

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE  
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION  
IEC STANDARD

**Publication 867**

Première édition — First edition  
1986

---

**Spécifications pour isolants liquides neufs  
à base d'hydrocarbures aromatiques de synthèse**

---

**Specifications for unused insulating liquids  
based on synthetic aromatic hydrocarbons**

---



© CEI 1986

Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

3, rue de Varembe

Genève, Suisse

## Révision de la présente publication

Le contenu technique des publications de la C E I est constamment revu par la Commission afin d'assurer qu'il reflète bien l'état actuel de la technique.

Les renseignements relatifs à ce travail de révision, à l'établissement des éditions révisées et aux mises à jour peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la C E I et en consultant les documents ci-dessous :

- **Bulletin de la C E I**
- **Annuaire de la C E I**
- **Catalogue des publications de la C E I**

Publié annuellement

## Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la Publication 50 de la C E I : Vocabulaire Electrotechnique International (VEI), qui est établie sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini, l'Index général étant publié séparément. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit repris du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

## Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, symboles littéraux et signes d'usage général approuvés par la C E I, le lecteur consultera :

- la Publication 27 de la C E I : Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique ;
- la Publication 617 de la C E I : Symboles graphiques pour schémas.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit repris des Publications 27 ou 617 de la C E I, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

## Publications de la C E I établies par le même Comité d'Etudes

L'attention du lecteur est attirée sur la page 3 de la couverture, qui énumère les publications de la C E I préparées par le Comité d'Etudes qui a établi la présente publication.

## Revision of this publication

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

Information on the work of revision, the issue of revised editions and amendment sheets may be obtained from I E C National Committees and from the following I E C sources :

- **I E C Bulletin**
- **I E C Yearbook**
- **Catalogue of I E C Publications**

Published yearly

## Terminology

For general terminology, readers are referred to I E C Publication 50 : International Electrotechnical Vocabulary (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field, the General Index being published as a separate booklet. Full details of the IEV will be supplied on request.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV or have been specifically approved for the purpose of this publication.

## Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the I E C for general use, readers are referred to :

- I E C Publication 27 : Letter symbols to be used in electrical technology ;
- I E C Publication 617 : Graphical symbols for diagrams.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from I E C Publications 27 or 617, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

## I E C publications prepared by the same Technical Committee

The attention of readers is drawn to the inside of the back cover, which lists I E C publications issued by the Technical Committee which has prepared the present publication.

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE  
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION  
IEC STANDARD

**Publication 867**

Première édition — First edition  
1986

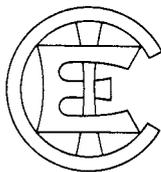
---

**Spécifications pour isolants liquides neufs  
à base d'hydrocarbures aromatiques de synthèse**

---

**Specifications for unused insulating liquids  
based on synthetic aromatic hydrocarbons**

---



© CEI 1986

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.

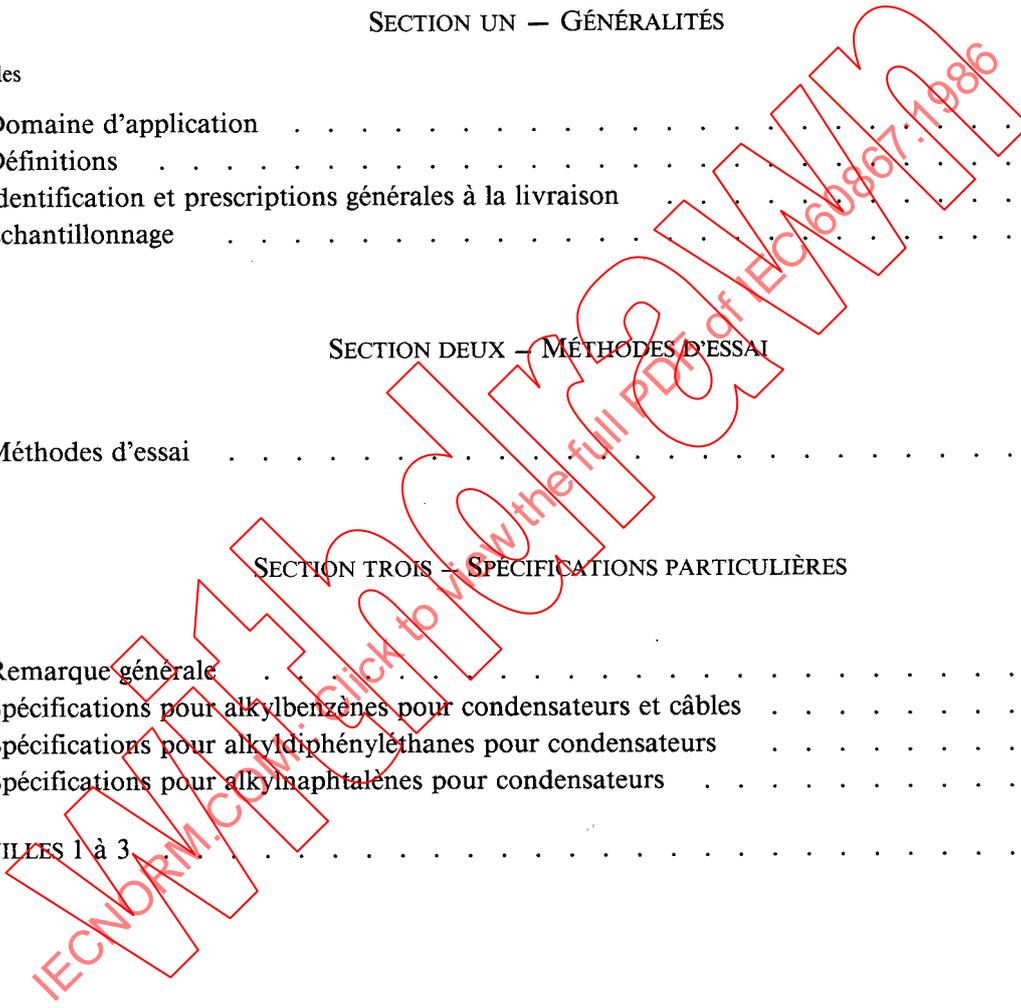
Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

