

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
867**

Deuxième édition
Second edition
1993-09

**Isolants liquides – Spécifications pour
liquides neufs à base d’hydrocarbures
aromatiques de synthèse**

**Insulating liquids – Specifications for
unused liquids based on synthetic
aromatic hydrocarbons**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 867: 1993

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} 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 des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement
(Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

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*.

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

Numbering

As from 1 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 subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates
(On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

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*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
867**

Deuxième édition
Second edition
1993-09

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

**Insulating liquids – Specifications for
unused liquids based on synthetic
aromatic hydrocarbons**

© CEI 1993 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



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

N

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

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
Articles	
1 Domaine d'application	6
2 Références normatives	6
3 Définitions	8
4 Identification et prescriptions générales à la livraison	8
5 Echantillonnage	8
6 Méthodes d'essai	10
7 Fidélité et interprétation des résultats	16
8 Spécifications pour alkylbenzènes pour condensateurs et câbles	16
9 Spécifications pour alkylidiphénylétanes pour condensateurs	16
10 Spécifications pour alkylnaphtalènes pour condensateurs	18
11 Spécifications pour méthylpolyarylméthanes pour condensateurs	18
Feuilles de spécifications 1 à 4	20

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
Clause	
1 Scope	7
2 Normative references	7
3 Definitions	9
4 Identification and general delivery requirements	9
5 Sampling	9
6 Test methods	11
7 Precision and interpretation of test results	17
8 Specifications for capacitor and cable alkylbenzenes	17
9 Specifications for capacitor alkylidiphenylethanes	17
10 Specifications for capacitor alkyl naphthalenes	19
11 Specifications for capacitor methylpolyarylmethanes	19
Sheets of specifications 1 to 4	21

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

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 en ce qui concerne les questions techniques, préparés par les comités d'études 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.
- 3) Ces décisions constituent des recommandations internationales publiées sous forme de normes, de rapports techniques ou de guides et agréées comme telles 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 de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

La Norme internationale CEI 867 a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 1986.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
10(BC)269	10(BC)277

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**INSULATING LIQUIDS – SPECIFICATIONS FOR UNUSED LIQUIDS
BASED ON SYNTHETIC AROMATIC HYDROCARBONS**

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 cooperation 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, 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.
- 3) They have the form of recommendations for international use 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.

International Standard IEC 867 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 1986.

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

DIS	Report on voting
10(CO)269	10(CO)277

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

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale concerne les spécifications et les méthodes d'essai pour les hydrocarbures aromatiques de synthèse neufs, destinés à être utilisés comme liquide isolant dans les matériels électriques.

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 le registre des Normes internationales en vigueur.

CEI 156: 1963, *Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes*

CEI 247: 1978, *Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants*

CEI 475: 1974, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

CEI 628: 1985, *Gassing des isolants liquides sous contrainte électrique et ionisation*

CEI 814: 1985, *Dosage de l'eau dans les diélectriques liquides par titrage coulométrique de Karl Fischer automatique*

CEI 1039: 1990, *Classification générale des isolants liquides*

ISO 2719: 1988, *Produits pétroliers et lubrifiants – Détermination du point d'éclair – Méthode Pensky-Martens en vase clos*

ISO 3016: 1974, *Huiles de pétrole – Détermination du point d'écoulement*

ISO 3104: 1976, *Produits pétroliers – Liquides opaques et transparents – Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique*

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*

ISO 5662: 1978, *Produits pétroliers – Huiles isolantes électriques – Détection du soufre corrosif*

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

1 Scope

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

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 156: 1963, *Method for the determination of the electric strength of insulating oils*

IEC 247: 1978, *Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity of insulating liquids*

IEC 475: 1974, *Method of sampling liquid dielectrics*

IEC 628: 1985, *Gassing of insulating liquids under electrical stress and ionization*

IEC 814: 1985, *Determination of water in insulating liquids by automatic coulometric Karl Fischer titration*

IEC 1039: 1990, *General classification of insulating liquids*

ISO 2719: 1988, *Petroleum products and lubricants – Determination of flash point – Pensky-Martens closed cup method*

ISO 3016: 1974, *Petroleum oils – Determination of pour point*

ISO 3104: 1976, *Petroleum products – Transparent and opaque liquids – Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity*

ISO 3675: 1976, *Crude petroleum and liquid petroleum products – Laboratory determination of density or relative density – Hydrometer method*

ISO 5662: 1978, *Petroleum products – Electrical insulating oils – Detection of corrosive sulphur*

3 Définitions

Remarque générale

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

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 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.

