

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60814

Deuxième édition
Second edition
1997-08

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

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



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60814:1997

Numéros des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à ces révisions, à l'établissement des éditions révisées et aux amendements peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et dans les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
Accès en ligne*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement (Accès en ligne)*

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI)*.

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

Publications de la CEI établies par le même comité d'études

L'attention du lecteur est attirée sur les listes figurant à la fin de cette publication, qui énumèrent les publications de la CEI préparées par le comité d'études qui a établi la présente publication.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from the 1st January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the revision work, the issue of revised editions and amendments may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
On-line access*
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates (On-line access)*

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary (IEV)*.

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

IEC publications prepared by the same technical committee

The attention of readers is drawn to the end pages of this publication which list the IEC publications issued by the technical committee which has prepared the present publication.

* See web site address on title page.

NORME
INTERNATIONALE

INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC

60814

Deuxième édition
Second edition
1997-08

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

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

© IEC 1997 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembe Geneva, Switzerland
e-mail: inmail@iec.ch IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

S

*Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue*

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
Articles	
1 Généralités	6
1.1 Domaine d'application	6
1.2 Références normatives	6
2 Titrage direct pour les liquides à faible viscosité	6
2.1 Champ d'application	6
2.2 Réactions chimiques	8
2.3 Appareillage	8
2.4 Réactifs et produits auxiliaires	12
2.5 Préparation de l'appareil	12
2.6 Méthodes d'échantillonnage	12
2.7 Mode opératoire	14
2.8 Calcul des résultats	14
2.9 Rapport	14
2.10 Fidélité	16
3 Méthode d'entraînement par évaporation pour les liquides à forte viscosité	16
3.1 Champ d'application	16
3.2 Esquisse de la méthode	16
3.3 Appareillage et réactifs	16
3.4 Mode opératoire	18
3.5 Calcul de la teneur en eau	18
3.6 Rapport	18
4 Détermination de la teneur en eau dans les papiers et cartons imprégnés d'huile	20
4.1 Champ d'application	20
4.2 Détermination de l'eau par extraction préalable au méthanol	20
4.3 Dosage par titrage direct	22
4.4 Méthode d'entraînement par évaporation	24
Figures	
1 Schéma de principe d'un titrimètre automatique	28
2 Ensemble de titrage approprié	30
3 Schéma de principe d'un titrimètre automatique et de l'unité d'évaporation par entraînement .	32
4 Evaporateur en verre avec chauffage	34
5 Flacon de méthanol et ampoule d'extraction	36
Annexe A – Méthode de prélèvement de papiers et cartons imprégnés d'huile	38

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
Clause	
1 General.....	7
1.1 Scope	7
1.2 Normative references.....	7
2 Direct titration for low viscosity liquids	7
2.1 Field of application	7
2.2 Chemistry	9
2.3 Apparatus.....	9
2.4 Reagents and auxiliary materials	13
2.5 Preparation of the apparatus.....	13
2.6 Sampling methods	13
2.7 Procedure.....	15
2.8 Calculation of the result.....	15
2.9 Report	15
2.10 Precision	17
3 Evaporative stripping method for high viscosity liquids	17
3.1 Field of application	17
3.2 Outline of the method.....	17
3.3 Apparatus and reagents.....	17
3.4 Procedure.....	19
3.5 Calculation of water content.....	19
3.6 Report	19
4 Determination of water in oil-impregnated paper and pressboard	21
4.1 Field of application	21
4.2 Determination of water after previous extraction with methanol	21
4.3 Determination by direct titration.....	23
4.4 Evaporative stripping method.....	25
Figures	
1 Block diagram of automatic titrator.....	29
2 Suitable titration vessel assembly	31
3 Block diagram of automatic titrator and evaporation stripping unit	33
4 Evaporator glass vessel with heater.....	35
5 Methanol container and extraction tube	37
Annex A – Method for sampling of oil-impregnated paper and pressboard	39

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE



ISOLANTS LIQUIDES – CARTONS ET PAPIERS IMPRÉGNÉS D’HUILE – DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU PAR TITRAGE COULOMÉTRIQUE DE KARL FISCHER AUTOMATIQUE

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ses normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60814 a été établie par le comités d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette deuxième édition de la CEI 60814 annule et remplace la première édition parue en 1985 dont elle constitue une révision technique.

Elle annule également la CEI 60733, parue en 1982.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/406/FDIS	10/422/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.

L'annexe A est donnée uniquement à titre d'information.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**INSULATING LIQUIDS – OIL-IMPREGNATED PAPER AND PRESSBOARD –
DETERMINATION OF WATER BY AUTOMATIC COULOMETRIC
KARL FISCHER TITRATION**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60814 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

This second edition of IEC 60814 cancels and replaces the first edition published in 1985 of which it constitutes a technical revision.

It also cancels IEC 60733, published in 1982.

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

FDIS	Report on voting
10/406/FDIS	10/422/RVD

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

Annex A is for information only.

ISOLANTS LIQUIDES – CARTONS ET PAPIERS IMPRÉGNÉS D'HUILE – DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU PAR TITRAGE COULOMÉTRIQUE DE KARL FISCHER AUTOMATIQUE

1 Généralités

1.1 *Domaine d'application*

La présente Norme internationale décrit des méthodes de détermination de la teneur en eau des isolants liquides et des isolants cellulose imprégnés d'huile, par la méthode de titrage coulométrique de Karl Fischer.

La méthode de l'article 2 s'applique aux teneurs en eau supérieures à 2 mg/kg de liquides ayant une viscosité inférieure à 100 mm²/s à 40 °C.

La méthode d'essai de l'article 3, dans laquelle l'eau est extraite par courant d'azote, est la méthode préférentielle pour les liquides isolants de viscosité supérieure à 100 mm²/s.

L'article 4 décrit des méthodes pour déterminer la teneur en eau des papiers et cartons imprégnés d'huile, dans une gamme comprise entre 0,1 % et 20 % en masse.

1.2 *Références normatives*

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

CEI 60475: 1974, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

CEI 60567: 1992, *Guide d'échantillonnage de gaz et d'huile dans les matériels électriques immergés, pour l'analyse des gaz libres et dissous*

ISO 595-1: 1986, *Seringues réutilisables en verre ou en verre et métal à usage médical – Partie 1: Dimensions*

ISO 595-2: 1987, *Seringues réutilisables en verre ou en verre et métal à usage médical – Partie 2: Conception, performances et essais*

2 Titration directe pour les liquides à faible viscosité

2.1 *Champ d'application*

Cette méthode s'applique aux teneurs en eau supérieures à 2 mg/kg des liquides ayant une viscosité allant jusqu'à 100 mm²/s à 40 °C. Les données relatives à la fidélité et indiquées en 2.10 s'appliquent uniquement aux liquides neufs.

NOTES

1 Pour les liquides en service, la justesse de la méthode peut être affectée par la présence de contaminants et de produits de dégradation.

2 La méthode a été conçue pour convenir particulièrement aux hydrocarbures et aux esters liquides. Pour les autres liquides, en particulier les fluides silicones, il faut utiliser des réactifs exempts de méthanol.

INSULATING LIQUIDS – OIL-IMPREGNATED PAPER AND PRESSBOARD – DETERMINATION OF WATER BY AUTOMATIC COULOMETRIC KARL FISCHER TITRATION

1 General

1.1 Scope

This International Standard describes methods for the determination of water in insulating liquids and in oil-impregnated cellulosic insulation with coulometrically generated Karl Fischer reagent.

The method in clause 2 is applicable to water concentrations above 2 mg/kg in liquids having viscosity of less than 100 mm²/s at 40 °C.

The test method in clause 3, where water is extracted by means of a nitrogen stream, is the preferred method for insulating liquids of viscosity higher than 100 mm²/s.

Clause 4 describes methods for the determination of water content in oil-impregnated paper and pressboard over the range 0,1 % to 20 % by mass.

1.2 Normative references

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

IEC 60475: 1974, *Method of sampling liquid dielectrics*

IEC 60567: 1992, *Guide for the sampling of gases and of oil from oil-filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases*

ISO 595-1: 1986, *Reusable all-glass or metal-and-glass syringes for medical use – Part 1: Dimensions*

ISO 595-2: 1987, *Reusable all-glass or metal-and-glass syringes for medical use – Part 2: Design, performance requirements and tests*

2 Direct titration for low viscosity liquids

2.1 Field of application

This method is applicable to water concentrations above 2 mg/kg in liquids having viscosity up to 100 mm²/s at 40 °C. The precision data given in 2.10 apply only to new liquids.

NOTES

1 For liquids in service, the accuracy of the method may be affected by the presence of contaminants and degradation products.

2 The method has been designed to be particularly suitable to hydrocarbon and ester liquids. With other liquids, particularly silicone fluids, methanol free reagents must be used.

2.2 Réactions chimiques

Il est reconnu que les réactions qui se développent au cours d'un titrage de Karl Fischer sont complexes, mais il s'agit essentiellement de la réaction de l'eau avec l'iode en présence de dioxyde de soufre d'une base organique et d'un alcool dans un solvant organique. A l'origine le réactif Karl Fischer comportait de la pyridine et du méthanol, et les réactions pouvaient s'écrire comme suit:



D'autres associations base-alcool sont possibles et peuvent être nécessaires pour des titrages dans certains liquides isolants.

Dans le titrage coulométrique de Karl Fischer, l'échantillon est mélangé à une solution base-alcool d'ions iodures et de dioxyde de soufre. L'iode est produit par électrolyse et réagit avec l'eau comme cela est montré dans les réactions (1) et (2). Suivant la loi de Faraday, la quantité d'iode formée est proportionnelle à la quantité d'électricité consommée dans la réaction ci-après:



Et comme le montre la réaction (1), une mole d'iode réagit stoechiométriquement avec une mole d'eau, de sorte que 1 mg d'eau correspond à 10,72 C (quantité d'électricité en coulombs). Se fondant sur ce principe, il est possible de calculer la quantité d'eau directement à partir de la quantité d'électricité (en coulombs) consommée par l'électrolyse.

2.3 Appareillage

2.3.1 Principe du fonctionnement

Le récipient de titrage forme une cellule d'électrolyse comportant deux compartiments séparés par un diaphragme poreux. Le compartiment anodique contient le mélange du réactif-solvant-échantillon (solution anodique), le compartiment cathodique (ensemble générateur) contient le réactif anhydre (solution cathodique). De part et d'autre du diaphragme se trouvent les électrodes pour l'électrolyse.

NOTE – Des titrimètres sans diaphragme poreux peuvent être utilisés.

L'iode générée par l'électrolyse, suivant la réaction (3), réagit avec l'eau de manière similaire aux réactions (1) et (2) de Karl Fischer. Le point final de la réaction est décelé par une paire d'électrodes en platine immergées dans la solution anodique. A la fin du titrage, l'iode en excès dépoliarise les deux électrodes en platine, modifiant le rapport courant/tension, ce qui actionne l'indicateur de fin de réaction et arrête l'intégrateur de courant.

L'intégrateur de courant somme le courant absorbé au cours de l'électrolyse, calcule la teneur en eau conformément à la loi de Faraday, et finalement l'affiche en microgrammes d'eau.

2.3.2 Description de l'appareil

Les titrimètres coulométriques de Karl Fischer du commerce utilisent des circuits brevetés. La description suivante d'un des principes acceptables d'appareil est donnée uniquement à titre d'illustration.

Le schéma fonctionnel représenté en figure 1 décrit l'appareil et comprend les éléments ci-dessous.

2.2 Chemistry

The reactions occurring in a Karl Fischer titration are known to be complex, but are essentially of water with iodine, sulphur dioxide, an organic base and an alcohol in an organic solvent. The original Karl Fischer reagent used pyridine and methanol, and the reactions may be expressed as:



Other base-alcohol combinations are possible and may be necessary for titrations on some insulating liquids.

In coulometric Karl Fischer titration, the sample is mixed with a base/alcohol solution of iodide ion and sulphur dioxide. Iodine is generated electrolytically and reacts with water in a similar way to that shown in reactions (1) and (2). Iodine is generated in proportion to the quantity of electricity according to Faraday's law, as shown by the following reaction:



One mole of iodine reacts with one mole of water stoichiometrically as shown in reactions (1) so that 1 mg of water is equivalent to 10,72 C (number of coulombs). Based on this principle it is possible to determine the amount of water directly from the quantity of electricity (number of coulombs) required for the electrolysis.

2.3 Apparatus

2.3.1 Principle of operation

The titration vessel has the configuration of an electrolysis cell with two compartments connected by a porous diaphragm. The anodic compartment contains the mixture of reagent-solvent and sample (anodic solution), the cathodic compartment (generator assembly) contains anhydrous reagent (cathodic solution). On both sides of the diaphragm are located the electrolysis electrodes.

NOTE – Titrators without the porous diaphragm may be used.

Iodine generated by the electrolysis, as shown in reaction (3), reacts with the water in a similar way to the Karl Fischer reactions (1) and (2). The end-point of the reaction is detected by a pair of platinum electrodes immersed in the anodic solution. At the end of the titration, excess iodine depolarizes the dual platinum electrodes, giving a change in the current/voltage ratio which is used to activate the end-point indicator and to stop the current integrator.

The current integrator integrates the current consumed during the electrolysis, calculates the water equivalent according to Faraday's law, and finally displays it in micrograms of water.

2.3.2 Description of the apparatus

Commercial coulometric Karl Fischer titrators use proprietary circuitry. The following description of one suitable form of apparatus is given for illustrative purposes only.

The block diagram shown in figure 1 illustrates the apparatus and includes the components detailed below.

2.3.2.1 Ensemble de titrage

La figure 2 représente un ensemble de titrage approprié. Cependant les modifications technologiques de l'appareil sont telles que des conceptions radicalement différentes, et satisfaisant aux exigences techniques de la présente norme, peuvent devenir disponibles. L'appareil donné à titre d'exemple se compose:

- d'un récipient de titrage en verre à bride (a), muni d'un orifice d'injection (b) de l'échantillon, et d'un robinet de vidange (c) (facultatif);
- d'un couvercle en polytétrafluoroéthylène à bride (d) s'adaptant au vase de titrage. Il possède trois ouvertures permettant d'y adapter les électrodes et le tube dessiccateur;
- d'un ensemble générateur (cellule d'électrolyse combinée) (e) se composant d'un tube en verre fermé à son extrémité inférieure par un diaphragme et muni, de part et d'autre de ce dernier, d'électrodes en platine;

NOTE – Le diaphragme peut être une membrane échangeuse d'ions, un disque en verre fritté, un filtre en céramique ou tout autre système empêchant la diffusion de deux solutions tout en permettant le passage du courant pour l'électrolyse.