3, rue de Varembe

Genève, Suisse

## SOMMAIRE

|   | Pages |
|---|-------|
| PRÉAMBULE . . . . .   | 4     |
| PRÉFACE . . . . .   | 4     |
| <b>SECTION UN — GÉNÉRALITÉS</b>   |       |
| Articles  |       |
| 1. Domaine d'application . . . . .  | 6     |
| 2. Définitions . . . . .  | 6     |
| 3. Identification et prescriptions générales à la livraison . . . . .       | 6     |
| 4. Echantillonnage . . . . .  | 8     |
| <b>SECTION DEUX — MÉTHODES D'ESSAI</b>                                      |       |
| 5. Méthodes d'essai . . . . .   | 8     |
| <b>SECTION TROIS — SPÉCIFICATIONS PARTICULIÈRES</b>                         |       |
| 6. Remarque générale . . . . .  | 14    |
| 7. Spécifications pour alkylbenzènes pour condensateurs et câbles . . . . . | 14    |
| 8. Spécifications pour alkylidiphényléthanes pour condensateurs . . . . .   | 14    |
| 9. Spécifications pour alkylnaphthalènes pour condensateurs . . . . .       | 14    |
| FEUILLES 1 à 3 . . . . .  | 16    |



---

## CONTENT

|   | Page |
|---|------|
| FOREWORD . . . . .  | 5    |
| PREFACE . . . . .   | 5    |
| <b>SECTION ONE — GENERAL</b>                                      |      |
| Clause  |      |
| 1. Scope . . . . .  | 7    |
| 2. Definitions . . . . .  | 7    |
| 3. Identification and general delivery requirements . . . . .     | 7    |
| 4. Sampling . . . . .   | 9    |
| <b>SECTION TWO — TEST METHODS</b>                                 |      |
| 5. Test methods . . . . .   | 9    |
| <b>SECTION THREE — INDIVIDUAL SPECIFICATIONS</b>                  |      |
| 6. General remark . . . . .                                       | 15   |
| 7. Specifications for capacitor and cable alkylbenzenes . . . . . | 15   |
| 8. Specifications for capacitor alkyl-diphenylethanes . . . . .   | 15   |
| 9. Specifications for capacitor alkyl-naphthalenes . . . . .      | 15   |
| SHEETS 1 to 3 . . . . .   | 17   |

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**SPÉCIFICATIONS POUR ISOLANTS LIQUIDES NEUFS  
À BASE D'HYDROCARBURES AROMATIQUES DE SYNTHÈSE**

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Sous-Comité 10A: Huiles isolantes à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes n° 10 de la CEI: Diélectriques liquides et gazeux.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

| Règle des Six Mois | Rapport de vote | Procédure des Deux Mois | Rapport de vote |
|--------------------|-----------------|-------------------------|-----------------|
| 10A(BC)54          | 10A(BC)62       | 10A(BC)63               | 10A(BC)65       |

Pour de plus amples renseignements, consulter les rapports de vote correspondants mentionnés dans le tableau ci-dessus.

Les publications suivantes de la CEI sont citées dans la présente norme:

- Publications n°s 156 (1963): Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes.  
 247 (1978): Mesure de la permittivité relative du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants.  
 475 (1974): Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.  
 628 (1985): Gassing des isolants liquides sous contrainte électrique et ionisation.  
 733 (1982): Dosage de l'eau dans les huiles isolantes, dans les papiers et cartons imprégnés d'huile.

Autres publications citées:

- Norme ISO 2719 (1973): Produits pétroliers - Détermination du point d'éclair - Méthode Pensky-Martens en vase clos.  
 Norme ISO 3016 (1974): Huiles de pétrole - Détermination du point d'écoulement.  
 Norme ISO 3104 (1976): Produits pétroliers - Liquides opaques et transparents - Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique.  
 Norme ISO 3675 (1976): Pétroles bruts et produits pétroliers liquides - Détermination en laboratoire de la masse volumique ou de la densité relative - Méthode à l'aréomètre.  
 Norme ISO 5662 (1978): Produits pétroliers - Huiles isolantes électriques - Détection du soufre corrosif.

## INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

## SPECIFICATIONS FOR UNUSED INSULATING LIQUIDS BASED ON SYNTHETIC AROMATIC HYDROCARBONS

## FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

## PREFACE

This standard has been prepared by Sub-Committee 10A: Hydrocarbon Insulating Oils, of IEC Technical Committee No. 10: Fluids for Electrotechnical Applications.

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

| Six Months' Rule | Report on Voting | Two Months' Procedure | Report on Voting |
|------------------|------------------|-----------------------|------------------|
| 10A(CO)54        | 10A(CO)62        | 10A(CO)63             | 10A(CO)65        |

Further information can be found in the relevant Reports on Voting indicated in the table above.