3.2 alkylidiphénylétanes: Liquides isolants constitués de dérivés du diphénylétane; 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 cm^{-1} .

3.3 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 $1\,360\text{ cm}^{-1}$.

3.4 méthylpolyarylméthanés: Liquides isolants constitués de dérivés de méthylpolyarylméthanés, principalement un mélange de mono/di-benzyl toluène (M/DBT).

NOTE - Ces produits sont caractérisés par des bandes d'absorption dans l'infrarouge à $3\,025$, $1\,606$ et 705 cm^{-1} .

4 Identification et prescriptions générales à la livraison

4.1 Les produits sont normalement livrés en camions-citernes, en wagons-citernes ou en fûts, spécialement nettoyés pour cet usage.

4.2 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.

5 Echantillonnage

L'échantillonnage est effectué suivant la procédure décrite dans la CEI 475.

3 Definitions

General remark

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

For the purposes of this International Standard, the following definitions apply.

3.1 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.

3.2 alkyldiphenylethanes: Insulating liquids consisting of diphenylethanes derivatives; normally the two aryl groups carry short alkyl groups.

NOTE - This type of product is characterized by infrared absorption bands at $3\,070$, $1\,606$ and 705 cm^{-1} .

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

NOTE - This type of product is characterized by infrared absorption bands at $3\,070$, $1\,605$, $1\,380$ and $1\,360\text{ cm}^{-1}$.

3.4 methylpolyarylmethanes: Insulating liquids consisting of methylpolyarylmethanes derivatives mainly based on a blend of mono/di-benzyl toluene (M/DBT).

NOTE - This type of product is characterized by infrared absorption bands at $3\,025$, $1\,606$ and 705 cm^{-1} .

4 Identification and general delivery requirements

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

4.2 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.

5 Sampling

Sampling shall be carried out in accordance with the procedure described in IEC 475.

6 Méthodes d'essai

6.1 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.

6.2 Masse volumique

Toutes les méthodes classiques peuvent être utilisées. En cas de litige, la masse volumique est déterminée selon les prescriptions de l'ISO 3675. La masse volumique est mesurée à 20 °C.

6.3 Viscosité cinématique

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

6.4 Point d'éclair

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

6.5 Point d'écoulement

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

6.6 Indice de neutralisation

6.6.1 Réactifs

- a) Solution alcoolique d'hydroxyde de potassium (KOH) 0,1 mol/dm³.
- b) Toluène, exempt de soufre.
- c) Ethanol azéotropique (température d'ébullition 78,2 °C).
- d) Solution d'acide chlorhydrique (HCl) 0,1 mol/dm³.
- e) Solution d'indicateur bleu alcalin: dissoudre 2 g de bleu alcalin 6 B dans 100 cm³ d'éthanol azéotropique contenant 1 cm³ d'acide chlorhydrique 0,1 mol/dm³. 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(NO₃)₂.6H₂O].

Si la sensibilisation est insuffisante, ajouter à nouveau de l'acide chlorhydrique 0,1 mol/dm³ 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.

6.6.2 Procédure

Dans un flacon conique à bouchon de 250 cm³, peser 20 g de l'échantillon à 0,05 g près.

Dans un autre flacon conique contenant un mélange de 60 cm³ de toluène et de 40 cm³ d'éthanol, ajouter 2 cm³ de la solution d'indicateur. Neutraliser la solution avec la solution alcoolique de KOH 0,1 mol/dm³ jusqu'à l'obtention d'une couleur rouge comparable à celle d'une solution à 10 % de nitrate de cobalt [Co(NO₃)₂.6H₂O] et qui persiste pendant au moins 15 s.

6 Test methods

6.1 Appearance

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

6.2 Density

Any recognized test method may be used. In case of dispute, the method to be used shall be that given in ISO 3675. Density shall be measured at 20 °C.

6.3 Kinematic viscosity

Kinematic viscosity shall be measured according to ISO 3104.

6.4 Flash-point

Flash-point shall be determined according to ISO 2719.

6.5 Pour-point

Pour-point shall be determined according to ISO 3016.

6.6 Neutralization value

6.6.1 Reagents

- Standard alcoholic potassium hydroxide (KOH) solution 0,1 mol/dm³.
- Toluene, sulphur-free.
- Azeotropic ethanol (boiling-point 78,2 °C).
- Standard hydrochloric acid solution (HCl) 0,1 mol/dm³.
- Alkali blue indicator solution: 2 g of alkali blue 6 B are dissolved in 100 cm³ of azeotropic ethanol containing 1 cm³ hydrochloric acid 0,1 mol/cm³. 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(NO₃)₂·6H₂O].

