

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



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

Isolants liquides – Méthodes d'essai pour la détermination de la tension interfaciale des isolants liquides – Détermination par la méthode à l'anneau

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 29.040.10

ISBN 978-2-8322-6037-1

**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.....	8
2 Normative references	8
3 Terms and definitions	8
4 Principle.....	8
5 Apparatus.....	9
5.1 Tensiometer.....	9
5.2 Ring.....	10
5.3 Measuring vessel.....	10
6 Preparation of apparatus	10
6.1 Cleaning of the measuring vessel	10
6.2 Cleaning of the ring.....	11
6.3 Water used for the test.....	11
7 Procedure.....	11
7.1 General.....	11
7.2 Calibration and taring.....	11
7.3 Determination of the surface tension of water used for the test	12
7.4 Determination of interfacial tension between water and insulating liquid.....	12
8 Test report.....	12
9 Precision	13
9.1 Repeatability.....	13
9.2 Reproducibility	13
Annex A (informative) Determination of the interfacial tension of insulation liquids by the drop volume method	14
A.1 General.....	14
A.2 Principle of the method	14
A.2.1 Basics	14
A.2.2 Effect of adsorption (surface age) on the values obtained.....	15
A.3 Apparatus	15
A.4 Procedure	15
A.4.1 Preparation of apparatus	15
A.4.2 Calibration.....	15
A.4.3 Preparation of the test sample	15
A.4.4 Determination	16
A.4.5 Evaluation/expression of results	16
A.4.6 Correlation of results obtained with drop volume method to results obtained with ring method.....	16
A.5 Precision.....	17
A.6 Test report	17
Annex B (informative) Investigative tests for differentiating between aged insulating liquids.....	18
B.1 General.....	18
B.2 Application.....	19
Bibliography.....	20

Figure 1 – Typical development of interfacial tension values of new and service aged mineral insulating liquids.....	6
Figure 2 – Typical development of interfacial tension values of a new and a service aged ester insulating liquid	7
Figure 3 – Dimensions of platinum-iridium alloy ring in mm	10
Figure B.1 – Plot of the data from Table B.1 according to Kezdy-Swinbourne method.....	19
Table 1 – Repeatability (r) as a % for the measurement of interfacial tension at approximately 180 s with both manual and motor driven instruments	13
Table 2 – Reproducibility (R) as a % for the measurement of interfacial tension at approximately 180 s with both manual and motor driven instruments	13
Table A.1 – Comparison of interfacial values by measurement at 180 s and at 300 s to 400 s between the drop volume and ring methods.....	17
Table B.1 – Interfacial tension measured in constant equal time intervals	18
Table B.2 – Comparison of interfacial tension values by measurement at 180 s with equilibrium values according to Kezdy-Swinbourne method	19

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**INSULATING LIQUIDS – TEST METHODS FOR
THE DETERMINATION OF INTERFACIAL TENSION OF INSULATING
LIQUIDS – DETERMINATION WITH THE RING METHOD**

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 62961 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

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

FDIS	Report on voting
10/1062/FDIS	10/1066/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

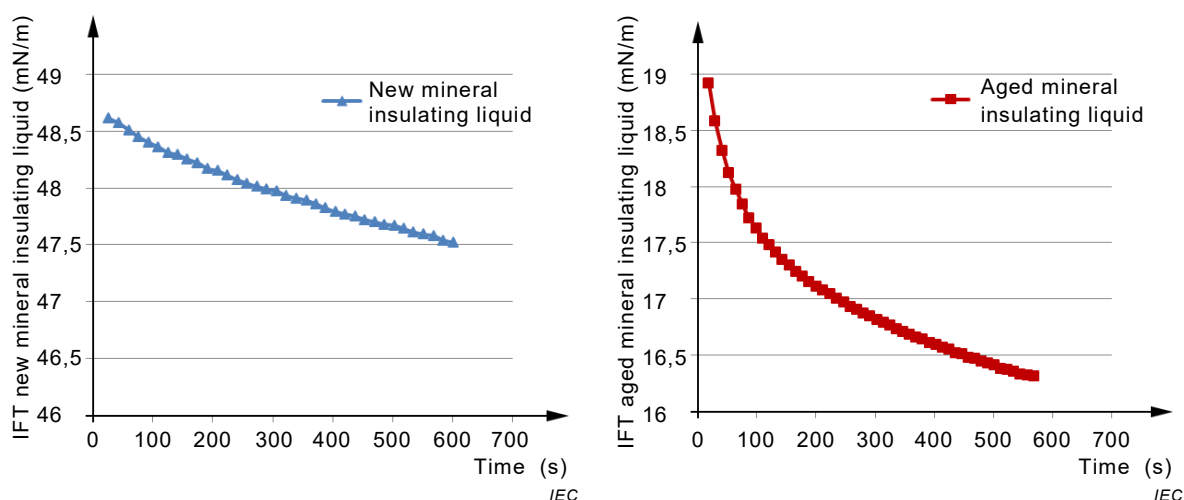
- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

