tension of insulating liquids – Determination with the ring method*

ISO 2049, *Petroleum products – Determination of colour (ASTM scale)*

ISO 2211, *Liquid chemical products – Measurement of colour in Hazen units (platinum-cobalt scale)*

ISO 2592, *Petroleum and related products – Determination of flash and fire points – Cleveland open cup method*

ISO 2719, *Determination of flash point – Pensky-Martens closed cup method*

ISO 3016, *Petroleum products – Determination of pour point*

ISO 3104, *Petroleum products – Transparent and opaque liquids – Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity*

ISO 3675, *Crude petroleum and liquid petroleum products – Laboratory determination of density – Hydrometer method*

ISO 12185, *Crude petroleum and petroleum products – Determination of density – Oscillating U-tube method*

EN 14210, *Surface active agents – Determination of interfacial tension of solutions of surface active agents by the stirrup or ring method*

ASTM D1275, *Standard test method for corrosive sulphur in electrical insulating liquids*

ASTM D1903, *Standard practice for determining the coefficient of thermal expansion of electrical insulating liquids of petroleum origin, and askarels*

ASTM D3300, *Standard test method for dielectric breakdown voltage of insulating oils of petroleum origin under impulse conditions*

ASTM D4172, *Standard test method for wear preventive characteristics of lubricating fluid (four-ball method)*

ASTM D7150, *Standard test method for the determination of gassing characteristics of insulating liquids under thermal stress*

ASTM D7896, *Standard test method for thermal conductivity, thermal diffusivity and volumetric heat capacity of engine coolants and related fluids by transient hot wire liquid thermal conductivity method*

ASTM E1269, *Standard test method for determining specific heat capacity by differential scanning calorimetry*

DIN 51350-1, *Testing of lubricants – Testing in the four-ball tester – Part 1: General working principles*

DIN 51350-2, *Testing of lubricants – Testing in the four-ball tester – Part 2: Determination of welding load of liquid lubricants*

DIN 51350-3, *Testing of lubricants – Testing in the four-ball tester – Part 3: Determination of wearing characteristics of liquid lubricants*

OECD 301-B, *OECD Guidelines for the testing of chemicals – Section 3: Environmental fate and behaviour – 301 Ready biodegradability – 301 B: CO₂ Evolution test*

OECD 301-C, *OECD Guidelines for the testing of chemicals – Section 3: Environmental fate and behaviour – 301 Ready biodegradability – 301 C: Modified MITI test*

OECD 301-F, *OECD Guidelines for the testing of chemicals – Section 3: Environmental fate and behaviour – 301 Ready biodegradability – 301 F: Manometric respirometry test*

U.S. Environmental Protection Agency, EPA 712-C-98-076, *US EPA OPPTS Series 835: Fate, transport and transformation test guidelines – Group C: Laboratory biological transformation test guidelines – 835.3110 Ready biodegradability*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia: available at <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: available at <https://www.iso.org/obp/ui>

3.1

unused insulating liquid

liquid as delivered by the supplier which has not been used in, or been in contact with electrical equipment or other equipment not required for its manufacture, storage or transport

3.2

ester insulating liquid

insulating liquid consisting of fatty acid esters

Note 1 to entry: Fatty acid esters are commonly prepared from the reaction of alcohols and carboxylic acids or found naturally in vegetable oils and fats.

3.3

modified ester insulating liquid

ester insulating liquid which has been made/synthesized or altered by chemical reaction

Note 1 to entry: The chemical reaction could come about by means of organic chemistry processes, or biochemical processes including enzymatic reactions.

Note 2 to entry: Modified ester insulating liquids can, for example, be composed of triglycerides, polyol esters, fatty acid monoesters, fatty acid diesters or combinations thereof.

3.4

blended ester insulating liquid

homogeneous combination of unused natural, synthetic and/or modified esters that are miscible

Note 1 to entry: The natural esters in this definition are those defined in IEC 62770, synthetic esters in this definition are those defined in IEC 61099.

3.5

additive

chemical substance which is deliberately added to an insulating liquid in small proportion in order to improve certain characteristics

4 Classification

4.1 General

As it addresses various compositions of insulating liquids, this document also covers a range of values for certain performance characteristics when these are compared to other recognized liquids with precisely defined performance characteristics. Therefore, the following categorizations are established.

4.2 Fire performance classification

The insulating liquids are classified for fire performance according to IEC 61039.

4.3 Viscosity classification

Viscosity influences heat transfer and therefore the temperature rise of the equipment. The lower the viscosity, the easier the liquid circulates leading to improved heat transfer.

Viscosity of natural esters and some synthetic esters is usually higher than that of mineral oil. This requires special considerations at the equipment design stage and may affect performance of equipment at low temperatures, too. Adjustment of modified or blended ester composition allows for tailoring the viscosity and other properties to fit the equipment design requirements.

Based on the viscosity, the liquids are classified as in Table 1. The category V1 refers to esters of low viscosity, similar to mineral oils. The category V2 refers to esters of higher viscosity than V1, but still lower than typical synthetic or natural esters. The category V3 refers to modified or blended esters that do not show low viscosity characteristics.

NOTE At the stage of development of this document, there are no commercial modified or blended esters with viscosity category V3. This category makes provision for future technical developments.

5 Properties, significance and test methods

5.1 Physical properties

5.1.1 Appearance

A visual inspection of unused modified or blended esters (with light transmitted through approximately 10 cm thickness of the liquid at ambient temperature) shall not indicate the presence of visible contaminants, free water or suspended matter.

5.1.2 Colour

If required, colour shall be measured according to ISO 2211 (Hazen scale) or ISO 2049 (ASTM scale).

5.1.3 Viscosity

Kinematic viscosity shall be measured according to ISO 3104 and reported at 40 °C. The user can request viscosity values in the range of temperatures 0 °C to 100 °C (with at least three points: 0 °C, 40 °C and 100 °C).

NOTE Another suitable method for viscosity measurement is given in ASTM D7042.

It is beneficial to have the value of viscosity at temperatures below 0 °C to understand the behaviour of the liquid in temperatures near the pour point, for example at –20 °C.

NOTE Viscosity at very low temperatures can be measured according to IEC 61868.

At low temperatures, the resulting higher viscosity of liquid is a critical factor for the cold start of transformers with natural liquid circulation (no forced circulation and therefore possible overheating at the hot spots) and negatively influences the speed of moving parts, such as in power circuit breakers, switchgear, on-load tap changer mechanisms, pumps and regulators. Lowest cold start energizing temperature (LCSET) requirements should be agreed upon between supplier and purchaser.

5.1.4 Lubricity

If liquid is to be used in equipment with moving parts, for example switching equipment, tap changers, the lubricity shall be measured. The test method shall be that given in ASTM D4172 or DIN 51350 (parts 1 through 3). In the case of ASTM D4172, the test parameters shall be: load 392 N, rotation speed 1 200 r/min temperature 75 °C, duration 60 min.

5.1.5 Thermal conductivity

Thermal conductivity shall be measured in accordance with ASTM D7896 and the value shall be given by the manufacturer.

NOTE Users can request that the thermal conductivity be measured at a range of temperatures, e.g. 0 °C to 100 °C (at least three points), for calculating the thermal performance of the equipment in different conditions.

5.1.6 Thermal expansion coefficient

Thermal expansion coefficient shall be measured in accordance with ASTM D1903 and the value shall be reported by the manufacturer.

NOTE Users can request that the thermal expansion coefficient be measured at a range of temperatures, e.g. 0 °C to 100 °C (at least three points), for calculating the thermal performance of the equipment in different conditions.

5.1.7 Specific heat capacity

Specific heat shall be measured in accordance with ASTM E1269 and the value shall be given by the manufacturer.