*The following IEC publications are quoted in this standard:*

- Publications Nos 156 (1963): Method for the Determination of the Electric Strength of Insulating Oils.
- 247 (1978): Measurement of Relative Permittivity, Dielectric Dissipation Factor and D.C. Resistivity of Insulating Liquids.
- 475 (1974): Method of Sampling Liquid Dielectrics.
- 628 (1985): Gassing of Insulating Liquids under Electrical Stress and Ionization.
- 733 (1982): Determination of Water in Insulating Oils, and in Oil-impregnated Paper and Press-board.

*Other publications quoted:*

- ISO Standard 2719 (1973): Petroleum Products - Determination of Flash Point - Pensky-Martens Closed Cup Method.
- ISO Standard 3016 (1974): Petroleum Oils - Determination of Pour Point.
- ISO Standard 3104 (1976): Petroleum Products - Transparent and Opaque Liquids - Determination of Kinematic Viscosity and Calculation of Dynamic Viscosity.
- ISO Standard 3675 (1976): Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products - Laboratory Determination of Density or Relative Density - Hydrometer Method.
- ISO Standard 5662 (1978): Petroleum Products - Electrical Insulating Oils - Detection of Corrosive Sulphur.

# SPÉCIFICATIONS POUR ISOLANTS LIQUIDES NEUFS À BASE D'HYDROCARBURES AROMATIQUES DE SYNTHÈSE

## SECTION UN — GÉNÉRALITÉS

### 1. Domaine d'application

La présente norme concerne les spécifications et les méthodes d'essai pour les hydrocarbures aromatiques de synthèse neufs, destinés à être utilisés comme liquide isolant dans l'appareillage électrique.

### 2. Définitions

#### *Remarque générale*

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse peut être utile pour la détermination de la composition et l'identification des impuretés.

#### 2.1 Alkylbenzènes

Liquides isolants constitués d'un noyau benzénique et d'un groupe alkyle. Le groupe alkyle peut être soit une chaîne linéaire, soit une chaîne ramifiée.

*Note.* — Les deux sortes d'alkylbenzènes peuvent être différenciées par analyse spectrophotométrique infrarouge. Le type chaîne linéaire présente un seul pic d'absorption dans la région de  $1\ 360\text{ cm}^{-1}$  à  $1\ 380\text{ cm}^{-1}$  et le type chaîne ramifiée présente un double pic d'absorption dans la même région.

#### 2.2 Alkyldiphényléthanes

Liquides isolants constitués de dérivés du diphényléthane; normalement les deux groupes aryles possèdent des groupes alkyles de petite taille.

*Note.* — Ces produits sont caractérisés par des bandes d'absorption dans l'infrarouge à  $3\ 070$ ,  $1\ 606$  et  $705\text{ cm}^{-1}$ .

#### 2.3 Alkylnaphtalènes

Liquides isolants constitués d'un groupe naphtalène avec des groupes alkyles substitués.

*Note.* — Ces produits sont caractérisés par des bandes d'absorption dans l'infrarouge à  $3\ 070$ ,  $1\ 605$ ,  $1\ 380$  et  $1\ 360\text{ cm}^{-1}$ .

### 3. Identification et prescriptions générales à la livraison

- 3.1 Les produits sont normalement livrés en camions-citernes, en wagons-citernes ou en fûts, spécialement nettoyés pour cet usage.
- 3.2 Les fûts et les récipients contenant les échantillons de liquide expédiés par le fournisseur doivent porter au moins les indications suivantes:
  - numéro de cette norme
  - appellation commerciale
  - nature du produit

## SPECIFICATIONS FOR UNUSED INSULATING LIQUIDS BASED ON SYNTHETIC AROMATIC HYDROCARBONS

### SECTION ONE — GENERAL

#### 1. Scope

This standard covers specifications and test methods for unused synthetic aromatic hydrocarbons intended for use as insulating liquid in electrical equipment.

#### 2. Definitions

##### *General remark*

Gas chromatographic analyses can be useful for composition identification and detection of impurities.

##### 2.1 *Alkylbenzenes*

Insulating liquids consisting of a benzene ring and an alkyl group. The alkyl group may be a straight chain or a branched chain type.

*Note.* — The two types of alkylbenzene can be distinguished by infra-red spectrophotometric analysis. The straight chain type shows a single absorption peak in the region  $1\ 360\text{ cm}^{-1}$  to  $1\ 380\text{ cm}^{-1}$  and the branched chain type shows a double peak in that region.

##### 2.2 *Alkyldiphenylethanes*

Insulating liquids consisting of diphenylethane derivatives; normally the two aryl groups carry short alkyl groups.

*Note.* — This type of product is characterized by infra-red absorption bands at  $3\ 070$ ,  $1\ 606$  and  $705\text{ cm}^{-1}$ .

##### 2.3 *Alkyl naphthalenes*

Insulating liquids consisting of a naphthalene structure with substituent alkyl groups.

*Note.* — This type of product is characterized by infra-red absorption bands at  $3\ 070$ ,  $1\ 605$ ,  $1\ 380$  and  $1\ 360\text{ cm}^{-1}$ .

#### 3. Identification and general delivery requirements

3.1 The products are normally delivered in road or rail tank wagons or in drums, which shall be specially cleaned for this purpose.

3.2 The drums and sample containers shipped by the supplier shall carry at least the following markings:

- number of this standard
- supplier's designation
- type of product

#### 4. Echantillonnage

L'échantillonnage est effectué suivant la procédure décrite dans la Publication 475 de la CEI: Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.

