

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Natural esters – Guidelines for maintenance and use in electrical equipment

Esters naturels – Lignes directrices pour la maintenance et l'utilisation dans les matériels électriques

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62975:2021



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2021 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 It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.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.

IEC online collection - oc.iec.ch

Discover our powerful search engine and read freely all the publications previews. With a subscription you will always have access to up to date content tailored to your needs.

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 18 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

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.

IEC online collection - oc.iec.ch

Découvrez notre puissant moteur de recherche et consultez gratuitement tous les aperçus des publications. Avec un abonnement, vous aurez toujours accès à un contenu à jour adapté à vos besoins.

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.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Natural esters – Guidelines for maintenance and use in electrical equipment

Esters naturels – Lignes directrices pour la maintenance et l'utilisation dans les matériels électriques

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 29.040.10

ISBN 978-2-8322-9222-8

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 Categories of equipment.....	9
5 In-service natural ester diagnostic tests.....	10
6 Evaluation of natural esters in new equipment.....	11
7 Evaluation of natural ester in equipment in service	12
7.1 General.....	12
7.2 Frequency of examination	13
7.3 Testing procedures	14
7.3.1 Field tests.....	14
7.3.2 Laboratory tests.....	14
7.4 Classification of in-service natural esters	14
8 General requirements for corrective actions.....	19
9 Interpretation of results.....	19
9.1 General.....	19
9.2 Colour and appearance.....	19
9.3 Breakdown voltage	19
9.4 Viscosity	20
9.5 Acidity.....	20
9.6 Dielectric dissipation factor (DDF) and resistivity	20
9.7 Dissolved gas-in-oil.....	21
9.8 Flash and fire points	21
9.9 Interfacial tension (IFT).....	21
9.10 Density	22
9.11 Pour point.....	22
9.12 Additives.....	22
9.13 Particle count.....	22
9.14 Compatibility and miscibility of natural esters.....	22
9.15 Oxidation stability	23
9.16 Polymerization	23
10 Sampling of natural esters from equipment.....	24
Annex A (informative) Water and natural ester liquids.....	25
A.1 General.....	25
A.2 Water content	25
A.2.1 General	25
A.2.2 Water in natural esters	25
A.3 Moisture equilibrium between liquid and solid insulation	27
Annex B (informative) Replacement and treatments of natural esters in transformers	30
B.1 Transformer retrofilling with natural esters	30
B.2 Reconditioning and reclaiming	31
B.2.1 General	31
B.2.2 Reconditioning.....	31
B.2.3 Reclaiming	32

Annex C (informative) Use of natural ester liquids with on-load tap-changers (OLTCs)	33
Bibliography	35
Figure A.1 – Moisture saturation values between liquids versus temperature [10]	27
Figure A.2 – Example of water (high concentrations) equilibrium curves for paper and natural ester [11]	28
Figure A.3 – Example of water (medium concentrations) equilibrium curves for paper and liquid [11]	29
Figure A.4 – Example of water (low concentrations) equilibrium curves for paper and liquid [11]	29
Table 1 – Categories of equipment	10
Table 2 – Diagnostic tests for in-service natural esters	11
Table 3 – Recommended limits for natural esters properties after filling in new electrical transformers and reactors prior to energization	12
Table 4 – Recommended frequency of testing ^a	14
Table 5 – Recommended limits for in service natural esters in transformers	15
Table A.1 – Typical values for A and B for different insulating liquids [10]	26
Table A.2 – Guidelines for interpreting data expressed in relative saturation	27

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62975:2021

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**NATURAL ESTERS – GUIDELINES FOR
MAINTENANCE AND USE IN ELECTRICAL EQUIPMENT**

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 62975 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
10/1123/FDIS	10/1126/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.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62975:2021

INTRODUCTION

Natural esters are increasingly being used in transformers and electrical equipment employed in electrical power generation, transmission, distribution and industrial applications.

The use of natural esters is recommended for equipment where the liquid does not remain in continuous contact with ambient air, such as hermetically sealed units, units with closed conservators equipped with a rubber bag (bladder) or external expansion elements (external bag), units with a headspace having either a nitrogen blanket or a confined volume of air (distribution transformers).

Monitoring and maintaining liquid quality are essential to ensure the reliable operation of natural ester filled electrical equipment. Codes of practice for this purpose have been established by electrical power authorities, power companies and industries in many countries. A review of current experience reveals a wide variation of procedures and criteria. It is possible, however, to compare the value and significance of standardized liquid tests and to recommend uniform criteria for the evaluation of test data.

If a certain amount of liquid deterioration (by degradation or contamination) is exceeded, there is inevitably some erosion of safety margins and the question of the risk of premature failure should be considered. While the quantification of the risk can be very difficult, a first step involves the identification of potential effects of increased deterioration. The philosophy underlying this document is to furnish users with as broad a base of understanding of liquid quality deterioration as is available, so that they can make informed decisions on inspection and maintenance practices.

Unused natural ester liquids are sustainable resources and are readily available. Natural esters are, by most regulations, deemed to be regulated and/or controlled waste. If spills occur, the user should refer to the regulations applicable to their specific location and requirements set by their local authorities.

This document, while technically sound, is mainly intended to serve as a common basis for the preparation of more specific and complete codes of practice by users in the light of local circumstances. Sound engineering judgement should be exerted in seeking the best compromise between technical requirements and economic factors.

Application of natural ester liquids in large power transformers at this time is still relatively limited after 20 years although a very large number of units is operating. While the collection of operating data has allowed for the development of this document, care should be used when applying the recommended values. Manufacturers of natural ester liquids should be contacted with specific questions or concerns.

WARNING – This document does not purport to address all the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this document to establish appropriate health and safety practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

The natural esters which are the subject of this document should be handled in compliance with local regulations and supplier's safety datasheets.

This document is applicable to natural esters, chemicals and used sample containers. The disposal of these items should be carried out according to local regulations regarding their impact on the environment.

NATURAL ESTERS – GUIDELINES FOR MAINTENANCE AND USE IN ELECTRICAL EQUIPMENT

1 Scope

This document provides procedures and guidelines that are intended for the use and maintenance of natural ester liquid in sealed transformers and other electrical equipment.

This document is applicable to natural esters, originally supplied conforming to IEC 62770 and other applicable standards (e.g. ASTM D6871 [1]¹) in transformers, switchgear and electrical apparatus where liquid sampling is practical and where the normal operating conditions specified in the equipment specifications apply.

At present, there is a limited amount of information available for electrical equipment other than transformers.

This document is also intended to assist the power equipment operator to evaluate the condition of the natural ester and maintain it in a serviceable condition. It also provides a common basis for the preparation of more specific and complete local codes of practice.

The document includes recommendations on tests and evaluation procedures and outlines methods for reconditioning and reclaiming the liquid, when necessary.

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 60422:2013, *Mineral insulating oils in electrical equipment – Supervision and maintenance guidance*

IEC 60475, *Method of sampling insulating liquids*

IEC 60567, *Oil-filled electrical equipment – Sampling of gases and analysis of free and dissolved gases – Guidance*

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

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

IEC 60970, *Insulating liquids – Methods for counting and sizing particles*

¹ Numbers in square brackets refer to the bibliography.

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

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

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

ISO 3016, *Petroleum and related products from natural or synthetic sources – 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*

ISO 21018-3, *Hydraulic fluid power – Monitoring the level of particulate contamination of the fluid – Part 3: Use of the filter blockage technique*

ASTM D92, *Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester*

ASTM D1500, *Standard Test Method for ASTM Color of Petroleum Products (ASTM Color Scale)*

ASTM D1544, *Standard Test Method for Color of Transparent Liquids (Gardner Color Scale)*

ASTM D3455, *Standard Test Methods for Compatibility of Construction Material with Electrical Insulating Oil of Petroleum Origin*

ASTM D6922, *Standard Test Method for Determination of Homogeneity and Miscibility in Automotive Engine Oils*

ASTM D7042, *Standard Test Method for Dynamic Viscosity and Density of Liquids by Stabinger Viscometer (and the Calculation of Kinematic Viscosity)*

ASTM D7155, *Standard Practice for Evaluating Compatibility of Mixtures of Turbine Lubricating Oils*

ASTM D7647, *Standard Test Method for Automatic Particle Counting of Lubricating and Hydraulic Fluids Using Dilution Techniques to Eliminate the Contribution of Water and Interfering Soft Particles by Light Extinction*

ASTM D7752, *Standard Practice for Evaluating Compatibility of Mixtures of Hydraulic Fluids*

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 <http://www.iso.org.obp>

NOTE ASTM and IEEE terminology are given in:

- ASTM D2864, Standard Terminology Relating to Electrical Insulating Liquids and Gases [2],
- IEEE C57.12.80, Standard Terminology for Power and Distribution Transformers [3].

3.1

local regulations

regulations pertinent to the particular process in the country concerned

Note 1 to entry: These regulations may be defined by local, regional or national legislation or even by the owner or operator of the equipment itself. They are always to be considered as the most stringent of any combination thereof. It is the responsibility of each user of this document to familiarize themselves with the regulations applicable to their situation. These regulations shall refer to operational, environmental or health and safety issues. A detailed risk assessment will usually be required.

3.2

routine tests (Group 1)

minimum tests required to monitor the liquid and to ensure that it is suitable for continued service

Note 1 to entry: If the results obtained from these tests do not exceed recommended action limits, usually no further tests are considered necessary until the next regular period for inspection but, under certain perceived conditions, complementary tests may be deemed prudent.

3.3

complementary tests (Group 2)

additional tests, which may be performed to obtain further specific information about the quality of the natural ester, and may be performed to assist in the evaluation of the natural ester for continued use in service

3.4

special investigative tests (Group 3)

tests performed mainly to determine the suitability of the natural ester for the type of equipment in use and to ensure compliance with environmental and operational considerations

4 Categories of equipment

In order to consider the different user requirements, equipment has been placed in various categories as shown in Table 1.

For practical and economic reasons, some electrical utilities may decide that their small transformers up to 1 MVA and 36 kV are not included in this classification. It is possible that routine monitoring programmes are not considered economical for this type of equipment. Where a monitoring programme is required for these transformers, the guidelines given for category C should be adequate.

Table 1 – Categories of equipment

Category	Type of equipment
Category O	Power transformers / reactors with a nominal system voltage of 400 kV and above.
Category A	Power transformers / reactors with a nominal system voltage above 170 kV and below 400 kV. Also, power transformers of any rated voltage where continuity of supply is vital and similar equipment for special applications operating under onerous conditions.
Category B	Power transformers / reactors with a nominal system voltage above 72,5 kV and up to and including 170 kV (other than those in Category A).
Category C	Power transformers / reactors for MV/LV application e.g. nominal system voltages up to and including 72,5 kV and traction transformers (other than those in Category A).
Category D	Instrument / protection transformers with a nominal system voltage above 170 kV.
Category E	Instrument / protection transformers with a nominal system voltage up to and including 170 kV.
Category F	Diverter tanks of on-load tap-changers (OLTC), including combined selector/diverter tanks (see Annex C).
NOTE 1 Separated selector tanks of on-load tap-changers belong to the same category as the associated transformer. NOTE 2 Regardless of size or voltage, a risk assessment can justify condition-monitoring techniques usually appropriate to a higher classification. NOTE 3 Due to the very limited number of actual applications, recommended limits are not yet available for Categories D and E. Such categories are here reported only for consistency purposes with IEC 60422. NOTE 4 Regarding Category F, limit values are specified for breakdown voltage (BDV) and water content. For all other parameters, the values have been adopted from the category as the associated transformer.	

5 In-service natural ester diagnostic tests

Many tests may be applied to in-service natural ester liquids in electrical equipment. The tests listed in Table 2 are considered sufficient to determine whether the condition of the in-service natural ester is adequate for continued operation and to suggest the type of corrective action required, if needed.

The tests are not listed in order of priority within a grouping. When more than one test method is reported, the reference method is the first one listed and it is also reported in Clause 9. In case of dispute this method shall be used.

Table 2 – Diagnostic tests for in-service natural esters

	Property	Sub-clause	Method
Group 1 – Routine Tests	Colour and appearance	9.2	ISO 2049 ^a or ASTM D1500 or ASTM D1544
	Breakdown voltage	9.3	IEC 60156
	Water content	Annex A	IEC 60814
	Viscosity	9.4	ISO 3104 ^a or ASTM D7042
	Acidity (neutralization number)	9.5	IEC 62021-3
	Dielectric dissipation factor (DDF)	9.6	IEC 60247
	Dissolved gas-in-oil ^b	9.7	IEC 60567
Group 2 – Complementary Tests	Fire point	9.8	ISO 2592 ^a or ASTM D92
	Interfacial tension (IFT)	9.9	IEC 62961
	Density	9.10	ISO 12185 ^a or ISO 3675 or ASTM D7042
Group 3 – Special Investigative Tests (informative)	Flash point	9.8	ISO 2592 ^a or ASTM D92
	Pour point	9.11	ISO 3016
	Additives (antioxidant) content	9.12	IEC 60666 ^a or other suitable methods or according to manufacturer's advice
	Particles (counting and sizing)	9.13	IEC 60970 ^a or ASTM D7647 or ISO 21018-3
	Liquid Compatibility and miscibility	9.14	ASTM D7752 ^a or ASTM D7155 and ASTM D6922
	Materials compatibility (see retrofilling)	Annex B	ASTM D3455
^a Reference method (in case more than one method is specified).			
^b DGA test is intended for hermeticity check only, based on air (N ₂ + O ₂) content.			

6 Evaluation of natural esters in new equipment

A substantial proportion of electrical equipment is supplied to the final user, already filled with natural ester liquids. In these cases, as the natural ester has already come into contact with insulating and other materials, it can no longer be considered as "unused natural ester" as defined in IEC 62770. Therefore, its properties shall be regarded as those applicable to a natural ester in new electrical equipment prior to energization.

Natural ester properties for new equipment shall be appropriate to the category and functions of the transformers and reactors (see Table 3).

NOTE As the characteristics of the natural ester in new equipment prior to energization are an integral part of that equipment design, the user can request these characteristics to be better than the minimum standards suggested in Table 3, which are based on the experience of many years of operating practice.

Table 3 – Recommended limits for natural esters properties after filling in new electrical transformers and reactors prior to energization

Property	Highest voltage for equipment (kV)		
	≤ 72,5 kV	72,5 kV to 170 kV	> 170 kV
Appearance	Clear, free from sediment matter		
Colour (on scale given in ISO 2049)	< 2,0		
Breakdown voltage (kV)	> 55	> 60	> 60
Water content (mg/kg) ^a	< 200 ^b	< 150	< 100
Acidity (mg KOH/g)	< 0,08	< 0,08	< 0,08
Dielectric dissipation factor at 90 °C	< 0,07	< 0,07	< 0,07
Density at 20 °C (g/ml)	< 1		
Viscosity at 40 °C (mm ² /s)	< 50		
Fire point (°C)	> 300		
Flash point (°C)	> 250		
Total gas content (dissolved gas analysis) (% or 10 ⁴ µl/l)	< 1,5 ^c		
Total PCB ^d content (mg/kg)	Not detectable		
^a The values are not corrected for temperature since not enough time may have elapsed to reach an equilibrium between the natural ester and cellulose insulation. ^b For use in transformers under 72,5 kV class, the maximum water content should be agreed between supplier and user depending upon local circumstances. ^c This limit (O ₂ + N ₂ total, only; see Table 2) is applicable only to transformers equipped with a hermetic preservation system and without nitrogen blanked. Differences can be negotiated between customer and manufacturer. ^d According to IEC 61619 [4] modified for esters.			