NOTE Users can request that the specific heat capacity be measured at a range of temperatures, e.g. 0 °C to 100 °C (at least three points), for calculating the thermal performance of the equipment in different conditions.

5.1.8 Pour point

Pour point of insulating liquid is the lowest temperature at which the liquid is just sufficiently fluid to flow at test conditions. Pour point shall be measured in accordance with ISO 3016. Table 1 gives the requirement for a maximum pour point of –25 °C acceptable for modified or blended esters. A lower value may be required by end users based on regional ambient

conditions. It is recommended that the pour point should be minimum 10 K below the lowest cold start energizing temperature (LCSET). LCSET requirements should be agreed upon between supplier and purchaser.

Crystallization behaviour of modified or blended esters depends on time and temperature. Crystals should not be present in the liquid at application temperature; precautions shall be taken if liquid temperature inside the electrical device is lower than 0 °C. Below this temperature, the thermal, mechanical and dielectric behaviour of the device with modified or blended esters can be adversely affected.

NOTE For the evaluation of crystallization, a method is described in IEC 61099:2010, Annex A. The cloud point, an indication of crystallization, can be measured according to the methods given in ISO 3015 or AOCS Cc 6-25.

5.1.9 Water content

The water content of modified or blended esters affects their dielectric properties. Water content shall be measured in accordance with IEC 60814.

5.1.10 Water saturation

Water saturation is defined as a maximum amount of water that can be dissolved in the insulating liquid at a specific temperature. If required, water saturation should be measured and the value should be given by the manufacturer for a range of temperatures (e.g. 20 °C to 100 °C). The test method shall be reported with test results.

NOTE For information refer to CIGRE Brochure 349 and CIGRE Brochure 741.

5.1.11 Density

Density of modified or blended esters shall be measured in accordance with ISO 12185 and reported at 20 °C (reference method), but ISO 3675 is also acceptable. The test method shall be reported.

NOTE 1 Another suitable method for density measurement is given in ASTM D7042.

NOTE 2 Users can request that the density be measured at a range of temperatures, e.g. 0 °C to 100 °C (at least three points), for calculating the thermal performance of the equipment in different conditions.

5.1.12 Interfacial tension

The interfacial tension between insulating liquids and water provides a means of detecting soluble polar contaminants and products of degradation. If requested, the following standards shall be used for the determination of interfacial tension: IEC 62961 or EN 14210.

5.2 Electrical properties

5.2.1 AC breakdown voltage

Breakdown voltage of unused modified or blended esters shall be measured in accordance with IEC 60156, which was developed for mineral oils. However, due to the high viscosity of some modified or blended esters, the set-up time before application of the voltage and resting time between voltage applications shall be extended as suggested in IEC 60156.

5.2.2 Lightning impulse breakdown voltage

If required, for characterization of the lightning impulse breakdown voltage of the liquid, IEC 60897 shall be used. Alternatively, ASTM D3300 can be used. Similarly to the AC breakdown voltage and due to the higher viscosity of some modified or blended esters, the set-up time before application of the voltage and resting time between voltage applications shall be extended as suggested in IEC 60156. The test method shall be reported.

5.2.3 Partial discharge inception voltage (PDIV)

If required, for the characterization of the PDIV of the liquid, IEC TR 61294 shall be used.

5.2.4 Dielectric dissipation factor (DDF)

DDF is a measure of dielectric losses caused by the liquid. A high DDF can indicate contamination of the liquid with moisture, particles or soluble polar contaminants or poor manufacturing quality. DDF shall be measured in accordance with IEC 60247 or IEC 61620 at 90 °C. The test method shall be reported. In case of dispute, IEC 60247 at 90 °C shall be used.

NOTE Users can require that the DDF be measured at other temperatures.

5.2.5 Relative permittivity (dielectric constant)

Relative permittivity (dielectric constant) is the ratio of the amount of electric energy stored in the liquid at an applied voltage, relative to that stored in a vacuum. It shall be measured in accordance with IEC 60247 at 90 °C, and reported.

5.2.6 DC resistivity

If required, the DC resistivity shall be measured in accordance with IEC 60247.

5.2.7 Electrostatic charging tendency (ECT)

The ECT of liquid is an important property for certain designs of transformers which have liquid pumping rates that can give rise to the build-up of electrostatic charge. This charge can result in energy discharge causing transformer failure.

A method to measure ECT is proposed by CIGRE Technical Brochure 170.

5.3 Chemical properties

5.3.1 Acidity

Acidity shall be measured in accordance with IEC 62021-3.

NOTE The acidity of unused ester liquids is typically higher than that of mineral oils.

5.3.2 Additive content

Additives include antioxidants, pour point depressants, electrostatic charging tendency depressants, metal passivators or deactivators, antifoam agents, refining process improvers, etc. The antioxidant additive slows down the oxidation of ester liquids and, in turn, the formation of gels and acidity. One such antioxidant is phenolic 2,6-di-tert-butyl-p-cresol (DBPC), also known as butylated hydroxytoluene (BHT), but others are also used. Detection and measurement of defined antioxidant and other additives shall be in accordance with IEC 60666 or other appropriate methods. Appropriate methods are normally those which have published precision data where repeatability, reproducibility and limit of detection are known.

The function, chemical nature and concentrations of additives shall be declared.

The total concentration of additives shall be less than a weight fraction of 5 %.

5.3.3 Corrosive and potentially corrosive sulphur compounds

Corrosive and potentially corrosive compounds are detected by placing copper in contact with insulating liquid under standardized conditions (IEC 62535 or ASTM D1275). Known corrosive

or potentially corrosive sulphur compounds such as dibenzyl disulphide (DBDS) shall not be present above the detection limit (IEC 62697-1).

Under the influence of heat, sulphur containing molecules may decompose and react with metal surfaces to form metal sulphide layers. Switching equipment often features silver-plated contacts, which are very sensitive to reactions with certain sulphur compounds. The contact resistance may increase or silver-sulphide layers may flake off, promoting flashovers. The test method in DIN 51353 is an appropriate method to detect reactions of corrosive sulphur with silver.

NOTE 1 Corrosive sulphur compounds are not naturally present in ester liquids in general. The test, however, can verify that additives are non-corrosive and that cross-contamination with potentially corrosive liquids has not occurred.

NOTE 2 Another suitable method to assess potential corrosivity is described in IEC TR 62697-2.

5.3.4 Methanol content

The standard test method for measuring methanol content (IEC 63025 series¹) is at the development stage.

5.4 Properties related to long term performance

5.4.1 Oxidation stability

For the evaluation of oxidation stability performance, IEC 61125 shall be used. The resistance to oxidation is evaluated based on the amount of sludge, total acidity and dielectric dissipation factor or from the time it takes to develop a given amount of volatile acidity (induction period). Additionally, for modified or blended esters the viscosity change during the oxidation stability test shall be measured.

For liquids intended for use in sealed systems, IEC 61125 shall be used with 48 h test duration, and minimum performance requirement limits are based on IEC 62770. If requested, the amount of sludge shall be reported.

For liquids intended for use in free breathing systems or other applications, IEC 61125 shall be used with 164 h test duration, and minimum performance requirement limits are based on IEC 61099. If requested, the DDF and viscosity change shall be reported.

NOTE Oxidation stability according to IEC 61125 at 500 h is an optional extra stability test. No performance limits are defined in this document.

5.4.2 Operating temperature

IEC 60076-14 provides guidance on the maximum acceptable temperatures for operation of ester liquids. Those are based on typical K-class natural esters and synthetic esters in accordance with IEC 62770 and IEC 61099, respectively. While the temperature performance of the modified or blended esters could be expected to be better than that of mineral oil due to the nature of ester liquids, guidance on applicable temperatures in IEC 60076-14 may not apply to the liquids under the scope of this document. Individual evaluation of liquid performance shall be made to establish acceptable limits for the operating temperature. Currently, there are no standard IEC methods for this evaluation. As a minimum, the side-by-side comparison of liquid performance at selected temperatures shall be made against the natural or synthetic esters according to IEC 62770 or IEC 61099, respectively.