- d'électrodes de détection: une paire d'électrodes en platine pour mesure du potentiel ou du courant (f);
- d'un barreau agitateur recouvert de polytétrafluoroéthylène (g);
- de tubes dessiccateurs (h) de l'humidité atmosphérique pour protéger le récipient de titrage et l'ensemble générateur;
- de septums en caoutchouc de silicone, pour fermer l'orifice d'injection. Avant utilisation, il est recommandé que des incisions en croix soient faites dans le septum, pour permettre d'utiliser des aiguilles époutées en bout carré pour injecter l'échantillon (voir 2.4.2d)). Il convient que les septums soient remplacés, dès que nécessaire, pour éviter les fuites d'air comme le montrerait une dérive excessive de l'appareil.

2.3.2.2 Circuit de détection

Une tension continue stabilisée ou un courant alternatif constant est appliquée aux électrodes de détection (paire d'électrodes de mesure en platine) de sorte que la fin de la réaction puisse être détectée par le changement du courant polarisé ou de la tension.

2.3.2.3 Circuit de stabilisation du courant

Ce circuit commande l'électrolyse conformément au signal provenant du circuit de détection.

2.3.2.4 Alimentation en tension continue

Alimentation en tension continue pour l'électrolyse.

2.3.2.5 Indicateur du point final

Indique quand le point final a été atteint.

2.3.2.6 Intégrateur de courant

Mesure la quantité d'électricité consommée par la cellule d'électrolyse au cours du titrage, puis calcule et affiche la quantité d'eau correspondante, en microgrammes.

NOTE – Certains appareils ont des possibilités intégrées de calcul et affichent la teneur en eau pour une quantité particulière d'échantillon.

2.3.2.7 Agitateur électromagnétique

Agitateur électromagnétique à vitesse constante et suffisante pour assurer une dispersion adéquate. (En général, le contenu du récipient ne sera pas homogène car les isolants liquides ne sont pas totalement miscibles avec les liquides réactifs.)

2.3.2.1 *Titration vessel assembly*

An example of a suitable titration vessel assembly is shown in figure 2. However, the changes in instrument technology are such that radically different designs may become available which comply with the technical requirements of this standard. The exemplified apparatus consists of:

- a flanged glass reaction vessel (a) with sample injection plug (b) and drain cock (c) (optional);
 - a polytetrafluoroethylene lid (d), flanged to match the titration vessel, with three holes to receive the electrodes and drying tube;
 - a generator assembly (combined electrolysis cell) (e) consisting of a glass tube closed at its lower end by a diaphragm and equipped with platinum electrodes on each side of the diaphragm;
- NOTE – The diaphragm may consist of ion exchange membrane, fritted disc, ceramic filter or other system to prevent diffusion of both solutions, while allowing enough current for electrolysis.
- detector electrodes: dual platinum electrodes for measurement of potential or current (f);
 - a polytetrafluoroethylene coated stirrer bar (g);
 - drying tubes (h) to protect the titration vessel and the generator assembly from atmospheric moisture;
 - silicone rubber septa to seal the injection port. It is recommended that crosscuts should be made in the septa before use, to enable blunt, square-ended needles to be used for sample injection (see 2.4.2 d)). Septa should be replaced as required to prevent air leakage as indicated by excessive instrument drift.

2.3.2.2 *Detection circuit*

DC constant voltage or a.c. constant current is supplied to the detector electrodes (dual platinum measuring electrodes) so that the end-point may be detected from the change of the polarized current or voltage.

2.3.2.3 *Current regulator circuit*

This circuit controls the electrolysis according to the signal from the detector circuit.

2.3.2.4 *DC power supply*

DC power supply for electrolysis.

2.3.2.5 *End-point indicator*

Indicates when the end-point has been reached.

2.3.2.6 *Current integrator*

Measures the quantity of electricity consumed by the electrolysis cell during the titration, then calculates and displays the quantity of water, in micrograms, corresponding to it.

NOTE – Some instruments have built-in calculation facilities, and display the water concentration for a specific sample quantity.

2.3.2.7 *Electromagnetic stirrer*

Electromagnetic stirrer, capable of maintaining a constant speed sufficient to ensure adequate dispersion. (The content of the titration vessel will not in general be a single phase, since most insulating liquids are not completely miscible with the reagent liquids.)

2.4 Réactifs et produits auxiliaires

ATTENTION – Certains réactifs peuvent être nuisibles à la santé et doivent être manipulés avec prudence.

2.4.1 Réactifs

Des réactifs prêts à l'emploi sont disponibles dans le commerce, aussi faut-il s'assurer qu'un de ces réactifs convient au type particulier d'appareil utilisé et au liquide isolant soumis à l'essai.

Des réactions parasites peuvent se produire entre les réactifs à base de méthanol et certains composés silicones. En outre, des réactions similaires peuvent avoir lieu avec les aldéhydes, certaines cétones et certains acides organiques insaturés conjugués, qui peuvent être présents dans les huiles comme produits ou contaminants provenant de la dégradation. Dans ces cas-là, on recommande des réactifs sans méthanol.

NOTE – L'utilisation de solvants complémentaires ou de substitution peut être nécessaire pour certains liquides isolants.

2.4.2 Produits auxiliaires

- a) Solution de neutralisation: méthanol contenant approximativement 20 mg d'eau / cm³.
- b) Desséchant, par exemple le perchlorate de magnésium anhydre ou du silicagel avec indicateur.
- c) Graisse lubrifiante: à base de polytétrafluoroéthylène ou d'hydrocarbures fluorés. Des graisses disponibles dans le commerce correspondant à cette description sont considérées comme satisfaisantes.
- d) Seringues en verre pour mesurer et injecter l'échantillon. Des seringues de 10 cm³ et de 5 cm³ suivant l'ISO 595, avec des aiguilles de longueur et de diamètre adaptés. Pour une utilisation générale, on considère comme satisfaisantes des aiguilles de 100 mm de longueur et de 1 mm de diamètre. Des aiguilles épointées en bout carré sont préférables, afin de limiter les dommages provoqués sur le septum.

2.5 Préparation de l'appareil

Préparer et assembler l'appareil, introduire les réactifs et effectuer la procédure de stabilisation conformément aux instructions du fabricant.

2.6 Méthodes d'échantillonnage

Si les échantillons prélevés sont destinés à des essais autres que celui de la teneur en eau, l'analyse de la teneur en eau doit être effectuée en premier.

2.6.1 Echantillonnage de routine

Pour les essais de routine, les méthodes d'échantillonnage décrites à l'article 2 et en 3.1 de la CEI 60475 doivent être utilisées. Les flacons de prélèvement doivent être séchés par chauffage dans une étuve à 115 °C ± 5 °C, pendant 16 h à 24 h.

2.6.2 Echantillonnage conseillé

Pour obtenir une meilleure précision et plus particulièrement lorsque la teneur en eau est faible, on doit utiliser la méthode décrite à l'article 4 de la CEI 60567. Les flacons d'échantillonnage doivent être préparés comme spécifié en 2.7.1. Les seringues et les aiguilles doivent être démontées, séchées à 115 °C ± 5 °C au moins pendant 8 h, refroidies dans un dessiccateur contenant du silicagel anhydre puis conservées dans le dessiccateur jusqu'à leur utilisation.

NOTE – La précision des mesures peut être sérieusement altérée par des prélèvements d'échantillons «composites» ou «moyens», et ne sont donc pas recommandés.

2.4 Reagents and auxiliary materials

WARNING – Certain reagents may be detrimental to health and must be handled with proper care.

2.4.1 Reagents

Prepared reagents are commercially available, but care is needed that the reagent is suitable for the particular type of instrument used and the insulating liquid under test.

Interfering reactions may take place between methanol based reagents and some silicone compounds. In addition, similar reactions may take place with aldehydes, some ketones, and conjugated unsaturated organic acids, which may be present in oils as degradation products or contaminants. In these cases, reagents not based on methanol are recommended.

NOTE – Some insulating liquids may require the use of additional or alternative solvents.

2.4.2 Auxiliary materials

- a) Neutralizing solution, methanol containing approximately 20 mg water/cm³.
- b) Desiccant, for example, anhydrous magnesium perchlorate or self-indicating silicagel.
- c) Lubricant grease: Polytetrafluoroethylene based or fluorinated hydrocarbon types. Commercially supplied greases to this description have been found satisfactory.
- d) Glass syringes for sample measurement and introduction. 10 cm³ and 5 cm³ syringes in accordance with ISO 595, with needles of suitable length and diameter. Needles of length 100 mm and bore 1 mm have been found satisfactory for general use. Blunt, square-ended needles are preferred, in order to minimize damage to the septa.

2.5 Preparation of the apparatus

Prepare and assemble the apparatus, install the reagents and carry out the stabilization procedure in accordance with the manufacturer's instructions.

2.6 Sampling methods

If samples taken are intended for additional tests to water content the water analysis shall be carried out first.

2.6.1 Routine sampling

For routine tests, the sampling methods described in clause 2 and 3.1 of IEC 60475 shall be used. Sample bottles shall be dried by heating in an oven for 16 h to 24 h at 115 °C ± 5 °C.

2.6.2 Recommended sampling

For better accuracy, and particularly where the moisture content is very low, the procedures described in clause 4 of IEC 60567 shall be used. Sample bottles shall be prepared as specified in 2.7.1. The syringes and needles shall be dismantled, dried for at least 8 h at 115 °C ± 5 °C, cooled in a desiccator with anhydrous silica gel, and kept in the desiccator until required.

NOTE – The accuracy of the determination can be adversely affected by the taking of composite or average samples, which is not recommended.

2.6.3 Stockage

Les échantillons destinés à l'analyse de l'eau ne doivent à aucun moment être exposés à la lumière directe du jour. Entre l'instant du prélèvement et celui de l'analyse, il convient de conserver les échantillons dans l'obscurité et qu'il ne s'écoule pas plus de sept jours entre l'instant du prélèvement et l'analyse.

2.7 Mode opératoire

a) Pour des échantillons prélevés en flacon

Nettoyer et sécher, dans une étuve bien aérée à la température de $115\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, les seringues en verre et les aiguilles de dimensions adaptées. Laisser refroidir dans un dessiccateur. Remplir la seringue avec le liquide isolant, en maintenant son extrémité bien en dessous de la surface du liquide. Refermer immédiatement le flacon en verre. Maintenir la seringue verticalement, aiguille vers le haut, et éliminer toutes les bulles d'air. Vider le contenu de la seringue et le mettre au rebut. Remplir à nouveau la seringue et la peser à 0,1 g près.

Pour les échantillons prélevés en seringue

Éliminer environ 2 cm^3 de liquide isolant afin de rincer l'aiguille. Ensuite peser la seringue à 0,1 g près.

Le volume à prélever dans l'échantillon dépend de sa teneur en eau supposée. Toutefois et pour la plupart des types de liquides l'isolant, neufs ou usagés, le volume optimal trouvé est de 5 cm^3 pour des teneurs en eau comprises entre 2 mg/kg et 100 mg/kg.

b) Agir sur la commande de l'appareil pour mettre en route l'électrolyse suivant les directives du fabricant et injecter rapidement par le septum le volume convenable d'échantillon dans le récipient de titrage. L'extrémité de l'aiguille ne doit pas toucher la surface du réactif. Peser à nouveau la seringue et noter la masse M , en grammes, du volume injecté.

Vérifier que l'huile est complètement mélangée avec le solvant. La vitesse de l'agitateur ne doit pas être modifiée dès que l'appareil s'est auto-équilibré ou pendant le titrage.

c) En fin de titrage, noter la quantité d'eau, m , affichée (exprimée en microgrammes (μg)).

d) Effectuer une deuxième détermination en rinçant, au préalable, deux fois la seringue avec l'huile de l'échantillon que l'on remplira à nouveau et pèsera en suivant l'alinéa a) puis en effectuant les alinéas b) et c).

e) Après plusieurs déterminations, une quantité importante de liquide isolant peut s'être accumulée dans le récipient de titrage. Enlever le surplus de liquide conformément aux instructions du fabricant, qu'il convient de suivre également en ce qui concerne les niveaux relatifs des réactifs anodique et cathodique et la stabilisation de l'appareil.

Après plusieurs vidanges, il convient de remplacer la solution de titrage et la solution de l'ensemble générateur par des réactifs neufs, et de répéter le mode opératoire de stabilisation.

2.8 Calcul des résultats

$$\text{teneur en eau (mg/kg)} = \frac{m}{M}$$

où

m est la quantité d'eau titrée, en microgrammes (μg);

M est la masse de liquide isolant, en grammes (g).

2.9 Rapport

La teneur en eau de l'échantillon de liquide isolant est la moyenne des deux déterminations, en milligrammes d'eau par kilogramme (mg/kg) de liquide isolant et arrondie à l'entier le plus proche.

2.6.3 Storage

Samples for water analysis shall at no time be exposed to direct sunlight. Between the time of collection and analysis, the samples should be kept in the dark, and the time between collection and analysis should be not greater than seven days.

2.7 Procedure

- a) With samples which have been collected in bottles

Clean and dry in a well-ventilated oven at $115\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ a glass syringe and needle of a suitable size. Allow to cool in a desiccator. Fill the syringe with the insulating liquid, keeping the tip of the needle well below the surface of the liquid. Re-close the glass bottle immediately. Holding the syringe vertically with the needle uppermost, discharge all air bubbles. Discharge the contents of the syringe to waste. Refill the syringe and weigh to the nearest 0,1 g.

With samples which have been collected in a syringe

Discharge approximately 2 cm^3 to flush out the needle and weigh the syringe to the nearest 0,1 g.

The sample size is governed by the expected range of moisture content. However, the optimum sample size has been found to be 5 cm^3 for most types of insulating liquids, new and used, with water contents of between 2 mg/kg and 100 mg/kg.

- b) Operate the instrument controls to start the electrolysis according to the manufacturer's instructions and quickly inject a suitable quantity of sample into the titration vessel through the septum. The tip of the needle shall not be allowed to touch the surface of the reagent. Re-weigh the syringe and record the mass M , in grams, of sample injected.

Ensure that the oil is thoroughly mixed with the solvent. The speed of the stirrer shall not be changed after the instrument has self-equilibrated or during the titration.

- c) Read out the quantity of water titrated, m , (expressed in micrograms (μg)) from the display when the titration is completed.