7 Evaluation of natural ester in equipment in service

7.1 General

A natural ester in service is subjected to heat, oxygen, water and other catalysts, all of which are detrimental to the properties of all insulation. In order to maintain the quality of the natural ester in service, regular sampling and analysis shall be performed.

From an environmental point of view, visual inspection can also be used to monitor leakage and spills of natural esters.

In case of leakage, natural esters are very prone to be oxidized, much faster than mineral oil, forming thin films that are difficult to clean if not done in a short time.

Often the first sign of natural ester deterioration may be obtained by direct observation of the natural ester clarity and colour through the sight glass of the conservator or sight glass of the Buchholz relay.

The interpretation of results, in terms of the functional deterioration of the natural ester, shall be performed by experienced personnel based on the following elements of risk management and life cycle management:

- characteristic values for the type and family of natural ester and equipment, developed by statistical methods;

- evaluation of trends and the rate of variation of the values for a given natural ester property;
- typical values, for "good", "fair" and "poor" for the appropriate type and family of equipment as are given in Table 5.

Application of natural ester liquids in power transformers is recommended for sealed equipment only and at this time is still relatively limited compared to mineral oil. The collection of operating data (approximately 35 000 records) from a very large, but young, population of transformers contributed to the development of this document. The recommended values proposed in this document shall be used carefully. Manufacturers of natural ester liquids should be contacted in case of specific questions or concerns.

7.2 Frequency of examination

It is impossible to lay down a general rule for the frequency of examination of natural esters in service which will be applicable to all possible situations that might be encountered.

The optimum frequency will depend on the type, function, voltage, power, construction and service conditions of the equipment, as well as the condition of the natural esters as determined in the previous analysis. A compromise will often have to be found between economic factors and reliability requirements.

Much greater difficulties exist in deciding frequency of testing and permissible natural ester deterioration levels which are acceptable for all applications of insulating liquids in relation to differences in operating policies, reliability requirements and types of electrical system. For example, large power companies may find the full application of these recommendations to distribution transformers uneconomical. Conversely, the industrial user, whose activities depend on the reliability of his power supply, may wish to institute more frequent and stricter controls of liquids dielectric quality as a means of guarding against power failures.

By way of a guide, a suggested frequency of tests suitable for different types of equipment is given in Table 4 but, less frequent testing may be appropriate based on life cycle analysis (LCA) and/or life cycle management (LCM) and risk assessment (RA).

Generally, check measurements shall be carried out on the basis of the following criteria, which apply to natural esters as other transformer dielectric liquids.

- a) Characteristics may be tested periodically, at intervals as suggested in Table 4, unless otherwise defined.
- b) The frequency of examination may be increased where any of the significant properties indicates that the liquid is in fair or poor condition, or when trend analysis indicates significant changes.
- c) The degradation of the natural ester will accelerate with increased temperature and in the presence of oxygen (oxidation) and water (hydrolysis). Therefore, heavily loaded transformers may need more frequent liquid-sampling and complementary testing. As a consequence, the use of natural esters is recommended only for equipment that are not open to the atmosphere.
- d) The testing frequency shall be established by means of a cost/benefit evaluation based on life cycle analysis and risk assessment. For some owners this approach may indicate different testing frequencies from those indicated in Table 4. For instance, some electrical utilities may prefer not to perform this programme on this type of equipment and small industries may prefer to include this type of equipment even in a higher category.

Table 4 – Recommended frequency of testing ^a

Property	Equipment category				
	O	A	B	C ^b	F
Group 1 (Routine tests) ^c – years	1 to 2	1 to 3	1 to 4	2 to 6	1 to 4
Group 2 (Complementary tests)	These tests may be done periodically but less frequently than routine tests. The frequency will depend upon the condition of liquid, age and type. First (baseline) measurements should be done in new or refurbished equipment prior to energization.				
Group 3 (Special Investigative tests)	These are very special tests that need to be done only under special circumstances.				
Group 3 (Additives)	In accordance with natural esters producer recommendations.				
^a These proposed periods refer to a normal routine maintenance programme. Should one or more of the measured properties indicate that the liquid is in a fair or poor condition or if an abnormal ageing trend is observed, these periods should be shortened according to the importance of the equipment. ^b See 7.2 d). ^c Group 1 tests shall be performed after filling or refilling the transformer, prior to energizing.					

7.3 Testing procedures

7.3.1 Field tests

In some circumstances there is a need to perform tests closer to the point of sampling rather than in the laboratory. Field tests can help the operator to achieve prompt estimation of the natural ester condition. Field testing shall be managed by experienced operators.

7.3.2 Laboratory tests

A complete examination scheme includes all the tests listed in Table 2. These tests are subdivided into the three groups identified as routine, complementary and investigative.

7.4 Classification of in-service natural esters

In service natural ester liquids shall be classified according to the results of the tests listed in Table 2. The trend of these results over a period of time will add useful information for arriving at the classification of the insulating liquid.

Insulating liquids may be classified as "good", "fair" or "poor" based on the evaluation of properties listed in Table 2. Table 5 provides guidance to assist in this classification process.

- **Good**
Natural ester liquid is in normal condition; continue normal frequency of the tests.
- **Fair**
Natural ester liquid has some detectable degradation; increase the frequency of the tests.
- **Poor**
Natural ester liquid has significant degradation; schedule follow-up actions in accordance with experienced personnel.

At the current state of art, only recommended limits for transformers are available. The limits have been based on restricted available data and may change (especially in the categories O, A and B) with time with increasing statistical information.

No action shall be taken on the basis of one result and one property. Repeat samples are recommended where the result appears abnormal compared to the trend of the results previously obtained.

Table 5 – Recommended limits for in service natural esters in transformers

Property	Category ^a	Recommended Action Limits			Recommended Action ^{b, c}	Notes
		Good	Fair	Poor		
Colour and appearance	O-A-B-C-F	Clear and without visible contamination	Darker than as new and/or pale and/or appearance of turbidity		As dictated by other tests	Blackening is a symptom of chemical contamination or ageing. Turbidity is a symptom of high-water content or material incompatibility.
Breakdown voltage (kV)	O-A	> 60	50 to 60	< 50	Good: Continue normal frequency of the test	If OLTC symbol is unknown (delta or star or line end) use delta limits (< 40 kV).
	B	> 50	40 to 50	< 40	Fair: More frequent sampling. Check other parameters e.g. water, particle content and perhaps DDF/resistivity and acidity.	
	C	> 40	30 to 40	< 30	Poor: Recondition the liquid or, alternatively, if more economical because other tests indicate severe ageing, replace the insulating liquid.	
	F	≥ 30 kV for OLTC in star-point application ≥ 40 kV for OLTC in delta or line-end application	< 30 kV for OLTC in star-point application < 40 kV for OLTC in delta or line-end application			
Water content (mg/kg)	O-A	< 100	100 to 300	> 300	Good: Continue normal frequency of the test.	The values of water content shall always be regarded together with the values for breakdown voltage. In case of a suspicion of a moisture problem, sampling at different equipment temperatures is recommended. Water concentration limits are based on static evaluation and are referred to standard service temperatures (40 °C to 70 °C). In case of switching equipment without paper insulation (Category F), the values of breakdown voltage are of overriding importance.
	B	< 150	150 to 350	> 350	Fair: More frequent sampling. Check other parameters e.g. breakdown voltage, particle content and perhaps DDF/resistivity and acidity.	
	C	< 200	200 to 400	> 400	Poor: Check source of water, recondition the insulating liquid or, alternatively, if more economical because other tests indicate severe ageing, replace or reclaim the insulating liquid combined with subsequent drying procedures, although regard should be taken of the quantity of water that will still be retained in the solid insulation.	
	F	≤ 200	> 200			

Property	Category ^a	Recommended Action Limits			Recommended Action ^{b, c}	Notes
		Good	Fair	Poor		
Acidity (mg _{KOH} /g _{oil})	O-A-B-C-F	< 0,30	0,30 to 0,50	> 0,50	Good: Continue normal frequency of the test. Fair: More frequent sampling. Check for the presence of sediment (IEC 60422:2013, Annex C) and elevated water content. Confirm that the equipment is sealed and not overloaded. Poor: A decision may be made to reclaim via processing the insulating liquid or, alternatively, if more economical and other tests indicate severe ageing, replace the insulating liquid.	
Dielectric dissipation factor at 90 °C	O-A	< 0,15	0,15 to 0,3	> 0,3	Good: Continue normal frequency of the test.	
	B-C-F	< 0,15	0,15 to 0,5	> 0,5	Fair: More frequent sampling. Check other parameters like water content and acidity. Poor: Reclaim insulating liquid or, alternatively, if more economical because other tests indicate severe ageing, replace the insulating liquid.	
Oxidation inhibitor additive content is to be determined by the liquid manufacturer and the end user (%)	O-A-B-C-F	> 70 % of original value	30 % to 70 % of original value	< 30 % of original value	Good: no action. Fair: Confirm the equipment is sealed and the viscosity increase is < 15 % of original value. Obtain more frequent sampling. Poor: Contact the liquid manufacturer to aid in inhibitor replenishment after confirming reason(s) for inhibitor depletion, such as non-sealed tank and extreme overload condition for an extended time period.	Restricted to inhibited natural esters. Replenishment is not a common practice and should be performed before ageing has reached extreme values.

Property	Category ^a	Recommended Action Limits			Recommended Action ^{b, c}	Notes
		Good	Fair	Poor		
Viscosity at 40 °C (% variation of the original value)	O-A-B-C-F	< 10% increase over original value	10 % to 15% increase over original value	> 15 % increase over original value	Good: no action. Fair: Confirm the equipment is sealed and the oxidation inhibitor content is > 30 % of original value. Obtain more frequent sampling. Poor: Determine reason(s) for viscosity increase, these as due to a non-sealed tank and extreme overload condition for an extended time period. Reclaim insulating liquid or, alternatively, if more economical because other tests indicate severe ageing, replace the insulating liquid.	Perform when acidity and dissipation factor values are near the limits, and if inhibitor content is < 70 % of original value.
Fire point (°C)	O-A-B-C-F	≥ 300	< 300		Investigate the cause of the decrease and consider whether further operation is acceptable in accordance with local Health and Safety legislation. In case of mixing with other insulating liquids test further functional parameters of the mixture and evaluate its service capability.	Not a routine test. May be required when an unusual odour, such as from a volatile solvent, is noticed, when an internal fault has occurred or when a transformer is refilled. In some countries Health and Safety legislation may require a higher limit.
Flash point (°C)	O-A-B-C-F	≥ 250	< 250		Investigate the cause of the decrease and consider whether further operation is acceptable in accordance with local Health and Safety legislation. In case of mixing with other insulating liquids test further functional parameters of the mixture and evaluate its service capability.	Not a routine test. May be required when an unusual odour, such as from a volatile solvent, is noticed, when an internal fault has occurred or when a transformer is refilled. In some countries Health and Safety legislation may require a higher limit.
Interfacial tension – IFT (mN/m)	O-A-B-C-F	> 20	14 to 20	< 14	Good: Continue normal frequency of the test. Fair: More frequent sampling. Check for the presence of sediment and elevated water content. Confirm that the equipment is sealed and is loaded per its nameplate. Poor: A decision may be made to reclaim the insulating liquid or, alternatively, if more economical and other tests indicate severe ageing, replace the insulating liquid.	

Property	Category ^a	Recommended Action Limits			Recommended Action ^{b, c}	Notes
		Good	Fair	Poor		
^a See Table 1.						
^b Before any action, ensure sampling was properly done, sampling valve was properly cleaned before sampling and transportation and storage periods in the laboratory were short.						
^c No action should be taken on the basis of one result and one property. All results shall be confirmed by a repeat sample especially if the result appears abnormal compared to the trend of the previous results obtained.						
NOTE 1 Darkening of the colour is compared to and dependent on the original colour of the liquid.						
NOTE 2 Additive levels can be agreed upon between the producer and user of the liquid before it can be included in the table. If it is diminished by over 70 %, that can indicate an issue such as a non-sealed tank. Some natural esters contain metal passivators additives, and it is preferable that their concentration are periodically checked.						

8 General requirements for corrective actions

All the treatments required for restoring the natural ester insulating liquids shall be commissioned to qualified service providers and shall be carried out carefully. All countermeasures shall be taken to minimize any unreasonable risk to workers, public health and the environment. Experienced and qualified personnel are aware of the associated health and environmental risks and shall always perform natural ester treatment, strictly in accordance with local regulations.

The properties of the natural esters after any treatment shall be agreed between service provider and customer.

Treatment apparatus and tools (as well as sampling devices) shall be dedicated only for natural ester liquids, in order to prevent cross-contaminations.

Apparatus used for reconditioning and reclaiming shall be checked for materials compatibility (gaskets, seals, pumps, etc.) and shall be free of residue from other types of liquids.

9 Interpretation of results

9.1 General

Breakdown voltage and water content are usually strongly interrelated. The interpretation of water content in natural esters is strongly related to the sampling temperature that shall be measured directly in the natural ester stream.

9.2 Colour and appearance

The colour of a natural ester is determined in transmitted light and is expressed by a numerical value based on comparison with a series of colour standards. It is a general property, which can show significant degradation of liquids. A rapid increase in colour of the in-service fluid, relative to the original colour, is an indication of severe degradation or contamination.

Besides colour, the appearance of a natural ester may show cloudiness or sediment, which may indicate the presence of free water, insoluble sludge, carbon particles, fibres, dust, or other contaminants.

Colour and appearance shall be measured in accordance with ISO 2049 (reference method) or ASTM D1500 or ASTM D1544.

9.3 Breakdown voltage

Breakdown voltage (BDV) is a measure of the ability of the liquid dielectrics to withstand electric stress and has primary importance for the safe operation of electrical equipment. The breakdown voltage is strongly dependent on the water dissolved in the natural ester liquid at the sampling temperature during the sampling of the transformer. The operating temperatures inside a transformer cause water migration between the solid insulation and the dielectric liquid, whereby the liquid will dissolve more water from the solid insulation at higher temperatures. Thus, the liquid sampling temperature and water solubility needs to be taken into consideration when testing the breakdown strength of the liquid in the laboratory.

Dry and clean natural ester exhibits an inherently high breakdown voltage. Free water and solid particles, the latter particularly in combination with high levels of dissolved water, tend to migrate to regions of high electric stress and reduce breakdown voltage. The measurement of breakdown voltage, therefore, serves primarily to indicate the presence of contaminants such as water or particles. A low value of breakdown voltage can indicate that one or more of these

are present. However, a high breakdown voltage does not necessarily indicate the absence of any contaminants.

The values of breakdown voltage are more significant when the natural ester has been sampled at the operating temperature of the transformer. Samples, taken at $< 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ may give an optimistic view of the state of the transformer. The breakdown voltage of spare units that have been long out of service and are again energized should be monitored more often until the transformer has reached a steady state.

BDV shall be measured in accordance with IEC 60156.

9.4 Viscosity

Viscosity is a significant factor in the heat transfer and may also influence the switching behaviour of OLTCs. Oxidation of the natural ester liquids tends to increase viscosity. However, under normal operation and maintenance practices limited oxidation of the natural ester will not significantly affect its viscosity.

This is not a routine test. Perform only when acidity and dissipation factor values are near the limits, and if inhibitor content is $< 70\%$ of the original value.

Viscosity shall be measured in accordance with ISO 3104 (reference method) or ASTM D7042.

NOTE A significant drop of the viscosity after ageing has been observed in some tests on laboratory-scale [5].