Should sensitization be insufficient, repeat the addition of 0,1 mol/dm³ hydrochloric acid and check again after 24 h. Continue until sensitization is satisfactory. Filter and store in a brown glass bottle in the dark.

6.6.2 Procedure

Weigh 20 g of the sample to the nearest 0,05 g into a 250 cm³ stoppered conical flask.

To a mixture of 60 cm³ of toluene and 40 cm³ of ethanol in a second flask add 2 cm³ of indicator solution. Neutralize the solution with 0,1 mol/dm³ KOH solution until a red colour comparable to that of a solution of 10 % cobalt nitrate [Co(NO₃)₂·6H₂O] is obtained and persists for at least 15 s.

Ajouter cette solution à l'échantillon, agiter et titrer immédiatement avec la solution de KOH 0,1 mol/dm³, 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 est le nombre de centimètres cubes de KOH 0,1 mol/dm³ utilisés lors du titrage

N est la molarité de la solution de KOH

m est la masse de l'échantillon de liquide exprimée en grammes

6.7 Teneur en chlore

La méthode décrite dans ce paragraphe 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.

6.7.1 Réactifs

- Solution étalon d'acide nitrique (HNO₃), qualité pour analyse. Diluer 190 g d'acide nitrique concentré à 1 dm³ par de l'eau distillée.
- Alcool isopropylique, qualité pour analyse.
- Nitrate d'argent (AgNO₃), qualité pour analyse. Solution étalon (0,025 mol/dm³)
- Peser avec précision 0,4247 g de nitrate d'argent, l'introduire dans une fiole jaugée de 1 dm³ et ajouter de l'eau distillée pour dissoudre. Ajouter ensuite 3 cm³ d'acide nitrique concentré (masse volumique 1,42 kg/dm³) et porter à 1 dm³ 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 que celui qui est utilisé dans les cellules de spectrophotométrie infra-rouge 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 diphényle de sodium (C₆H₅C₆H₄Na)

NOTE Réactif des organohalogénés: 30 cm³ de ce réactif sont normalement nécessaires pour avoir un excès de réactif. La préparation de solution de diphényle de sodium est décrite dans «McCoy – The Inorganic Analysis of Petroleum, Chemical Publishing Co. Inc., 212 Fifth Avenue, New York».

6.7.2 Appareillage

- Ampoule à décanter de 250 cm³.
- 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 cm³ graduée en 0,01 cm³.

Add this solution to the sample, swirl and immediately titrate at a temperature not above 25 °C with 0,1 mol/dm³ 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 is the number of cubic centimeters of 0,1 mol/dm³ KOH used in the titration

N is the molarity of the KOH solution

m is the mass of the sample in grams

6.7 Chlorine content

The method described in this subclause is suitable for obtaining the total chlorine content in hydrocarbon liquids. However, any other chemical or instrumental method known to produce comparable results could be used.

6.7.1 Reagents

- Standard solution of nitric acid (HNO₃), analytical grade. Dilute 190 g of concentrated nitric acid to 1 dm³ with distilled water.
- Isopropyl alcohol, analytical grade.
- Silver nitrate (AgNO₃), analytical grade. Standard solution (0,025 mol/dm³)
- Weigh accurately 0,4247 g of silver nitrate. Transfer it to 1 litre volumetric flask and add distilled water to dissolve. Add 3 cm³ of concentrated nitric acid (density 1,42 kg/dm³) and then add distilled water to the 1 dm³ 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 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 (C₆H₅C₆H₄Na)

NOTE - Organic halogen reagent: 30 cm³ 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".

6.7.2 Apparatus

- Separatory funnel, 250 cm³.
- 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 cm³ with 0,01 cm³ divisions.

6.7.3 Procédure

6.7.3.1 Dans un bécher de 150 cm³, dissoudre 35,5 g ± 0,1 g de liquide à analyser dans 25 cm³ 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 cm³ de toluène et les ajouter dans l'ampoule à décanter.

6.7.3.2 Ajouter un excès de solution de diphényle de sodium (généralement 30 cm³ 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.

6.7.3.3 Laisser reposer le mélange bleu-vert pendant 5 min afin que la réaction s'achève. Enlever le bouchon, ajouter 2 cm³ d'alcool isopropylique. Le bouchon étant enlevé, mélanger jusqu'à ce que l'excès de réactif soit détruit.

6.7.3.4 Ajouter lentement 50 cm³ 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 cm³ de la solution d'acide nitrique. Laisser écouler les phases aqueuses dans le bécher qui contient le premier extrait.

6.7.3.5 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'AgNO₃ (0,025 mol/dm³). Noter les valeurs après l'addition de chaque goutte de la solution d'AgNO₃.