- d) Carry out a duplicate determination by rinsing the syringe twice in the oil sample and refilling and weighing as in step a). Carry out steps b) and c).

- e) After several determinations, a considerable quantity of insulating liquid may have accumulated. Remove the excess of liquid in accordance with the manufacturer's instructions, which should also be followed with respect to the relative levels of the anode and cathode reagents and re-stabilization of the instrument.

After several withdrawals, the titration vessel and generator electrode should be recharged with fresh solutions and the stabilization procedure repeated.

2.8 Calculation of the result

$$\text{water content (mg/kg)} = \frac{m}{M}$$

where

m is the quantity of water titrated in micrograms (μg);

M is the mass of insulating liquid in grams (g).

2.9 Report

The water content of the insulating liquid sample is the mean of the duplicate determinations, expressed to the nearest integer in milligrams per kilogram (mg/kg).

2.10 Fidélité

NOTE – Les valeurs de fidélité sont établies pour des isolants liquides à base d'hydrocarbures.

2.10.1 Répétabilité

Il convient de considérer comme suspects les essais effectués en double par le même opérateur, à un niveau de confiance de 95 %, s'ils diffèrent de plus de $0,60\sqrt{x}$ mg/kg, où x est la moyenne des deux déterminations.

2.10.2 Reproductibilité

Lorsque deux laboratoires effectuent des essais sur les mêmes produits, ils doivent fournir deux résultats et la moyenne de ceux-ci.

Il convient de suspecter ces deux moyennes, à un niveau de confiance de 95 %, si elles diffèrent de plus de $1,50\sqrt{x}$ mg/kg, où x est la moyenne des deux moyennes.

3 Méthode d'entraînement par évaporation pour les liquides à forte viscosité

3.1 Champ d'application

Cette méthode est destinée à la détermination de l'eau dans les liquides isolants neufs de viscosité supérieure à 100 mm²/s à 40 °C. Cette méthode s'applique principalement pour une teneur en eau supérieure à 2 mg/kg.

NOTE – En alternative, la teneur en eau des liquides à forte viscosité peut être analysée également par la méthode de l'article 2, après les avoir dilués dans un solvant approprié. La fidélité de cette méthode par dilution est affectée par le degré de dilution, la teneur en eau et la viscosité du solvant choisi.

3.2 Esquisse de la méthode

Une quantité connue de liquide isolant est chauffée dans une étuve fixée à l'appareil de Karl Fischer. L'eau dégagée est entraînée complètement par un courant d'azote sec dans le récipient de titrage où s'effectue le titrage coulométrique.

3.3 Appareillage et réactifs

Le schéma de principe de l'appareil est illustré par la figure 3 et se compose des éléments suivants:

- titrimètre: coulomètre Karl Fischer automatique (voir 2.3);
- évaporateur: récipient en verre de capacité 100 ml, tube d'arrivée d'azote, de diamètre intérieur 1,25 mm (voir figure 4);
- dispositif de chauffage: dispositif en verre clair revêtu d'une couche mince conductrice transparente;
- thermostat: contrôle automatique, précision ± 2 °C;
- gaz vecteur: azote, qualité du commerce, de teneur en eau inférieure à 10 µl/l;
- déshydratant du gaz vecteur: une colonne de silicagel associée à deux colonnes d'anhydride phosphorique;
- réactifs comme indiqué en 2.4.

NOTE – Si des substances interférentes sont présentes, l'utilisation de réactifs appropriés dans le titrimètre est aussi importante que pour le titrage direct.

2.10 Precision

NOTE – Precision data have been established for hydrocarbon based insulating liquids.

2.10.1 Repeatability

Duplicate determinations carried out by one operator should be considered suspect at the 95 % confidence level if they differ by more than $0,60\sqrt{x}$ mg/kg, where x is the average of the duplicate determinations.

2.10.2 Reproducibility

When two laboratories carry out tests on identical test material, each shall produce duplicate results and report their mean.

The two means should be considered suspect at the 95 % confidence level if they differ by more than $1,50\sqrt{x}$ mg/kg, where x is the average of the two means.

3 Evaporative stripping method for high viscosity liquids

3.1 Field of application

This method is designed for the determination of water in unused insulating liquids having viscosity greater than $100 \text{ mm}^2/\text{s}$ at $40 \text{ }^\circ\text{C}$. This method is mainly applicable to water concentration above 2 mg/kg .

NOTE – Alternatively, high viscosity liquids may also be analyzed for water content by the method in clause 2 after dilution with a suitable solvent. Precision for a dilution procedure will be affected by the degree of dilution and the water content and viscosity of the chosen solvent.

3.2 Outline of the method

A known amount of the insulating liquid is heated in a closed vessel located next to the Karl Fischer apparatus. The water evolved is quantitatively transferred into the titration vessel by a stream of dry nitrogen gas where coulometric titration is performed.

3.3 Apparatus and reagents

The block diagram of the apparatus is illustrated in figure 3 and consists of the following items:

- titrator: automatic coulometric Karl Fischer (see 2.3);
- evaporator: glass vessel, 100 ml capacity; nitrogen inlet tube, 1,25 mm inside diameter (see figure 4);
- heater: clear, transparent electro-conductive glass heater;
- temperature controller: automatic control, accuracy $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$;
- carrier gas: nitrogen gas, commercial grade, less than $10 \text{ } \mu\text{l/l}$ water;
- desiccants for carrier gas: one silica gel column plus two phosphorus pentoxide columns;
- reagents as listed in 2.4.

NOTE – When interfering compounds are present, the need for suitable reagents in the titrator is of equal importance as for direct sample injection.

3.4 Mode opératoire

- a) Mettre en service le titrimètre de Karl Fischer suivant la procédure spécifiée en 2.5.
- b) Injecter un volume suffisant (environ 10 cm³) d'huile de base dans l'évaporateur à travers le septum de l'injecteur, de façon à immerger l'extrémité du tube d'arrivée d'azote et permettre le barbotage du gaz. Cette huile de base peut être le liquide isolant à essayer ou toute autre huile miscible avec l'échantillon et de viscosité similaire à celle de l'huile à analyser, à la température de fonctionnement.
- c) Régler la température de l'évaporateur à 130 °C ± 5 °C et la laisser se stabiliser à cette température. Purger la totalité du système sous azote sec, à un débit de 50 cm³/min à 200 cm³/min, pour sécher complètement l'huile de base, ce qui sera obtenu lorsque le courant correspondant au bruit de fond aura atteint une valeur faible et stable.
- d) Fermer l'interrupteur du système de titrage. Effectuer deux opérations à blanc de 10 min chacune sur cette huile de base initiale en suivant les étapes f) et g) de la procédure. Si les deux opérations à blanc donnent des résultats semblables à 5 µg d'eau près, retenir la valeur moyenne à blanc (m_1). Si les deux opérations à blanc diffèrent de plus de 5 µg d'eau, il peut être nécessaire d'effectuer un autre séchage de l'huile de base.
- e) Introduire une quantité de liquide isolant appropriée (M) dans l'évaporateur, à la seringue (dimension minimale de l'aiguille: diamètre intérieur de 2 mm) ou tout autre moyen d'échantillonnage adapté. Peser la seringue avant et après l'injection du liquide pour obtenir la masse exacte de l'échantillon. Utiliser un échantillon de 10 g pour des teneurs en eau supérieures à 10 mg/kg et un échantillon de 20 g ± 5 g pour des teneurs en eau inférieures à 10 mg/kg.
- f) Ouvrir l'interrupteur du système de titrage de l'unité principale, ou interrompre le titrage de manière différente, pendant 10 min, pour permettre le dégagement de l'humidité dans l'évaporateur et l'accumulation de celle-ci dans la cellule de titrage.
- g) Après 10 min, redémarrer le titrage et le laisser se dérouler jusqu'au point de fin du titrage.
- h) Lire la quantité d'eau titrée (m_2) sur l'appareil de Karl Fischer.
- NOTE – Si les teneurs en eau sont supérieures à 50 mg/kg et/ou si la masse de l'échantillon est de 10 g, il est possible que l'évaporation de l'eau soit incomplète pendant le temps prévu. Il convient, dans ce cas, de reprendre les étapes e) à h) en augmentant la durée du titrage et en diminuant la quantité d'huile. Pour certains types de titrimètre, cet objectif peut être atteint en choisissant un temps d'attente suffisamment long.
- i) Il est de bonne pratique de confirmer les conditions de stabilité en effectuant une autre détermination à blanc pendant 10 min. Si la valeur ainsi obtenue est égale à la valeur à blanc m_1 , à 5 µg près, il n'est pas nécessaire d'effectuer un autre titrage.
- j) Effectuer une deuxième détermination.

NOTE – Pour des essais de routine, les étapes d) et i) peuvent être omises et la durée de 10 min réduite à 1 min dans les étapes f) et g).

3.5 Calcul de la teneur en eau

Pour chaque détermination individuelle, calculer la teneur en eau comme suit:

$$\text{teneur en eau (mg/kg)} = \frac{m_2 - m_1}{M}$$

où

m_1 est la moyenne des essais à blanc, en microgrammes (µg);

m_2 est la masse de l'eau titrée au cours de l'analyse de l'échantillon, en microgrammes (µg);

M est la masse de l'échantillon, en grammes (g).

3.6 Rapport

La teneur en eau de l'échantillon de liquide isolant est exprimée par la moyenne des deux déterminations, arrondie à l'entier le plus proche, en milligrammes par kilogramme.

3.4 Procedure

- a) Operate the Karl Fischer titrator as per procedures specified in 2.5.
 - b) Inject a sufficient volume (approximately 10 cm³) of base oil into the evaporator vessel via the septum of the injection plug so as to immerse the tip of the nitrogen inlet tube to permit bubbling of the gas. This base oil may be the insulating liquid to be tested or any other miscible oil which does not react with the sample and of similar viscosity at the operating temperature to the oil being analyzed.
 - c) Set the temperature of the evaporator unit to 130 °C ± 5 °C and allow the temperature to stabilize. Purge the whole system with dry nitrogen gas at a flow rate of 50 cm³/min to 200 cm³/min to thoroughly dry the base oil as indicated by a low and stable reading of background current.
 - d) Turn on the titration switch. Run two blanks of 10 min each on this initial base oil by following steps f) and g) of the procedure. If the two blanks are within 5 µg of water, take the average blank value (m_1). If the two blanks differ by more than 5 µg of water, further drying of the base oil may be needed.
 - e) Introduce a suitable quantity of the insulating liquid (M) into the evaporator vessel using a syringe (minimum needle size: 2 mm inside diameter) or other suitable sampler. Weigh the syringe before and after liquid injection to obtain the accurate mass of sample. Use a 10 g sample for water contents greater than 10 mg/kg and a 20 g ± 5 g sample for water contents less than 10 mg/kg.
 - f) Turn off titration switch on main unit, or otherwise inhibit titration, for a 10 min period to allow moisture released in the evaporator to accumulate in the titration cell.
 - g) After 10 min, turn on the titration switch and allow to titrate to the end-point.
 - h) Read the quantity of water titrated (m_2) from the Karl Fischer apparatus.
- NOTE – When the water contents are higher than 50 mg/kg and/or the mass of sample is 10 g, there is the possibility that complete evaporation of the water has not taken place. In such cases, the analysis should be repeated as in steps e) to h) but using an increased titration delay time and/or a lower amount of oil. With some designs of titrator this purpose can be achieved by setting the delay time sufficiently long.
- i) It is good practice to confirm stable operating conditions by carrying out another blank determination for a 10 min period. If the value determined is within 5 µg of the original blank value m_1 , no further titration is needed.
 - j) Carry out a duplicate determination.

NOTE – In the case of routine tests steps d) and i) may be omitted and in steps f) and g) the 10 min may be reduced to 1 min.

3.5 Calculation of water content

For each individual determination, calculate the water content as follows:

$$\text{water content (mg/kg)} = \frac{m_2 - m_1}{M}$$

where

m_1 is the average blank reading in micrograms (µg);

m_2 is the mass of water titrated during sample analysis in micrograms (µg);

M is the mass of the sample in grams (g).

3.6 Report

The water content of the insulating liquid sample is expressed as the average of duplicate determinations to the nearest integer in milligrams per kilogram.

4 Détermination de la teneur en eau dans les papiers et cartons imprégnés d'huile

4.1 Champ d'application

Ces méthodes s'appliquent au dosage de l'eau dans les matériaux isolants celluloseux imprégnés d'huile. Trois modes opératoires sont décrits:

- suivant la procédure de 4.2, l'eau est tout d'abord extraite avec du méthanol pur et le dosage est réalisé sur cet extrait;
- suivant la procédure de 4.3, l'extraction de l'eau est effectuée directement dans le récipient de titrage (voir note);

NOTE - Ce mode opératoire se limite aux matériaux celluloseux d'une épaisseur ne dépassant pas 1 mm environ, car avec un échantillon d'épaisseur supérieure imprégné d'huile l'extraction ne peut jamais être complète pendant la durée normale du titrage.

- suivant la procédure de 4.4, un échantillon de papier imprégné est chauffé dans un four attendant à l'appareil de Karl Fischer; la vapeur d'eau produite est complètement transférée dans le récipient de titrage par un courant d'azote sec.

4.2 Détermination de l'eau par extraction préalable au méthanol

4.2.1 Réactifs et produits auxiliaires

ATTENTION - Certains réactifs peuvent être nuisibles à la santé et pour l'environnement et doivent être manipulés et éliminés avec prudence.

Outre les réactifs et les produits énumérés en 2.4, les produits suivants sont nécessaires:

- a) méthanol, qualité pour analyse, de teneur en eau approximative de 0,05 %;
- b) solvant approprié sans chlore, de qualité technique;
- c) copeaux de magnésium.

4.2.2 Appareillage

- a) Titrimètre coulométrique de Karl Fischer, comme indiqué en 2.3.
- b) Appareil pour distiller le méthanol.
- c) Un flacon à méthanol sec, destiné à recevoir le méthanol distillé et qui peut être protégé de l'humidité atmosphérique au moyen d'un tube dessiccateur. Ce flacon est muni dans sa partie inférieure d'un robinet de vidange et d'un rodage sphérique permettant d'adapter l'ampoule d'extraction (voir figure 5).
- d) Ampoule d'extraction, étanche et graduée, d'un volume de 50 cm³ environ.
- e) Pincettes brucelles métalliques.