9.5 Acidity

The acidity (neutralization value) of a natural ester is a measure of the acidic constituents or contaminants in the natural ester.

The acidity level can be used as an indicator for maintaining the natural ester in an acceptable condition.

The ester insulating liquids, when hydrolysed, especially at higher operating temperatures, produce long-chain fatty acids, which generally increase acid value and the dielectric dissipation factors (DDF) of the natural ester. However, research about a very large number of operating units indicates that, compared to the lower molecular weight acids produced by the ageing of other dielectric liquids such as mineral oils, these fatty acids are relatively mild and do not produce an aggressive and corrosive environment. A probable explanation of this difference is the fact that the fatty acids, preferentially liposoluble, remain in the ester liquid (or oil), unlike the low molecular weight acids, rather hydrophilic, which diffuse in the more or less wet papers where they promote the acid hydrolysis of the cellulose.

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

9.6 Dielectric dissipation factor (DDF) and resistivity

Dielectric dissipation factor (DDF) and, alternatively, resistivity are normally excellent parameters of monitoring in service insulating liquids.

DDF is preferred to resistivity, especially for contradictories, because it is performed in alternating current. There is generally a relationship between DDF and resistivity, with resistivity decreasing as DDF increases. It is normally not necessary to conduct both tests on the same natural ester and generally DDF is found to be the more common test. Resistivity and DDF are temperature and moisture dependent. DDF tends to increase with the ageing of a transformer insulating liquid.

A new clean and dry transformer insulating liquid has normally a very low DDF value and very high resistivity value.

These parameters are very sensitive to the presence of soluble polar contaminants, ageing products or colloids in liquid dielectrics. High DDF values may indicate excessive contamination, or the misapplication of solid materials used in manufacture, and should be investigated.

Acceptable limits for these parameters depend largely upon the type of equipment. However, very high values of DDF, or very low values of resistivity, may affect the dielectric losses and/or the insulation resistance of the electrical equipment.

DDF shall be measured in accordance with IEC 60247.

9.7 Dissolved gas-in-oil

Natural ester liquids will produce a mixture of gases on thermal decomposition due to high temperature hot spots, arcing and breakdown under electrical stress conditions. These will be similar to those produced from mineral oil (see IEC 60567 and IEC 60599 [6]) but with different gas concentrations. The interpretation of gas composition is out of the scope of this document, its mentioning is only intended for checking the hermeticity of the atmospheric preservation system.

The aim of dissolved gas-in-oil analysis for this document is to check hermeticity, and therefore O₂ and N₂ concentration, rather than fault diagnosis.

A special attention shall be paid because water content in natural ester is generally greater than mineral oil. In case of very wet samples the dissolved gases can be affected by water vapour pressure contribution.

NOTE End user and manufacturer can define total and individual gas content in liquid dielectrics. This recommended limit is obtained from a sample collected 24 h to 48 h after the transformer is filled. This limit is applicable for hermetically sealed units only or units with closed conservators equipped with rubber bag (bladder) or external expansion elements (external bag).

Dissolved gas shall be measured in accordance with IEC 60567.

9.8 Flash and fire points

The flash and fire points of a natural ester usually do not vary with time and deterioration of the liquid. However, flash and fire points can indicate contamination, mainly with mineral oils. Under some circumstances, flash and fire points can be monitored to estimate the level of this contamination and then the most appropriate countermeasures can be taken. In some critical applications, the low flammability feature is one of the main drivers for natural ester preference and flash/fire point shall be periodically controlled in order to ensure a high level of fire safety.

Flash and fire point shall be measured in accordance with ISO 2592 (reference method) or ASTM D92.

9.9 Interfacial tension (IFT)

The interfacial tension (IFT) between natural esters and water provides a means of detecting soluble polar contaminants and products of degradation. The measurement of IFT of natural esters is strongly influenced by the relaxation time of the ester-water interface (dynamic interfacial tension). The reliability of the results can be improved when the duration of measurement is increased.

IFT shall be measured in accordance with IEC 62961.

9.10 Density

Density is not significant when comparing the quality of different natural ester liquids. There is no evidence that density is affected by normal natural ester use or deterioration.

Density shall be measured in accordance with ISO 12185 (reference method) or ISO 3675 or ASTM D7042.

NOTE Density can be useful for discriminating natural esters from other types of liquid.

9.11 Pour point

Pour point is a measure of the ability of the liquid dielectrics to flow properly at low temperature. There is no evidence to suggest that this property is affected by normal natural ester deterioration.

Pour point shall be measured in accordance with ISO 3016.

NOTE Slight changes in pour point can sometimes be interpreted as the result of topping-up with a different natural ester.

9.12 Additives

The supplier with mutual consent with the user, should declare the generic types of all additives, and their concentrations in the case of antioxidants and passivators. Information on initial type and concentration of additives is useful for supervision and maintenance guidance during the life of natural esters in transformers and similar electrical equipment.

Detection and measurement of defined antioxidant additives shall be in accordance with IEC 60666 or other suitable methods. Relevant consumption limits and analysis test methods shall be provided by the liquid supplier at the moment of purchase.

NOTE Example of additives are DBPC (BHA) = 2,6-di-tert-butyl-para-cresol; DBP = 2,6-di-tert-butyl-phenol, BHT = Butylated hydroxytoluene; Irganox 109®, Irganox 1010®, Irgamet 39®, Irgamet 30®², PMA = polymethacrylates.

9.13 Particle count

The presence of particles in liquid dielectrics is known to impact the breakdown voltage and DDF. When necessary, particles presence shall be monitored over time. Due to high viscosity, IEC 60970 is applicable only after dilution of ester with a suitable filtered solvent (i.e. n-pentane) at known and low particle counting [7]. Alternatively, ASTM D7647 or ISO 21018-3 can be used. Expression of result (code) is in accordance with ISO 4406 [8].

9.14 Compatibility and miscibility of natural esters

Compatibility can be defined (ASTM D3455) as: "the ability of liquids to mix together without significant degradation of properties or performance of the resulting mixture".

Miscibility can be defined (ASTM D6922) as: "the ability of a reference liquid and test liquid to form a uniform mixture after blending and not separate into two phases after submission to a series of temperature changes".

During the time of service, if necessary, additional natural ester could be added inside the electrical equipment and this may cause mixtures of different natural ester liquids. Miscibility of different natural ester liquids in all percentages is normally observed. However, the characteristic of the new blend should be tested for reasons of being prudent. The key factors

² Irganox 109®, Irganox 1010®, Irgamet 39®, Irgamet 30® are examples of suitable products available commercially. This information is given for the convenience of users of this document and does not constitute an endorsement by IEC of these products.

potentially affected by the topping-up are flash point, DDF, pour point, oxidation stability and inhibitor response. Main physical and electrical properties shall be checked to ensure that the limits of the natural ester mixture comply with the limits of Table 3 and shall not be less favourable than those of the worst individual component.

An example of a compatibility test is the preparation of some test mixtures of liquid Fluid A and liquid Fluid B (A 10 % + B 90 %, A 50 % + B 50 % and A 90 % + B 10 %, etc.) at one or more temperatures in the range 10 °C to 150 °C. Observe the mixture for changes in colour, formation of sediments and colloids, flash point, etc.

The natural ester supplier shall be contacted if any doubts concerning compatibility arise.

NOTE Additives are present in natural esters and often unknown by type and concentration. By realizing mixtures of different natural esters, interactions or excessive dilution can jeopardize the oxidation stability performance.

9.15 Oxidation stability

The ability of natural esters to withstand oxidation under thermal stress and in the presence of oxygen and a copper catalyst is called oxidation stability. The property is defined as resistance to formation of acidic compounds and compounds influencing the dielectric dissipation factor (DDF) and increasing viscosity under given conditions. For unused natural esters complying with IEC 62770, these conditions are defined in IEC 61125 and the test duration is specified in IEC 62770. Oxidation inhibitors can be added to enhance the oxidation stability.

9.16 Polymerization

Oxidation of natural ester liquids leads to the formation of oligomers, which first increases the liquid viscosity, and eventually forms reticulated polymers. Formation of polymers on the surface of materials, such as metals and solid insulations is known as thin-film polymerization, which may be observed after extended exposure to oxygen from air at elevated temperature and/or exposure to sunlight. Repair or maintenance of a transformer active part separated from the bulk liquid shall be protected by minimizing exposure to air and sunlight to protect from thin film polymerization.

Examples for possible precautions on natural ester-filled transformer can be:

- For nonporous surfaces (e.g. metallic), limit the exposure to atmospheric air and room UV light to a maximum period of seven calendar days and eliminate any exposure to direct sunlight.
- For porous surfaces (e.g. cellulosic based materials), limit the exposure to atmospheric air and room UV light to a maximum period of 20 calendar days and eliminate any exposure to direct sunlight [9].
- Do not use hot air circulation ovens for drying components impregnated with natural ester liquid.
- Do not perform the repairing activity when ambient temperature is above 40 °C.
- When performing maintenance on on-load tap-changers (OLTCs), the inner surfaces of diverter tanks, diverter or selector switch inserts should not be exposed to atmospheric air for more than 8 h. The necessity for maintenance actions can be minimized by exclusively using OLTC models using vacuum technology, as they show significantly lower liquid deterioration.

Additives are commonly added to enhance the long-term stability of natural ester liquids subjected to oxidizing conditions.

10 Sampling of natural esters from equipment

It is essential that every effort be made to ensure that samples are representative of the natural ester in equipment. Careless sampling procedures or contamination in the sample container will lead to erroneous conclusions concerning quality and incur waste of time, effort and expense involved in obtaining, transporting and testing the sample.

Whenever possible, sampling from equipment shall be at normal operating conditions or very shortly after de-energization.

Sampling in accordance with IEC 60475 shall be performed by an experienced person with adequate training.

Where available, manufacturer's instructions should be followed.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62975:2021

Annex A (informative)

Water and natural ester liquids

A.1 General

Moisture content is a primary criterion for in-service natural esters, as water degrades the dielectric properties of insulating liquid. It should be noted that the absolute water content, usually expressed in mg/kg, is only one of the information that should be considered when evaluating insulation liquid condition.

A.2 Water content

A.2.1 General

Depending on the amount of water, the temperature of the insulating system and the status of the natural ester liquid, the water content of natural esters influences:

- the breakdown voltage of the natural ester,
- the water content of the solid insulation, and
- the ageing tendency of the liquid and solid insulation.

The water content in the liquid and solid insulation thus has a significant impact on the actual operating conditions and the lifetime of the transformer.

There are two main sources of water increase in transformer insulation:

- ingress of moisture from the atmosphere;
- degradation of solid cellulosic insulation.

Water is transferred within natural ester filled electrical equipment by the insulating liquid. Water is present in the natural ester liquid in dissolved form and may also be present as a hydrate adsorbed by polar ageing products (bonded water). Particles, such as cellulose fibres may bind some water.

A.2.2 Water in natural esters

The solubility of water in natural ester liquids (W_s) given in mg/kg, depends on the condition of the natural ester and the temperature. The type of natural ester liquids has only a minor effect on the solubility of water. The absolute water content (W_{abs}), given in mg/kg, is independent of the temperature, type and condition of the natural esters. W_{abs} can be measured according to IEC 60814. The relative water content also named saturation percent (W_{rel}) is defined by the ratio W_{abs}/W_s and the result is given in percent, as in the Equations (A.1) and (A.2).

$$W_{abs} \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{W_{rel}}{100} \times W_s \quad (\text{A.1})$$

$$W_{rel}(\%) = \frac{W_{abs}}{W_s} \times 100 \quad (\text{A.2})$$

The relative water content can be estimated by use of on-line capacitive sensors. Water solubility (Ws) shall be determined at the same temperature as that of the natural ester sample when taken.

Since availability of solid insulation specimens is very rare, water saturation of natural esters can also be very useful for estimating cellulose moisture level and trending its ageing. Saturation is the ratio of the water content (Wabs) present in a natural ester at a certain temperature to the solubility (Ws) of water in natural ester at the same temperature, expressed in percent. It can be calculated from known values, obtained by Karl Fischer titration or by on-line moisture sensors.

The water content in natural ester liquids is directly proportional to the relative water concentration (relative saturation) up to the saturation level. The temperature dependence of the solubility of water (Ws) is expressed by Equation (A.3):

$$\text{Water saturation at (T)} = W_s = 10^{\left(A - \frac{B}{273+T}\right)} \quad (\text{A.3})$$

where T is the temperature (°C) of the natural ester liquid at the point of sampling and A and B are constants specific to each type of insulating liquid.

Where present, some free water may transfer into dissolved water at elevated temperatures.

The maximum solubility of water in insulating liquids, Ws, given in mg/kg, depends on the condition and type of the liquid, and the temperature. It can be expressed with the following Equations (A.4) and (A.5), for natural and decimal logarithm respectively.

$$W_s = e^{\left(A_e - \frac{B_e}{273+T}\right)} \quad (\text{A.4})$$

$$W_s = 10^{\left(A_{10} - \frac{B_{10}}{273+T}\right)} \quad (\text{A.5})$$

Procedures for the determination of A and B can be found in [10]. A compilation of average literature constants for decimal and natural logarithm are presented in Table A.1.

Table A.1 – Typical values for A and B for different insulating liquids [10]

	Decimal logarithm		Natural logarithm	
	A ₁₀	B ₁₀	A _e	B _e
New mineral oil	7,09	1 574	16,33	3 625
Aged mineral oil (see NOTE)	6,96	1 508	16,03	3 473
New synthetic ester	5,42	629	12,48	1 449
New natural ester	5,33	693	12,27	1 596
New silicone liquid	5,93	1 069	13,66	2 462
NOTE Aged mineral oil parameters as defined in CIGRE TB741 (acidity = 0,03, DDF at 90 °C = 0,058, IFT = 22, Colour = 3,5).				

An illustration of the various saturation levels of new and aged mineral oils, synthetic esters and natural esters is given in Figure A.1. As for mineral oil, natural ester saturation curves change with ageing.

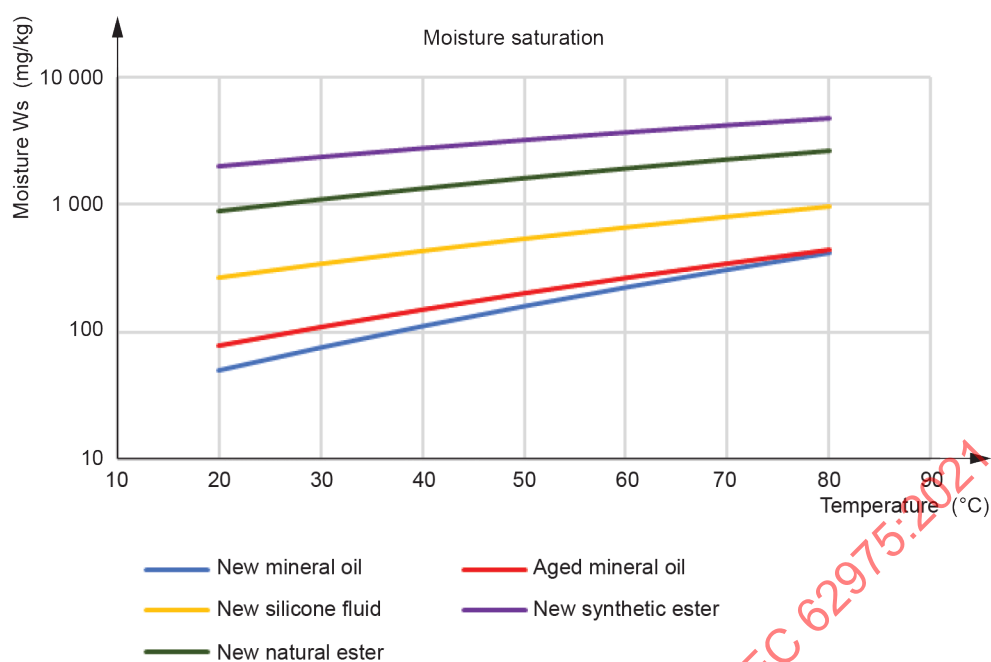


Figure A.1 – Moisture saturation values between liquids versus temperature [10]

A.3 Moisture equilibrium between liquid and solid insulation

Transformers are dried during the manufacturing process until measurements or standard practices yield a moisture content in the cellulosic insulation of about 0,5 % depending upon purchaser's and manufacturer's requirements. After the initial drying, the moisture content of the insulation system may increase depending on the environmental and/or operating conditions.