INTRODUCTION

Interfacial tension (IFT) of insulating liquid against water has been used for a long time as a criterion for ageing evaluation. Statistical values that are used as orientation values and for their interpretation have been published in IEC 60422 [1] 1.

The interfacial tension of insulating liquids changes with time depending on the type and nature of the ageing products. This process is more pronounced with aged than with new insulating liquids. It is well known that the interfacial tension of insulating liquids depends on the interfacial concentration of the surface active amphiphilic aged products at the time of measuring (dynamic interfacial tension), see Figure 1. The adsorption procedures, and thus the attaining of a state of equilibrium, can take several minutes or even hours. With the so-called static measuring methods – e.g. the Du Noüy ring [2]– measurements are repeated on the same sample surface until no further change occurs.



a) Typical development of interfacial tension values of a new inhibited mineral insulating liquid

b) Typical development of interfacial tension values of a service aged mineral insulating liquid

Figure 1 – Typical development of interfacial tension values of new and service aged mineral insulating liquids

1 Numbers in square brackets refer to the Bibliography.

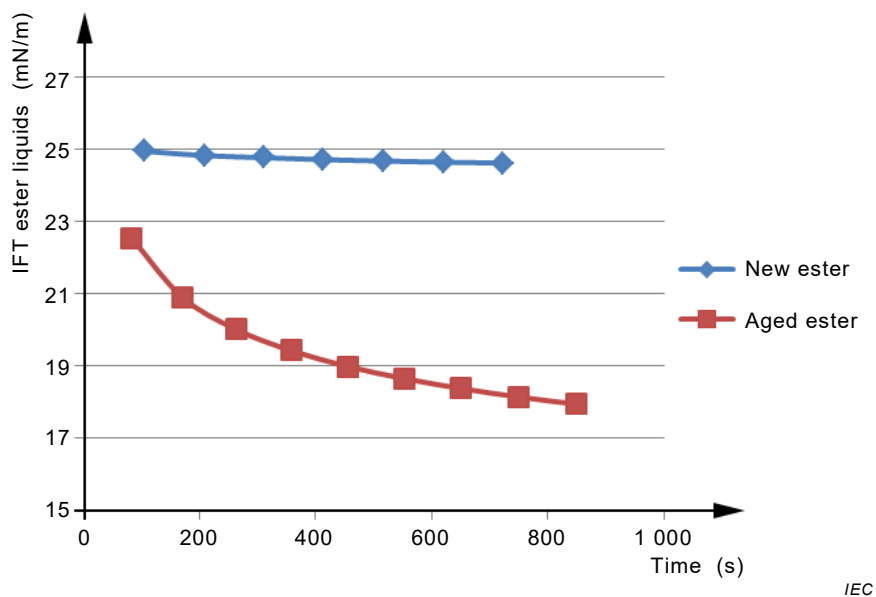


Figure 2 – Typical development of interfacial tension values of a new and a service aged ester insulating liquid

The interfacial tension of insulating liquids measured by the existing method ASTM D971 [3], working in non-equilibrium modus, provides only a single value within quite a short time (60 s) and hence might be quite different from the static interfacial value, particularly in the case of aged insulating liquids. In addition, the error of the time measurement might become a more important aspect than the performance of the measurement itself. These weaknesses of ASTM D971 could be generally compensated by replacing it with EN 14210 [4]. However, for the practical work in the laboratory, the requirement of repeating tests until "static" conditions are obtained can increase the test time dramatically.

The scope of this document is to find a compromise between the less accurate but fast ASTM D971 method and the precise, but time consuming EN 14210 procedure. Experience of the round robin tests shows clearly that the slope of the time-dependent interfacial tension curve decreases significantly over a period of 180 s in the case of both mineral insulating liquids (Figure 1 a), Figure 1 b)) and insulating synthetic and natural esters (Figure 2). A measurement is carried out after a surface age of approximately 180 s in order to obtain a value that provides a more realistic expression of the real interfacial tension, and that is less sensitive to the timing of the measurement taken, and does not overly increase the test time.