¹ The IEC 63025 series is under consideration. Stage at the time of publication, IEC ACD 63025-1:2019 and IEC ACD 63025-2:2019.

5.4.3 Material compatibility

Compatibility of the dielectric liquid with materials it may come into contact with shall be determined under the standard operating conditions of the application. This refers to the list of materials, operating temperatures range, free breathing versus sealed system, etc.

There is no current ISO or IEC test method for material compatibility evaluation. However, there are references for material compatibility, such as ASTM D471, ASTM D4289, ASTM D3455. They could be used as guides for defining the compatibility test procedures.

NOTE See also Annex A.

5.4.4 Stray gassing

Gases such as hydrogen, ethane and carbon oxides can be generated from ester-based liquids under normal operating conditions in the absence of thermal or electrical fault. These gases are referred to as 'stray gases'. If requested, stray gassing characteristics of liquids shall be determined in accordance with ASTM D7150.

NOTE A new test method is under development and will be included in the next edition of IEC 60296, under preparation.

5.4.5 Gassing tendency

By definition, the gassing tendency is the ability of the liquid to absorb or evolve gases (hydrogen only) under electrical corona or partial discharge. The measurement shall be made in accordance with method A in IEC 60628.

5.5 Health, safety and environmental properties

5.5.1 General

These are the properties that are related to safe handling of modified or blended esters and minimization of their adverse impact.

In some countries there may be additional requirements, like REACH in the European Union.

5.5.2 Polychlorinated biphenyls (PCBs)

Unused modified or blended esters shall be free from PCBs. Concentrations of these chemicals shall be measured according to IEC 61619.

NOTE The test method has been developed for mineral oil. Using it for esters can require modification.

5.5.3 Environmental toxicity

Unused modified or blended esters are considered non-toxic. The supplier shall report the toxicity data upon request. The test method shall be reported with test results.

NOTE The toxicity of modified or blended esters can be assessed with test methods such as internationally recognized assays OECD 201 (algae), OECD 203 (fish), OECD 211 (daphnia) or U.S. EPA/600/4-91/017 (salmonella).

5.5.4 Flash point and fire point

The safe use of insulating liquid requires the flash point being at least 135 °C. The flash point shall be measured in a closed cup, according to ISO 2719 and reported. Different liquids covered by the scope of this document typically have higher values of flash point.

The fire point shall be measured in an open cup according to ISO 2592 and reported.

5.5.5 Sustainability

Products under the scope of this document could be fully or partially produced from renewable sources.

5.5.6 Biodegradation

Modified or blended esters covered by this document shall be readily biodegradable. Tests shall be done according to OECD 301 B, OECD 301 C or OECD 301 F or U.S. EPA – OPPTS 835.3110. The test method shall be reported with test results.

5.5.7 Disposal

The disposal of liquids covered in this document shall be carried out in accordance with current local and national legislation with regards to the impact on the environment. Every precaution should be taken to prevent the release of modified or blended esters into the environment.

6 Minimum performance requirements

Table 1 provides the list of characteristics of modified or blended esters which are required to be measured and reported. For some of them, the limit values are specified. Other properties do not have performance limits specified but the values need to be reported as they are important for the design and operation of equipment.

Table 2 provides the list of optional characteristics which may be tested on request; it provides the normative references to applicable test methods.

7 Identification and general delivery requirements

Identification and general delivery requirements are as follows:

- 1) Liquid is normally delivered in bulk, in rail tank cars, tank containers or packed in drums or intermediate bulk containers (IBC). These shall be clean and suitable for this purpose to avoid any contamination.
- 2) Liquid drums and sample containers shall carry at least the following markings:
 - a) supplier's designation;
 - b) classification (Clause 4);
 - c) liquid quantity.
- 3) As agreed between the supplier and purchaser each liquid delivery may be accompanied by a document specifying the supplier's designation, liquid classification and compliance certificate.

NOTE 1 The information in item 3) above can be traceable to a specific batch of liquid delivered.

NOTE 2 The basic information on liquid composition is normally included in material safety data sheets (MSDS), and possibly in technical data sheets.

- 4) The supplier shall declare the function and chemical nature of all additives, and their concentrations.

Table 1 – Required performance characteristics of modified or blended esters

Property	Test method	Limit value		
Appearance		Clear, free from sediment and suspended matter		
Viscosity at 40 °C	ISO 3104	Category V1 Max. 12 mm ² /s	Category V2 Above 12 mm ² /s and up to 20 mm ² /s	Category V3 Above 20 mm ² /s and up to 40 mm ² /s
Thermal conductivity	ASTM D7896	No specific limit on value		
Thermal expansion coefficient	ASTM D1903	No specific limit on value		
Specific heat capacity	ASTM E1269	No specific limit on value		
Pour point	ISO 3016	Max. -25 °C		
Water content	IEC 60814	Max. 200 mg/kg ^a		
Density at 20 °C	ISO 12185 or ISO 3675	Max. 1 000 kg/m ³		
AC breakdown voltage	IEC 60156 (2,5 mm gap)	Min. 35 kV / 70 kV ^b		
Dielectric dissipation factor (tan δ) at 90 °C	IEC 60247 or IEC 61620	Max. 0,05		
Relative permittivity	IEC 60247	No specific limit on value		
Acidity	IEC 62021-3	Max. 0,06 mg KOH/g		
Additive content	IEC 60666 and others	Max. 5 %		
Corrosive and potentially corrosive sulphur compounds	IEC 62535 and ASTM D1275 and DIN 51353	Non-corrosive		
DBDS	IEC 62697-1	Not detectable		
PCBs	IEC 61619	Not detectable		
Flash point	ISO 2719	Min. 135 °C		
Fire point	ISO 2592	No specific limit on value		
Biodegradation	OECD 301 B, C or F or U.S. EPA OPPTS 835.3110	Readily biodegradable		
Oxidation stability	IEC 61125	See below		
Performance after oxidation stability test for liquids to be used in sealed equipment; test in accordance with IEC 61125 (48 h test duration), limits in accordance with IEC 62770				
Total acidity	IEC 61125	Max. 0,6 mg KOH/g		
Viscosity at 40 °C	ISO 3104	Max. 30 % increase over the initial value		
DDF (tan δ) at 90 °C	IEC 60247	Max. 0,5		
Performance after oxidation stability test for liquids to be used in free breathing equipment; test in accordance with IEC 61125 (164 h test duration), limits in accordance with IEC 61099				
Total acidity	IEC 61125	Max. 0,3 mg KOH/g		
Sludge	IEC 61125	Max. 0,01 %		

^a The value of 200 mg/kg is for the liquid, as delivered.

^b The value of 35 kV is for the liquid, as delivered. The value of 70 kV is for the liquid after laboratory treatment consisting of filtration of liquid at 60 °C by vacuum pressure below 2,5 kPa through sintered glass filtering (with maximum pore size of 2,5 µm), as described in IEC 60296.

Table 2 – Optional performance characteristics of modified or blended esters

Property	Test method	Limit value
Colour	ISO 2211 or ISO 2049	No specific limit on value
Lubricity	ASTM D4172 or DIN 51350	No specific limit on value
Water saturation	See 5.1.10	No specific limit on value
Interfacial tension	IEC 62961 or EN 14210	No specific limit on value
Lightning impulse breakdown voltage	IEC 60897 or ASTM D3300	No specific limit on value
Partial discharge inception voltage (PDIV)	IEC TR 61294	No specific limit on value
DC resistivity	IEC 60247	No specific limit on value
Electrostatic charging tendency (ECT)	CIGRE Technical Brochure 170	No specific limit on value
Methanol content	.. ^a	No specific limit on value
Stray gassing	ASTM D7150 ^b	No specific limit on value
Gassing tendency	IEC 60628 method A	No specific limit on value
Toxicity	See 5.5.3	As per local, national or customer requirements
^a The IEC 63025 series is under consideration. Stage at the time of publication, IEC ACD 63025-1:2019, and IEC ACD 63025-2:2019.		
^b A new test method is under development and will be included in the next edition of IEC 60296, under consideration.		