In a transformer, the total mass of water is distributed between the solid paper insulation and the natural ester liquid such that the bulk of the water is in the solid insulation.

Small changes in temperature can change the dissolved water content of the natural ester liquid but only slightly change the water content of the paper depending on the time constant.

By way of a guide, the condition of cellulosic insulation referred to natural ester relative saturation is given in Table A.2.

Table A.2 – Guidelines for interpreting data expressed in relative saturation

Percent saturation water in natural esters at equilibrium	Condition of cellulosic insulation
< 5 %	Dry insulation.
> 5 %, < 20 %	Moderately wet, low numbers indicate fairly dry to moderate levels of water in the insulation. Values toward the upper limit indicate moderately wet. Insulation.
20 % to 30 %	Wet insulation.
> 30 %	Very wet insulation.

Water content influences the life of a transformer in many ways. The obvious and generally known aspect is its direct influence on the dielectric strength of the insulating medium (liquid and solid insulation).

With increasing amounts of polar ageing by-products due to oxidation, water solubility characteristics of natural ester depending on the type of natural ester may increase.

When the natural ester liquid in a transformer is operating at a constant, relatively elevated temperature for a long period, a pseudo thermodynamic equilibrium between water absorbed by cellulose and water dissolved in the natural ester is approached. This pseudo equilibrium is temperature dependent so that at elevated temperatures more water diffuses from the paper into the natural ester liquid. However, if the natural ester liquid temperature is not high enough, such a pseudo equilibrium is not reached because of the lower rate of diffusion of water to the natural ester liquid from the cellulose insulation.

The determination of the water content in the paper of a transformer by the measurement of the water in the natural ester liquid has been frequently described, such as the use of the "Piper Curves" that have been redrawn using a natural ester liquid, but practical results are often not in line with the theoretical predictions. The drying process of the paper may not take out as much water as calculated. See Figure A.2, Figure A.3 and Figure A.4.

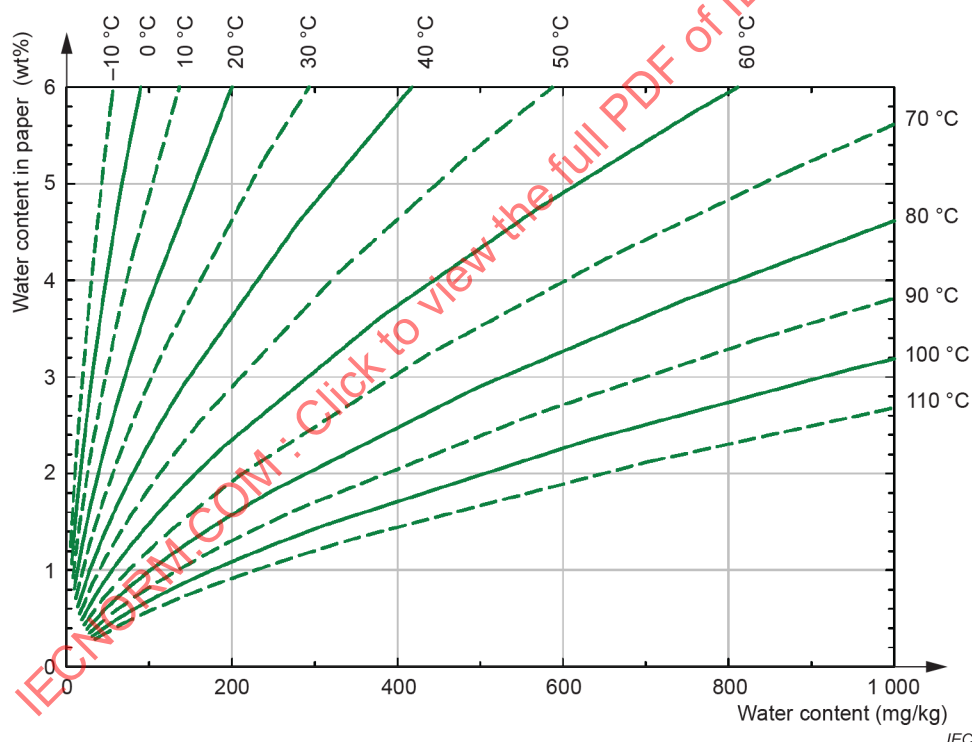
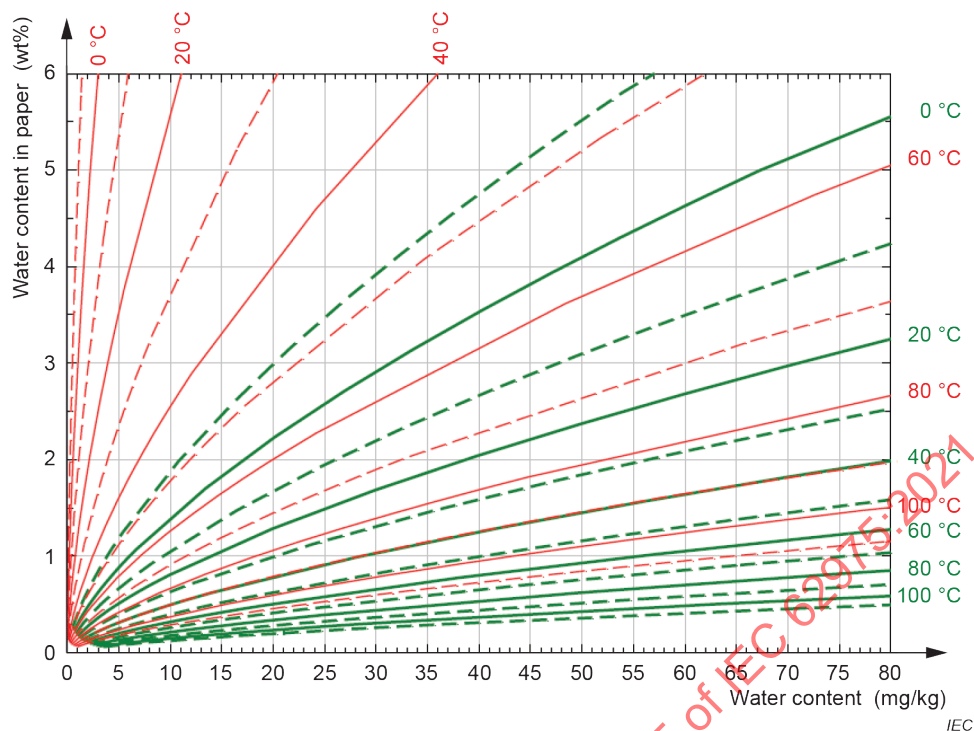


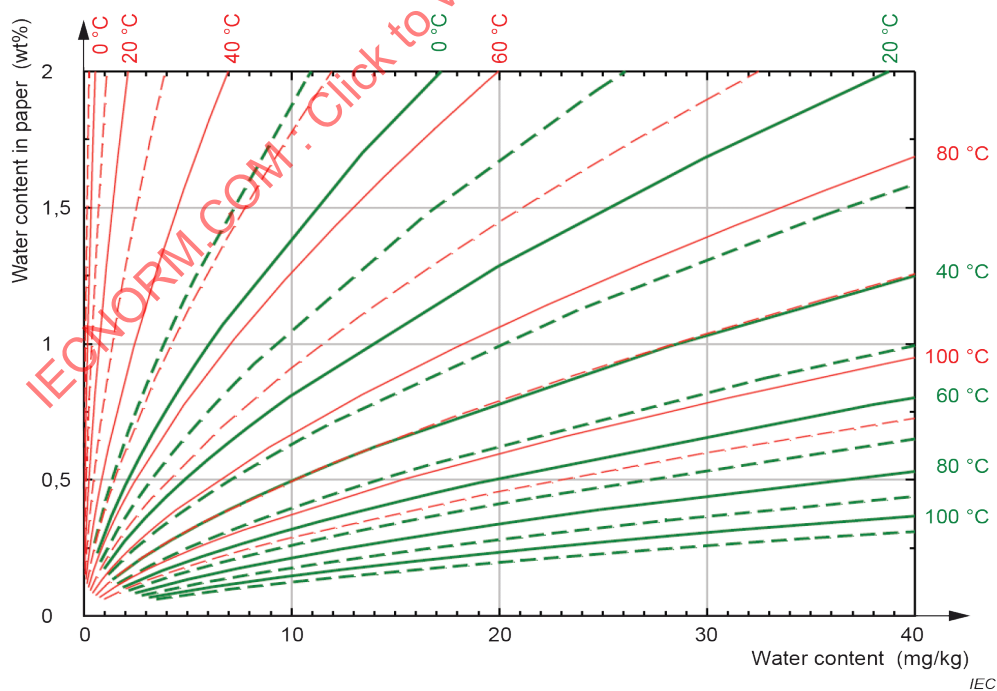
Figure A.2 – Example of water (high concentrations) equilibrium curves for paper and natural ester [11]

**Key**

Red lines: mineral oil

Green lines: natural ester

Figure A.3 – Example of water (medium concentrations) equilibrium curves for paper and liquid [11]

**Key**

Red lines: mineral oil

Green lines: natural ester

Figure A.4 – Example of water (low concentrations) equilibrium curves for paper and liquid [11]

Annex B (informative)

Replacement and treatments of natural esters in transformers

B.1 Transformer retrofilling with natural esters

Retrofilling a transformer is the act of replacing one insulating liquid in a transformer with a (unused) natural ester. This practice is widespread and is usually done because it:

- a) can be an effective way to upgrade fire safety,
- b) may slow the thermal ageing of cellulose insulation,
- c) may lower the environmental risk in otherwise healthy transformers,
- d) makes it possible to increase the load on the transformer.

Retrofilling is usually done with distribution size transformers but can also be done with power transformers in some cases and after a design review only. Especially for big power transformers with or without on-load tap-changers (OLTCs) or de-energized tap-changers (DETCs), retrofilling may not be feasible and needs to be investigated case by case.

Since retrofilling involves one liquid replacing another, it is necessary to check that the two liquids are compatible and miscible. Also, compatibility with other materials and components shall be considered. Using a combination of tests described in ASTM D7155 and ASTM D3455 can help to determine miscibility and compatibility respectively. The compatibility of materials and components of construction of the electrical equipment should be verified before the retrofill procedure is conducted using the test method given in ASTM D3455, which is being modified to include natural ester liquids.

Draining and flushing cannot remove all the dielectric liquid from a transformer, particularly from insulating paper. The mineral oil in the paper insulation will leach out into the ester liquid until equilibrium is achieved. Since silicone liquid is not miscible with esters or mineral oil, silicone filled transformers are not retrofilled.

Mineral oil is fully miscible with esters, however, if the concentration of residual mineral oil exceeds approximately 7,5 % by volume then the fire point of the ester may fall below 300 °C, even if the fire point of the uncontaminated ester is 350 °C or greater.

As indicated in the introduction, natural esters are recommended for sealed units only or units with closed conservators equipped with a rubber bag (bladder) or nitrogen blanket. In the case of retrofilling transformers with free breathing conservators, these units should be modified to prevent the dielectric liquid from coming in contact with replenishing air. This will help to ensure long term stability of the natural ester liquid.

Biodegradability and flash or fire point properties might be lower than expected after retrofilling with natural ester a transformer originally impregnated with mineral oil, due to the contamination with the residual amount of mineral oil. It is recommended to check these properties after retrofilling, and after the miscibility equilibrium with the residual oil has been reached (e.g. after some weeks of service).

For the retrofilling procedure to be successful, it is important for the end user to consult the transformer manufacturer and liquid producer.

A transformer designed for conventional mineral oil may operate at a higher temperature under the same loading characteristics after retrofilling with esters. However, since the insulating paper ageing rate is significantly slower when impregnated with ester, the paper (cellulose) insulation life may be extended [12], [13], [14]. As demonstrated in many other applications, solid insulation originally impregnated with mineral oil will maintain it in large

amount after a retrofilling process, so the improvement is only partial if compared to transformers originally filled with natural ester.

It should be remembered that pre-existing transformer faults, such as poor solid insulation or paper quality, and performance issues related to deficient dielectric design and construction, such as partial discharge will not be remedied by liquid replacement.

B.2 Reconditioning and reclaiming

B.2.1 General

Reconditioning is usually defined as "a process by which the solid content and the water content of a used insulating liquid is reduced to an acceptable level by mechanical means", while reclaiming is defined as "the removal of soluble and insoluble impurities by chemical absorption means in addition to mechanical means in order to restore properties as close as possible to the original values, possibly also by use of antioxidants".

NOTE Often reconditioning includes a degassing process as well.

It should be noted that reconditioning and reclaiming practices traditionally adopted for mineral oils are different compared to natural esters.

B.2.2 Reconditioning

The mechanical means that are used for removing water and solids from liquids include several types of filters, centrifuges, and vacuum dehydrators. In general, water removal filters and vacuum dehydrators should be placed before the final particulate removal filters.

If, during the transport or storage of the liquid, water is introduced into the liquid above a limit that would not permit the liquid to be introduced into a transformer, an additional treatment is required.

If the water is in the form of free water, filter elements utilizing blotter paper have been used effectively. Filter cartridges packed with moisture absorbing media are recommended to help achieve desired dryness. Proper care and storage of the water absorbing filters is essential to insure they do not absorb moisture before use. The manufacturer's temperature rating of the elements should not be exceeded.

Most types of filters now being used on mineral oil can be used for natural ester liquids, though in order to avoid cross-contamination, dedicated filters for natural ester only shall be used.

The cartridge-type filter is well suited for this service. It is available in various nominal pore size ranges, and sizes for either low- or high-flow rates.

A close attention should be paid because some additives (e.g. antioxidant) can be removed from the natural ester. The manufacturer of the liquid should be consulted to determine whether the possibility of additive removal is a concern.

As with the selection of pumps, care should be taken when selecting a filter for natural ester liquids. Since natural ester liquid viscosities are higher than those for mineral oil, larger filters or higher liquid temperature may be required to achieve the same flow rate.

If filters for mineral oil are used, a decrease in flow rate may be necessary unless steps are taken to decrease the liquid viscosity by heating.

If the dissolved water content should be lowered, a high vacuum dehydration system may be required. The vacuum dehydrator is an efficient means of reducing the gas and water content

of an insulating liquid to a very low value. Two types of vacuum dehydrators are in general use today. The operating principle of both is the same, i.e., the liquid is exposed to a high vacuum and heat for a short interval of time. In one method, the exposure of the liquid is accomplished by spraying the liquid through a nozzle into a vacuum chamber. In the other type of vacuum dehydrator, the liquid is allowed to flow over a series of baffles inside a vacuum chamber, thus forming thin films so that a large surface is exposed to the vacuum. If the liquid contains solid matter, it is advisable to filter it before processing it in the vacuum dehydrator because solid contaminants can plug the nozzle of one type of dehydrator or pass through either type without being removed from the liquid.