### SECTION DEUX — MÉTHODES D'ESSAI

#### 5. Méthodes d'essai

##### 5.1 Aspect

L'aspect est évalué en examinant, en lumière transmise, un échantillon représentatif du liquide, d'une épaisseur approximative de 10 cm, à température ambiante.

##### 5.2 Masse volumique

Toutes les méthodes classiques peuvent être utilisées. En cas de litige, la masse volumique est déterminée selon les prescriptions de la Norme ISO 3675.

La masse volumique est mesurée à 20 °C.

##### 5.3 Viscosité cinématique

La viscosité cinématique est mesurée suivant la méthode décrite dans la Norme ISO 3104.

##### 5.4 Point d'éclair

Le point d'éclair est mesuré suivant la méthode décrite dans la Norme ISO 2719.

##### 5.5 Point d'écoulement

Le point d'écoulement est mesuré suivant la méthode décrite dans la Norme ISO 3016.

##### 5.6 Indice de neutralisation

###### 5.6.1 Réactifs

a) Solution alcoolique d'hydroxyde de potassium (KOH) 0,1 mol/dm<sup>3</sup>.

b) Toluène, exempt de soufre.

c) Ethanol azéotropique (température d'ébullition 78,2 °C).

d) Solution d'acide chlorhydrique (HCl) 0,1 mol/dm<sup>3</sup>.

e) Solution d'indicateur bleu alcalin : dissoudre 2 g de bleu alcalin 6 B dans 100 cm<sup>3</sup> d'éthanol azéotropique contenant 1 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique 0,1 mol/dm<sup>3</sup>. Après 24 h, effectuer un titrage afin de vérifier si l'indicateur a été suffisamment sensibilisé. L'indicateur convient si la couleur change distinctement du bleu à un rouge comparable à celui d'une solution à 10 % de nitrate de cobalt {Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O}.

Si la sensibilisation est insuffisante, ajouter à nouveau de l'acide chlorhydrique 0,1 mol/dm<sup>3</sup> et vérifier après 24 h. Continuer jusqu'à ce que la sensibilisation soit suffisante. Filtrer et entreposer à l'obscurité dans une bouteille en verre brun.

###### 5.6.2 Procédure

Dans un flacon conique à bouchon de 250 cm<sup>3</sup>, peser 20 g de l'échantillon à 0,05 g près.

Dans un autre flacon conique contenant un mélange de 60 cm<sup>3</sup> de toluène et de 40 cm<sup>3</sup> d'éthanol, ajouter 2 cm<sup>3</sup> de la solution d'indicateur. Neutraliser la solution avec la solution alcoolique de

#### 4. Sampling

Sampling shall be carried out in accordance with the procedure described in IEC Publication 475 : Method of Sampling Liquid Dielectrics.

### SECTION TWO — TEST METHODS

#### 5. Test methods

##### 5.1 Appearance

Appearance shall be evaluated by examining in transmitted light having a thickness of approximately 10 cm, at ambient temperature.

##### 5.2 Density

Any recognized test method may be used. In case of dispute, the method to be used shall be that given in ISO Standard 3675.

Density shall be measured at 20 °C.

##### 5.3 Kinematic viscosity

Kinematic viscosity shall be measured by the method given in ISO Standard 3104.

##### 5.4 Flash-point

Flash-point shall be determined according to ISO Standard 2719.

##### 5.5 Pour-point

Pour-point shall be determined according to ISO Standard 3016.

##### 5.6 Neutralization value

###### 5.6.1 Reagents

- a) Standard alcoholic potassium hydroxide (KOH) solution 0.1 mol/dm<sup>3</sup>.
- b) Toluene, sulphur-free.
- c) Azeotropic ethanol (boiling point 78.2 °C).
- d) Standard hydrochloric acid solution (HCl) 0.1 mol/dm<sup>3</sup>.
- e) Alkali blue indicator solution : 2 g of alkali blue 6 B are dissolved in 100 cm<sup>3</sup> of azeotropic ethanol containing 1 cm<sup>3</sup> hydrochloric acid 0.1 mol/dm<sup>3</sup>. After 24 h, carry out an acid value test to check whether the indicator has been sufficiently sensitized. The indicator is satisfactory if the colour changes distinctly from blue to a red comparable to that of a 10 % solution of cobalt nitrate {Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O}.

Should sensitization be insufficient, repeat the addition of 0.1 mol/dm<sup>3</sup> hydrochloric acid and check again after 24 h. Continue until sensitization is satisfactory. Filter and store in a brown glass bottle in the dark.

###### 5.6.2 Procedure

Weigh 20 g of the sample to the nearest 0.05 g into a 250 cm<sup>3</sup> stoppered conical flask.

To a mixture of 60 cm<sup>3</sup> of toluene and 40 cm<sup>3</sup> of ethanol in a second flask add 2 cm<sup>3</sup> of indicator solution. Neutralize the solution with 0.1 mol/dm<sup>3</sup> KOH solution until a red colour comparable to

KOH 0,1 mol/dm<sup>3</sup> jusqu'à l'obtention d'une couleur rouge comparable à celle d'une solution à 10 % de nitrate de cobalt {Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O} et qui persiste pendant au moins 15 s.

Ajouter cette solution à l'échantillon, agiter et titrer immédiatement avec la solution de KOH 0,1 mol/dm<sup>3</sup>, à une température inférieure à 25 °C, jusqu'au virage.