4.2.3 Préparation de l'appareil

Il convient de laver toute la verrerie ainsi que les brucelles pour éliminer les traces des échantillons précédents, au moyen d'une solution détergente appropriée ou d'eau savonneuse ou d'un solvant organique chloré, suivi d'un rinçage à l'eau chaude, puis à l'eau déionisée et finalement après égouttage, au méthanol. Il convient de sécher toute la nuit le matériel nettoyé dans une étuve à 115 °C ± 5 °C, ensuite de le refroidir, jusqu'à la température ambiante, dans un dessiccateur.

4 Determination of water in oil-impregnated paper and pressboard

4.1 Field of application

These methods apply to the determination of the water content in oil-impregnated cellulosic insulation materials. Three procedures are described:

- with the procedure in 4.2, water is first extracted with absolute methanol and the determination carried out on the extract;
- with the procedure in 4.3, water extraction takes place directly in the titration vessel (see note);

NOTE – This procedure is restricted to cellulosic material of thickness up to approximately 1 mm because an oil-impregnated sample of higher thickness can never be completely extracted within the normal duration of a determination.

- with the procedure in 4.4, a specimen of impregnated paper is heated in an oven next to the Karl Fischer apparatus; the water vapour evolved is quantitatively transferred into the titration vessel by a stream of dry nitrogen gas.

4.2 Determination of water after previous extraction with methanol

4.2.1 Reagents and auxiliary materials

WARNING – *Certain reagents may be detrimental to health and the environment and must be handled and disposed of with proper care.*

In addition to the reagents and materials listed in 2.4, the following is required:

- a) methanol, analytical reagent grade, water content approximately 0,05 %;
- b) chlorine free suitable solvent, technical grade;
- c) magnesium turnings.

4.2.2 Apparatus

- a) Coulometric Karl Fischer titrator as indicated in 2.3.
- b) Methanol distilling apparatus.
- c) Dried methanol container, to contain the distilled methanol and which can be protected from the atmosphere by a drying tube. The container is fitted at its lower part with a draining cock and a spherical joint to adapt to the extraction tube (see figure 5).
- d) Graduated, gas-tight extraction tubes with an approximate capacity of 50 cm³.
- e) Metal tweezers.

4.2.3 Preparation of the apparatus

All the glassware and metal tweezers should be washed free from previous samples, either with a suitable detergent solution or soapy water or a chlorine free solvent, rinsed thoroughly with warm water, then deionized water and finally, after draining, with methanol. The clean material should be dried in an oven at 115 °C ± 5 °C overnight, then cooled to room temperature in a desiccator.

4.2.4 Mode opératoire

- a) Distiller le méthanol en présence de copeaux de magnésium pour abaisser sa teneur en eau en dessous de 200 mg/kg. Recueillir le méthanol ainsi distillé dans un récipient convenable protégé de l'humidité atmosphérique par un tube dessiccateur contenant du perchlorate de magnésium. Déterminer la teneur en eau du méthanol et noter la valeur.
- b) Prendre une ampoule d'extraction contenant un échantillon de papier, ou introduire un échantillon de papier dans l'ampoule d'extraction.

NOTES

- 1 Choisir la masse du papier de telle sorte que la quantité d'eau à déterminer soit comprise entre 1 mg et 4 mg.
 - 2 Si le papier ou le carton est trop épais, il est recommandé de le diviser en plusieurs morceaux afin d'améliorer l'extraction, en prenant soin pendant cette opération d'éviter tout échange d'humidité avec l'environnement.
- c) Adapter l'ampoule d'extraction au flacon contenant le méthanol anhydre, ouvrir le robinet supérieur et, pendant un temps très court, le mettre sous vide au moyen de la pompe à vide. Introduire ensuite, au moyen d'une burette appropriée, 1 cm³ à 10 cm³ de méthanol. Fermer le robinet supérieur et détacher le tube d'extraction.
 - d) Répéter la procédure décrite au point c) avec une autre ampoule d'extraction qui ne contient pas de papier. Ceci servira d'essai à blanc.
 - e) Agiter l'ampoule contenant l'échantillon de papier et celle de l'essai à blanc pendant 2 h.
 - f) Préparer l'appareil de titrage Karl Fischer suivant les procédures spécifiées en 2.5.
 - g) Adapter l'ampoule d'extraction contenant l'échantillon au récipient de titrage; introduire le méthanol dans le solvant et titrer jusqu'au point final. Lire la masse d'eau titrée (m_2) affichée.
 - h) Répéter l'étape g) avec le tube à blanc et noter la lecture affichée (m_1).
 - i) Enlever le papier de l'ampoule de titrage. Dégraisser le papier avec le solvant sans chlore et le sécher au moins pendant 2 h à 110 °C ± 5 °C. Le laisser refroidir dans un dessiccateur, ensuite le peser.
Noter la masse M , en grammes, du papier.
 - j) Effectuer une deuxième détermination.

4.2.5 Calcul des résultats

$$\text{teneur en eau (\% en masse)} = \left(\frac{m_2 - m_1}{M} \right) \times 10^{-4}$$

où

- m_1 est la masse d'eau mesurée lors de l'essai à blanc, en microgrammes (μg);
 m_2 est la masse d'eau mesurée lors de l'essai avec échantillon, en microgrammes (μg);
 M est la masse de l'échantillon de papier, en grammes (g).

4.2.6 Rapport

La teneur en eau de l'isolant est exprimée par la moyenne des deux déterminations arrondie à 0,01 %. La teneur en eau du méthanol utilisée doit être indiquée.

4.3 Dosage par titrage direct

4.3.1 Réactifs et produits auxiliaires

Outre les réactifs et produits énumérés en 2.4, un solvant convenable, sans chlore, est nécessaire pour déshuiler les échantillons solides.

4.2.4 Procedure

- a) Distil methanol over magnesium turnings in order to lower its water content below 200 mg/kg. Collect the distilled methanol in the appropriate container protected from the atmosphere by a drying tube filled with magnesium perchlorate. Determine the water content of the methanol and record the value.
- b) Take an extraction tube containing a paper sample or put a paper sample in extraction tube.

NOTES

- 1 Select the mass of the sample so that the amount of water to be measured is within 1 mg to 4 mg.
- 2 It may be advisable to cut up cellulosic material if it is too thick to ensure better extraction taking care to avoid any exchange of moisture with the surroundings during the operation.
- c) Fit the extraction tube to the dry methanol container, open the upper cock, connect to the vacuum line for a very short time and, using an appropriate burette, admit 1 cm³ to 10 cm³ of methanol. Close the upper cock and disconnect the tube.
- d) Repeat step c) with another tube that does not contain any paper. This will be used for the blank test.
- e) Shake the sample and blank tubes for 2 h.
- f) Operate the Karl Fisher titrator as per procedures specified in 2.5.
- g) Fit the sample tube to the titration vessel, transfer the methanol to the solvent and titrate to the end-point. Read the mass of water titrated (m_2) from the display on the titrator.
- h) Repeat step g) with the blank tube and record the display reading (m_1).
- i) Remove the paper from the titration tube. Degrease the paper with chlorine free solvent and dry at 110 °C ± 5 °C for at least 2 h. Let the paper sample cool in a desiccator and then weigh. Record the mass M , in grams, of the paper.
- j) Carry out a duplicate determination.

4.2.5 Calculation of the results

$$\text{water content (\% by mass)} = \left(\frac{m_2 - m_1}{M} \right) \times 10^{-4}$$

where

- m_1 is the mass of water measured for blank titration, in micrograms (µg);
- m_2 is the mass of water measured in the sample titration, in micrograms (µg);
- M is the mass of the paper sample, in grams (g).

4.2.6 Report

The water content of the insulation is expressed as the average of duplicate measurements to the nearest 0,01 %. The water content of the methanol used shall be quoted.

4.3 Determination by direct titration

4.3.1 Reagents and auxiliary materials

In addition to the reagents and materials listed in 2.4, a suitable chlorine-free solvent is required for degreasing the sample material.

4.3.2 Appareillage

- a) Titrimètre coulométrique de Karl Fischer indiqué en 2.3.
- b) Brucelles métalliques.

4.3.3 Mode opératoire

- a) Mettre en route le titrimètre de Karl Fischer suivant les procédures spécifiées en 2.5.
- b) Introduire dans le récipient de titrage, aussi vite que possible, l'échantillon de papier au moyen de brucelles métalliques sèches.

NOTE – Voir notes 1 et 2 du point b) de 4.2.4.

c) Ouvrir l'interrupteur du système de titrage de l'unité principale, ou interrompre le titrage de manière différente, pendant un temps compris entre 15 min et 25 min (le temps exact doit être déterminé par l'opérateur), pour permettre de transférer l'humidité du papier au solvant. A la fin du temps d'extraction, redémarrer le titrage jusqu'au point final.

d) Lire la quantité d'eau titrée (m_2) sur l'appareil de Karl Fischer.

e) Effectuer un essai à blanc de même durée afin d'évaluer l'humidité qui entre dans le système pendant l'essai. Noter la masse titrée (m_1). Dans certains modèles de titrimètre, la dérive est contrôlée en continue et automatiquement déduite de la lecture de la masse d'eau extraite. S'il en est ainsi, l'essai à blanc peut ne pas être nécessaire bien qu'il convienne de prendre soin qu'un fonctionnement stable soit assuré tout au long du titrage.

NOTE – Il est important de limiter au minimum la durée de la détermination, qui peut être fixée par l'opérateur en fonction de l'expérience et du type d'échantillon examiné. S'il le faut, la période optimale peut être déterminée en effectuant à plusieurs reprises la procédure avec des temps d'extraction croissants, jusqu'à l'obtention d'un résultat constant. Pour obtenir des résultats reproductibles sur une série d'essais, il convient d'utiliser la même période d'extraction pour toute la série.

f) Enlever le papier du récipient de titrage. Déshuiler le papier au solvant et le sécher au moins pendant 2 h à 110 °C. Laisser refroidir l'échantillon dans un dessiccateur, ensuite le peser. Noter la masse M , en grammes, du papier.

g) Effectuer une deuxième détermination.

4.3.4 Calcul des résultats

$$\text{teneur en eau (\% en masse)} = \left(\frac{m_2 - m_1}{M} \right) \times 10^{-4}$$

où

m_1 est la masse d'eau mesurée pour l'essai à blanc, en microgrammes (μg);

m_2 est la masse d'eau mesurée pour l'essai avec l'échantillon, en microgrammes (μg);

M est la masse de l'échantillon de papier, en grammes (g).

4.3.5 Rapport

La teneur en eau de l'isolant est exprimée par la moyenne de deux déterminations arrondie à 0,01 %. Le temps d'extraction doit être indiqué.

4.4 Méthode d'entraînement par évaporation

4.4.1 Appareillage

Le schéma fonctionnel de l'appareil est illustré en figure 3 avec les composants énumérés en 3.3.

Un évaporateur de type nacelle fonctionnant pour l'extraction gaz-solide est aussi convenable.

4.3.2 Apparatus

- a) Coulometric Karl Fischer titrator as described in 2.3.
- b) Metal tweezers.

4.3.3 Procedure

- a) Operate the Karl Fischer titrator as per procedures specified in 2.5.
- b) Introduce, as quickly as possible, the paper sample by means of dried metal tweezers into the titration vessel.

NOTE – See notes 1 and 2 item b) of 4.2.4.

- c) Turn off the titration switch on the main unit, or otherwise inhibit titration, for a time period ranging from 15 min to 25 min (the exact time shall be determined by the operator) to allow transfer of moisture from the paper to the solvent. At the end of the extraction time, turn on the titration and titrate to the end-point.
- d) Read the quantity of water titrated (m_2) from the Karl Fischer apparatus.
- e) Carry out a blank test of the same duration in order to evaluate the amount of moisture that enters the system during the test. Record the mass (m_1) titrated.

In some designs of titrator, the drift is continuously monitored and automatically subtracted from the water reading. If so the blank test may not be needed though care should be used to ensure stable operating throughout the titration.

NOTE – It is important to limit to a minimum the duration of the determination, which can be fixed by the operator on the basis of experience and the type of sample examined. If necessary, the optimum period can be determined by repeatedly carrying out the procedure using increasing extraction times until a constant result is obtained. To obtain reproducible results over a series of tests, the same extraction period should be used throughout the series.

- f) Remove the paper from the titration tube. Degrease the paper with the solvent and dry at 110 °C for at least 2 h. Let the paper sample cool in a desiccator and then weigh it. Record the mass M , in grams, of the paper.
- g) Carry out a duplicate determination.

4.3.4 Calculation of results

$$\text{water content (\% by mass)} = \left(\frac{m_2 - m_1}{M} \right) \times 10^{-4}$$

where

- m_1 is the mass of water measured for blank titration in micrograms (μg);
- m_2 is the mass of water measured in the sample titration in micrograms (μg);
- M is the mass of the paper sample in grams (g).

4.3.5 Report

The water content of the insulation is expressed as the average of duplicate measurements to the nearest 0,01 %. The time of extraction shall be quoted.

4.4 Evaporative stripping method

4.4.1 Apparatus

The block diagram of the apparatus is illustrated in figure 3 with components as listed in 3.3.

The boat type of evaporator using a gas-solid extraction is also suitable.

4.4.2 Mode opératoire

- a) Mettre en route le titrimètre de Karl Fischer suivant les procédures spécifiées en 2.7.
 - b) Porter l'évaporateur à la température convenable (130 °C pour les papiers et les cartons imprégnés d'huile à faible viscosité, 140 °C pour les papiers et les cartons imprégnés d'huile ou de composés visqueux).
 - c) Régler le flux du gaz vecteur de façon à avoir un débit régulier de 50 cm³/min à 100 cm³/min. Introduire l'extrémité du tube de sortie du gaz vecteur dans le récipient de titrage et laisser le système se stabiliser; ce qui sera obtenu lorsque le courant correspondant au bruit de fond atteindra une valeur faible et stable.
 - d) Introduire rapidement dans la nacelle de l'évaporateur l'échantillon de papier pris dans le récipient de stockage. Pour les papiers à très faible teneur en eau, un échantillon de papier d'environ 0,5 g est adéquat.
 - e) Ouvrir l'interrupteur du système de titrage de l'unité principale, ou interrompre le titrage de manière différente, pendant une période de 20 min, pour permettre à l'eau dégagée dans l'évaporateur de s'accumuler dans le récipient de titrage. A la fin du temps d'extraction, redémarrer le titrage jusqu'au point final. Lire la quantité d'eau titrée (m_2) sur l'appareil de Karl Fischer.
- NOTE – Le temps d'extraction dépendra autant des caractéristiques de l'échantillon que des paramètres du système. Bien que dans la plupart des cas une période de 20 min se soit montrée adéquate, l'opérateur aura à déterminer les conditions optimales de fonctionnement.
- f) Réaliser un essai à blanc de même durée, afin d'évaluer la teneur en eau entrant dans le système pendant l'essai. Noter la masse (m_1) titrée. Dans certains modèles de titrimètre, la dérive est contrôlée en continu et automatiquement déduite de la lecture de la masse d'eau extraite. S'il en est ainsi, l'essai à blanc peut ne pas être nécessaire bien qu'il convienne de prendre soin qu'un fonctionnement stable soit assuré tout au long du titrage.
 - g) Retirer le papier de la nacelle du four. Déshuiler le papier avec du solvant sans chlore et le sécher à 110 °C ± 5 °C pendant 2 h au moins. Laisser refroidir l'échantillon de papier dans un dessiccateur, ensuite le peser. Noter la masse du papier M , en grammes.
 - h) Effectuer une deuxième détermination.