In addition to removing water, processing natural ester insulating liquid with a vacuum dehydrator also extracts dissolved gases, normally removing any volatile acids. However, most remaining dissolved fatty acids are relatively unaffected by the process. Thus, it is doubtful the overall acidity of the liquid can be reduced by the vacuum dehydration method.

Molecular sieve filters have been found effective for removing dissolved water from natural ester insulating liquid. Activated grade 3A or 4A molecular sieves are recommended for water removal from natural ester liquids and are effective over a broad temperature range, provided adequate care is taken in filter selection to help ensure sufficient residence time in the filter and a particulate filter is used downstream of the molecular sieve filter (to catch fine particulates from the sieves).

As a precaution against release of free water from an overloaded moisture absorbing filter or molecular sieve cartridge, an in-line moisture detector with an alarm should be installed downstream from a moisture removal filter cartridge.

It shall be considered that some molecular sieves have a high catalytic and hydrolytic activity, depending on their constituents and pH values.

B.2.3 Reclaiming

The removal of deterioration products from natural ester insulating liquid is usually accomplished by the use of reclaiming processes involving Fuller's earth. Other absorbents that should also be effective include magnesium silicate, magnesium aluminium phyllosilicate, activated alumina and bauxite. Mixtures of absorbents may improve removal performance.

The manufacturer of the liquid should be consulted for recommendations regarding reclaiming, as the recommended treatments may vary from those outlined in IEEE C57.637 [15]. Some additives provided with unused liquid can be removed by the reclamation process and may need to be added back to the reclaimed liquid. The manufacturer of the liquid should be consulted to determine whether the possibility of additive removal is a concern.

Annex C (informative)

Use of natural ester liquids with on-load tap-changers (OLTCs)

Regulated power transformers are often equipped with on-load tap-changers (OLTCs) or de-energized tap-changers (DETCs) to change their ratio and, subsequently, adapt the transformer output voltage to the respective conditions.

A suitable liquid for tap-changers shall fulfil the following requirements:

- Sufficient dielectric insulation shall be provided for all tap-changer insulating arrangements, including homogeneous and moderately inhomogeneous, coated and uncoated electrode geometries with long oil gaps and solid-liquid interfaces.
- Adequate cooling capability is required for contact systems and transition resistors in order not to exceed the maximum permissible temperature rises specified in respective standards.
- The switching arcs shall be cooled and quenched by the surrounding liquid. It is advantageous if the liquid is arc-resistant, i.e. liquid deterioration and production of soot and gases should be as low as possible.
- All mechanically moving parts (gears, selector contacts, etc.) shall be sufficiently lubricated in order to reach a high mechanical life which correlates to the lifespan of the transformer.
- Viscosity and lubricating behaviour shall be in a range so that spring-driven diverter switch mechanisms are able to ensure a proper switching sequence of the contact system within the entire permissible oil temperature range (typically -25 °C to $+125\text{ °C}$).
- A large variety of different high-tech materials is used inside a tap-changer to achieve high electrical and mechanical functionality and a long working life, all of those shall be compatible with the insulating liquid used.

Thus, the dielectric, mechanical, chemical, and thermal properties of the insulating liquid shall be evaluated.

Tap-changers are being designed to work reliably in mineral oil. If the same design is used for natural esters, special considerations may be necessary, due to differences in certain properties [16]:

- A high liquid viscosity can adversely affect the function of the tap-changer mechanism, so temperature range and switching capacity in cold insulating liquid may be somewhat reduced.
- Ester liquids show a different dielectric breakdown behaviour in combination with certain electrode configurations, as some are typical for tap-changers. These insulating arrangements shall be tested carefully with ester liquids and adjustments may be necessary to limit the test voltage levels to acceptable values (de-rating). Because the voltage level de-ratings are specific for different tap-changer models and different ester liquids, the tap-changer manufacturer should be consulted to determine permissible test voltage levels for alternating current and low intensity (LI).
- Distribution class transformers equipped with step voltage regulators usually do not need any de-ratings because of lower electrical stress conditions.

- Natural ester liquids require prevention from contact with ambient air to avoid oxidation and subsequent increase in viscosity of the insulating liquid due to polymerization processes. In the case where the OLTC oil compartment shall be filled with natural ester, vacuum type OLTC models are preferred, as they provide the same switching capacity as in mineral oil and do not release free gases.

NOTE Some users in cold climate countries prefer not to operate the tap-changer when the ambient temperature is below $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$. Other users apply non-vacuum type OLTCs instead of vacuum type models even in high-voltage applications.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62975:2021

Bibliography

- [1] ASTM D6871, *Standard Specification for Natural (Vegetable Oil) Ester Fluids Used in Electrical Apparatus*
 - [2] ASTM D2864, *Standard Terminology Relating to Electrical Insulating Liquids and Gases*
 - [3] IEEE C57.12.80, *IEEE Standard Terminology for Power and Distribution Transformers*
 - [4] IEC 61619, *Insulating liquids – Contamination by polychlorinated biphenyls (PCBs) – Method of determination by capillary column gas chromatography*
 - [5] Scatiggio F. and Rebolini M. *Update to Preliminary Study for use of Vegetable Esters in Big Power Transformers* – 19th IEEE International Conference on Dielectric Liquids (ICDL), Manchester, United Kingdom, 25 – 29 June 2017.
 - [6] IEC 60599, *Mineral oil-filled electrical equipment in service – Guidance on the interpretation of dissolved and free gases analysis*
 - [7] ASTM F312 *Standard Test Methods for Microscopical Sizing and Counting Particles from Aerospace Fluids on Membrane Filters*
 - [8] ISO 4406, *Hydraulic fluid power – Fluids – Method for coding the level of contamination by solid particles*
 - [9] CARGILL *Reference Information R2080* – October 2013.
 - [10] CIGRE Technical Brochure 741, *Moisture measurement and assessment in transformer insulation – Evaluation of chemical methods and moisture capacitive sensors*, 2018.
 - [11] CARGILL *Technical Report 290* – March 15th, 2007.
 - [12] Luksich J., Sbravati A., McShane C.P., Rapp K., Yerges A. *Sealed Vessel Tests for Determination of Arrhenius Curve Parameters*, IEEE – Electric Insulation Conference (EIC), San Antonio, USA – 17 – 20 June 2018.
 - [13] Vasconcellos V., Sbravati A., Zanetti L. C., Rapp K., Lombini L., Nazzari S., Scatiggio F. and Valant A. *“Increased Loadability of Transformers Using Natural Ester and Cellulosic Materials as High Temperature Insulation Systems”* – IEEE Electrical Insulation Magazine 34(5):8-17 September 2018.
 - [14] Siemens AG *420-kV Transformer with Natural Ester Insulation* – Transformer Case Study 2014.
 - [15] IEEE C57.637, *Guide for the Reclamation of Mineral Insulating Oil and Criteria for Its Use*
 - [16] Frotscher R. *Qualification of Insulating Liquids for Tap-Changers*, Proceedings of MyTransfo 2018, Torino, Italy.
-

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	38
INTRODUCTION.....	40
1 Domaine d'application	42
2 Références normatives	42
3 Termes et définitions	44
4 Catégories de matériels	45
5 Essais de diagnostic des esters naturels en service	45
6 Évaluation des esters naturels dans les matériels neufs =	46
7 Évaluation des esters naturels dans des matériels en service	47
7.1 Généralités	47
7.2 Fréquence d'examen	48
7.3 Procédures d'essai	49
7.3.1 Essais sur site	49
7.3.2 Essais en laboratoire	49
7.4 Classification des esters naturels en service	49
8 Exigences générales concernant les mesures correctives	55
9 Interprétation des résultats	55
9.1 Généralités	55
9.2 Couleur et aspect.....	55
9.3 Tension de claquage.....	55
9.4 Viscosité	56
9.5 Acidité	56
9.6 Facteur de dissipation diélectrique (FDD) et résistivité.....	57
9.7 Gaz dissous dans l'huile	57
9.8 Points d'éclair et de feu	58
9.9 Tension interfaciale (TIF)	58
9.10 Masse volumique.....	58
9.11 Point d'écoulement	58
9.12 Additifs	58
9.13 Nombre de particules	59
9.14 Compatibilité et miscibilité des esters naturels	59
9.15 Stabilité à l'oxydation.....	60
9.16 Polymérisation	60
10 Échantillonnage des esters naturels présents dans les matériels.....	60
Annexe A (informative) Eau et liquides à base d'esters naturels	61
A.1 Généralités	61
A.2 Teneur en eau	61
A.2.1 Généralités	61
A.2.2 Eau dans les esters naturels.....	61
A.3 Équilibre de l'humidité entre l'isolation liquide et l'isolation solide	63
Annexe B (informative) Remplacement et traitements des esters naturels dans les transformateurs	67
B.1 Re-remplissage du transformateur avec des esters naturels	67
B.2 Retraitement et régénération	68
B.2.1 Généralités	68
B.2.2 Retraitement.....	68
B.2.3 Régénération	70

Annexe C (informative) Utilisation des liquides à base d'esters naturels avec les changeurs de prises en charge (OLTC).....	71
Bibliographie.....	73
Figure A.1 – Valeurs de saturation en humidité entre les liquides par rapport à la température [10]	63
Figure A.2 – Exemple de courbes d'équilibre (de concentrations élevées) d'eau pour le papier et l'ester naturel [11]	65
Figure A.3 – Exemple de courbes d'équilibre (de concentrations moyennes) d'eau pour le papier et le liquide [11].....	65
Figure A.4 – Exemple de courbes d'équilibre (de faibles concentrations) d'eau pour le papier et le liquide [11]	66
Tableau 1 – Catégories de matériels.....	45
Tableau 2 – Essais de diagnostic pour les esters naturels en service	46
Tableau 3 – Limites recommandées pour les propriétés des esters naturels après remplissage dans des matériels électriques et des bobines d'inductance neufs et avant leur mise sous tension	47
Tableau 4 – Fréquence d'essai recommandée ^a	49
Tableau 5 – Limites recommandées pour les esters naturels en service utilisés dans les transformateurs	51
Tableau A.1 – Valeurs types de A et de B pour différents isolants liquides [10].....	62
Tableau A.2 – Lignes directrices pour l'interprétation des données exprimées en saturation relative	64

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ESTERS NATURELS – LIGNES DIRECTRICES POUR LA MAINTENANCE ET L'UTILISATION DANS LES MATÉRIELS ÉLECTRIQUES

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique 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 62975 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
10/1123/FDIS	10/1126/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 ce document en utilisant une imprimante couleur.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62975:2021

INTRODUCTION

La présence d'esters naturels est de plus en plus fréquente dans les transformateurs et les matériels électriques utilisés dans les applications de production, transport et distribution d'énergie électrique, ainsi que dans les applications industrielles.

L'utilisation des esters naturels est recommandée pour les matériels dans lesquels le liquide ne reste pas en contact continu avec l'air ambiant, tels que les appareils hermétiques, les appareils comportant des conservateurs fermés équipés d'une membrane en caoutchouc (souple) ou d'organes d'expansion externes (membrane externe), les appareils avec un espace vide contenant soit un matelas d'azote soit un volume d'air confiné (transformateurs de distribution).

La surveillance et le maintien de la qualité de ces liquides sont essentiels pour assurer le fonctionnement fiable des matériels électriques immergés dans des esters naturels. Les autorités en matière d'énergie électrique, ainsi que les compagnies et les industries de ce secteur dans de nombreux pays ont mis en place des codes de bonnes pratiques à cet effet. L'examen de l'expérience actuelle révèle une grande diversité dans les procédures et les critères. Il est toutefois possible de comparer la valeur et la signification des essais normalisés de liquides et de recommander des critères uniformes pour l'évaluation des données d'essai.

Le dépassement d'un certain niveau de détérioration d'un ester liquide (par dégradation ou contamination) entraîne inévitablement une certaine réduction des marges de sécurité. De même, il convient d'étudier la question du risque de défaillance prématurée. Même s'il peut être très difficile de quantifier ce risque, une première étape consiste à identifier les effets potentiels d'une détérioration accrue. La philosophie sous-jacente au présent document consiste à fournir aux utilisateurs une base de compréhension la plus large possible de la détérioration de la qualité d'un ester liquide, afin qu'ils puissent prendre des décisions éclairées concernant les pratiques d'inspection et de maintenance.

Les liquides à base d'esters naturels neufs sont des ressources durables facilement disponibles. La plupart des réglementations en vigueur considèrent les esters naturels comme des déchets réglementés et/ou contrôlés. En cas de déversements, il convient que l'utilisateur se reporte aux réglementations applicables à son emplacement spécifique et aux exigences fixées par les autorités locales dont il dépend.

Le présent document, bien que techniquement valide, est destiné principalement à servir de base commune d'élaboration par les utilisateurs de codes de bonnes pratiques plus spécifiques et plus exhaustifs, compte tenu des circonstances locales. Il convient de soumettre la recherche du meilleur compromis entre les exigences techniques et les facteurs économiques à un jugement technique éclairé.

Après 20 ans, l'utilisation des liquides à base d'esters naturels dans les transformateurs de puissance de grande taille reste actuellement relativement limitée, même si un très grand nombre de transformateurs de ce type sont en service. La collecte des données d'exploitation a permis l'élaboration du présent document, mais il convient que l'application des valeurs recommandées fasse toutefois l'objet d'un soin particulier. Il convient de contacter les fabricants de liquides à base d'esters naturels en leur soumettant des questions ou des sujets de préoccupation spécifiques.

AVERTISSEMENT – Ce document ne prétend pas traiter de tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des limitations réglementaires avant l'utilisation.

Il convient de manipuler les esters naturels qui font l'objet du présent document conformément aux réglementations locales et aux fiches de données de sécurité du fournisseur.

Le présent document s'applique aux esters naturels, aux produits chimiques et aux récipients d'échantillons usagés. Il convient de procéder à l'élimination de ces éléments conformément aux réglementations locales concernant leur impact sur l'environnement.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62975:2021

ESTERS NATURELS – LIGNES DIRECTRICES POUR LA MAINTENANCE ET L'UTILISATION DANS LES MATÉRIELS ÉLECTRIQUES

1 Domaine d'application

Le présent document fournit des procédures et des lignes directrices destinées à l'utilisation et à la maintenance d'un liquide à base d'esters naturels présent dans les transformateurs hermétiques et autres matériels électriques.

Le présent document s'applique aux esters naturels, conformes à l'origine à l'IEC 62770 et aux autres normes applicables (par exemple, l'ASTM D6871 [1]¹) et présents dans les transformateurs, les appareillages de connexion et appareils électriques pour lesquels l'échantillonnage de liquide est possible, et avec lesquels les conditions normales de fonctionnement définies dans les spécifications des matériels s'appliquent.

Actuellement, les informations disponibles concernant les matériels électriques autres que les transformateurs sont limitées.

Le présent document est également destiné à aider l'opérateur d'un matériel électrique à évaluer l'état de l'ester naturel et à le maintenir dans un état d'utilisation. Il fournit également une base commune à l'élaboration de codes de bonnes pratiques locaux plus spécifiques et plus exhaustifs.

Le présent document comprend des recommandations concernant les essais et les procédures d'évaluation, et présente des méthodes de retraitement et de régénération de l'ester liquide si nécessaire.