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 63012:2019

Annex A (informative)

Miscibility and compatibility of liquids and retrofilling of transformers

Annex A briefly addresses aspects of miscibility and compatibility of liquids and retrofilling of transformers. These aspects are not within the scope of this document. It is therefore important for the end user to check that in the event that the liquids covered by this document are to be used with other types of liquids (for example in filling tanks, topping up of transformers, or retrofilling of transformers) the key properties are well understood where mixtures of liquids are created.

Those key properties would include those of miscibility, compatibility, viscosity characteristics, fire point, pour point and biodegradability. This document covers a wide variety of modified or blended esters, and it is difficult to generalize about the physical and chemical properties of any liquid.

In particular, for the operation of retrofilling (where one liquid in a transformer is drained and replaced with another), it should be understood that the original liquid is never completely removed, and the refilling with another liquid will inevitably cause a mixture to be formed.

The following aspects shall be given special consideration before transformer retrofill:

- 1) liquid miscibility,
- 2) liquid compatibility,
- 3) sealing compatibility,
- 4) electromagnetic and thermal design check

For the purpose of testing the miscibility of two or more liquids, for example, the test method titled: "Homogeneity and Miscibility of Oils", published as method 3470.1 in Federal Test Method Standard No. 791D can be used. This test determines if liquid is and will remain homogeneous, and if it is miscible with other liquids after being subjected to a varying cycle of temperature changes.

For the purpose of testing compatibility of a mixture of two or more liquids, for example, the test method titled: "Solid Particle Contamination in Aircraft Turbine Engine Lubricants (Gravimetric Procedure)", published as method 3010.1 in Federal Test Method Standard No. 791D can be used. This method tests for compatibility by verifying that precipitates are not formed from the mixing of at least two different liquids that may impact dielectric and/or cooling performance.

Physical homogeneity of liquids can be tested in this way; however, compatibility of liquids is more than physical homogeneity and also relates to the change of properties after ageing. To date, no method has been developed which covers that aspect.

NOTE Both of the above test methods in Federal Test Method Standard No. 791D can be reviewed and downloaded from <http://www.everyspec.com>.

Bibliography

IEC 60050-212, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 212: Electrical insulating solids, liquids and gases* (available at <http://www.electropedia.org>)

IEC 60050-421, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 421: Power transformers and reactors* (available at <http://www.electropedia.org>)

IEC 60076-14, *Power transformers – Part 14: Liquid-immersed power transformers using high-temperature insulation materials*

IEC 60296, *Fluids for electrotechnical applications – Unused mineral insulating oils for transformers and switchgear*

IEC 60422, *Mineral insulating oils in electrical equipment – Supervision and maintenance guidance*

IEC 61039, *Classification of insulating liquids*

IEC 61203, *Synthetic organic esters for electrical purposes – Guide for maintenance of transformer esters in equipment*

IEC 61868, *Mineral insulating oils – Determination of kinematic viscosity at very low temperatures*

IEC TR 62697-2, *Test methods for quantitative determination of corrosive sulfur compounds in unused and used insulating liquids – Part 2: Test method for quantitative determination of total corrosive sulfur (TCS)*

IEC 62975, *Use and maintenance guidelines of natural ester insulating liquids in electrical equipment*²

IEC 63025 (all parts), *Quantitative determination of methanol and other light alcohols in insulating liquids*³

ISO 3015, *Petroleum products – Determination of cloud point*

ASTM D2500, *Standard test method for cloud point of petroleum products and liquid fuels*

ASTM D3455, *Standard test methods for compatibility of construction material with electrical insulating oil of petroleum origin*

ASTM D4289, *Standard test method for elastomer compatibility of lubricating greases and fluids*

ASTM D471, *Standard test method for rubber property – Effect of liquids*

ASTM D5773, *Standard test method for cloud point of petroleum products and liquid fuels (constant cooling rate method)*

² Under consideration.

³ Under consideration.

ASTM D7042, *Standard test method for dynamic viscosity and density of liquids by Stabinger viscometer (and the calculation of kinematic viscosity)*

IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*), *Compendium of chemical terminology – Gold Book*, 2014

IEEE C57.147, *IEEE Guide for Acceptance and Maintenance of Natural Ester Insulating Liquid in Transformers*

CIGRE Brochure 170, *Static electrification in power transformers*, Joint Working Group 12/15.13, August 2000

CIGRE Brochure 349, *Moisture equilibrium and moisture migration within transformer insulation systems*, Working Group A2.30, June 2008

CIGRE Brochure 436, *Experiences in Service with New Insulating Liquids*, Working Group A2.35, October 2010

CIGRE Brochure 443, *DGA in Non-Mineral Oils and Load Tap Changers and Improved DGA Diagnosis Criteria*, Working Group D1.32, December 2010

CIGRE Brochure 741, *Moisture measurement and assessment in transformer insulation – evaluation of chemical methods and moisture capacitive sensors*, Working Group D1.52, August 2018

DIN 51353, *Testing of insulating oils – Detection of corrosive sulfur – Silver strip test*

OECD 201, *OECD Guidelines for testing of chemicals – Section 2: Effects on biotic systems – 201 Freshwater Alga and Cyanobacteria, Growth inhibition test*

OECD 203, *OECD Guidelines for testing of chemicals – Section 2: Effects on biotic systems – 203 Fish, Acute toxicity test*

OECD 211, *OECD Guidelines for testing of chemicals – Section 2: Effects on biotic systems – 211 Daphnia magna, Reproduction test*

U.S. Environmental Protection Agency, EPA/600/4-91/017, Ames Salmonella mutagenicity assay procedure for water samples

Federal Test Method Standard No. 791D, method 3010.1, *Solid Particle Contamination in Aircraft Turbine Engine Lubricants (Gravimetric Procedure)*

Federal Test Method Standard No. 791D, method 3470.1, *Homogeneity and Miscibility of Oils*

AOCS, *Sampling and analysis of commercial fats and oils – AOCS Official method Cc 6-25, Cloud Point test*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	24
INTRODUCTION	26
1 Domaine d'application	27
2 Références normatives	27
3 Termes et définitions	29
4 Classification	30
4.1 Généralités	30
4.2 Classification relative au comportement au feu	30
4.3 Classification relative à la viscosité	30
5 Propriétés, leur signification et méthodes d'essai	30
5.1 Propriétés physiques	30
5.1.1 Aspect	30
5.1.2 Couleur	30
5.1.3 Viscosité	30
5.1.4 Pouvoir lubrifiant	31
5.1.5 Conductivité thermique	31
5.1.6 Coefficient de dilatation thermique	31
5.1.7 Capacité calorifique spécifique	31
5.1.8 Point d'écoulement	31
5.1.9 Teneur en eau	32
5.1.10 Saturation en eau	32
5.1.11 Masse volumique	32
5.1.12 Tension interfaciale	32
5.2 Propriétés électriques	32
5.2.1 Tension de claquage sous courant alternatif	32
5.2.2 Tension de claquage au choc de foudre	32
5.2.3 Tension d'apparition de décharges partielles (TADP)	32
5.2.4 Facteur de dissipation diélectrique (FDD)	32
5.2.5 Permittivité relative (constante diélectrique)	32
5.2.6 Résistivité en courant continu	33
5.2.7 Tendance à la charge électrostatique (TCE)	33
5.3 Propriétés chimiques	33
5.3.1 Acidité	33
5.3.2 Teneur en additifs	33
5.3.3 Composés soufrés corrosifs et potentiellement corrosifs	33
5.3.4 Teneur en méthanol	33
5.4 Propriétés liées aux performances à long terme	34
5.4.1 Stabilité à l'oxydation	34
5.4.2 Température d'utilisation	34
5.4.3 Compatibilité des matériaux	34
5.4.4 Stray gassing	34
5.4.5 Tendance au gassing	34
5.5 Propriétés liées à l'hygiène, à la sécurité et à l'environnement	35
5.5.1 Généralités	35
5.5.2 Polychlorobiphényles (PCB)	35
5.5.3 Écotoxicité	35