4.4.3 Calcul des résultats

$$\text{teneur en eau (\% en masse)} = \left(\frac{m_2 - m_1}{M} \right) \times 10^{-4}$$

où

m_1 est la masse d'eau mesurée pour l'essai à blanc, en microgrammes (μg);

m_2 est la masse d'eau mesurée pour l'essai avec l'échantillon, en microgrammes (μg);

M est la masse de l'échantillon de papier, en grammes (g).

4.4.4 Rapport

La teneur en eau de l'isolant est exprimée par la moyenne de deux déterminations arrondie à 0,01 %. Le temps d'extraction doit être indiqué.

4.4.2 Procedure

- a) Operate the Karl Fischer apparatus as per procedures specified in 2.7.
- b) Heat the evaporator to a suitable temperature (130 °C for low viscosity oil impregnated paper or pressboard, 140 °C for paper or pressboard impregnated with viscous oils or compounds).
- c) Adjust the carrier gas flow so as to ensure a steady flow rate of 50 cm³/min to 100 cm³/min. Insert the tip of the carrier gas outlet tube into the titration vessel and allow the system to stabilize as indicated by a low and stable reading of background current (drift).
- d) Quickly introduce the paper sample taken from a storage flask into the evaporator vessel. For papers with very low moisture content a paper sample of about 0,5 g is adequate.
- e) Turn off titration switch on main unit, or otherwise inhibit titration, for a 20 min period to allow moisture released in the evaporator to accumulate in the titration vessel. At the end of the extraction time, switch on titration and allow to titrate to the end-point. Read the quantity of water titrated (m_2) from the Karl Fischer apparatus.

NOTE – Extraction time will depend on sample characteristics as well as system parameters. Although a 20 min period was found adequate in most cases, the operator will have to determine optimum operating conditions.

- f) Carry out a blank test of the same duration in order to evaluate the amount of moisture that enters the system during the test. Record the mass titrated (m_1).

In some designs of titrator the drift is continuously monitored and automatically subtracted from the water reading. If so the blank test may not be needed though care should be taken to ensure stable operating throughout the titration.

- g) Remove the paper from the titration tube. Degrease the paper with the solvent and dry at 110 °C ± 5 °C for at least 2 h. Let the paper sample cool in a desiccator and then weigh it. Record the mass M , in grams, of the paper.
- h) Carry out a duplicate determination.

4.4.3 Calculation of results

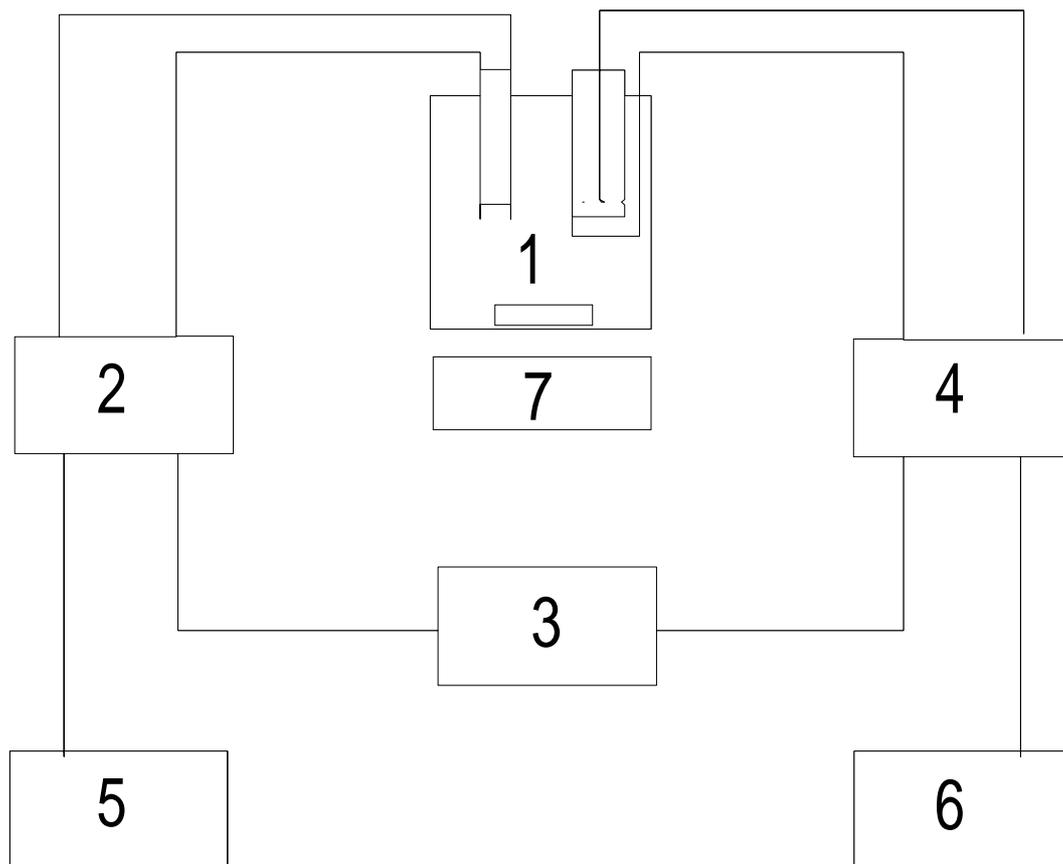
$$\text{water content (\% by mass)} = \left(\frac{m_2 - m_1}{M} \right) \times 10^{-4}$$

where

- m_1 is the mass of water measured for blank titration in micrograms (µg);
- m_2 is the mass of water measured in the sample titration in micrograms (µg);
- M is the mass of the paper sample in grams (g).

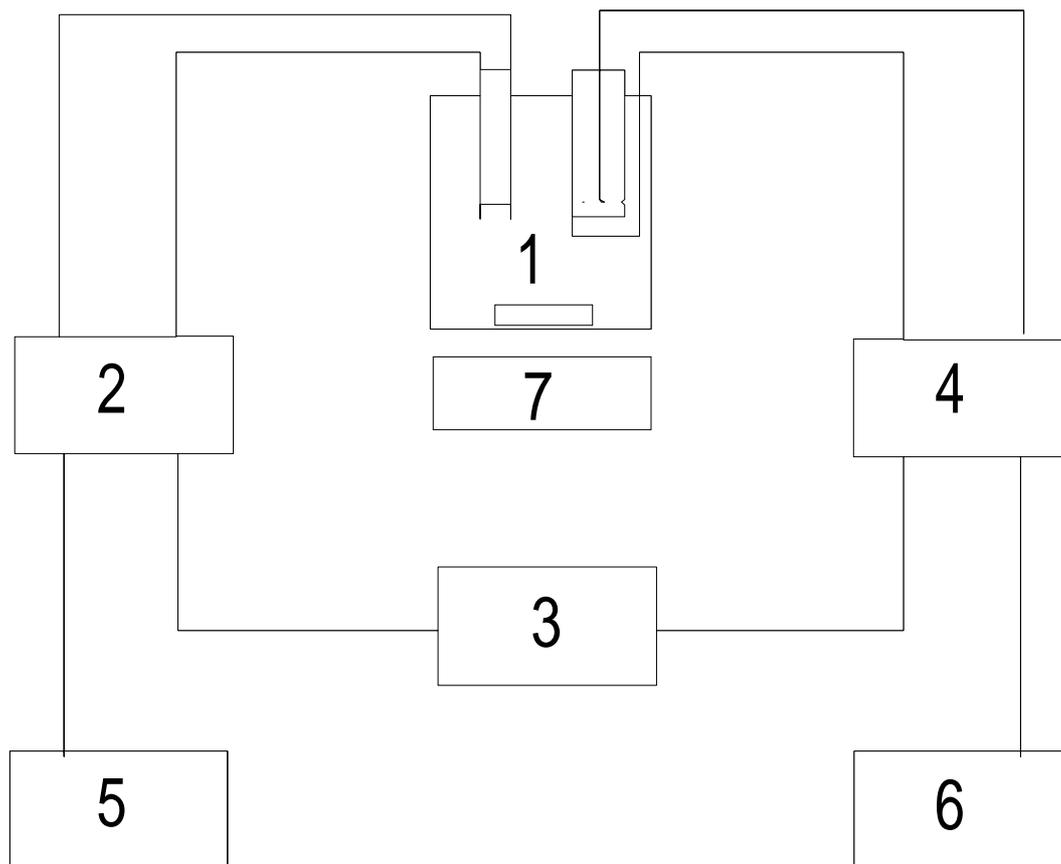
4.4.4 Report

The water content of the insulation is expressed as the average of duplicate measurements to the nearest 0,01 %. The time of extraction shall be quoted.



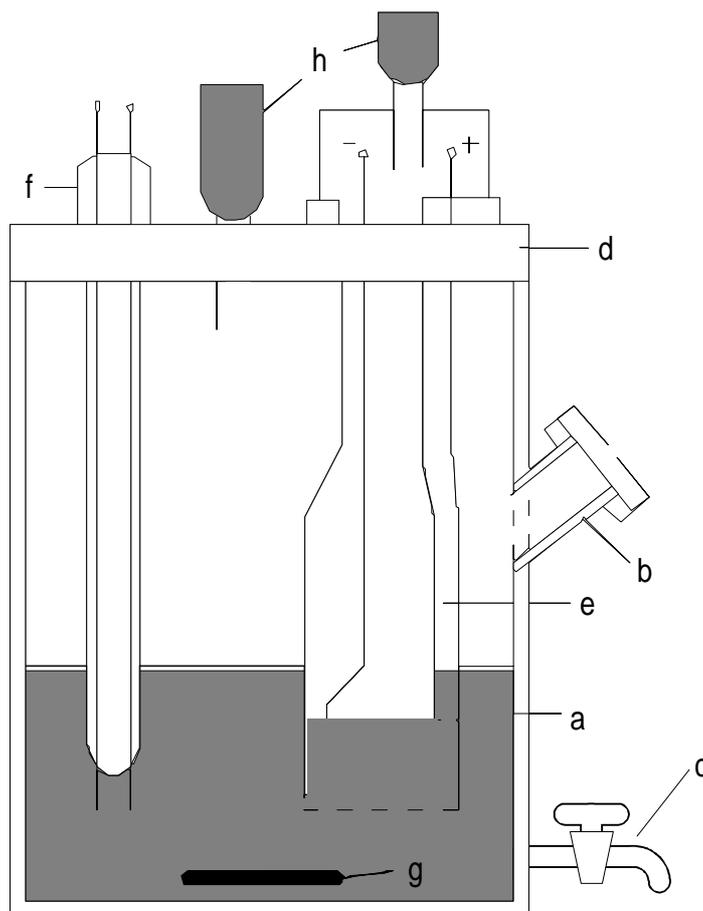
- 1 Ensemble de titrage
- 2 Circuit de détection
- 3 Circuit de stabilisation du courant
- 4 Alimentation (électrolyse)
- 5 Affichage du point final
- 6 Intégrateur de courant
- 7 Agitateur électromagnétique

Figure 1 – Schéma de principe d'un titrimètre automatique



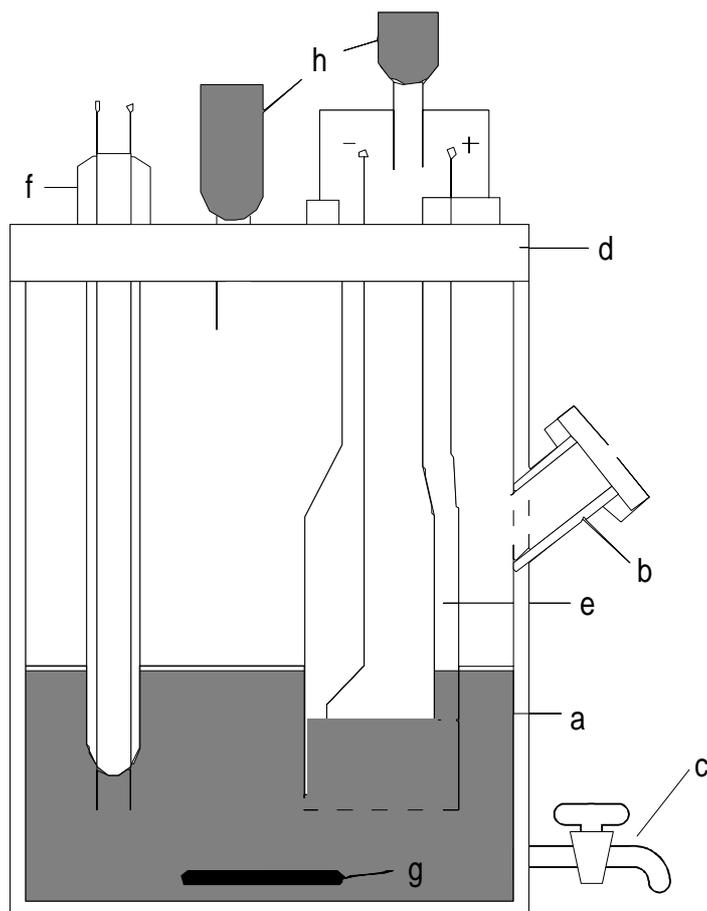
- 1 Titration cell assembly
- 2 Detection circuit
- 3 Current regulator circuit
- 4 Power circuit (electrolysis)
- 5 End-point displayer
- 6 Current integrator
- 7 Electromagnetic stirrer