L'indice de neutralisation (*NV*) est calculé au moyen de l'expression :

$$NV = \frac{V \times N \times 56,1}{m}$$

où :

*V* = nombre de centimètres cubes de KOH 0,1 mol/dm<sup>3</sup> utilisés lors du titrage

*N* = molarité de la solution de KOH

*m* = masse de l'échantillon de liquide exprimée en grammes

## 5.7 Teneur en chlore

La méthode décrite dans cet article permet de déterminer la teneur en chlore des hydrocarbures liquides. Cependant, toute autre méthode chimique ou d'analyse instrumentale, fournissant des résultats semblables, peut être utilisée.

### 5.7.1 Réactifs

- Solution étalon d'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>), qualité pour analyse.  
Diluer 190 g d'acide nitrique concentré à 1 dm<sup>3</sup> par de l'eau distillée.
- Alcool isopropylique, qualité pour analyse.
- Nitrate d'argent (AgNO<sub>3</sub>), qualité pour analyse.  
Solution étalon (0,025 mol/dm<sup>3</sup>) — Peser avec précision 0,4247 g de nitrate d'argent, l'introduire dans une fiole jaugée de 1 dm<sup>3</sup> et ajouter de l'eau distillée pour dissoudre. Ajouter ensuite 3 cm<sup>3</sup> d'acide nitrique concentré (masse volumique 1,42 kg/dm<sup>3</sup>) et porter à 1 dm<sup>3</sup> au moyen d'eau distillée. Calibrer cette solution par rapport à un étalon de chlorure pur. Vérifier la solution au moins mensuellement afin de s'assurer de la constance du réactif.

- Notes* 1. — Un cristal de chlorure de sodium tel qu'utilisé dans les cellules de spectrophotométrie infrarouge convient comme étalon de chlorure.
2. — Avant de réaliser la solution, il convient de sécher le nitrate d'argent dans un dessiccateur pendant une nuit. Les cristaux ainsi que la solution doivent être protégés de la lumière en les conservant dans des flacons en verre brun et à l'obscurité.

- Solution de diphenyle de sodium (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>Na)

*Note.* — Réactif des organohalogénés : 30 cm<sup>3</sup> de ce réactif sont normalement nécessaires pour avoir un excès de réactif. La préparation de solution de diphenyle de sodium est décrite dans « McCoy — The Inorganic Analysis of Petroleum, Chemical Publishing Co. Inc., 212 Fifth Avenue, New York ».

### 5.7.2 Appareillage

- Ampoule à décanter de 250 cm<sup>3</sup>.
- Appareil de titration potentiométrique.
- Electrodes : une électrode combinée argent-verre est préférable. Une électrode argent et une électrode de référence au sulfate mercurieux peuvent également être utilisées.
- Microburette de 5 cm<sup>3</sup> graduée en 0,01 cm<sup>3</sup>.

that of a solution of 10 % cobalt nitrate  $\{\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}\}$  is obtained and persists for at least 15 s.

Add this solution to the sample, swirl and immediately titrate at a temperature not above 25 °C with 0.1 mol/dm<sup>3</sup> KOH solution to the above end point.

The neutralization value (*NV*) is calculated from the expression :

$$NV = \frac{V \times N \times 56.1}{m}$$

where :

*V* = number of cubic centimetres of 0.1 mol/dm<sup>3</sup> KOH used in the titration

*N* = molarity of the KOH solution

*m* = mass of the sample in grammes

## 5.7 Chlorine content

The method described in this clause is suitable for obtaining the total chlorine content in hydrocarbon liquids.

Moreover, any other chemical or instrumental method known to produce comparable results could be used.

### 5.7.1 Reagents

- Standard solution of nitric acid ( $\text{HNO}_3$ ), analytical grade.  
Dilute 190 g of concentrated nitric acid to 1 dm<sup>3</sup> with distilled water.
- Isopropyl alcohol, analytical grade.
- Silver nitrate ( $\text{AgNO}_3$ ), analytical grade.  
Standard solution (0.025 mol/dm<sup>3</sup>) — Weigh accurately 0.4247 g of silver nitrate. Transfer it to 1 litre volumetric flask and add distilled water to dissolve. Add 3 cm<sup>3</sup> of concentrated nitric acid (density 1.42 kg/dm<sup>3</sup>) and then add distilled water to the 1 dm<sup>3</sup> mark of the volumetric flask. Standardize this solution against a pure chloride standard. Check the solution at least monthly to assure a constant reagent.

*Notes 1.* — A sodium chloride crystal such as used in infra-red spectrometer cells is a suitable chloride standard.

2. — Dry the silver nitrate overnight in a desiccator before making up the solution. Both the solid material and the solution must be protected from light by storage in brown glassware in the dark.

- Sodium diphenyl solution. ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{Na}$ )

*Note.* — Organic halogen reagent : 30 cm<sup>3</sup> of this reagent are normally required to give excess reagent. Preparation of sodium diphenyl solution is described in "McCoy — The Inorganic Analysis of Petroleum, Chemical Publishing Co. Inc., 212 Fifth Avenue, New York".

### 5.7.2 Apparatus

- Separatory funnel, 250 cm<sup>3</sup>.
- Potentiometric titration apparatus.
- Electrodes: silver and glass electrode combination is preferred. A silver electrode with a mercurous sulphate reference electrode is an acceptable alternative.
- Microburette, 5 cm<sup>3</sup> with 0.01 cm<sup>3</sup> divisions.