5.5.4	Point d'éclair et point de feu	35
5.5.5	Développement durable	35
5.5.6	Biodégradabilité.....	35
5.5.7	Élimination.....	35
6	Exigences minimales de performances	35
7	Exigences générales et d'identification à la livraison	36
Annexe A (Informative) Miscibilité et compatibilité des liquides et re-remplissage des transformateurs		39
Bibliographie.....		40
Tableau 1 – Caractéristiques de performance exigées des esters modifiés ou mélangés		37
Tableau 2 – Caractéristiques de performance facultatives des esters modifiés ou mélangés		38

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 63012:2019

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ISOLANTS LIQUIDES – ESTERS NEUFS MODIFIÉS OU MÉLANGÉS POUR APPLICATIONS ÉLECTROTECHNIQUES

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Électrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. À cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). 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 l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC 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 l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 63012 a été établie par le comité d'études 10 de l'IEC: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/1078/FDIS	10/1082/RVD

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

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives au document recherché. À cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 63012:2019

INTRODUCTION

L'isolation électrique et le transfert de chaleur sont des fonctions essentielles des isolants liquides destinés aux applications électrotechniques. Jusqu'à une époque récente, ces liquides étaient en règle générale homogènes et choisis dans différentes catégories telles que, le plus couramment, les huiles minérales ou, plus récemment, les esters synthétiques, les esters naturels ou les liquides silicones. La recherche continue pour l'amélioration des caractéristiques de performance des matériels conduit à explorer les avantages des combinaisons de liquides. L'optimisation du coût du liquide, le renforcement des performances de refroidissement, l'amélioration du point d'éclair, l'allongement de la durée d'isolation ou la réduction des impacts environnementaux sont des exemples connus d'améliorations souhaitées des caractéristiques des liquides.

Il existe actuellement des normes internationales pour des catégories de liquides spécifiquement définies (huiles minérales, esters synthétiques, esters naturels, liquides silicones). Aucune d'elles ne couvre les liquides à base d'esters naturels chimiquement modifiés ou les mélanges de plusieurs esters. De plus, les normes existantes ne couvrent pas les esters synthétiques dont les caractéristiques peuvent dépasser les limites définies dans l'IEC 61099.

Certains esters modifiés ou des mélanges d'esters modifiés sont déjà disponibles en tant que produits commerciaux auprès des fournisseurs de liquides. Il s'agit par exemple des produits suivants:

- Esters d'acides gras d'huile de palme ayant une faible viscosité de 5 mm²/s à 40 °C et un point d'éclair de 176 °C.
- Mélange de triglycérides (50 %) et de monoesters d'acides gras (50 %) ayant une faible viscosité de 17 mm²/s à 40 °C et un point d'éclair de 200 °C.

Il est prévu que le nombre de sources de liquides à base d'esters ou de mélanges de liquides à base d'esters augmente au cours des prochaines années. Il est donc nécessaire de caractériser ces liquides afin de confirmer leur adéquation avec l'application prévue par l'utilisateur. Il convient de ne pas déduire les caractéristiques de performance des mélanges uniquement à partir des caractéristiques de performance de leurs composants individuels. Le présent document doit définir des exigences minimales concernant la caractérisation des nouvelles compositions.

AVERTISSEMENT

Le présent document établit des critères de performances pour les esters neufs synthétiques/modifiés ou mélangés destinés aux applications électriques. Le présent document ne vise pas à traiter tous les problèmes de sécurité liés à leur utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur du présent document de mettre en place les pratiques d'hygiène et de sécurité adéquates et de déterminer avant utilisation si des contraintes réglementaires s'appliquent.

Certains des essais mentionnés dans le présent document sont susceptibles d'entraîner une situation dangereuse. L'attention est attirée sur les méthodes d'essai normalisées applicables à des fins de guide.

Il convient de procéder à l'élimination des liquides, des produits chimiques et des récipients d'échantillons mentionnés dans le présent document conformément aux législations locale et nationale en vigueur pour ce qui concerne l'impact sur l'environnement. Il convient de prendre toutes les précautions afin d'empêcher le rejet du liquide dans l'environnement.

ISOLANTS LIQUIDES – ESTERS NEUFS MODIFIÉS OU MÉLANGÉS POUR APPLICATIONS ÉLECTROTECHNIQUES

1 Domaine d'application

Le présent document définit les exigences relatives à la caractérisation des esters neufs modifiés ou des mélanges d'esters neufs, utilisés comme isolants liquides pour des applications électrotechniques. Il ne couvre pas les liquides contenant une proportion quelconque de liquides usagés.

Les liquides couverts par le présent document sont principalement destinés aux applications dans des transformateurs.

Les esters neufs synthétiques/modifiés sont dérivés d'une base naturelle ou synthétique, ou sont des mélanges des deux. Le présent document couvre une variété de liquides à base d'esters non couverts par d'autres normes spécifiques aux esters naturels (IEC 62770) ou aux esters synthétiques (IEC 61099).

Traitant d'une grande variété de liquides, le présent document couvre également une large plage de valeurs pour certaines caractéristiques de performance. La viscosité est une propriété importante qui peut influencer la conception et les performances de refroidissement du matériel électrique. Une classification est définie sur la base de la viscosité cinématique des différents liquides. La catégorie des liquides à base d'esters à faible viscosité est donc établie.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 60156, *Isolants liquides – Détermination de la tension de claquage à fréquence industrielle – Méthode d'essai*

IEC 60247, *Liquides isolants – Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$) et de la résistivité en courant continu*

IEC 60666, *Détection et dosage d'additifs spécifiques présents dans les huiles minérales isolantes*

IEC 60628, *Gassing des isolants liquides sous contrainte électrique et ionisation*

IEC 60814, *Isolants liquides – Cartons et papiers imprégnés d'huile – Détermination de la teneur en eau par titrage coulométrique de Karl Fischer automatique*

IEC 60897, *Méthodes de détermination de la tension de claquage au choc de foudre des liquides isolants*

IEC 61099:2010, *Liquides isolants – Spécifications relatives aux esters organiques de synthèse neufs destinés aux matériels électriques*

IEC 61125, *Isolants liquides – Méthodes d'essai de la stabilité à l'oxydation – Méthode d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation des isolants liquides tels que livrés*

IEC TR 61294, *Isolants liquides – Détermination de la tension d'apparition des décharges partielles (TADP) – Méthode d'essai*

IEC 61619, *Isolants liquides – Contamination par les polychlorobiphényles (PCB) – Méthode de détermination par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire*

IEC 61620, *Isolants liquides – Détermination du facteur de dissipation diélectrique par la mesure de la conductance et de la capacité – Méthode d'essai*

IEC 62021-3, *Liquides isolants – Détermination de l'acidité – Partie 3: Méthodes d'essai pour les huiles non minérales isolantes*

IEC 62535, *Liquides isolants – Méthode d'essai pour la détection du soufre potentiellement corrosif dans les huiles usagées et neuves*

IEC 62697-1, *Méthodes d'essai pour la détermination quantitative des composés de soufre corrosif dans les liquides isolants usagés et neufs – Partie 1: Méthode d'essai pour la détermination quantitative du disulfure de dibenzyle (DBDS)*