Figure 1 – Block diagram of automatic titrator



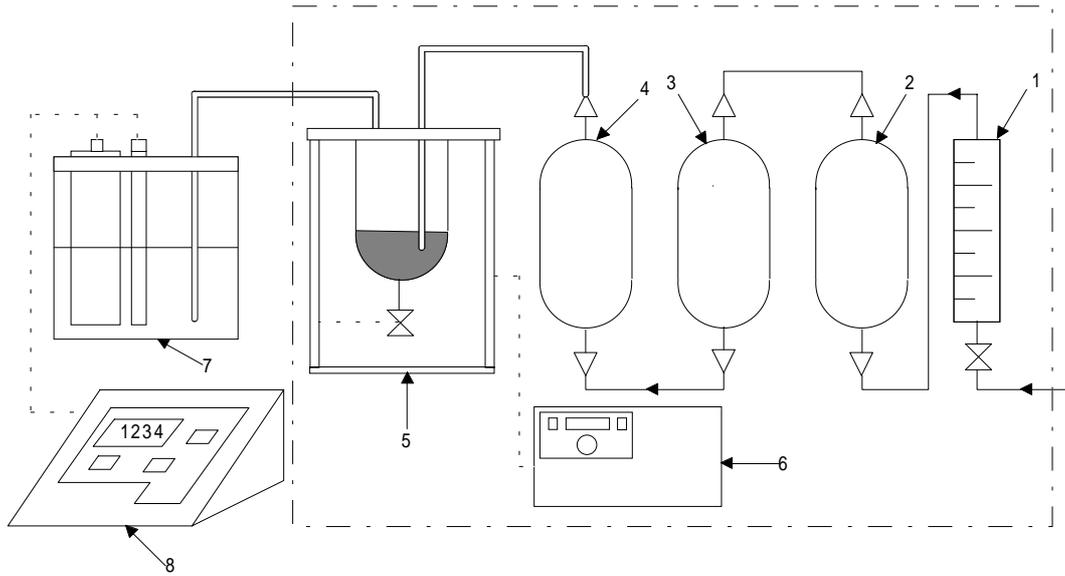
- a Récipient de titrage (compartiment anodique)
- b Orifice d'injection
- c Robinet de vidange
- d Couvercle en polytétrafluoroéthylène
- e Ensemble générateur (compartiment cathodique)
- f Paire d'électrodes de mesure du potentiel, en platine
- g Barreau agitateur recouvert de polytétrafluoroéthylène
- h Tubes dessiccateurs

Figure 2 – Ensemble de titrage approprié



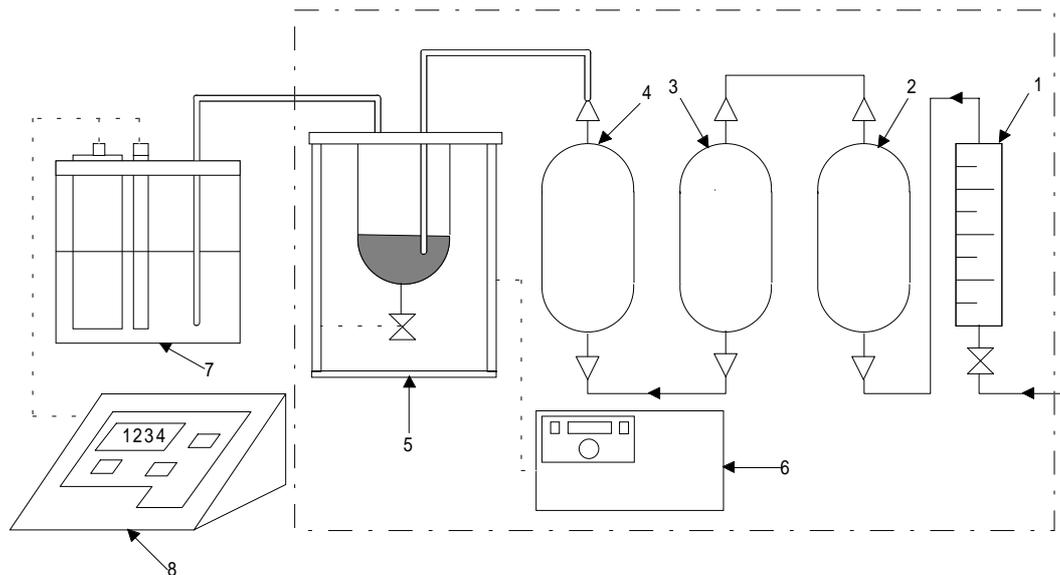
- a Titration vessel (anodic compartment)
- b Sample injection plug
- c Drain cock
- d Polytetrafluoroethylene lid
- e Generator assembly (cathodic compartment)
- f Dual platinum electrodes for potential measurement
- g Polytetrafluoroethylene coated stirrer bar
- h Drying tubes

Figure 2 – Suitable titration vessel assembly



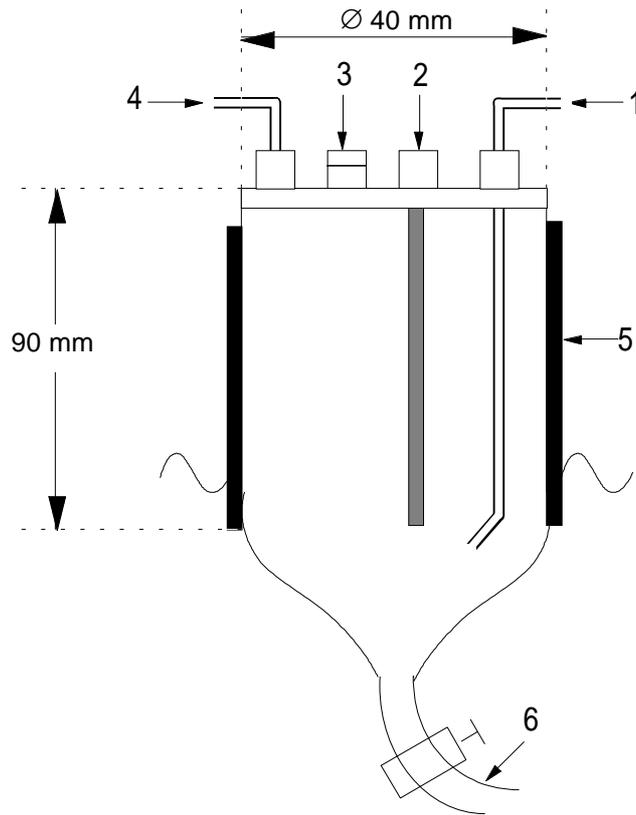
- 1 Débitmètre
- 2 Tube dessiccateur à silicagel
- 3 Tube dessiccateur à anhydride phosphorique
- 4 Tube dessiccateur à anhydride phosphorique
- 5 Evaporateur en verre avec chauffage
- 6 Régulateur de température
- 7 Cellule de titrage
- 8 Unité de contrôle

Figure 3 – Schéma de principe d'un titrimètre automatique et de l'unité d'évaporation par entraînement



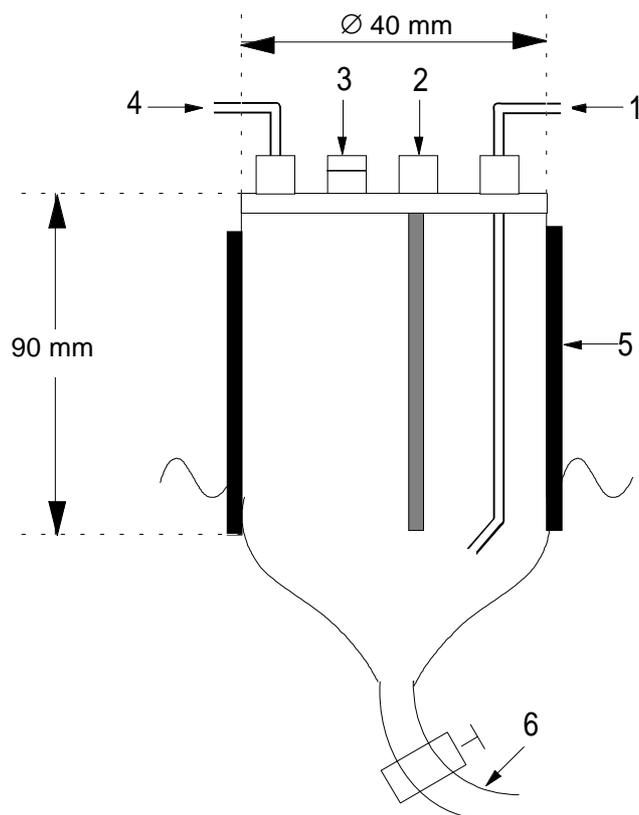
- 1 Flowmeter
- 2 Silica-gel drying tube
- 3 Phosphorus pentoxide drying tube
- 4 Phosphorus pentoxide drying tube
- 5 Evaporator glass vessel with heater
- 6 Temperature controller
- 7 Titration cell
- 8 Control unit

Figure 3 – Block diagram of automatic titrator and evaporation stripping unit



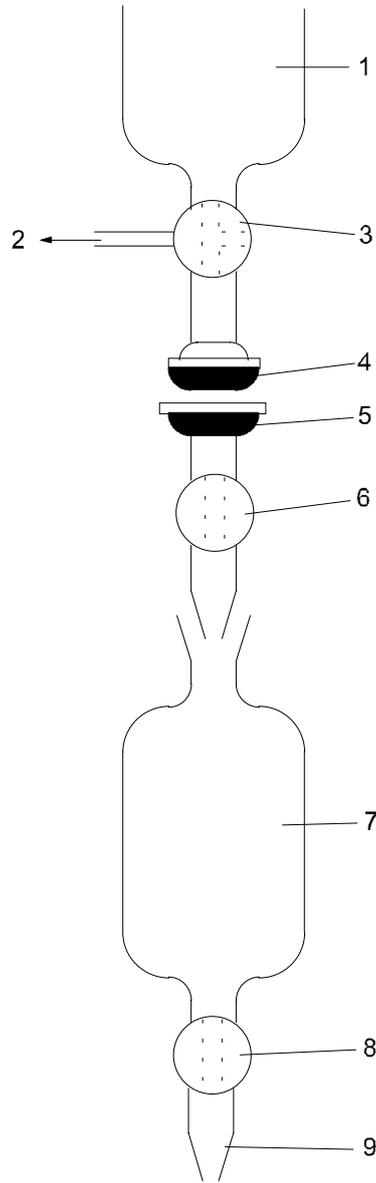
- 1 Tube d'entrée d'azote
- 2 Thermocouple
- 3 Orifice d'injection
- 4 Tube de sortie d'azote et de l'eau évaporée
- 5 Système de chauffage
- 6 Robinet de vidange

Figure 4 – Evaporateur en verre avec chauffage



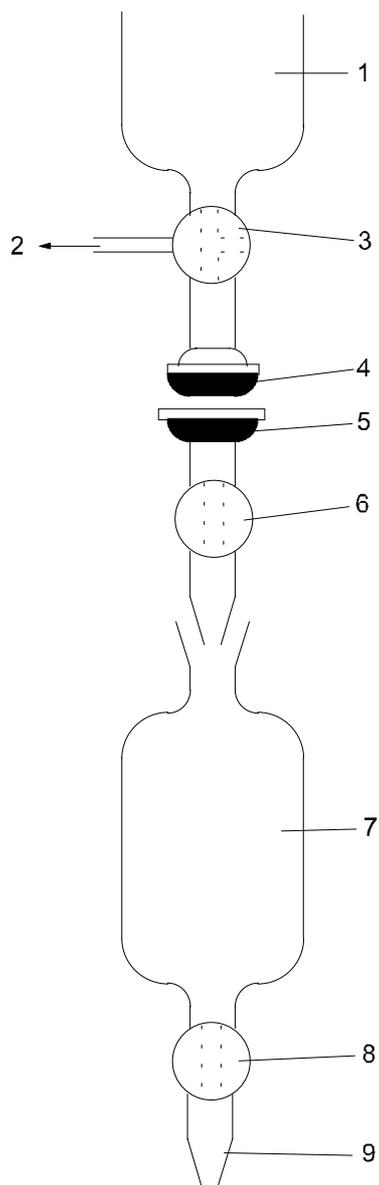
- 1 Nitrogen inlet tube
- 2 Thermocouple
- 3 Sample injection plug
- 4 Nitrogen and evaporated water outlet tube
- 5 Heater
- 6 Drain cock

Figure 4 – Evaporator glass vessel with heater



- 1 Partie inférieure du flacon de méthanol
- 2 Vers la pompe à vide
- 3 Robinet à trois voies
- 4 Rodage sphérique S 19/9 (mâle)
- 5 Rodage sphérique S 19/9 (femelle)
- 6 Robinet supérieur
- 7 Ampoule d'extraction, capacité 125 ml
- 8 Robinet inférieur
- 9 Rodage conique 14/23

Figure 5 – Flacon de méthanol et ampoule d'extraction



- 1 Lower part of the methanol container
- 2 To vacuum pump
- 3 Three way cock
- 4 S 19/9 spherical ground joint (ball)
- 5 S 19/9 spherical ground joint (cup)
- 6 Upper cock
- 7 Extraction tube, capacity 125 ml
- 8 Lower cock
- 9 Conical ground joint 14/23

Figure 5 – Methanol container and extraction tube

Annexe A (Informative)

Méthode de prélèvement de papiers et cartons imprégnés d'huile

A.1 Généralités

Cette annexe décrit, parmi quelques méthodes de prélèvement d'échantillons de papier et de cartons imprégnés d'huile dans les matériels électriques, les techniques diverses qui se sont révélées appropriées. Elles sont destinées à fournir des indications à ceux qui ont peu d'expérience et précisent les précautions principales qu'il convient de respecter.

La méthode de prélèvement dépend de la nature de l'isolation à examiner (par exemple câble ou transformateur). Cependant, dans tous les cas, il est important d'éviter tout risque d'échange d'humidité entre la zone où l'échantillon est prélevé et l'environnement. Pour cette raison, il est recommandé de prélever les échantillons lorsque la partie de l'isolation est encore immergée dans l'imprégnant ou aussitôt après qu'elle en a été retirée.

Lorsque cela est possible, il est recommandé de prélever les échantillons de papier au moyen d'un trépan, et à défaut au moyen de lames de rasoir, de scalpels ou de ciseaux.

A.2 Prélèvement sur des câbles

A.2.1 Prélèvement d'une partie de câble

Le câble est surélevé à l'endroit où il doit être sectionné et la gaine métallique est étamée en deux zones distantes d'au moins 50 cm l'une de l'autre, pour faciliter le scellement de capots métalliques aux extrémités lorsque l'échantillon de câble est enlevé.