### 5.7.3 Procédure

5.7.3.1 Dans un bécher de 150 cm<sup>3</sup>, dissoudre 35,5 ± 0,1 g de liquide à analyser dans 25 cm<sup>3</sup> de toluène en agitant au moyen d'un agitateur en verre. Introduire cette solution dans une ampoule à décanter. Rincer le bécher plusieurs fois avec 25 cm<sup>3</sup> de toluène et les ajouter dans l'ampoule à décanter.

5.7.3.2 Ajouter un excès de solution de diphényle de sodium (généralement 30 cm<sup>3</sup> suffisent) au contenu de l'ampoule à décanter. L'excès de réactif est indiqué par une coloration bleue ou verte. Boucher l'ampoule et mélanger en agitant doucement. Aérer de temps en temps pour diminuer l'excès de pression.

5.7.3.3 Laisser reposer le mélange bleu-vert pendant 5 min afin que la réaction s'achève. Enlever le bouchon, ajouter 2 cm<sup>3</sup> d'alcool isopropylique. Le bouchon étant enlevé, mélanger jusqu'à ce que l'excès de réactif soit détruit.

5.7.3.4 Ajouter lentement 50 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide nitrique. Assurer le contact entre la phase organique et la phase aqueuse en mélangeant et en agitant doucement pendant environ 5 min. Aérer de temps en temps pour diminuer la pression.

Laisser écouler la phase aqueuse dans un bécher.

Extraire encore deux fois la phase organique au moyen de 50 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide nitrique.

Laisser écouler les phases aqueuses dans le bécher qui contient le premier extrait.

5.7.3.5 Placer le bécher contenant la phase aqueuse sur l'agitateur magnétique du titrateur potentiométrique, mettre le système d'électrodes en place et enclencher l'agitateur. Noter la valeur initiale du potentiel ou du pH. Titrer lentement au moyen de la solution d'AgNO<sub>3</sub> (0,025 mol/dm<sup>3</sup>). Noter les valeurs après l'addition de chaque goutte de la solution d'AgNO<sub>3</sub>.

Poursuivre le titrage jusqu'à ce que la plus grande variation du potentiel ou du pH ait été atteinte. Porter sur un graphique le volume de nitrate d'argent en abscisse et les valeurs de potentiel ou de pH en ordonnée.

Le point final correspond au point d'inflexion de la courbe.

5.7.3.6 Essai à blanc. Titrer un volume identique de solvant sans échantillon.

### 5.7.4 Calculs

Calculer la teneur en chlore total de la manière suivante :

$$\text{Chlore total (mg/kg)} = [(A - B) N/m] 35,5 \times 10^3$$

où :

*A* = nombre de centimètres cubes de la solution d'AgNO<sub>3</sub> nécessaire pour le titrage de l'échantillon

*B* = nombre de centimètres cubes de la solution d'AgNO<sub>3</sub> nécessaire pour le titrage à blanc

*N* = molarité de la solution d'AgNO<sub>3</sub>

*m* = masse, en grammes, de l'échantillon

35,5 = masse atomique du chlore

### 5.8 Teneur en eau

La teneur en eau est déterminée suivant la méthode décrite dans la Publication 733 de la CEI : Dosage de l'eau dans les huiles isolantes, dans les papiers et cartons imprégnés d'huile.

### 5.9 Soufre corrosif

Le soufre corrosif est déterminé suivant la méthode décrite dans la Norme ISO 5662.

### 5.7.3 Procedure

5.7.3.1 Dissolve  $35.5 \pm 0.1$  g of the liquid under test in  $25 \text{ cm}^3$  toluene in a  $150 \text{ cm}^3$  beaker by stirring with a small glass rod. Transfer the solution to a separatory funnel. Rinse the beaker several times with a total of  $25 \text{ cm}^3$  toluene and add the rinses to the funnel.

5.7.3.2 Add an excess (about  $30 \text{ cm}^3$  is usually sufficient) of sodium diphenyl solution to the contents of the separatory funnel which excess is indicated by a colour change of blue or green. Stopper the vessel and gently shake to thoroughly mix the solution, venting occasionally to release the excess pressure build up.

5.7.3.3 Allow the blue-green mixture to stand 5 min to ensure complete reaction. Remove stopper, add  $2 \text{ cm}^3$  of isopropyl alcohol, and swirl with stopper removed until excess reagent is destroyed.

5.7.3.4 Add slowly  $50 \text{ cm}^3$  of the nitric acid solution. Ensure that the organic and aqueous phases are in intimate and uniform contact by gentle swirling and rocking for 5 min. Loosen the stopper occasionally to release slight pressure.

Drain the aqueous phase into a beaker.

Extract the organic phase twice more with  $50 \text{ cm}^3$  portions of nitric acid solution.

Drain the aqueous phases into the beaker containing the first extract.

5.7.3.5 Place the beaker containing the aqueous phase on the titration stand and insert the electrode system. Start the stirrer and record initial value of potential or pH.

Titrate slowly with  $\text{AgNO}_3$  solution ( $0.025 \text{ mol/dm}^3$ ), recording readings after the addition of each drop of  $\text{AgNO}_3$  solution. Continue titrating until the point of maximum change in potential or pH scale reading is reached.

Plot the volume of silver nitrate as abscissa and voltage or pH reading as ordinates.

The end point is selected at the point of inflection of the curve.