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 60422:2013, *Huiles minérales isolantes dans les matériels électriques – Lignes directrices pour la maintenance et la surveillance*

IEC 60475, *Méthode d'échantillonnage des liquides isolants*

IEC 60567, *Matériels électriques immergés – Échantillonnage de gaz et analyse des gaz libres et dissous – Lignes directrices*

¹ Les chiffres entre crochets se réfèrent à la bibliographie.

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

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

IEC 60970, *Isolants liquides – Méthodes de détermination du nombre et de la taille des particules*

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

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

IEC 62961, *Isolants liquides – 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 2592, *Produits pétroliers – Détermination des points d'éclair et de feu – Méthode Cleveland en vase ouvert*

ISO 3016, *Produits pétroliers et connexes d'origine naturelle ou synthétique – Détermination du point d'écoulement*

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*

ISO 21018-3, *Transmissions hydrauliques – Surveillance du niveau de pollution particulière des fluides – Partie 3: Technique de colmatage de filtre*

ASTM D92, *Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester*

ASTM D1500, *Standard Test Method for ASTM Color of Petroleum Products (ASTM Color Scale)*

ASTM D1544 *Standard Test Method for Color of Transparent Liquids (Gardner Color Scale)*

ASTM D3455 *Standard Test Methods for Compatibility of Construction Material with Electrical Insulating Oil of Petroleum Origin*

ASTM D6922, *Standard Test Method for Determination of Homogeneity and Miscibility in Automotive Engine Oils*

ASTM D7042 *Standard Test Method for Dynamic Viscosity and Density of Liquids by Stabinger Viscometer (and the Calculation of Kinematic Viscosity)*

ASTM D7155 *Standard Practice for Evaluating Compatibility of Mixtures of Turbine Lubricating Oils*

ASTM D7647, *Standard Test Method for Automatic Particle Counting of Lubricating and Hydraulic Fluids Using Dilution Techniques to Eliminate the Contribution of Water and Interfering Soft Particles by Light Extinction*

ASTM D7752, *Standard Practice for Evaluating Compatibility of Mixtures of Hydraulic Fluids*

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 <http://www.iso.org.obp>

NOTE Les terminologies ASTM et IEEE sont disponibles respectivement dans:

- ASTM D2864, *Standard Terminology Relating to Electrical Insulating Liquids and Gases* [2],
- IEEE C57.12.80, *Standard Terminology for Power and Distribution Transformers* [3].

3.1

réglementations locales

réglementations liées à un processus particulier dans le pays concerné

Note 1 à l'article: Ces réglementations peuvent être définies par la législation locale, régionale ou nationale, voire par le propriétaire ou l'opérateur du matériel lui-même. Elles doivent toujours être considérées comme les réglementations les plus strictes de toute combinaison de réglementations. Il est de la responsabilité de chaque utilisateur du présent document de se familiariser avec les réglementations applicables à sa situation. Ces réglementations doivent concerner des questions opérationnelles, environnementales ou d'hygiène et de sécurité. Une appréciation du risque détaillée est généralement exigée.

3.2

essais de routine (Groupe 1)

essais exigés a minima pour surveiller le liquide et pour vérifier qu'il peut continuer à être utilisé

Note 1 à l'article: Si les résultats de ces essais ne dépassent pas les limites applicables aux mesures recommandées, aucun autre essai n'est habituellement considéré comme nécessaire jusqu'à la prochaine inspection régulièrement prévue. Toutefois, lorsque certaines conditions sont constatées, il peut être considéré comme prudent d'effectuer des essais complémentaires.

3.3

essais complémentaires (Groupe 2)

essais additionnels qui peuvent être effectués pour obtenir d'autres informations spécifiques sur la qualité de l'ester naturel, et peuvent être réalisés pour aider à l'évaluation dudit ester afin de poursuivre son utilisation en service

3.4

essais d'investigation spéciaux (Groupe 3)

essais effectués principalement pour déterminer l'adéquation de l'ester naturel avec le type de matériel en service, et pour vérifier sa conformité aux considérations environnementales et opérationnelles

4 Catégories de matériels

Afin de tenir compte des différentes exigences des utilisateurs, les matériels ont été classés en plusieurs catégories, indiquées dans le Tableau 1.

À des fins pratiques et économiques, certaines entreprises de transport ou distribution d'électricité peuvent décider de ne pas inclure dans cette classification leurs petits transformateurs, jusqu'à 1 MVA et 36 kV. Les programmes de surveillance de routine peuvent ne pas être considérés comme économiquement justifiés pour ce type de matériels. Lorsqu'un programme de surveillance est exigé pour ces transformateurs, il convient que les lignes directrices indiquées pour la Catégorie C puissent être considérées comme adéquates.

Tableau 1 – Catégories de matériels

Catégorie	Type de matériels
Catégorie O	Transformateurs de puissance/bobines d'inductance de tension de réseau nominale supérieure ou égale à 400 kV.
Catégorie A	Transformateurs de puissance/bobines d'inductance de tension de réseau nominale supérieure à 170 kV et inférieure à 400 kV. Sont également inclus les transformateurs de puissance dont la continuité de service est essentielle, quelle que soit leur tension assignée, et les matériels analogues dans des applications particulières fonctionnant dans des conditions de coûts élevés.
Catégorie B	Transformateurs de puissance/bobines d'inductance de tension de réseau nominale supérieure à 72,5 kV et inférieure ou égale à 170 kV (autres que ceux appartenant à la Catégorie A).
Catégorie C	Transformateurs de puissance/bobines d'inductance pour des applications MT/BT, par exemple, tensions de réseau nominales inférieures ou égales à 72,5 kV et transformateurs de traction (autres que ceux appartenant à la Catégorie A).
Catégorie D	Transformateurs de mesure/protection de tension de réseau nominale supérieure à 170 kV.
Catégorie E	Transformateurs de mesure/protection de tension de réseau nominale inférieure ou égale à 170 kV.
Catégorie F	Cuves de commutateur des changeurs de prises en charge (OLTC – on-load tap-changer), y compris les cuves commutateurs/sélecteurs (voir l'Annexe C).
NOTE 1 Les cuves séparées de sélecteurs de changeurs de prises en charge appartiennent à la même catégorie que le transformateur associé. NOTE 2 Quelle que soit la taille ou la tension, une appréciation du risque peut justifier des techniques de surveillance d'état habituellement appropriées à une classification plus élevée. NOTE 3 En raison du nombre très limité d'applications réelles, il n'existe pas encore de limites recommandées pour les Catégories D et E. Quoi qu'il en soit, ces catégories sont consignées ici uniquement pour conformité à l'IEC 60422. NOTE 4 Concernant la Catégorie F, des valeurs limites sont spécifiées pour la tension de claquage (BDV – breakdown voltage) et la teneur en eau. Pour tous les autres paramètres, les valeurs ont été adoptées de la catégorie du transformateur associé.	

5 Essais de diagnostic des esters naturels en service

De nombreux essais peuvent être appliqués sur les liquides à base d'esters naturels en service dans les matériels électriques. Les essais énumérés dans le Tableau 2 sont considérés comme suffisants pour déterminer si l'état de l'ester naturel en service est adapté à un fonctionnement continu, et pour proposer le type de mesure corrective exigée, si nécessaire.

Les essais ne sont pas énumérés par ordre de priorité, au sein d'un groupe d'essais. Lorsque deux méthodes d'essai ou plus sont consignées, la méthode de référence est la première méthode citée. Elle est aussi signalée à l'Article 9. Cette méthode doit être utilisée en cas de litige.

Tableau 2 – Essais de diagnostic pour les esters naturels en service

	Propriété	Paragraphe	Méthode
Groupe 1 – Essais de routine	Couleur et aspect	9.2	ISO 2049 ^a ou ASTM D1500 ou ASTM D1544
	Tension de claquage	9.3	IEC 60156
	Teneur en eau	Annexe A	IEC 60814
	Viscosité	9.4	ISO 3104 ^a ou ASTM D7042
	Acidité (indice de neutralisation)	9.5	IEC 62021-3
	Facteur de dissipation diélectrique (FDD)	9.6	IEC 60247
	Gaz dissous dans l'huile ^b	9.7	IEC 60567
Groupe 2 – Essais complémentaires	Point de feu	9.8	ISO 2592 ^a ou ASTM D92
	Tension interfaciale (TIF)	9.9	IEC 62961
	Masse volumique	9.10	ISO 12185 ^a ou ISO 3675 ou ASTM D7042
Groupe 3 – Essais d'investigation spéciaux (informatifs)	Point d'éclair	9.8	ISO 2592 ^a ou ASTM D92
	Point d'écoulement	9.11	ISO 3016
	Teneur en additifs (antioxydants)	9.12	IEC 60666 ^a ou autres méthodes appropriées ou selon la recommandation du fabricant
	Particules (nombre et taille)	9.13	IEC 60970 ^a ou ASTM D7647 ou ISO 21018-3
	Compatibilité et miscibilité des liquides	9.14	ASTM D7752 ^a ou ASTM D7155 et ASTM D6922
	Compatibilité des matériaux (voir le re-remplissage)	Annexe B	ASTM D3455
^a Méthode de référence (au cas où deux méthodes ou plus sont spécifiées). ^b L'essai d'analyse de gaz dissous (DGA – dissolved gas analysis) est destiné uniquement à vérifier l'étanchéité, sur la base de la teneur en air (N ₂ + O ₂).			

6 Évaluation des esters naturels dans les matériels neufs =

De nombreux matériels électriques sont déjà immergés dans des liquides à base d'esters naturels lorsqu'ils sont fournis à l'utilisateur final. Dans ces cas, comme l'ester naturel est déjà entré en contact avec des isolants et autres matériaux, il ne peut plus être considéré comme "un ester naturel neuf" tel que défini dans l'IEC 62770. Par conséquent, ses propriétés doivent être considérées comme celles applicables à un ester naturel dans un matériel électrique neuf avant sa mise sous tension.

Les propriétés des esters naturels pour des matériels neufs doivent être appropriées à la catégorie et aux fonctions des transformateurs et des bobines d'inductance (voir le Tableau 3).

NOTE Comme les caractéristiques de l'ester naturel dans les matériels neufs avant leur mise sous tension font partie intégrante de la conception des matériels, l'utilisateur peut demander que ces caractéristiques soient meilleures que les étalons minimaux proposés dans le , et qui sont fondés sur l'expérience de nombreuses années de pratique d'exploitation.

Tableau 3 – Limites recommandées pour les propriétés des esters naturels après remplissage dans des matériels électriques et des bobines d'inductance neufs et avant leur mise sous tension

Propriété	Tension la plus élevée du matériel (kV)		
	≤ 72,5 kV	72,5 kV à 170 kV	> 170 kV
Aspect	Limpide et exempt de dépôts		
Couleur (sur échelle donnée dans l'ISO 2049)	< 2,0		
Tension de claquage (kV)	> 55	> 60	> 60
Teneur en eau (mg/kg) ^a	< 200 ^b	< 150	< 100
Acidité (mg KOH/g)	< 0,08	< 0,08	< 0,08
Facteur de dissipation diélectrique à 90 °C	< 0,07	< 0,07	< 0,07
Masse volumique à 20 °C (g/ml)	< 1		
Viscosité à 40 °C (mm ² /s)	< 50		
Point de feu (°C)	> 300		
Point d'éclair (°C)	> 250		
Teneur totale en gaz (analyse de gaz dissous) (% ou 10 ⁴ µl/l)	< 1,5 ^c		
Teneur totale en PCB ^d (mg/kg)	Non détectable		

^a Les valeurs ne sont pas corrigées en température puisqu'il peut ne pas s'être écoulé assez de temps pour atteindre un équilibre entre l'ester naturel et l'isolation cellulosique.

^b Pour une utilisation dans les transformateurs de classe < 72,5 kV, il convient que la teneur maximale en eau fasse l'objet d'un accord entre le fournisseur et l'utilisateur, selon les circonstances locales.

^c Cette limite (uniquement total O₂ + N₂; voir le) est applicable uniquement aux transformateurs équipés d'un système de conservation hermétique et non utilisés dans une atmosphère d'azote. Les différences peuvent faire l'objet d'une négociation entre le client et le fabricant.

^d Conformément à l'IEC 61619[4] modifiée pour les esters.

7 Évaluation des esters naturels dans des matériels en service

7.1 Généralités

Un ester naturel en service est soumis à la chaleur, l'oxygène, l'eau et d'autres catalyseurs, qui sont tous préjudiciables aux propriétés de tous les isolants. Afin de maintenir la qualité de l'ester naturel en service, un échantillonnage et une analyse réguliers doivent être effectués.

D'un point de vue environnemental, une inspection visuelle peut être également utilisée pour contrôler les fuites et les déversements d'esters naturels.

En cas de fuite, les esters naturels sont particulièrement sujets à l'oxydation, et ce bien plus rapidement que l'huile minérale, formant de minces pellicules dont le nettoyage est difficile s'il n'est pas réalisé dans un délai court.

Souvent, le premier signe de la détérioration d'un ester naturel peut être repéré par observation directe de sa limpidité et de sa couleur à travers le hublot du conservateur ou le hublot du relais Buchholz.

L'interprétation des résultats, en matière de détérioration fonctionnelle de l'ester naturel, doit être effectuée par des personnes expérimentées à partir des éléments suivants relatifs à la gestion des risques et au cycle de vie:

- valeurs caractéristiques pour le type et la famille d'esters naturels et de matériels, établies par des méthodes statistiques;
- évaluation des tendances et du taux de variation des valeurs pour une propriété donnée des esters naturels;
- valeurs types associées à "satisfaisant", "juste correct" et "mauvais", pour le type et la famille appropriés de matériels, indiquées dans le Tableau 5.

L'utilisation des liquides à base d'esters naturels dans les transformateurs de puissance est recommandée uniquement pour les matériels hermétiques et demeure relativement limitée par comparaison avec les huiles minérales. Les données d'exploitation collectées sur un grand nombre de transformateurs plutôt récents (environ 35 000 enregistrements) ont permis l'élaboration du présent document. Les valeurs recommandées proposées dans le présent document doivent être utilisées avec la plus grande attention. Il convient de contacter les fabricants de liquides à base d'esters naturels en cas de questions ou des sujets de préoccupation spécifiques.

7.2 Fréquence d'examen

Il est impossible d'établir une règle générale pour la fréquence d'examen des esters naturels en service qui soit applicable à toutes les situations possibles susceptibles d'être rencontrées.

La fréquence optimale dépend du type, de la fonction, de la tension, de la puissance, des caractéristiques et des conditions de service du matériel, ainsi que de l'état des esters naturels, tel que déterminé par les précédentes analyses. Un compromis doit souvent être trouvé entre les facteurs économiques et les exigences de fiabilité.

Il est encore bien plus difficile de déterminer la fréquence des essais et les niveaux admissibles de détérioration des esters naturels qui soient acceptables pour toutes les applications de ces isolants liquides, en lien avec les différences dans les politiques d'exploitation, les exigences de fiabilité et les types de systèmes électriques. Par exemple, les grandes compagnies d'électricité peuvent trouver peu économique l'application complète de ces recommandations aux transformateurs de distribution. Inversement, l'utilisateur industriel, dont les activités dépendent de la fiabilité de son alimentation électrique, peut souhaiter instaurer des contrôles plus fréquents et plus stricts de la qualité des diélectriques liquides comme moyen de prévenir les pannes d'alimentation.

Le Tableau 4, à titre indicatif, propose une fréquence d'essais adaptés aux différents types de matériel. Toutefois, il peut être approprié de réduire la fréquence des essais d'après une analyse de cycle de vie (ACV) et/ou la gestion du cycle de vie (GCV) et l'appréciation du risque (AR).