IEC 62770, *Fluides pour applications électrotechniques – Esters naturels neufs pour transformateurs et matériels électriques analogues*

IEC 62961, *Liquides isolants – Méthodes d'essai pour la détermination de la tension interfaciale des isolants liquides – Détermination par la méthode à l'anneau*

ISO 2049, *Produits pétroliers – Détermination de la couleur (échelle ASTM)*

ISO 2211, *Produits chimiques liquides – Détermination de la coloration en unités Hazen (Échelle platine-cobalt)*

ISO 2592, *Pétrole et produits connexes – Détermination des points d'éclair et de feu – Méthode Cleveland à vase ouvert*

ISO 2719, *Détermination du point d'éclair – Méthode Pensky-Martens en vase clos*

ISO 3016, *Petroleum products – Determination of pour point (disponible en anglais seulement)*

ISO 3104, *Produits pétroliers – Liquides opaques et transparents – Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique*

ISO 3675, *Pétrole brut et produits pétroliers liquides – Détermination en laboratoire de la masse volumique – Méthode à l'aréomètre*

ISO 12185, *Pétroles bruts et produits pétroliers – Détermination de la masse volumique – Méthode du tube en U oscillant*

EN 14210, *Agents de surface – Détermination de la tension interfaciale des solutions d'agents de surface par la méthode à l'anneau ou l'étrier*

ASTM D1275, *Standard test method for corrosive sulfur in electrical insulating liquids*

ASTM D1903, *Standard practice for determining the coefficient of thermal expansion of electrical insulating liquids of petroleum origin, and askarels*

ASTM D3300, *Standard test method for dielectric breakdown voltage of insulating oils of petroleum origin under impulse conditions*

ASTM D4172, *Standard test method for wear preventive characteristics of lubricating fluid (four-ball method)*

ASTM D7150, *Standard test method for the determination of gassing characteristics of insulating liquids under thermal stress*

ASTM D7896, *Standard test method for thermal conductivity, thermal diffusivity and volumetric heat capacity of engine coolants and related fluids by transient hot wire liquid thermal conductivity method*

ASTM E1269, *Standard test method for determining specific heat capacity by differential scanning calorimetry*

DIN 51350-1, *Testing of lubricants – Testing in the four-ball tester – Part 1: General working principles*

DIN 51350-2, *Testing of lubricants – Testing in the four-ball tester – Part 2: Determination of welding load of liquid lubricants*

DIN 51350-3, *Testing of lubricants – Testing in the four-ball tester – Part 3: Determination of wearing characteristics of liquid lubricants*

OCDE 301-B, *Lignes directrices de l'OCDE pour les essais de produits chimiques – Section 3: Devenir et comportement dans l'environnement – 301 Biodégradabilité facile – 301 B: Essai de dégagement de CO₂ (Essai de Sturm modifié)*

OCDE 301-C, *Lignes directrices de l'OCDE pour les essais de produits chimiques – Section 3: Devenir et comportement dans l'environnement – 301 Biodégradabilité facile – 301 C: Essai MITI modifié (I) (Ministry of International Trade and Industry, Japon)*

OCDE 301-F, *Lignes directrices de l'OCDE pour les essais de produits chimiques – Section 3: Devenir et comportement dans l'environnement – 301 Biodégradabilité facile – 301 F: Essai de respirométrie manométrique*

U.S. Environmental Protection Agency, EPA 712-C-98-076, *US EPA OPPTS Series 835: Fate, transport and transformation test guidelines – Group C: Laboratory biological transformation test guidelines – 835.3110 Ready biodegradability*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp/ui>

3.1

isolant liquide neuf

liquide dans l'état où il est livré par le fournisseur, n'ayant pas été utilisé dans des appareillages électriques, ni mis à leur contact ou au contact de tout autre appareil non nécessaire à sa fabrication, son stockage ou son transport

3.2

isolant liquide à base d'ester

isolant liquide constitué d'esters d'acides gras

Note 1 à l'article: Les esters d'acides gras sont couramment préparés à partir de la réaction d'alcools et d'acides carboxyliques ou présents naturellement dans les huiles végétales et les graisses.

3.3

isolant liquide à base d'esters modifiés

isolant liquide à base d'esters qui ont été produits/synthétisés ou modifiés par réaction chimique

Note 1 à l'article: La réaction chimique peut se produire au moyen de procédés de chimie organique ou de procédés biochimiques comprenant des réactions enzymatiques.

Note 2 à l'article: Les isolants liquides à base d'esters modifiés peuvent être composés par exemple de triglycérides, d'esters de polyalcool, de monoesters d'acides gras, de diesters d'acides gras ou de combinaisons de ceux-ci.

3.4

isolant liquide à base d'esters mélangés

combinaison homogène d'esters naturels, synthétiques et/ou modifiés, neufs et qui sont miscibles

Note 1 à l'article: Dans cette définition, les esters naturels correspondent à ceux définis dans l'IEC 62770 et les esters synthétiques à ceux définis dans l'IEC 61099.

3.5

additif

substance chimique délibérément ajoutée à un isolant liquide en faible proportion pour améliorer certaines caractéristiques

4 Classification

4.1 Généralités

Traitant d'une grande variété de compositions d'isolants liquides, le présent document couvre également une plage de valeurs pour certaines caractéristiques de performance alors que celles-ci sont définies de manière précise dans le cas d'autres liquides déjà reconnus. Par conséquent, la classification suivante est établie.

4.2 Classification relative au comportement au feu

Les isolants liquides sont classés selon leur comportement au feu conformément à l'IEC 61039.

4.3 Classification relative à la viscosité

La viscosité influe sur le transfert de chaleur et donc sur l'échauffement des matériels. Plus la viscosité est basse, mieux le liquide circule améliorant ainsi le transfert de chaleur.

La viscosité des esters naturels et de certains esters synthétiques est habituellement supérieure à celle des huiles minérales. Cette viscosité élevée exige des considérations spéciales au stade de conception du matériel et peut également influencer les performances du matériel à basse température. L'ajustement de la composition d'un ester modifié ou mélangé permet d'adapter sa viscosité et d'autres propriétés aux exigences de conception du matériel.

Les liquides sont classés en fonction de leur viscosité, comme cela est présenté dans le Tableau 1. La catégorie V1 renvoie aux esters de faible viscosité, similaires aux huiles minérales. La catégorie V2 renvoie aux esters de viscosité plus élevée que celle de V1, mais toujours inférieure à celle des esters naturels ou synthétiques typiques. La catégorie V3 renvoie aux esters modifiés ou mélangés qui ne présentent pas de caractéristiques de faible viscosité.

NOTE Il n'existe pas, au stade d'élaboration du présent document, d'ester commercial modifié ou mélangé de catégorie de viscosité V3. Cette catégorie prévoit de futurs développements techniques.

5 Propriétés, leur signification et méthodes d'essai

5.1 Propriétés physiques

5.1.1 Aspect

Un examen visuel des esters neufs modifiés ou mélangés (par lumière transmise à travers du liquide d'environ 10 cm d'épaisseur à température ambiante) ne doit pas révéler la présence de contaminants visibles, d'eau libre et de matières en suspension.

5.1.2 Couleur

Si cela est exigé, la couleur doit être mesurée conformément à l'ISO 2211 (échelle de Hazen) ou l'ISO 2049 (échelle ASTM).

5.1.3 Viscosité

La viscosité cinématique doit être mesurée conformément à l'ISO 3104 et déclarée à 40 °C. L'utilisateur peut demander des valeurs de viscosité dans la plage de températures entre 0 °C et 100 °C (avec au moins trois points de mesure: 0 °C, 40 °C et 100 °C).

NOTE Une autre méthode appropriée pour mesurer la viscosité est donnée dans l'ASTM D7042.