La première découpe est effectuée à l'endroit approprié dans l'une des zones étamées, en utilisant soit une scie à main soit une scie à moteur ou encore un disque abrasif et l'extrémité de l'échantillon est immédiatement scellée au moyen d'un capot métallique qu'il convient de munir d'un manchon et d'un écrou permettant de réduire la pression d'huile pendant le scellement.

La deuxième découpe est effectuée dans l'autre zone étamée, distante de la première d'au moins 50 cm en répétant la procédure de scellement.

Il convient de sceller les deux extrémités coupées du câble de la même manière.

Si l'on ne dispose pas de capots métalliques d'extrémité, on utilisera des gaines thermo-rétractables ou tout autre embout plastique pourvu qu'ils soient fixés fermement sur le câble. Dans ce cas, il est conseillé de placer l'échantillon dans une boîte en fer blanc ou tout autre récipient hermétique, de volume mort minimal, jusqu'à ce que l'échantillon de papier soit prélevé.

A.2.2 Ouverture des câbles et prélèvement de papier

Si possible dès réception de l'échantillon au laboratoire, une partie du câble, de 30 cm de long environ, est découpée. Pour cela, l'échantillon est mis dans une boîte à gants sous courant d'azote sec. L'azote qui provient d'une bouteille de gaz du commerce est asséché par passage dans un tube dessiccateur contenant du perchlorate de magnésium pour abaisser le point de rosée de l'azote jusque $-56\text{ }^{\circ}\text{C}$. Il convient de remplacer régulièrement le desséchant. L'échantillon de câble est découpé dans la boîte à gants.

Il convient de prélever les échantillons de papier, au moyen d'un trépan comme décrit en A.3.2, au moins en deux endroits localisés à différentes distances du conducteur pour chaque âme du câble.

Annex A **(Informative)**

Method for sampling of oil-impregnated paper and pressboard

A.1 General

This annex describes a few among the various techniques which have been found suitable to take samples of oil-impregnated paper and pressboard from oil-filled electrical equipment. They are intended to provide guidelines for less experienced persons and set out the main precautions which should be taken.

The sampling method depends upon the kind of insulation concerned (for example cable or transformer). However, in every case it is important to avoid any risk of moisture exchange between the zone of insulation from which the sample is taken and the surrounding medium. For this reason, it is recommended that samples be taken while this part of the insulation is still immersed in the impregnant or as soon as it has been removed from the impregnant.

Where it is practicable, it is recommended to take the paper samples with a trepan, if not, razor blades, scalpels or scissors are used.

A.2 Sampling from cable

A.2.1 Sampling a part of cable

The cable is raised at the position where it is to be cut and the metal sheath tinned at two positions not less than 50 cm apart to facilitate plumbing on metal end caps when the sample is removed.

The first cut is made at the appropriate position within one of the tinned areas using a power or hand saw or abrasive cutting disc and the end of the proposed sample closed immediately with a metal end cap which should be provided with a nut and nipple to relieve oil pressure during plumbing.

The second cut is made within the second of the tinned areas not less than 50 cm from the first cut and the capping procedure repeated.

The two cut ends of the remaining cable should also be similarly closed.

If metal end caps are not available, heat shrinkable or other plastic caps may be used provided they are securely taped onto the cable. In this case it is advisable to place the sample in a tin or other closed container with minimum residual air space until the paper sample is to be taken.

A.2.2 Dissection of cables and sampling of papers

A part of cable approximately 30 cm is cut if possible after the sample cable is received in the laboratory. For this purpose, the sample cable is put in a glove box which is swept by dry nitrogen. The nitrogen is obtained from a commercial gas bottle and passed through a drying tube filled with magnesium perchlorate used as desiccant to lower the dew-point of the nitrogen to $-56\text{ }^{\circ}\text{C}$. The desiccant should be regularly replaced. The sample cable is cut up in the glove box.

Paper samples should be taken with a trepan as described in A.3.2 from at least two places at different distances from the conductor for each core of the cable.

Les deux ou trois couches externes sont éliminées. Les échantillons sont prélevés dans les cinq ou six couches suivantes, et ensuite dans les huit couches les plus proches du conducteur. Il convient d'éliminer les extrémités des échantillons parce qu'elles peuvent avoir absorbé accidentellement de l'humidité au moment du prélèvement de l'échantillon de câble. Les échantillons de papier sont introduits dans des flacons de prélèvement (voir A.4) qui sont ensuite bouchés hermétiquement.

L'ensemble de ces opérations doit être effectué le plus rapidement possible. Les flacons contenant les échantillons de papier sont retirés de la boîte à gants et les dosages de l'eau du papier effectués dans les plus brefs délais, suivant la méthode décrite à l'article 4.

A.3 Prélèvement sur des transformateurs

A.3.1 Prélèvement de papier et de carton imprégnés d'huile dans une isolation de faible épaisseur (épaisseur inférieure à 3 mm)

Les échantillons de papier et de carton sont découpés à l'aide d'un instrument tranchant (lame de rasoir, scalpel, ciseaux). Toutes les manipulations sont effectuées à l'aide de pinces métalliques préalablement séchées. Les échantillons sont ensuite introduits dans des flacons bouchés hermétiquement. Les dosages de l'eau sont effectués par la suite suivant la méthode décrite à l'article 4.

A.3.2 Prélèvement de papier et de carton imprégnés d'huile dans une isolation de forte épaisseur (épaisseur supérieure à 3 mm)

Pour effectuer des prélèvements dans des isolations d'épaisseur supérieure à 3 mm, on opère de préférence à l'aide d'un trépan. Le trépan se compose d'un tube dont une extrémité est tranchante et d'un piston à l'intérieur du tube. L'outil, fixé sur un vilebrequin, pénètre dans l'isolation par rotation. Les rondelles de papier ainsi découpées s'accumulent dans le tube et y restent maintenues quand on retire l'outil. Le piston permet de chasser les échantillons de papier hors du tube et de les introduire directement dans un flacon de prélèvement tel que décrit en A.4.

Avec ce même trépan, il est possible d'obtenir en une seule opération des échantillons jusqu'à une profondeur de 2 mm à 3 mm puis d'atteindre 4 mm à 5 mm dans une deuxième opération. Pour effectuer des prélèvements à des profondeurs supérieures, il est nécessaire de poursuivre l'opération en utilisant successivement des tubes de diamètre décroissant. Les dosages de l'eau sont effectués suivant la méthode décrite dans l'article 4.

A.4 Stockage des échantillons de papier ou de carton

Différentes procédures de stockage peuvent être envisagées selon que le dosage de l'eau est effectué immédiatement après le prélèvement ou plus tard. Lorsque l'humidité est dosée immédiatement après le prélèvement, les échantillons peuvent être introduits dans des flacons nettoyés et séchés suivant la procédure de 2.6.1. Si le dosage est effectué après extraction préalable au méthanol, les échantillons de papier sont alors introduits directement dans l'ampoule d'extraction (voir figure 5) et extraits au méthanol.

Lorsque l'eau ne peut être dosée immédiatement après le prélèvement, il est conseillé d'introduire les échantillons de papier ou de carton dans des flacons de stockage remplis de l'imprégnant de l'isolation ou, à défaut, d'huile sèche dont la teneur en eau est inférieure à 5 mg/kg. L'imprégnant est prélevé en utilisant les méthodes décrites dans la CEI 60567.

Les flacons de stockage doivent être lavés et séchés suivant la procédure décrite en 2.6.1. Ces flacons doivent être aussi petits que possible afin de limiter les risques d'échange d'humidité entre l'imprégnant et le papier (un volume de 50 cm³, par exemple, pour quelques grammes de papier).

Les flacons seront munis d'un bouchon à vis pourvu d'un joint de caoutchouc convenable. Il convient de maintenir un faible volume d'air au-dessus du liquide afin de compenser la dilatation de ce dernier résultant d'une variation de la température. Dans certains cas, il peut être plus commode d'utiliser des seringues à la fois comme flacons de transport et de stockage.

The first two or three layers are discarded. Samples are taken from the next five or six layers and then from the eight layers closest to the conductor. Paper samples should not be taken near the ends of the cable sample because they may have accidentally absorbed humidity at the time the cable sample was taken. The paper samples are put in storage flasks which are sealed hermetically (see clause A.4).

All these operations should be carried out as quickly as possible. The flasks containing the paper samples are removed from the glove box and the moisture determinations carried out with the minimum delay according to clause 4.

A.3 Sampling from transformers

A.3.1 *Sampling of oil-impregnated paper and pressboard from thin insulation (thickness less than 3 mm)*

Samples of oil-impregnated paper or pressboard are cut by means of a sharp instrument (razor blade, scalpel or scissors). All manipulations are carried out using previously dried metal instruments. The samples are then put in storage flasks which are sealed hermetically. Then the water determinations are carried out according to clause 4.

A.3.2 *Sampling oil-impregnated paper and pressboard from thick insulation (greater than 3 mm)*

When the thickness of the insulation is greater than 3 mm, the samples are best taken with a trepan. The trepan consists of a tube with a cutting edge at one end, and a piston inside the tube. The trepan fitted to a brace is driven into the insulation by rotating it. The paper disks so obtained are stored inside the tube and remain there when the trepan is withdrawn. The paper samples can be pushed out of the tube by means of the piston and put directly in a storage flask as described in clause A.4.

With the same trepan it is possible to obtain in one operation samples down to a depth of 2 mm to 3 mm and in a second operation down to a depth of 4 mm to 5 mm. To obtain samples at greater depths it is necessary to continue by using successively tubes of decreasing diameter. The water determinations are carried out according to clause 4.

A.4 Storage of paper or pressboard samples

Different storage procedures may be considered, according to whether water determination is carried out immediately after sampling or later. When moisture can be determined immediately after sampling the paper samples may be put in flasks cleaned and dried as described in 2.6.1. When the determination is carried out after previous extraction with methanol, the paper samples are stored directly in the extraction vessel (see figure 5) and extracted with methanol.

When moisture cannot be determined immediately after sampling it is recommended that the samples of paper or pressboard are placed in storage flasks filled with the insulation impregnant from which the samples were removed or alternatively with dry oil of water content less than 5 mg/kg. The insulation impregnant is obtained using techniques described in IEC 60567.

The storage vessels shall be washed and dried as described in 2.6.1. The flasks shall be as small as possible so as to limit the risks of moisture exchange between the impregnant and the paper (e.g. a volume of 50 cm³ for a few grams of paper).

The flasks will be fitted with screwed caps and suitable rubber washers. A small volume of air should be left above the liquid to compensate for expansion of the latter with changes in temperature. In some cases, syringes may conveniently be used as storage and transport vessels.

Lorsque l'on utilise des seringues, la procédure suivante est recommandée:

- remplir la seringue munie d'une aiguille jusqu'à ce que le piston sorte du corps de la seringue;
- obstruer l'aiguille à l'aide d'un embout approprié;
- introduire l'échantillon;
- remettre le piston dans le corps de la seringue; enlever l'embout de l'extrémité de l'aiguille et repousser le piston pour évacuer le volume d'huile;
- obstruer à nouveau l'aiguille à l'aide de l'embout. La seringue est alors prête pour le transport.

Pour retirer les échantillons de papier de la seringue, procéder comme suit:

- tenir la seringue, aiguille dirigée vers le haut, enlever l'embout et tirer le piston jusqu'à ce qu'il soit prêt à sortir du corps de la seringue;
- obstruer à nouveau l'aiguille à l'aide du bouchon;
- basculer la seringue extrémité en bas;
- sortir le piston du corps de la seringue; prélever les échantillons papiers avec les brucelles métalliques préalablement séchées.

When syringes are used, the following procedure is recommended:

- with a needle fitted, fill the syringe with oil until the piston emerges from the body of the syringe;
- block the needle end by means of a suitable cap;
- introduce the sample;
- refit the piston into the body of the syringe, remove the cap from the needle, and depress the piston until the required volume of oil is drained;
- block the needle end again by means of the cap. The filled syringe is now ready for transportation.

To remove the paper samples from the syringe proceed as follows:

- hold the syringe with the needle pointing upwards, remove the cap and pull out the piston until it nearly emerges from the body of the syringe;
- block the needle end again by means of the cap;
- turn the syringe upside down;
- remove the piston from the body of the syringe and take out the paper samples with previously dried metal tweezers.

LICENSED TO MECON Limited. - RANCHI/BANGALORE
FOR INTERNAL USE AT THIS LOCATION ONLY, SUPPLIED BY BOOK SUPPLY BUREAU.



Standards Survey

We at the IEC want to know how our standards are used once they are published.

The answers to this survey will help us to improve IEC standards and standard related information to meet your future needs

Would you please take a minute to answer the survey on the other side and mail or fax to:

Customer Service Centre (CSC)

International Electrotechnical Commission

3, rue de Varembé

Case postale 131

1211 Geneva 20

Switzerland

or

Fax to: CSC at +41 22 919 03 00

Thank you for your contribution to the standards making process.

A Prioritaire

Nicht frankieren
Ne pas affranchir



Non affrancare
No stamp required

RÉPONSE PAYÉE

SUISSE

Customer Service Centre (CSC)

International Electrotechnical Commission

3, rue de Varembé

Case postale 131

1211 GENEVA 20

Switzerland

1. No. of IEC standard:
.....

2. Tell us why you have the standard. (check as many as apply). I am:
 the buyer
 the user
 a librarian
 a researcher
 an engineer
 a safety expert
 involved in testing
 with a government agency
 in industry
 other.....

3. This standard was purchased from?
.....

4. This standard will be used (check as many as apply):
 for reference
 in a standards library
 to develop a new product
 to write specifications
 to use in a tender
 for educational purposes
 for a lawsuit
 for quality assessment
 for certification
 for general information
 for design purposes
 for testing
 other.....

5. This standard will be used in conjunction with (check as many as apply):
 IEC
 ISO
 corporate
 other (published by.....)
 other (published by.....)
 other (published by.....)

6. This standard meets my needs (check one)
 not at all
 almost
 fairly well
 exactly

7. Please rate the standard in the following areas as (1) bad, (2) below average, (3) average, (4) above average, (5) exceptional, (0) not applicable:

- clearly written
- logically arranged
- information given by tables
- illustrations
- technical information

8. I would like to know how I can legally reproduce this standard for:
 internal use
 sales information
 product demonstration
 other.....