Généralement, des mesurages de vérification doivent être effectués sur la base des critères suivants, qui s'appliquent aux esters naturels comme aux autres liquides diélectriques pour transformateur.

- a) Sauf spécification contraire, les caractéristiques peuvent être vérifiées périodiquement, aux intervalles proposés dans le Tableau 4.
- b) La fréquence d'examen peut être augmentée lorsque l'une des propriétés significatives indique que le liquide est dans un état juste correct ou mauvais, ou lorsque l'examen des tendances indique des modifications significatives.

- c) Une élévation de température et la présence d'oxygène (oxydation) et d'eau (hydrolyse) accélèrent la dégradation de l'ester naturel. Par conséquent, les transformateurs fortement chargés peuvent nécessiter un échantillonnage de liquide plus fréquent et des essais complémentaires. Par conséquent, l'utilisation d'esters naturels est recommandée uniquement pour les matériels n'étant pas en contact avec l'atmosphère.
- d) La fréquence d'essai doit être établie par une évaluation des coûts/bénéfices fondée sur l'analyse de cycle de vie et l'appréciation du risque. Pour certains propriétaires, cette approche peut conduire à des fréquences d'essai différentes de celles indiquées dans le Tableau 4. Par exemple, certaines entreprises de transport ou distribution d'électricité peuvent préférer ne pas appliquer ce programme à ce type de matériel, et les petites industries peuvent préférer inclure ce type de matériel dans une catégorie plus élevée.

Tableau 4 – Fréquence d'essai recommandée ^a

Propriété	Catégorie de matériel				
	O	A	B	C ^b	F
Groupe 1 (Essais de routine) ^c – années	1 à 2	1 à 3	1 à 4	2 à 6	1 à 4
Groupe 2 (Essais complémentaires)	Ces essais peuvent être réalisés périodiquement, mais moins fréquemment que les essais de routine. La fréquence dépend de l'état, de l'âge et du type de liquide. Il convient de réaliser les premiers mesurages (de référence) sur le matériel neuf ou remis à neuf avant la mise sous tension.				
Groupe 3 (Essais d'investigation spéciaux)	Il s'agit d'essais très particuliers qu'il est nécessaire de réaliser uniquement dans des circonstances particulières.				
Groupe 3 (Additifs)	Conformément aux recommandations du producteur des esters naturels.				

^a Ces périodes proposées se rapportent à un programme de maintenance de routine normal. Si une ou plusieurs des propriétés mesurées indiquent que le liquide est dans un état juste correct ou mauvais, ou si une tendance de vieillissement anormale est observée, il convient de raccourcir ces périodes selon l'importance du matériel.

^b Voir le 7.2 d).

^c Les essais du Groupe 1 doivent être effectués après le remplissage ou le re-remplissage du transformateur et avant la mise sous tension.

7.3 Procédures d'essai

7.3.1 Essais sur site

Dans certaines circonstances, il est nécessaire d'effectuer des essais au plus près du point d'échantillonnage plutôt qu'en laboratoire. Les essais sur site peuvent aider l'opérateur à évaluer rapidement l'état d'un ester naturel. Les essais sur site doivent être conduits par des opérateurs expérimentés.

7.3.2 Essais en laboratoire

Un programme d'examen complet comprend tous les essais énumérés dans le Tableau 2. Ces essais sont subdivisés en trois groupes identifiés comme suit: essais de routine, essais complémentaires et essais d'investigation.

7.4 Classification des esters naturels en service

Les liquides à base d'esters naturels en service doivent être classés selon les résultats des essais énumérés dans le Tableau 2. La tendance de ces résultats pendant une durée donnée ajoute des informations utiles permettant de parvenir à la classification de l'isolant liquide.

Les isolants liquides peuvent être classés selon les catégories “satisfaisant”, “juste correct” ou “mauvais” sur la base de l’évaluation des propriétés figurant dans le Tableau 2. Le Tableau 5 fournit des recommandations destinées à faciliter ce processus de classification.

- **Satisfaisant**

Liquide à base d'esters naturels en bon état; poursuivre avec la fréquence normale des essais.

- **Juste correct**

Dégradation du liquide à base d'esters naturels détectable; augmenter la fréquence des essais.

- **Mauvais**

Dégradation significative du liquide à base d'esters naturels; programmer des mesures complémentaires en accord avec des personnes expérimentées.

En l'état actuel de la technique, seules les limites recommandées pour les transformateurs sont applicables. Ces limites ont été établies sur la base des données disponibles restreintes et peuvent varier dans le temps (notamment dans les Catégories O, A et B) avec l'augmentation des informations statistiques.

Aucune mesure ne doit être prise sur la base d'un résultat unique et d'une seule propriété. De nouveaux échantillonnages sont recommandés lorsque le résultat semble anormal par rapport à la tendance des résultats obtenus précédemment.

Tableau 5 – Limites recommandées pour les esters naturels en service utilisés dans les transformateurs

Propriété	Catégorie ^a	Limites applicables à la mesure recommandée			Mesure recommandée ^{b, c}	Notes
		Satisfaisant	Juste correct	Mauvais		
Couleur et aspect	O-A-B-C-F	Propre et sans contamination visible	Plus sombre qu'à l'état neuf et/ou pâle et/ou aspect de turbidité		Selon ce qu'imposent les autres essais.	Le noircissement est un symptôme de contamination chimique ou de vieillissement. La turbidité est un symptôme de teneur en eau élevée ou d'incompatibilité des matériaux.
Tension de claquage (kV)	O-A	> 60	50 à 60	< 50	Satisfaisant: Poursuivre avec la fréquence normale de l'essai.	Si le symbole OLTC n'est pas connu (en triangle ou en étoile ou une extrémité de ligne), utiliser les limites de delta (< 40 kV).
	B	> 50	40 à 50	< 40	Juste correct: Échantillonnage plus fréquent. Vérifier les autres paramètres tels que les	
	C	> 40	30 à 40	< 30	teneurs en eau et en particules, et peut-être le FDD/la résistance et l'acidité.	
	F	≥ 30 kV pour un OLTC avec couplage en étoile ≥ 40 kV pour un OLTC avec couplage en triangle, ou une extrémité de ligne	< 30 kV pour un OLTC avec couplage en étoile < 40 kV pour un OLTC avec couplage en triangle, ou une extrémité de ligne		Mauvais: Retraiter le liquide ou, en variante, si cela s'avère plus économique du fait que d'autres essais indiquent un vieillissement important, remplacer l'isolant liquide.	
Teneur en eau (mg/kg)	O-A	< 100	100 à 300	> 300	Satisfaisant: Poursuivre avec la fréquence normale de l'essai.	Les valeurs de teneur en eau doivent toujours être évaluées en même temps que les valeurs de tension de claquage. En cas de suspicion d'un problème d'humidité, il est recommandé d'effectuer un échantillonnage à différentes températures du matériel. Les limites de concentration en eau sont fondées sur une évaluation statistique et sont définies par rapport aux températures de service normales (40 °C à 70 °C). Dans le cas des appareils de commutation sans isolation à base de papier (Catégorie F), les valeurs de tension de claquage ont une importance primordiale.
	B	< 150	150 à 350	> 350	Juste correct: Échantillonnage plus fréquent. Vérifier les autres paramètres tels que la	
	C	< 200	200 à 400	> 400	tension de claquage, la teneur en particules, et peut-être le FDD/la résistance et l'acidité.	
	F	≤ 200	> 200		Mauvais: Vérifier la source d'eau, retraiter l'isolant liquide ou, en variante, si cela s'avère plus économique du fait que d'autres essais indiquent un vieillissement important, remplacer ou régénérer l'isolant liquide en combinaison avec des opérations de séchage ultérieures. Il convient toutefois de tenir compte de la quantité d'eau qui reste retenue dans l'isolation solide.	

Propriété	Catégorie ^a	Limites applicables à la mesure recommandée			Mesure recommandée ^{b, c}	Notes
		Satisfaisant	Juste correct	Mauvais		
Acidité (mg _{KOH} /g _{oil})	O-A-B-C-F	< 0,30	0,30 à 0,50	> 0,50	Satisfaisant: Poursuivre avec la fréquence normale de l'essai. Juste correct: Échantillonnage plus fréquent. Vérifier la présence de dépôts (IEC 60422:2013, Annexe C) et d'une teneur en eau élevée. Confirmer l'herméticité et la non-surcharge du matériel. Mauvais: Il peut être décidé de régénérer par traitement l'isolant liquide ou, en variante, si cela s'avère plus économique et si d'autres essais indiquent un vieillissement important, de remplacer l'isolant liquide.	
Facteur de dissipation diélectrique à 90 °C	O-A	< 0,15	0,15 à 0,3	> 0,3	Satisfaisant: Poursuivre avec la fréquence normale de l'essai. Juste correct: Échantillonnage plus fréquent. Vérifier les autres paramètres tels que la teneur en eau et l'acidité. Mauvais: Régénérer l'isolant liquide ou, en variante, si cela s'avère plus économique du fait que d'autres essais indiquent un vieillissement important, remplacer l'isolant liquide.	
	B-C-F	< 0,15	0,15 à 0,5	> 0,5		
La teneur en additifs des inhibiteurs d'oxydation doit être déterminée par le fabricant du liquide et l'utilisateur final (%)	O-A-B-C-F	> 70 % de la valeur d'origine	30 % à 70 % de la valeur d'origine	< 30 % de la valeur d'origine	Satisfaisant: Aucune mesure. Juste correct: Confirmer l'herméticité du matériel et que l'augmentation de la viscosité est <15 % de la valeur d'origine. Obtenir un échantillonnage plus fréquent. Mauvais: Contacter le fabricant du liquide afin de faciliter le renouvellement en inhibiteurs après confirmation de la ou des raisons de l'appauvrissement en inhibiteurs, telles qu'une cuve non hermétique et une condition de surcharge extrême pendant une durée prolongée.	Limité aux esters naturels inhibés. Le réapprovisionnement n'étant pas une pratique courante, il convient de l'effectuer avant que le vieillissement n'atteigne des valeurs extrêmes.

Propriété	Catégorie ^a	Limites applicables à la mesure recommandée			Mesure recommandée ^{b, c}	Notes
		Satisfaisant	Juste correct	Mauvais		
Viscosité à 40 °C (% de variation de la valeur d'origine)	O-A-B-C-F	augmentation < 10 % au-delà de la valeur d'origine	augmentation de 10 % à 15 % au-delà de la valeur d'origine	augmentation > 15 % au-delà de la valeur d'origine	Satisfaisant: Aucune mesure. Juste correct: Confirmer l'herméticité du matériel et que la teneur en inhibiteurs d'oxydation est > 30 % de la valeur d'origine. Obtenir un échantillonnage plus fréquent. Mauvais: Déterminer la ou les raisons d'une augmentation de viscosité, telles que celles dues à une cuve non hermétique et/ou à une condition de surcharge extrême pendant une durée prolongée. Régénérer l'isolant liquide ou, en variante, si cela s'avère plus économique du fait que d'autres essais indiquent un vieillissement important, remplacer l'isolant liquide.	Effectuer uniquement lorsque les valeurs d'acidité et du facteur de dissipation sont proches des limites, et si la teneur en inhibiteurs est < 70 % de la valeur d'origine.
Point de feu (°C)	O-A-B-C-F	≥ 300	< 300		Analyser la cause de la diminution et établir si un fonctionnement ultérieur est acceptable conformément à la législation locale en matière d'hygiène et de sécurité. En cas de mélange avec d'autres isolants liquides, soumettre à l'essai d'autres paramètres de fonctionnement du mélange et évaluer la capacité en service de celui-ci.	Pas un essai de routine. Peut être exigé en cas de constat d'une odeur inhabituelle, telle que celle survenue d'un solvant volatil, d'un défaut interne ou de re-remplissage d'un transformateur. La législation en matière d'hygiène et de sécurité dans certains pays peut exiger une limite plus élevée.
Point d'éclair (°C)	O-A-B-C-F	≥ 250	< 250		Analyser la cause de la diminution et établir si un fonctionnement ultérieur est acceptable conformément à la législation locale en matière d'hygiène et de sécurité. En cas de mélange avec d'autres isolants liquides, soumettre à l'essai d'autres paramètres de fonctionnement du mélange et évaluer la capacité en service de celui-ci.	Pas un essai de routine. Peut être exigé en cas de constat d'une odeur inhabituelle, telle que celle survenue d'un solvant volatil, d'un défaut interne ou de re-remplissage d'un transformateur. La législation en matière d'hygiène et de sécurité dans certains pays peut exiger une limite plus élevée.

8 Exigences générales concernant les mesures correctives

Tous les traitements exigés pour le rétablissement des isolants liquides à base d'esters naturels doivent être confiés à des fournisseurs de services qualifiés et doivent être effectués avec soin. Toutes les contre-mesures doivent être prises pour réduire le plus possible tout risque non raisonnable pour les ouvriers, la santé publique et l'environnement. Un personnel expérimenté et qualifié est conscient des risques pour la santé et l'environnement associés, et doit toujours traiter les esters naturels en stricte conformité avec les réglementations locales.

Les propriétés des esters naturels après tout traitement doivent être convenues entre le fournisseur de services et le client.

Les appareils et les outils de traitement (ainsi que les dispositifs d'échantillonnage) doivent être dédiés aux seuls liquides à base d'esters naturels, afin d'éviter les contaminations croisées.

La compatibilité des matériaux (garnitures, joints d'étanchéité, pompes, etc.) des appareils de retraitement et de régénération doit être vérifiée. Ces appareils doivent être exempts de résidus d'autres types de liquides.

9 Interprétation des résultats

9.1 Généralités

Il existe généralement une relation étroite entre la tension de claquage et la teneur en eau. L'interprétation de la teneur en eau dans les esters naturels est étroitement liée à la température d'échantillonnage qui doit être mesurée directement dans le flux d'esters naturels.

9.2 Couleur et aspect

La couleur d'un ester naturel est déterminée en lumière transmise et est exprimée par une valeur numérique fondée sur une comparaison avec une série d'étalons de couleurs. Il s'agit d'une propriété générale qui peut présenter une dégradation importante des liquides. Une augmentation rapide de la couleur du fluide en service, par rapport à la couleur d'origine, indique une dégradation ou une contamination grave.

Outre la couleur, l'aspect d'un ester naturel peut présenter de la turbidité ou des dépôts, ce qui peut indiquer la présence d'eau libre, de boues insolubles, de particules de carbone, de fibres, de poussières ou d'autres agents contaminants.

La couleur et l'aspect doivent être mesurés conformément à l'ISO 2049 (méthode de référence) ou à l'ASTM D1500 ou l'ASTM D1544.

9.3 Tension de claquage

La tension de claquage (BDV) est une mesure de la capacité des diélectriques liquides à résister à la contrainte électrique et est particulièrement importante pour le fonctionnement en toute sécurité des matériels électriques. La tension de claquage dépend fortement de l'eau dissoute dans le liquide à base d'esters naturels à la température d'échantillonnage effective du transformateur. Les températures d'utilisation à l'intérieur d'un transformateur provoquent une migration de l'eau entre l'isolation solide et le liquide diélectrique, par laquelle le liquide dissout une plus grande quantité d'eau à partir de l'isolation solide à des températures plus élevées. Ainsi, il est nécessaire de prendre en considération la température d'échantillonnage du liquide et de la solubilité de l'eau lors de la vérification par essai en laboratoire de la résistance au claquage du liquide.