Il est utile de disposer de valeurs de viscosité à des températures inférieures à 0 °C pour appréhender le comportement du liquide à des températures proches de son point d'écoulement, par exemple à -20 °C.

NOTE La viscosité à très basses températures peut être mesurée selon l'IEC 61868.

À basses températures, la viscosité élevée du liquide qui en résulte constitue un facteur critique lors du démarrage à froid des transformateurs à circulation naturelle du liquide (absence de circulation forcée du liquide et donc surchauffe éventuelle des points chauds) et altère la vitesse des parties mobiles présentes dans les disjoncteurs, les appareillages de connexion, les changeurs de prise en charge, les pompes et les régulateurs. Il convient que les exigences relatives à la température minimale de démarrage en puissance (TMDP) fassent l'objet d'un accord entre le fournisseur et l'acheteur.

5.1.4 Pouvoir lubrifiant

Lorsqu'un liquide doit être utilisé dans un matériel comportant des parties mobiles telles qu'un matériel de commutation, des changeurs de prises, etc., le pouvoir lubrifiant doit être mesuré. La méthode d'essai de l'ASTM D4172 ou la DIN 51350 (parties 1 à 3) doit être la méthode d'essai appliquée. Les paramètres d'essai à prendre en compte pour l'ASTM D4172 doivent être les suivants: charge 392 N, vitesse de rotation 1 200 r/min, température 75 °C, durée 60 min.

5.1.5 Conductivité thermique

La conductivité thermique doit être mesurée conformément à l'ASTM D7896 et la valeur obtenue doit être indiquée par le fabricant.

NOTE Les utilisateurs peuvent demander que la conductivité thermique soit mesurée dans une plage de températures donnée, par exemple entre 0 °C et 100 °C (avec au moins trois points de mesure), pour calculer les performances thermiques du matériel dans différentes conditions.

5.1.6 Coefficient de dilatation thermique

Le coefficient de dilatation thermique doit être mesuré conformément à l'ASTM D1903 et la valeur obtenue doit être déclarée par le fabricant.

NOTE Les utilisateurs peuvent demander que le coefficient de dilatation thermique soit mesuré dans une plage de températures donnée, par exemple entre 0 °C et 100 °C (avec au moins trois points de mesure), pour calculer les performances thermiques du matériel dans différentes conditions.

5.1.7 Capacité calorifique spécifique

La capacité calorifique spécifique doit être mesurée conformément à l'ASTM E1269 et la valeur obtenue doit être indiquée par le fabricant.

NOTE Les utilisateurs peuvent demander que la capacité calorifique spécifique soit mesurée dans une plage de températures donnée, par exemple entre 0 °C et 100 °C (avec au moins trois points de mesure), pour calculer les performances thermiques du matériel dans différentes conditions.

5.1.8 Point d'écoulement

Le point d'écoulement d'un isolant liquide est la température la plus basse à laquelle le liquide s'écoule dans les conditions d'essai. Le point d'écoulement doit être mesuré conformément à l'ISO 3016. Le Tableau 1 exige un point d'écoulement maximal admissible de –25 °C pour les esters modifiés ou mélangés. Une valeur inférieure peut être exigée par les utilisateurs finaux en fonction des conditions ambiantes régionales. Il convient que le point d'écoulement soit au minimum 10 K en dessous de la température minimale de démarrage en puissance (TMDP). Il convient que les exigences relatives à la TMDP fassent l'objet d'un accord entre le fournisseur et l'acheteur.

Le comportement de cristallisation des esters modifiés ou mélangés dépend du temps et de la température. Il convient que les cristaux ne soient pas présents dans le liquide à la température d'utilisation; des précautions doivent être prises si la température du liquide à l'intérieur de l'appareil électrique est inférieure à 0 °C. En dessous de cette température, les comportements thermique, mécanique et diélectrique de l'appareil avec des esters modifiés ou mélangés peuvent être compromis.

NOTE Une méthode pour l'évaluation de la cristallisation est décrite dans l'IEC 61099:2010, Annexe A. Le point de trouble, un indicateur de la cristallisation, peut être mesuré selon les méthodes données dans l'ISO 3015 ou l'AOCs Cc 6-25.

5.1.9 Teneur en eau

La teneur en eau des esters modifiés ou mélangés influence leurs propriétés diélectriques. La teneur en eau doit être mesurée conformément à l'IEC 60814.

5.1.10 Saturation en eau

La saturation en eau est définie comme la quantité maximale d'eau pouvant être dissoute dans l'isolant liquide à une température donnée. Si cela est exigé, il convient que le fabricant mesure la saturation en eau et indique les valeurs obtenues pour une plage de températures donnée (par exemple, 20 °C à 100 °C). La méthode d'essai ainsi que les résultats d'essai doivent être déclarés.

NOTE Pour plus d'informations, se référer à la Brochure 349 du CIGRE et à la Brochure 741 du CIGRE.

5.1.11 Masse volumique

La masse volumique des esters modifiés ou mélangés doit être mesurée conformément à l'ISO 12185 à 20 °C et sa valeur déclarée (méthode de référence), mais l'ISO 3675 est également acceptable. La méthode d'essai doit être déclarée.

NOTE 1 Une autre méthode appropriée pour mesurer la masse volumique est donnée dans l'ASTM D7042.

NOTE 2 Les utilisateurs peuvent demander que la masse volumique soit mesurée dans une plage de températures donnée, par exemple entre 0 °C et 100 °C (avec au moins trois points de mesure), pour calculer les performances thermiques du matériel dans différentes conditions.

5.1.12 Tension interfaciale

La tension interfaciale entre les isolants liquides et l'eau permet de détecter les contaminants polaires solubles et les produits de dégradation. La tension interfaciale doit être déterminée, sur demande, à l'aide des normes suivantes: IEC 62961 ou EN 14210.

5.2 Propriétés électriques

5.2.1 Tension de claquage sous courant alternatif

La tension de claquage des esters neufs modifiés ou mélangés doit être mesurée conformément à l'IEC 60156 qui a été conçue pour les huiles minérales. Cependant, en raison de la viscosité élevée de certains esters modifiés ou mélangés, le temps de repos avant l'application de la tension et le temps de repos entre les applications de tension doivent être prolongés comme cela est suggéré dans l'IEC 60156.

5.2.2 Tension de claquage au choc de foudre

Si cela est exigé, la caractérisation de la tension de claquage au choc de foudre du liquide doit être réalisée conformément à l'IEC 60897. En variante, l'ASTM D3300 peut être utilisée. De même que pour la tension de claquage sous courant alternatif et en raison de la viscosité plus élevée de certains esters modifiés ou mélangés, le temps de repos avant l'application de la tension et le temps de repos entre les applications de tension doivent être prolongés comme cela est suggéré dans l'IEC 60156. La méthode d'essai doit être déclarée.

5.2.3 Tension d'apparition de décharges partielles (TADP)

Si cela est exigé, la caractérisation de la TADP du liquide doit être réalisée conformément à l'IEC TR 61294.

5.2.4 Facteur de dissipation diélectrique (FDD)

Le FDD est une mesure des pertes diélectriques provoquées par le liquide. Des valeurs de FDD élevées peuvent indiquer la contamination du liquide par de l'humidité, des particules, des contaminants polaires solubles ou encore une qualité de fabrication médiocre. Le FDD doit être mesuré conformément à l'IEC 60247 ou l'IEC 61620 à 90 °C. La méthode d'essai doit être déclarée. En cas de désaccord, l'IEC 60247 à 90 °C doit être utilisée.

NOTE Les utilisateurs peuvent exiger que le FDD soit mesuré à d'autres températures.