9. In what medium of standard does your organization maintain most of its standards (check one):
 paper
 microfilm/microfiche
 mag tapes
 CD-ROM
 floppy disk
 on line

9A. If your organization currently maintains part or all of its standards collection in electronic media, please indicate the format(s):
 raster image
 full text

10. In what medium does your organization intend to maintain its standards collection in the future (check all that apply):
 paper
 microfilm/microfiche
 mag tape
 CD-ROM
 floppy disk
 on line

10A. For electronic media which format will be chosen (check one)
 raster image
 full text

11. My organization is in the following sector (e.g. engineering, manufacturing)
.....

12. Does your organization have a standards library:
 yes
 no

13. If you said yes to 12 then how many volumes:
.....

14. Which standards organizations published the standards in your library (e.g. ISO, DIN, ANSI, BSI, etc.):
.....

15. My organization supports the standards-making process (check as many as apply):
 buying standards
 using standards
 membership in standards organization
 serving on standards development committee
 other.....

16. My organization uses (check one)
 French text only
 English text only
 Both English/French text

17. Other comments:
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

18. Please give us information about you and your company
name:
job title:.....
company:
address:.....
.....
.....
No. employees at your location:.....
turnover/sales:.....



Enquête sur les normes

La CEI se préoccupe de savoir comment ses normes sont accueillies et utilisées.

Les réponses que nous procurera cette enquête nous aideront tout à la fois à améliorer nos normes et les informations qui les concernent afin de toujours mieux répondre à votre attente.

Nous aimerions que vous nous consacriez une petite minute pour remplir le questionnaire joint que nous vous invitons à retourner au:

Centre du Service Clientèle (CSC)

Commission Electrotechnique Internationale

3, rue de Varembe

Case postale 131

1211 Genève 20

Suisse

Télécopie: IEC/CSC +41 22 919 03 00

Nous vous remercions de la contribution que vous voudrez bien apporter ainsi à la Normalisation Internationale

A Prioritaire

Nicht frankieren
Ne pas affranchir



Non affrancare
No stamp required

RÉPONSE PAYÉE

SUISSE

Centre du Service Clientèle (CSC)

Commission Electrotechnique Internationale

3, rue de Varembe

Case postale 131

1211 GENÈVE 20

Suisse

1. Numéro de la Norme CEI:
.....

2. Pourquoi possédez-vous cette norme? (plusieurs réponses possibles). Je suis:
 l'acheteur
 l'utilisateur
 bibliothécaire
 chercheur
 ingénieur
 expert en sécurité
 chargé d'effectuer des essais
 fonctionnaire d'Etat
 dans l'industrie
 autres

3. Où avez-vous acheté cette norme?
.....

4. Comment cette norme sera-t-elle utilisée? (plusieurs réponses possibles)
 comme référence
 dans une bibliothèque de normes
 pour développer un produit nouveau
 pour rédiger des spécifications
 pour utilisation dans une soumission
 à des fins éducatives
 pour un procès
 pour une évaluation de la qualité
 pour la certification
 à titre d'information générale
 pour une étude de conception
 pour effectuer des essais
 autres

5. Cette norme est-elle appelée à être utilisée conjointement avec d'autres normes? Lesquelles? (plusieurs réponses possibles):
 CEI
 ISO
 internes à votre société
 autre (publiée par))
 autre (publiée par))
 autre (publiée par))

6. Cette norme répond-elle à vos besoins?
 pas du tout
 à peu près
 assez bien
 parfaitement

7. Nous vous demandons maintenant de donner une note à chacun des critères ci-dessous (1, mauvais; 2, en-dessous de la moyenne; 3, moyen; 4, au-dessus de la moyenne; 5, exceptionnel; 0, sans objet)
 clarté de la rédaction
 logique de la disposition
 tableaux informatifs
 illustrations
 informations techniques

8. J'aimerais savoir comment je peux reproduire légalement cette norme pour:
 usage interne
 des renseignements commerciaux
 des démonstrations de produit
 autres

9. Quel support votre société utilise-t-elle pour garder la plupart de ses normes?
 papier
 microfilm/microfiche
 bandes magnétiques
 CD-ROM
 disquettes
 abonnement à un serveur électronique

9A. Si votre société conserve en totalité ou en partie sa collection de normes sous forme électronique, indiquer le ou les formats:
 format tramé (ou image balayée ligne par ligne)
 texte intégral

10. Sur quels supports votre société prévoit-elle de conserver sa collection de normes à l'avenir (plusieurs réponses possibles):
 papier
 microfilm/microfiche
 bandes magnétiques
 CD-ROM
 disquettes
 abonnement à un serveur électronique

10A. Quel format serait retenu pour un moyen électronique? (une seule réponse)
 format tramé
 texte intégral

11. A quel secteur d'activité appartient votre société? (par ex. ingénierie, fabrication)
.....

12. Votre société possède-t-elle une bibliothèque de normes?
 Oui
 Non

13. En combien de volumes dans le cas affirmatif?
.....

14. Quelles organisations de normalisation ont publié les normes de cette bibliothèque (ISO, DIN, ANSI, BSI, etc.):
.....

15. Ma société apporte sa contribution à l'élaboration des normes par les moyens suivants (plusieurs réponses possibles):
 en achetant des normes
 en utilisant des normes
 en qualité de membre d'organisations de normalisation
 en qualité de membre de comités de normalisation
 autres

16. Ma société utilise (une seule réponse)
 des normes en français seulement
 des normes en anglais seulement
 des normes bilingues anglais/français

17. Autres observations
.....
.....
.....
.....
.....
.....

18. Pourriez-vous nous donner quelques informations sur vous-mêmes et votre société?

nom
fonction.....
nom de la société
adresse.....
.....
.....
nombre d'employés.....
chiffre d'affaires:.....

LICENSED TO MECON Limited. - RANCHI/BANGALORE
FOR INTERNAL USE AT THIS LOCATION ONLY, SUPPLIED BY BOOK SUPPLY BUREAU.

Publications de la CEI préparées par le Comité d'Études n° 10

- 60156 (1995) Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes.
- 60247 (1978) Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants.
- 60296 (1982) Spécification des huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillage de connexion. Modification n° 1 (1986).
- 60376 (1971) Spécifications et réception de l'hexafluorure de soufre neuf.
- 60376A (1973) Premier complément: Section treize: Taux d'huile minérale.
- 60376B (1974) Deuxième complément: Article 26.
- 60422 (1989) Guide de maintenance et de surveillance des huiles minérales isolantes en service dans les matériels électriques.
- 60465 (1988) Spécification pour huiles minérales isolantes neuves pour câbles à circulation d'huile.
- 60475 (1974) Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.
- 60480 (1974) Guide relatif au contrôle de l'hexafluorure de soufre (SF₆) prélevé sur le matériel électrique.
- 60567 (1992) Guide d'échantillonnage de gaz et d'huile dans les matériels électriques immergés, pour l'analyse des gaz libres et dissous.
- 60588: — Askarels pour transformateurs et condensateurs.
- 60588-1 (1977) Première partie: Généralités.
- 60588-2 (1978) Deuxième partie: Méthodes d'essai.
- 60588-3 (1977) Troisième partie: Spécifications pour askarels neufs.
- 60588-4 (1979) Quatrième partie: Guide pour la maintenance des askarels dans les transformateurs.
- 60588-5 (1979) Cinquième partie: Essai éliminatoire pour déterminer la compatibilité des matériaux avec les askarels pour transformateurs.
- 60588-6 (1979) Sixième partie: Essai éliminatoire pour déterminer les effets des matériaux sur les askarels pour condensateurs.
- 60590 (1977) Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques des huiles isolantes minérales neuves.
- 60599 (1978) Interprétation de l'analyse des gaz dans les transformateurs et autres matériels électriques remplis d'huile, en service.
- 60628 (1985) Gassing des isolants liquides sous contrainte électrique et ionisation.
- 60666 (1979) Détection et dosage d'additifs antioxydants spécifiques présents dans les huiles isolantes.
- 60814 (1997) Isolants liquides – Cartons et papiers imprégnés d'huile – Détermination de la teneur en eau par titrage coulométrique de Karl Fischer automatique.
- 60836 (1988) Spécifications pour liquides silicones pour usages électriques.
- 60867 (1993) Isolants liquides – Spécifications pour liquides neufs à base d'hydrocarbures aromatiques de synthèse.
- 60897 (1987) Méthodes de détermination de la tension de claquage au choc de foudre des liquides isolants.
- 60944 (1988) Guide de maintenance des liquides silicones pour transformateurs.
- 60962 (1988) Guide de maintenance et d'emploi des huiles lubrifiantes de pétrole pour turbines à vapeur.
- 60963 (1988) Spécification pour polybutènes neufs.
- 60970 (1989) Méthodes de détermination du nombre et de la taille des particules dans les isolants liquides.

(Suite)

IEC publications prepared by Technical Committee No. 10

- 60156 (1995) Method for the determination of the electric strength of insulating oils.
- 60247 (1978) Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity of insulating liquids.
- 60296 (1982) Specification for unused mineral insulating oils for transformers and switchgear. Amendment No. 1 (1986).
- 60376 (1971) Specification and acceptance of new sulphur hexafluoride.
- 60376A (1973) First supplement: Section Thirteen: Mineral oil content.
- 60376B (1974) Second supplement: Clause 26.
- 60422 (1989) Supervision and maintenance guide for mineral insulating oils in electrical equipment.
- 60465 (1988) Specification for unused insulating mineral oils for cables with oil ducts.
- 60475 (1974) Method of sampling liquid dielectrics.
- 60480 (1974) Guide to the checking of sulphur hexafluoride (SF₆) taken from electrical equipment.
- 60567 (1992) Guide for the sampling of gases and of oil from oil-filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases.
- 60588: — Askarels for transformers and capacitors.
- 60588-1 (1977) Part 1: General.
- 60588-2 (1978) Part 2: Test methods.
- 60588-3 (1977) Part 3: Specifications for new askarels.
- 60588-4 (1979) Part 4: Guide for maintenance of transformer askarels in equipment.
- 60588-5 (1979) Part 5: Screening test for compatibility of materials and transformer askarels.
- 60588-6 (1979) Part 6: Screening test for effects of materials on capacitor askarels.
- 60590 (1977) Determination of the aromatic hydrocarbon content of new mineral insulating oils.
- 60599 (1978) Interpretation of the analysis of gases in transformers and other oil-filled electrical equipment in service.
- 60628 (1985) Gassing of insulating liquids under electrical stress and ionization.
- 60666 (1979) Detection and determination of specified anti-oxidant additives in insulating oils.
- 60814 (1997) Insulating liquids – Oil-impregnated paper and pressboard – Determination of water by automatic coulometric Karl Fischer titration.
- 60836 (1988) Specifications for silicone liquids for electrical purposes.
- 60867 (1993) Insulating liquids – Specifications for unused liquids based on synthetic aromatic hydrocarbons.
- 60897 (1987) Methods for the determination of the lightning impulse breakdown voltage of insulating liquids.
- 60944 (1988) Guide for the maintenance of silicone transformer liquids.
- 60962 (1988) Maintenance and use guide for petroleum lubricating oils for steam turbines.
- 60963 (1988) Specification for unused polybutenes.
- 60970 (1989) Methods for counting and sizing particles in insulating liquids.

(Continued)

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

- 60978 (1989) Guide de maintenance et d'emploi des fluides de régulation esters phosphates de triaryle pour turbine.
- 60997 (1989) Détermination des polychlorobiphényles (PCB) dans les huiles minérales isolantes par chromatographie en phase gazeuse (CPG) sur colonnes remplies.
- 61039 (1990) Classification générale des isolants liquides.
- 61065 (1991) Méthode d'évaluation des propriétés d'écoulement à basse température des huiles minérales isolantes après vieillissement.
- 61099 (1992) Spécifications pour esters organiques de synthèse à usages électriques.
- 61100 (1992) Classification des isolants liquides selon le point de feu et le pouvoir calorifique inférieur.
- 61125 (1992) Isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures – Méthodes d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation.
- 61144 (1992) Méthode d'essai pour la détermination de l'indice d'oxygène des isolants liquides.
- 61181 (1993) Matériaux isolants imprégnés – Application de l'analyse des gaz dissous (DGA) lors d'essais en usine de matériels électriques.
- 61197 (1993) Isolants liquides – Propagation linéaire de la flamme – Méthode d'essai utilisant un ruban en fibres de verre.
- 61198 (1993) Huiles minérales isolantes – Méthodes pour la détermination du 2-furfural et ses dérivés.
- 61203 (1992) Esters organiques de synthèse à usages électriques – Guide de maintenance des esters pour transformateurs dans les matériels.
- 61221 (1993) Produits pétroliers et lubrifiants – Fluides de régulation pour turbines, esters phosphates de triaryle (catégorie ISO-L-TCD) – Spécifications.
- 61294 (1993) Isolants liquides – Détermination de la tension d'apparition des décharges partielles (TADP) – Méthode d'essai.
- 61619 (1997) Isolants liquides – Contamination par les polychlorobiphényles (PCB) – Méthode de détermination par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire.

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

- 60978 (1989) Maintenance and use guide for triaryl phosphate ester turbine control fluids.
- 60997 (1989) Determination of polychlorinated biphenyls (PCBs) in mineral insulating oils by packed column gas chromatography (GC).
- 61039 (1990) General classification of insulating liquids.
- 1065 (1991) Method for evaluating the low temperature flow properties of mineral insulating oils after ageing.
- 61099 (1992) Specifications for unused synthetic organic esters for electrical purposes.
- 61100 (1992) Classification of insulating liquids according to fire-point and net calorific value.
- 61125 (1992) Unused hydrocarbon-based insulating liquids – Test methods for evaluating the oxidation stability.
- 61144 (1992) Test method for the determination of oxygen index of insulating liquids.
- 61181 (1993) Impregnated insulating materials – Application of dissolved gas analysis (DGA) to factory tests on electrical equipment.
- 61197 (1993) Insulating liquids – Linear flame propagation – Test method using a glass-fibre tape.
- 61198 (1993) Mineral insulating oils – Methods for the determination of 2-furfural and related compounds.
- 61203 (1992) Synthetic organic esters for electrical purposes – Guide for maintenance of transformer esters in equipment.
- 61221 (1993) Petroleum products and lubricants – Triaryl phosphate ester turbine control fluids (category ISO-L-TCD) – Specifications.
- 61294 (1993) Insulating liquids – Determination of the partial discharge inception voltage (PDIV) – Test procedure.
- 61619 (1997) Insulating liquids – Contamination by polychlorinated biphenyls (PCBs) – Method of determination by capillary column gas chromatography.

ISBN 2-8318-3986-6



ICS 29.035.40; 17.220.99; 29.035.10