5.7.3.6 Blank. Titrate the same volume of solvent without the sample, as a blank.

### 5.7.4 Calculation

Calculate the amount of total chlorine as follows :

$$\text{Total chlorine (mg/kg)} = [(A - B) N/m] 35.5 \times 10^3$$

where :

$A$  = cubic centimetres of  $\text{AgNO}_3$  solution required for titration of the sample

$B$  = cubic centimetres of  $\text{AgNO}_3$  solution required for titration of the blank

$N$  = molarity of the  $\text{AgNO}_3$  solution

$m$  = grammes of sample used

35.5 = atomic mass of chlorine

### 5.8 Water content

Water content shall be determined according to IEC Publication 733 : Determination of Water in Insulating Oils, and in Oil-impregnated Paper and Pressboard.

### 5.9 Corrosive sulphur

Corrosive sulphur shall be determined according to ISO Standard 5662.

5.10 *Tension de claquage*

La tension de claquage est déterminée suivant la méthode décrite dans la Publication 156 de la CEI: Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes.

5.11 *Facteur de dissipation diélectrique et résistivité volumique*

Ces propriétés sont déterminées suivant les méthodes décrites dans la Publication 247 de la CEI: Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants.

5.12 *Stabilité sous contrainte électrique et ionisation (gassing)*

Le gassing est déterminé soit par la méthode A, soit par la méthode B décrites dans la Publication 628 de la CEI: Gassing des isolants liquides sous contrainte électrique et ionisation.

SECTION TROIS — SPÉCIFICATIONS PARTICULIÈRES

6. **Remarque générale**

Les valeurs de fidélité des méthodes recommandées doivent être utilisées uniquement pour vérifier la concordance entre deux mesures et ne doivent pas être considérées comme des tolérances applicables aux valeurs limites spécifiées aux feuilles 1, 2 et 3.

7. **Spécifications pour alkylbenzènes pour condensateurs et câbles**

Les caractéristiques des produits à base d'alkylbenzènes, destinés à être utilisés comme matière d'imprégnation pour condensateurs et câbles à conducteur creux, doivent respecter les valeurs limites spécifiées à la feuille 1 quand les essais sont effectués conformément aux méthodes spécifiées à l'article 5.

*Note.* — Les alkylbenzènes sont parfois utilisés dans les transformateurs, mais cette application n'est pas suffisamment répandue pour justifier l'établissement d'une spécification internationale. L'établissement d'une spécification pourrait être entreprise si nécessaire.

8. **Spécifications pour alkyldiphényléthanes pour condensateurs**

Les caractéristiques des produits à base d'alkyldiphényléthanes, utilisés comme matière d'imprégnation pour condensateurs, doivent respecter les valeurs limites spécifiées à la feuille 2 quand les essais sont effectués conformément aux méthodes spécifiées à l'article 5.

9. **Spécifications pour alkylnaphtalènes pour condensateurs**

Les caractéristiques des produits à base d'alkylnaphtalènes, utilisés comme matière d'imprégnation pour condensateurs, doivent respecter les valeurs limites spécifiées à la feuille 3 quand les essais sont effectués conformément aux méthodes spécifiées à l'article 5.

FEUILLE 1: Spécifications pour alkylbenzènes pour condensateurs et câbles.

FEUILLE 2: Spécifications pour alkyldiphényléthanes pour condensateurs.

FEUILLE 3: Spécifications pour alkylnaphtalènes pour condensateurs.

### 5.10 Breakdown voltage

Breakdown voltage shall be determined according to IEC Publication 156: Method for the Determination of the Electric Strength of Insulating Oils.

### 5.11 Dielectric dissipation factor and volume resistivity

The properties shall be determined according to IEC Publication 247: Measurement of Relative Permittivity, Dielectric Dissipation Factor and D.C. Resistivity of Insulating Liquids.

### 5.12 Stability under electrical stress and ionization (gassing)

The gassing shall be determined by either Method A or Method B of IEC Publication 628: Gassing of Insulating Liquids under Electrical Stress and Ionisation.

## SECTION THREE — INDIVIDUAL SPECIFICATIONS

### 6. General remark

Precision data given in the specified methods are to be used solely as a guide to the expected agreement between duplicate measurements of the property and are not to be regarded as tolerances applicable to the limits specified in Sheets 1, 2 and 3.

### 7. Specifications for capacitor and cable alkylbenzenes

When tested in accordance with the methods specified in Clause 5 the properties of alkylbenzene based products which are intended for use as impregnants in capacitors and hollow core cables shall meet the requirements given in the specification Sheet 1.

*Note.* — Alkylbenzenes are sometimes used in transformers but this application is not wide enough to justify the development of international specifications. The preparation of a specification could be undertaken if necessary.

### 8. Specifications for capacitor alkyldiphenylethanes

When tested in accordance with the methods specified in Clause 5 the properties of alkyldiphenylethane based products used as impregnant in capacitors shall meet the requirements given in the specification Sheet 2.

### 9. Specifications for capacitor alkylnaphthalenes

When tested in accordance with the methods specified in Clause 5 the properties of alkylnaphthalene based products used as impregnant in capacitors shall meet the requirements given in the specification Sheet 3.

SHEET 1: Specifications for capacitor and cable alkylbenzenes.

SHEET 2: Specifications for capacitor alkyldiphenylethanes.

SHEET 3: Specifications for capacitor alkylnaphthalenes.