5.2.5 Permittivité relative (constante diélectrique)

Il s'agit du rapport de la quantité d'énergie électrique accumulée dans le liquide sur la quantité d'énergie accumulée dans un vide à une tension donnée. La permittivité doit être mesurée conformément à l'IEC 60247 à 90 °C et sa valeur déclarée.

5.2.6 Résistivité en courant continu

Si cela est exigé, la résistivité en courant continu doit être mesurée conformément à l'IEC 60247.

5.2.7 Tendance à la charge électrostatique (TCE)

La TCE du liquide constitue une propriété importante pour certaines conceptions de transformateurs dont les vitesses de pompage de liquide peuvent provoquer l'accumulation de charges électrostatiques. Ces charges peuvent entraîner une décharge d'énergie provoquant une défaillance du transformateur.

La Brochure technique 170 du CIGRÉ propose une méthode de mesure de la TCE.

5.3 Propriétés chimiques

5.3.1 Acidité

L'acidité doit être mesurée conformément à l'IEC 62021-3.

NOTE L'acidité des liquides à base d'esters neufs est généralement supérieure à celle des huiles minérales.

5.3.2 Teneur en additifs

Les additifs incluent les antioxydants, les abaisseurs de point d'écoulement, les agents antiélectrisation statique, les passivants ou les désactiveurs de métaux, les agents antimousses, les adjuvants de raffinage, etc. Un additif antioxydant ralentit l'oxydation des liquides à base d'esters et donc la formation de gels et d'acidité. Le DBPC (2,6-di-tert-butyl-p-crésol), également appelé BHT (*butylated hydroxytoluene*), constitue un de ces antioxydants, mais d'autres sont également utilisés. La détection et le dosage d'additifs antioxydants définis et d'autres additifs doivent être réalisés conformément à l'IEC 60666 ou d'autres méthodes appropriées. En règle générale, les méthodes avec publication de données de précision qui permettent de déterminer la répétabilité, la reproductibilité et la limite de détection sont dites appropriées.

Les fonctions, natures chimiques et concentrations des additifs doivent être déclarées.

La concentration totale d'additifs doit être inférieure à une fraction massique de 5 %.

5.3.3 Composés soufrés corrosifs et potentiellement corrosifs

Les composés corrosifs et potentiellement corrosifs sont détectés par une mise en contact de l'isolant liquide avec du cuivre dans des conditions normalisées (IEC 62535 ou ASTM 1275). Les composés soufrés corrosifs et potentiellement corrosifs connus tels que le disulfure de dibenzyle (DBDS, dibenzyl disulphide) ne doivent pas être présents au-delà de la limite de détection (IEC 62697-1).

Sous l'effet de la chaleur, les molécules contenant du soufre peuvent se décomposer et réagir avec les surfaces métalliques pour former des couches de sulfures métalliques. Le matériel de commutation comporte souvent des contacts plaqués argent, très sensibles aux réactions avec certains composés soufrés. La résistance de contact peut augmenter ou les couches de sulfures d'argent peuvent s'écailler, favorisant les décharges. La méthode d'essai de la DIN 51353 est une méthode appropriée pour détecter les réactions du soufre corrosif avec l'argent.

NOTE 1 En général, les composés soufrés corrosifs ne sont pas présents naturellement dans les liquides à base d'esters. L'essai peut cependant permettre de vérifier que les additifs ne sont pas corrosifs et qu'aucune contamination croisée avec des liquides potentiellement corrosifs ne s'est produite.

NOTE 2 Une autre méthode appropriée pour évaluer la corrosivité potentielle est décrite dans l'IEC TR 62697-2.

5.3.4 Teneur en méthanol

La méthode d'essai normalisée qui permet de mesurer la teneur en méthanol (la série IEC 63025¹) est au stade de l'élaboration.

¹ La série IEC 63025 est à l'étude. Stade au moment de la publication: l'IEC ACD 63025-1:2019 et l'IEC ACD 63025-2:2019.

5.4 Propriétés liées aux performances à long terme

5.4.1 Stabilité à l'oxydation

Les performances de stabilité à l'oxydation doivent être évaluées conformément à l'IEC 61125. La résistance à l'oxydation est évaluée en fonction de la quantité de boues, de l'acidité totale et du facteur de dissipation diélectrique (FDD) ou du temps nécessaire pour développer une quantité donnée d'acidité volatile (période d'induction). De plus, pour les esters modifiés ou mélangés, la variation de la viscosité au cours de l'essai de stabilité à l'oxydation doit être mesurée.

Pour les liquides destinés à être utilisés dans des systèmes scellés, l'IEC 61125 doit être utilisée avec une durée d'essai de 48 h et les limites de performances minimales exigées sont fondées sur celles de l'IEC 62770. La quantité de boues doit être déclarée, sur demande.

Pour les liquides destinés à être utilisés dans des systèmes respirants en contact avec l'atmosphère ou autres applications, l'IEC 61125 doit être utilisée avec une durée d'essai de 164 h et les limites de performances minimales exigées sont fondées sur celles de l'IEC 61099. Le FDD et la variation de la viscosité doivent être déclarés, sur demande.

NOTE L'essai de stabilité à l'oxydation selon l'IEC 61125 à 500 h est facultatif. Le présent document ne définit aucune limite de performance.

5.4.2 Température d'utilisation

L'IEC 60076-14 donne des recommandations relatives aux températures maximales admissibles pour l'utilisation des liquides à base d'esters. Celles-ci sont fondées sur les esters naturels et les esters synthétiques, typiquement de classe K, conformes à l'IEC 62770 et à l'IEC 61099 respectivement. Bien que les températures d'utilisation des esters modifiés ou mélangés soient présumées être supérieures à celles des huiles minérales, en raison de la nature de ces liquides à base d'esters, les recommandations de l'IEC 60076-14 relatives aux températures applicables peuvent ne pas être appropriées pour les liquides relevant du domaine d'application du présent document. Une évaluation individuelle des performances du liquide doit être effectuée pour établir les limites acceptables de la température d'utilisation. Il n'existe actuellement aucune méthode d'essai IEC normalisée pour cette évaluation. A minima, une intercomparaison des performances du liquide, à des températures choisies, doit être faite par rapport à celles des esters naturels ou des esters synthétiques conformes à l'IEC 62770 ou à l'IEC 61099 respectivement.

5.4.3 Compatibilité des matériaux

La compatibilité du liquide diélectrique avec les matériaux avec lesquels il peut entrer en contact doit être déterminée dans les conditions d'utilisation normales de l'application. Cette compatibilité se rapporte à la liste des matériaux, à la plage de températures d'utilisation, en fonction des systèmes respirants en contact avec l'atmosphère ou scellés, etc.

Il n'existe pas actuellement de méthode d'essai ISO ou IEC pour évaluer la compatibilité des matériaux. Il existe cependant des références normatives relatives à la compatibilité des matériaux, telles que l'ASTM D471, l'ASTM D4289 et l'ASTM D3455. Elles peuvent être utilisées comme guides pour définir les procédures d'essai de compatibilité.

NOTE Voir aussi l'Annexe A.

5.4.4 Stray gassing

Des gaz tels que l'hydrogène, l'éthane et les oxydes de carbone peuvent être générés par des liquides à base d'esters dans des conditions d'utilisation normales en l'absence de défaut thermique ou électrique. Ces gaz sont appelés "gaz parasites" (en anglais "stray gases"). Les caractéristiques des stray gassing des liquides doivent être déterminées, sur demande, conformément à l'ASTM D7150.

NOTE Une nouvelle méthode d'essai en cours d'élaboration est destinée à être incluse dans la prochaine édition de l'IEC 60296, en cours d'élaboration.

5.4.5 Tendance au gassing

Par définition, la tendance au gassing est la capacité du liquide à absorber ou émettre des gaz (de l'hydrogène seulement) sous décharges électriques partielles ou en couronne. Elle doit être mesurée par la méthode A de l'IEC 60628.