The proposed surface age of 180 s allows the distinction between differently aged ester liquids, which is not possible with ASTM D971.

The drop volume method for the determination of interfacial tension can deliver similar results as the ring method if adapted concerning the surface age. This method is described in Annex A.

Experience and results of round robin tests have shown that the deviation of tests repeated after 10 min is less than 1 mN/m per min. Such tests can be necessary in case of further comparative investigations of aged mineral and ester insulating liquids, and are described in Annex B.

INSULATING LIQUIDS – TEST METHODS FOR THE DETERMINATION OF INTERFACIAL TENSION OF INSULATING LIQUIDS – DETERMINATION WITH THE RING METHOD

1 Scope

This document establishes the measurement of the interfacial tension between insulating liquid and water by means of the Du Noüy ring method close to equilibrium conditions. In order to obtain a value that provides a realistic expression of the real interfacial tension, a measurement after a surface age of approximately 180 s is recorded.

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.

ISO 862, *Surface active agents – Vocabulary*

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 14370, *Surface active agents – Determination of surface tension*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	24
INTRODUCTION.....	26
1 Domaine d'application	28
2 Références normatives	28
3 Termes et définitions	28
4 Principe	28
5 Appareillage	29
5.1 Tensiomètre.....	29
5.2 Anneau	30
5.3 Récipient de mesure	30
6 Préparation de l'appareillage	30
6.1 Nettoyage du récipient de mesure.....	30
6.2 Nettoyage de l'anneau	31
6.3 Eau utilisée pour l'essai	31
7 Procédure.....	31
7.1 Généralités	31
7.2 Étalonnage et tarage.....	32
7.3 Détermination de la tension superficielle de l'eau utilisée pour l'essai	32
7.4 Détermination de la tension interfaciale entre l'eau et l'isolant liquide	32
8 Rapport d'essai	32
9 Fidélité	33
9.1 Répétabilité	33
9.2 Reproductibilité.....	33
Annexe A (informative) Détermination de la tension interfaciale des isolants liquides par la méthode au volume de goutte	34
A.1 Généralités	34
A.2 Principe de la méthode	34
A.2.1 Principes de base	34
A.2.2 Effet de l'adsorption (maturation de l'interface) sur les valeurs obtenues	35
A.3 Appareillage.....	35
A.4 Procédure	35
A.4.1 Préparation de l'appareillage	35
A.4.2 Étalonnage	35
A.4.3 Préparation de l'échantillon d'essai.....	35
A.4.4 Détermination	36
A.4.5 Évaluation/expression des résultats.....	36
A.4.6 Corrélation entre les résultats obtenus avec la méthode au volume de goutte et ceux obtenus avec la méthode à l'anneau	37
A.5 Fidélité.....	37
A.6 Rapport d'essai.....	37
Annexe B (informative) Essais d'investigation pour différencier les isolants liquides usagés.....	39
B.1 Généralités	39
B.2 Application	40
Bibliographie.....	41

Figure 1 – Évolution classique des valeurs de tension interfaciale d'un isolant liquide minéral neuf et d'un autre de service usagé	26
Figure 2 – Évolution typique des valeurs de tension interfaciale de 2 esters isolants, neuf et usagé	27
Figure 3 – Dimensions de l'anneau en alliage platine-iridium, en mm	30
Figure B.1 – Tracé des données du Tableau B.1 selon la méthode de Kezdy-Swinbourne	40
Tableau 1 – Répétabilité (r) en % pour le mesurage de la tension interfaciale à environ 180 s avec des instruments manuels et motorisés	33
Tableau 2 – Reproductibilité (R) en % pour le mesurage de la tension interfaciale à environ 180 s avec des instruments manuels et motorisés	33
Tableau A.1 – Comparaison des valeurs de tensions interfaciales mesurées à 180 s et à 300 s jusqu'à 400 s obtenues par la méthode au volume de goutte et par la méthode à l'anneau	37
Tableau B.1 – Tension interfaciale mesurée à intervalles de temps égaux constants	39
Tableau B.2 – Comparaison des valeurs de tensions interfaciales mesurées à 180 s avec valeurs à l'équilibre obtenues selon la méthode de Kezdy-Swinbourne	40