FEUILLE 1

Alkylbenzènes pour condensateurs et câbles

| Propriétés   | Méthode d'essai<br>(paragraphe) | Valeurs admissibles                                       |                             |                   |
|--|---------------------------------|---|-----------------------------|-------------------|
|  |                                 | Classe I  | Classe II                   | Classe III        |
| <i>Physiques</i>   |                                 | Limpide et exempt de matière en suspension<br>ou de dépôt |                             |                   |
| · Aspect   | 5.1                             |   |                             |                   |
| · Masse volumique à 20 °C (kg/dm <sup>3</sup> )  | 5.2                             | 0,850 à 0,880   | 0,850 à 0,880               | 0,850 à 0,885     |
| · Viscosité cinématique à 40 °C (mm <sup>2</sup> /s)   | 5.3                             | max. 6  | min. 5 - max. 10            | min. 10 - max. 50 |
| · Point d'éclair (°C)  | 5.4                             | min. 110  | min. 130                    | min. 150          |
| · Point d'écoulement (°C)  | 5.5                             | max. -45  | max. -45                    | max. -30          |
| <i>Chimiques</i>   |                                 |   |                             |                   |
| · Indice de neutralisation (mg KOH/g)  | 5.6                             |   | max. 0,03                   |                   |
| · Teneur en chlore (mg/kg)   | 5.7                             |   | max. 30                     |                   |
| · Teneur en eau (mg/kg)  | 5.8                             |   | max. 75                     |                   |
| · Soufre corrosif  | 5.9                             |   | non corrosif                |                   |
| <i>Electriques</i>   |                                 |   |                             |                   |
| · Tension de claquage (kV)   | 5.10                            |   | min. 40 <sup>1) 2)</sup>    |                   |
| · Résistivité volumique à 90 °C (TΩ·m)   | 5.11                            |   | min. 1,0 <sup>1) 2)</sup>   |                   |
| · Facteur de dissipation diélectrique, tg δ à 90 °C et 40 Hz à 60 Hz   | 5.11                            |   | max. 0,001 <sup>1) 2)</sup> |                   |
| · Stabilité sous contrainte électrique et ionisation (gassing) <sup>3)</sup><br>(soit la méthode A, soit la méthode B) | 5.12                            |   |                             |                   |
| Absorption (mm <sup>3</sup> /min)  | Méthode A                       |   | min. 20                     |                   |
| Absorption (cm <sup>3</sup> )  | Méthode B                       |   | min. 2,5                    |                   |

1) Valeurs exigées pour les alkylbenzènes livrés en vrac. Pour les livraisons en fûts, les valeurs suivantes peuvent être acceptées :

Tension de claquage (kV) : min. 30

Résistivité volumique à 90 °C (TΩ·m) : min. 0,5

Facteur de dissipation diélectrique, tg δ à 90 °C : max. 0,002

2) Ces valeurs s'appliquent aux liquides à la livraison. Des valeurs améliorées peuvent être obtenues par traitement du liquide avant utilisation.

3) Les valeurs du gassing des alkylbenzènes doivent respecter les limites de la spécification selon soit la méthode A, soit la méthode B. Il n'est pas prévu que cette caractéristique soit déterminée par les deux méthodes.

## SHEET 1

## Capacitor and cable alkylbenzenes

| Property  | Test method<br>(Sub-clause) | Permissible value                       |                             |                   |
|---|-----------------------------|---|-----------------------------|-------------------|
|   |                             | Class I                                 | Class II                    | Class III         |
| <i>Physical</i>   |                             |   |                             |                   |
| • Appearance  | 5.1                         | Clear, no suspended matter or sediments |                             |                   |
| • Density at 20 °C (kg/dm <sup>3</sup> )  | 5.2                         | 0.850 to 0.880                          | 0.850 to 0.880              | 0.850 to 0.885    |
| • Kinematic viscosity at 40 °C (mm <sup>2</sup> /s)   | 5.3                         | max. 6                                  | min. 5 - max. 10            | min. 10 - max. 50 |
| • Flash-point (°C)  | 5.4                         | min. 110                                | min. 130                    | min. 150          |
| • Pour-point (°C)   | 5.5                         | max. -45                                | max. -45                    | max. -30          |
| <i>Chemical</i>   |                             |   |                             |                   |
| • Neutralization value (mg KOH/g)   | 5.6                         |   | max. 0.03                   |                   |
| • Chlorine content (mg/kg)  | 5.7                         |   | max. 30                     |                   |
| • Water content (mg/kg)   | 5.8                         |   | max. 75                     |                   |
| • Corrosive sulphur   | 5.9                         |   | non-corrosive               |                   |
| <i>Electrical</i>   |                             |   |                             |                   |
| • Breakdown voltage (kV)  | 5.10                        |   | min. 40 <sup>1) 2)</sup>    |                   |
| • Volume resistivity at 90 °C (TΩ·m)  | 5.11                        |   | min. 1.0 <sup>1) 2)</sup>   |                   |
| • Dielectric dissipation factor, tan δ at 90 °C and 40 Hz to 60 Hz  | 5.11                        |   | max. 0.001 <sup>1) 2)</sup> |                   |
| • Stability under electrical stress and ionization (gassing) <sup>3)</sup><br>(either method A or method B) | 5.12                        |   |                             |                   |
| Absorption (mm <sup>3</sup> /min)   | Method A                    |   | min. 20                     |                   |
| Absorption (cm <sup>3</sup> )   | Method B                    |   | min. 2.5                    |                   |

1) Required values for alkylbenzenes delivered in bulk. For delivery in drums the following values may be accepted :

Breakdown voltage (kV): min. 30  
 Volume resistivity (TΩ·m) at 90 °C: min. 0.5  
 Dielectric dissipation factor, tan δ at 90 °C: max. 0.002

2) These limits relate to liquids as received. Improved values may be obtained by treatment before the liquid is used.

3) Specification requires that alkylbenzenes meet the gassing limits as measured by either method A or method B. It is not intended that the property is measured by both methods.