Un ester naturel sec et propre présente une tension de claquage intrinsèquement élevée. L'eau libre et les particules solides, en particulier lorsque ces dernières sont associées à des teneurs en eau dissoute élevées, ont tendance à migrer vers les régions à forte contrainte électrique et à réduire la tension de claquage. Par conséquent, le mesurage de la tension de claquage sert principalement à indiquer la présence d'agents contaminants tels que l'eau ou des particules. Une faible valeur de tension de claquage peut indiquer la présence d'un ou de plusieurs d'entre eux. Cependant, une tension de claquage élevée n'indique pas nécessairement l'absence d'agents contaminants.

Les valeurs de la tension de claquage sont plus significatives lorsque l'ester naturel a été échantillonné à la température d'utilisation du transformateur. Les échantillons prélevés à moins de 20 °C peuvent donner une vue optimiste de l'état du transformateur. Il convient de surveiller plus souvent la tension de claquage des transformateurs de rechange qui sont restés longtemps hors service puis sont à nouveau mis sous tension, et ce jusqu'à ce que le transformateur ait atteint un régime stable.

La BDV doit être mesurée conformément à l'IEC 60156.

9.4 Viscosité

La viscosité est un facteur important du transfert de chaleur et peut également influencer sur le comportement de commutation des OLTC. L'oxydation des liquides à base d'esters naturels a tendance à accroître la viscosité. Toutefois, dans le cas de pratiques normales de fonctionnement et de maintenance, une oxydation limitée de l'ester naturel n'affecte pas sa viscosité de manière significative.

Il ne s'agit pas d'un essai de routine. Effectuer uniquement lorsque les valeurs d'acidité et du facteur de dissipation sont proches des limites, et si la teneur en inhibiteurs est < 70 % de la valeur d'origine.

La viscosité doit être mesurée conformément à l'ISO 3104 (méthode de référence) ou l'ASTM D7042.

NOTE Une baisse significative de la viscosité après vieillissement a été observée dans certains essais en laboratoire [5].

9.5 Acidité

L'acidité (indice de neutralisation) d'un ester naturel est une mesure des constituants ou des agents contaminants acides présents dans l'ester naturel.

Le niveau d'acidité peut servir d'indicateur pour le maintien d'un état acceptable de l'ester naturel.

Les isolants liquides à base d'esters, lorsqu'ils sont hydrolysés, notamment à des températures d'utilisation plus élevées, produisent des acides gras à longue chaîne qui accroissent généralement l'indice acide et les facteurs de dissipation diélectrique (FDD) de l'ester naturel. Toutefois, les recherches concernant un très grand nombre de transformateurs indiquent que ces acides gras, par comparaison avec les acides de masse moléculaire inférieure générés par le vieillissement d'autres liquides diélectriques tels que les huiles minérales, sont relativement modérés et ne génèrent pas d'environnement agressif corrosif. Explication probable de cette différence: les acides gras, de préférence liposolubles, restent dans l'ester liquide (ou l'huile), contrairement aux acides de masse moléculaire faible, plutôt hydrophiles, qui se diffusent dans des supports papier plus ou moins humides dans lesquels ils favorisent l'hydrolyse acide de la cellulose.

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

9.6 Facteur de dissipation diélectrique (FDD) et résistivité

Le facteur de dissipation diélectrique (FDD) et, en variante, la résistivité, constituent d'excellents paramètres de surveillance des isolants liquides en service.

Le FDD est préférable à la résistivité, notamment pour des conditions contradictoires, parce qu'il est déterminé sous courant alternatif. Il existe généralement une relation entre le FDD et la résistivité, la diminution de cette dernière étant concomitante à l'augmentation du FDD. La réalisation des deux essais sur le même ester naturel n'est normalement pas nécessaire, le FDD se révélant généralement être l'essai le plus courant. La résistivité et le FDD dépendent de la température et de l'humidité. Le FDD a tendance à augmenter avec le vieillissement d'un isolant liquide pour transformateur.

Un isolant liquide pour transformateur propre et sec à l'état neuf a normalement une valeur FDD très faible et une valeur de résistivité très élevée.

Ces paramètres sont très sensibles à la présence d'agents contaminants polaires solubles, de produits de vieillissement ou de substances colloïdales dans les diélectriques liquides. Des valeurs FDD élevées peuvent indiquer une contamination excessive ou une mauvaise application de matériaux solides de fabrication. Il convient ainsi de les analyser.

Les limites acceptables pour ces paramètres dépendent en grande partie du type de matériel. Toutefois, des valeurs très élevées de FDD, ou des valeurs de résistivité très faibles peuvent affecter les pertes diélectriques et/ou la résistance d'isolement des matériels électriques.

Le FDD doit être mesuré conformément à l'IEC 60247.

9.7 Gaz dissous dans l'huile

Les liquides à base d'esters naturels produisent un mélange de gaz lors d'une décomposition thermique due à des points chauds à température élevée, à la formation d'un arc et au claquage dans des conditions de contraintes électriques. Ces gaz sont similaires à ceux produits par l'huile minérale (voir l'IEC 60567 et l'IEC 60599 [6]) mais avec des concentrations différentes. L'interprétation de la composition gazeuse ne relève pas du domaine d'application du présent document, son indication étant destinée uniquement à vérifier l'étanchéité du système de protection contre l'atmosphère.

L'objectif de l'analyse des gaz dissous dans l'huile dans le cadre du présent document consiste en une vérification de l'étanchéité, et par conséquent la concentration en O_2 et N_2 , plutôt qu'en un diagnostic de défaut.

Une attention particulière doit être accordée à la vérification du fait que la teneur en eau dans un ester naturel est généralement plus importante que l'huile minérale. Dans le cas d'échantillons très humides, la contribution de la pression de vapeur d'eau peut affecter les gaz dissous.

NOTE L'utilisateur final et le fabricant peuvent définir la teneur en gaz totale et individuelle des diélectriques liquides. Cette limite recommandée est obtenue à partir d'un échantillon prélevé au cours d'une durée de 24 h à 48 h après immersion du transformateur. Cette limite s'applique pour les seuls transformateurs hermétiques ou pour les transformateurs comportant des conservateurs fermés équipés d'une membrane en caoutchouc (souple) ou d'organes d'expansion externes (membrane externe).

Le gaz dissous doit être mesuré conformément à l'IEC 60567.

9.8 Points d'éclair et de feu

Habituellement, les points d'éclair et de feu d'un ester naturel ne varient pas dans la durée et selon la détérioration du liquide. Ils peuvent toutefois indiquer une contamination, principalement avec les huiles minérales. Dans certaines circonstances, les points d'éclair et de feu peuvent être surveillés afin d'estimer le niveau de cette contamination. Les contre-mesures les plus appropriées peuvent alors être prises. Dans certaines applications critiques, la caractéristique de faible inflammabilité constitue l'un des principaux facteurs de préférence des esters naturels, et le point d'éclair/de feu doit faire l'objet d'un contrôle périodique afin d'assurer un haut niveau de sécurité incendie.

Les points d'éclair et de feu doivent être mesurés conformément à l'ISO 2592 (méthode de référence) ou l'ASTM D92.

9.9 Tension interfaciale (TIF)

La tension interfaciale (TIF) entre les esters naturels et l'eau permet de détecter les agents contaminants et produits de dégradation polaires solubles. Le mesurage de la TIF des esters naturels est fortement influencé par le temps de relaxation de l'interface ester-eau (tension interfaciale dynamique). L'augmentation de la durée de mesure permet d'améliorer la fiabilité des résultats.

La TIF doit être mesurée conformément à l'IEC 62961.

9.10 Masse volumique

La masse volumique n'est pas un critère significatif dans la comparaison de la qualité de différents liquides à base d'esters naturels. Il n'existe pas de preuve que la masse volumique est affectée par une utilisation ou une détérioration normale des esters naturels.

La masse volumique doit être mesurée conformément à l'ISO 12185 (méthode de référence) ou à l'ISO 3675 ou l'ASTM D7042.

NOTE La masse volumique peut être utile pour distinguer les esters naturels d'autres types de liquides.

9.11 Point d'écoulement

Le point d'écoulement est une mesure de la capacité des diélectriques liquides à s'écouler correctement à basse température. Il n'existe pas de preuve suggérant que cette propriété est affectée par une détérioration normale des esters naturels.

Le point d'écoulement doit être mesuré conformément à l'ISO 3016.

NOTE Des variations légères du point d'écoulement peuvent parfois être interprétées comme le résultat d'un appoint effectué avec un ester naturel différent.

9.12 Additifs

Il convient que le fournisseur, avec le consentement mutuel de l'utilisateur, déclare les types génériques de tous les additifs, ainsi que leurs concentrations s'ils sont des agents antioxydants et passivants. Les informations sur le type initial et la concentration des additifs sont utiles pour les recommandations pour la surveillance et la maintenance pendant la durée de vie des esters naturels contenus dans les transformateurs et matériels électriques similaires.

La détection et le mesurage des additifs antioxydants définis doivent être effectués conformément à l'IEC 60666 ou à d'autres méthodes appropriées. Le fournisseur de liquide doit indiquer, lors de l'achat, les limites de consommation et les méthodes d'analyse appropriées.

NOTE Exemples d'additifs: DBPC (BHA) = 2,6-di-tert-butyl-para-crésol; DBP = 2,6-di-tert-butyl-phénol, BHT = hydroxytoluène butylé; Irganox 109®, Irganox 1010®, Irgamet 39®, Irgamet 30®², PMA = polyméthacrylates.

9.13 Nombre de particules

Il est reconnu que la présence de particules dans les diélectriques liquides influe sur la tension de claquage et le FDD. Si nécessaire, la présence de particules doit être surveillée dans la durée. En raison d'une viscosité élevée, l'IEC 60970 s'applique uniquement après dilution de l'ester avec un solvant filtré approprié (c'est-à-dire n-pentane) avec un nombre de particules faible connu [7]. En variante, la norme ASTM D7647 ou ISO 21018-3 peut être utilisée. L'expression du résultat (code) est conforme à l'ISO 4406 [8].

9.14 Compatibilité et miscibilité des esters naturels

La compatibilité peut être définie (ASTM D3455) comme suit: "capacité des liquides à se mélanger sans dégradation significative des propriétés ou des performances du mélange résultant".

La miscibilité peut être définie (ASTM D6922) comme suit: "capacité d'un liquide de référence et d'un liquide d'essai à former un mélange uniforme après malaxage et à ne pas se séparer en deux phases après soumission à une série de variations de température".

Pendant la durée de service, un ester naturel supplémentaire peut si nécessaire être ajouté à l'intérieur du matériel électrique. Cet ajout peut provoquer des mélanges de différents liquides à base d'esters naturels. La miscibilité, sous tous les pourcentages possibles, de différents liquides à base d'esters naturels est normalement observée. Il convient toutefois de vérifier par essai la caractéristique du nouveau mélange à des fins de prudence. Le point d'éclair, le FDD, le point d'écoulement, la stabilité à l'oxydation et la réponse des inhibiteurs constituent les facteurs essentiels potentiellement affectés par l'appoint. Les principales propriétés physiques et électriques doivent être vérifiées afin de veiller à ce que les limites du mélange d'esters naturels satisfassent aux limites du Tableau 3 et ne doivent pas être moins favorables que celles du composant individuel le plus défavorable.

La préparation de certains mélanges d'essai du liquide Fluide A et du liquide Fluide B (A 10 % + B 90 %, A 50 % + B 50 % et A 90 % + B 10 %, etc.) à une ou à plusieurs températures de la plage comprise entre 10 °C et 150 °C constitue un exemple d'essai de compatibilité. Observer le mélange afin de déterminer les variations de couleur, ainsi que la formation de dépôts et de substances colloïdales, le point d'éclair, etc.

Le fournisseur d'esters naturels doit être contacté en cas de doute avéré au regard de la compatibilité.

NOTE Les additifs sont présents dans les esters naturels et souvent inconnus par leur type et leur concentration. En réalisant des mélanges de différents esters naturels, des interactions ou une dilution excessive peuvent compromettre les performances de stabilité à l'oxydation.

² Irganox 109®, Irganox 1010®, Irgamet 39®, Irgamet 30® sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'IEC approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits cités.

9.15 Stabilité à l'oxydation

La stabilité à l'oxydation est la capacité des esters naturels à résister à l'oxydation sous contrainte thermique et en présence d'oxygène et de cuivre catalyseur. La propriété est définie comme la résistance à la formation de composés acides et de composés qui influencent le facteur de dissipation diélectrique (FDD) et qui augmentent la viscosité dans des conditions données. Pour les esters naturels neufs conformes à l'IEC 62770, ces conditions sont définies dans l'IEC 61125 et la durée d'essai est spécifiée dans l'IEC 62770. Des inhibiteurs d'oxydation peuvent être ajoutés pour augmenter la stabilité à l'oxydation.

9.16 Polymérisation

L'oxydation des liquides à base d'esters naturels entraîne la formation d'oligomères, ce qui augmente tout d'abord la viscosité des liquides, et finit par former des polymères réticulés. La formation de polymères à la surface de matériaux tels que les métaux et les isolations solides est appelée polymérisation en couche mince, qui peut être observée après une exposition prolongée à l'oxygène de l'air à une température élevée et/ou une exposition à la lumière solaire. La réparation ou la maintenance d'une partie active d'un transformateur séparée de la majeure partie du liquide doit être protégée en réduisant le plus possible l'exposition à l'air et à la lumière solaire afin d'assurer une protection contre la polymérisation en couche mince.

Exemples de mesures préventives possibles concernant un transformateur immergé dans des esters naturels:

- Pour les surfaces non poreuses (par exemple, métalliques), limiter l'exposition à l'air atmosphérique et à la lumière ultraviolette ambiante à une durée maximale de sept jours calendaires et supprimer toute exposition à la lumière solaire directe.
- Pour les surfaces poreuses (par exemple, matériaux cellulosiques), limiter l'exposition à l'air atmosphérique et à la lumière ultraviolette ambiante à une durée maximale de 20 jours calendaires et supprimer toute exposition à la lumière solaire directe [9].
- Ne pas utiliser d'étuves à circulation d'air chaud pour le séchage de composants imprégnés d'un liquide à base d'esters naturels.
- Ne pas effectuer la réparation lorsque la température ambiante est supérieure à 40 °C.
- Lors de la maintenance des changeurs de prises en charge (OLTC), il convient de ne pas exposer les surfaces internes des cuves de commutateurs ou des revêtements de commutateurs ou de sélecteurs à l'air atmosphérique pendant plus de 8 h. La nécessité d'opérations de maintenance peut être réduite le plus possible par l'application de modèles OLTC qui utilisent la technologie du vide, dans la mesure où ils présentent une détérioration des liquides nettement réduite.

Des additifs sont couramment ajoutés pour augmenter la stabilité à long terme des liquides à base d'esters naturels soumis à des conditions oxydantes.

10 Échantillonnage des esters naturels présents dans les matériels

Il est essentiel de tout mettre en œuvre pour vérifier que les échantillons sont représentatifs de l'ester naturel présent dans le matériel. Des procédures d'échantillonnage effectuées sans soin ou une contamination du récipient d'échantillons entraînent des conclusions erronées concernant la qualité de l'huile et provoquent des pertes de temps, des efforts inutiles et des frais supplémentaires pour l'obtention, le transport et la vérification par essai de l'échantillon.

Dans toute la mesure du possible, l'échantillonnage sur les matériels doit être effectué dans les conditions normales de fonctionnement ou peu après la mise hors tension.

L'échantillonnage conformément à l'IEC 60475 doit être effectué par une personne expérimentée ayant une formation adéquate.

Il convient de suivre les instructions du fabricant, lorsqu'elles sont disponibles.