COMMISSION ÉLECTRONIQUE INTERNATIONALE

ISOLANTS LIQUIDES – MÉTHODES D'ESSAI POUR LA DÉTERMINATION DE LA TENSION INTERFACIALE DES ISOLANTS LIQUIDES – DÉTERMINATION PAR LA MÉTHODE À L'ANNEAU

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 62961 a été établie par le comité d'études 10 de l'IEC: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/1062/FDIS	10/1066/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

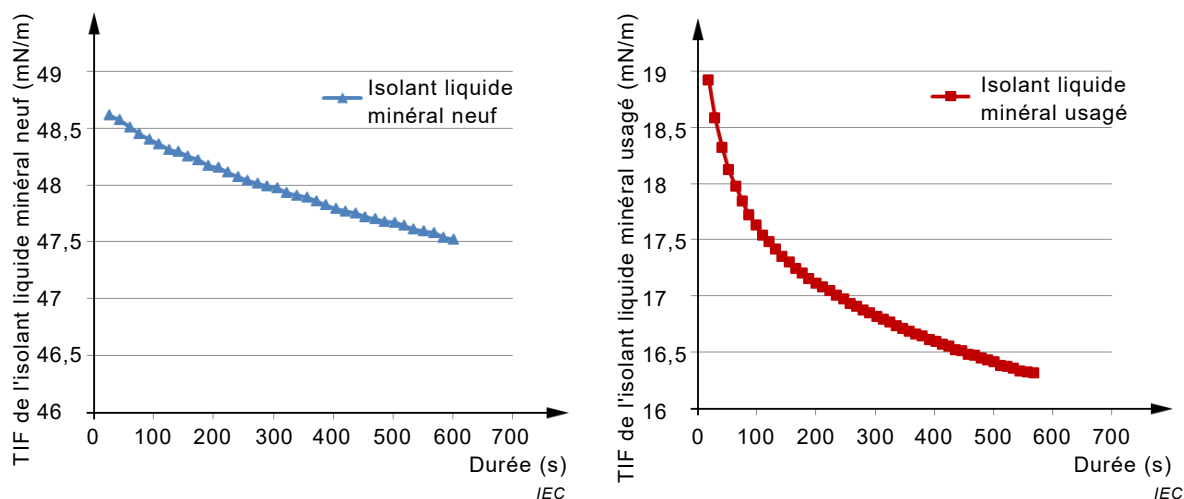
- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

IMPORTANT – Le logo "*colour inside*" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

INTRODUCTION

La tension interfaciale (TIF) d'un isolant liquide par rapport à l'eau a été utilisée pendant très longtemps comme un critère d'évaluation du vieillissement. Les valeurs statistiques, qui sont utilisées comme valeurs d'orientation et pour leur interprétation ont été publiées dans l'IEC 60422 [1]¹.

La tension interfaciale des isolants liquides varie dans le temps selon le type et la nature des produits de vieillissement. Ce processus est plus prononcé avec des isolants liquides usagés qu'avec des neufs. Il est bien connu que la tension interfaciale des isolants liquides dépend de la concentration à l'interface des produits de vieillissement amphiphiles et tensioactifs, au moment de la mesure (tension interfaciale dynamique), voir la Figure 1. Les processus d'adsorption, et par conséquent l'obtention d'un état d'équilibre, peuvent durer plusieurs minutes, voire plusieurs heures. Avec les méthodes dites de mesurage statique (l'anneau de Du Noüy, par exemple – [2]), les mesurages sont répétés sur le même échantillon de surface jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de changement.



a) Évolution classique des valeurs de tension interfaciale d'un isolant liquide minéral inhibé neuf

b) Évolution classique des valeurs de tension interfaciale d'un isolant liquide minéral de service usagé

Figure 1 – Évolution classique des valeurs de tension interfaciale d'un isolant liquide minéral neuf et d'un autre de service usagé

¹ Les chiffres entre crochets se réfèrent à la Bibliographie.

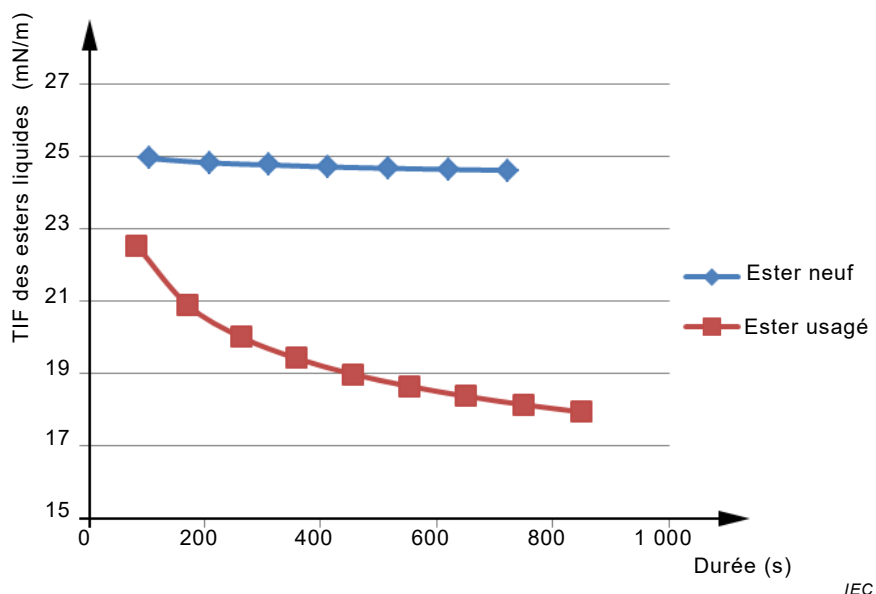


Figure 2 – Évolution typique des valeurs de tension interfaciale de 2 esters isolants, neuf et usagé

La tension interfaciale des isolants liquides mesurée par la méthode existante (ASTM D971 [3]) en mode de non-équilibre ne donne qu'une seule valeur en relativement peu de temps (60 s) qui, de fait, peut s'avérer assez différente de la valeur de tension interfaciale statique, particulièrement dans le cas des isolants liquides usagés. De plus, l'erreur de mesure sur la durée peut se révéler être un élément plus important que l'exécution du mesurage lui-même. Cette faiblesse de la norme ASTM D971 peut en général être compensée en la remplaçant par l'EN 14210 [4]. Toutefois, pour son application pratique en laboratoire, l'exigence de répétition des essais jusqu'à l'obtention de conditions "statiques" peut augmenter énormément la durée de l'essai.

Le domaine d'application du présent document vise à trouver un compromis entre la méthode la moins exacte, mais la plus rapide ASTM D971 et la procédure la plus exacte, mais la plus chronophage EN 14210. Le retour d'expérience des essais comparatifs interlaboratoires indique clairement que la pente de la courbe de tension interfaciale en fonction du temps diminue de manière significative pendant 180 s dans le cas des isolants liquides minéraux (Figure 1 a), Figure 1 b)) et des esters isolants naturels et synthétiques (Figure 2). Un mesurage est réalisé après une maturation de l'interface d'environ 180 s afin d'obtenir une valeur, qui donne une expression plus réaliste de la véritable tension interfaciale, moins sensible à la durée du mesurage réalisé et qui n'augmente pas trop la durée de l'essai.

La maturation de l'interface de 180 s proposée permet la distinction entre les différents esters liquides usagés, ce qui n'est pas possible avec la norme ASTM D971.

La méthode au volume de goutte pour la détermination de la tension interfaciale peut donner des résultats similaires à ceux de la méthode à l'anneau si la maturation de l'interface est adaptée. Cette méthode est décrite à l'Annexe A.

L'expérience et les résultats des essais comparatifs interlaboratoires ont indiqué que la dispersion des essais répétés après 10 min est inférieure à 1 mN/m par min. Ces essais peuvent s'avérer nécessaires en cas d'enquêtes comparatives approfondies sur les isolants liquides minéraux usagés et les esters isolants liquides usagés et sont décrits à l'Annexe B.

ISOLANTS LIQUIDES – MÉTHODES D'ESSAI POUR LA DÉTERMINATION DE LA TENSION INTERFACIALE DES ISOLANTS LIQUIDES – DÉTERMINATION PAR LA MÉTHODE À L'ANNEAU

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie le mesurage de la tension interfaciale entre un isolant liquide et l'eau par la méthode à l'anneau de Du Noüy proche des conditions d'équilibre. Pour obtenir une valeur, qui donne une expression plus réaliste de la véritable tension interfaciale, un mesurage après une maturation de l'interface d'environ 180 s est enregistré.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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).

ISO 862, *Agents de surface – Vocabulaire*

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 14370, *Agents de surface – Détermination de la tension superficielle*