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.

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

6.7.4 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 est le nombre de centimètres cubes de la solution d'AgNO₃ nécessaire pour le titrage de l'échantillon

B est le nombre de centimètres cubes de la solution d'AgNO₃ nécessaire pour le titrage à blanc

N est la molarité de la solution d'AgNO₃

m est la masse, en grammes, de l'échantillon

35,5 est la masse atomique du chlore

6.7.3 Procedure

6.7.3.1 Dissolve $35,5\text{g} \pm 0,1\text{ g}$ of the liquid under test in 25 cm^3 toluene in a 150 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 cm^3 toluene and add the rinses to the funnel.

6.7.3.2 Add an excess (about 30 cm^3 is usually sufficient) of sodium diphenyl solution to the contents of the separatory funnel. The 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.

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

6.7.3.4 Add slowly 50 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 cm^3 portions of nitric acid solution. Drain the aqueous phases into the beaker containing the first extract.

6.7.3.5 Place the beaker containing the aqueous phase on the titration stand and insert the electrode system. Start the stirrer and record the initial value of potential or pH. Titrate slowly with AgNO_3 solution ($0,025\text{ mol/dm}^3$), recording readings after the addition of each drop of 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.

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

6.7.4 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 is the number of cubic centimetres of AgNO_3 solution required for titration of the sample

B is the number of cubic centimetres of AgNO_3 solution required for titration of the blank

N is the molarity of the AgNO_3 solution

m is the mass in grams of sample used

35,5 is the atomic mass of chlorine

6.8 *Teneur en eau*

La teneur en eau est déterminée suivant la méthode décrite dans la CEI 814.

6.9 *Soufre corrosif*

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

6.10 *Tension de claquage*

La tension de claquage est déterminée suivant la méthode décrite dans la CEI 156.

6.11 *Facteur de dissipation diélectrique et résistivité volumique*

Ces propriétés sont déterminées suivant les méthodes décrites dans la CEI 247.

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

Le gassing est déterminé soit par la méthode A, soit par la méthode B décrites dans la CEI 628.

7 **Fidélité et interprétation des résultats**

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 dans les feuilles 1, 2, 3 et 4.

8 **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 dans la feuille 1 quand les essais sont effectués conformément aux méthodes spécifiées à l'article 6.

Suivant la CEI 1039 ils sont désignés comme suit: L-NY-867-1.

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 peut être entreprise si nécessaire.

9 **Spécifications pour alkyldiphénylétanes pour condensateurs**

Les caractéristiques des produits à base d'alkyldiphénylétanes, utilisés comme matière d'imprégnation pour condensateurs, doivent respecter les valeurs limites spécifiées dans la feuille 2 quand les essais sont effectués conformément aux méthodes spécifiées à l'article 6.

Suivant la CEI 1039 ils sont désignés comme suit: L-NC-867-2.

6.8 *Water content*

Water content shall be determined according to IEC 814.

6.9 *Corrosive sulphur*

Corrosive sulphur shall be determined according to ISO 5662.

6.10 *Breakdown voltage*

Breakdown voltage shall be determined according to IEC 156.

6.11 *Dielectric dissipation factor and volume resistivity*

The properties shall be determined according to IEC 247.

6.12 *Stability under electrical stress and ionization (gassing)*

The gassing shall be determined by either Method A or Method B of IEC 628.

7 **Precision and interpretation of test results**

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, 3 and 4.

8 **Specifications for capacitor and cable alkylbenzenes**

When tested in accordance with the methods specified in clause 6, 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.

According to IEC 1039 they are designated as follows: L-NY-867-1.

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.

9 **Specifications for capacitor alkyldiphenylethanes**

When tested in accordance with the methods specified in clause 6, the properties of alkyldiphenylethane-based products used as impregnant in capacitors shall meet the requirements given in specification sheet 2.

According to IEC 1039 they are designated as follows: L-NC-867-2.

10 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 dans la feuille 3 quand les essais sont effectués conformément aux méthodes spécifiées à l'article 6.

Suivant la CEI 1039 ils sont désignés comme suit: L-NC-867-3.

11 Spécifications pour méthylpolyarylméthanes pour condensateurs

Les caractéristiques des produits à base de méthylpolyarylméthanes, utilisés comme matière d'imprégnation pour condensateurs, doivent respecter les valeurs limites spécifiées dans la feuille 4 quand les essais sont effectués conformément aux méthodes spécifiées à l'article 6. Suivant la CEI 1039 ils sont désignés comme suit: L-NC-867-4.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60867:1993

10 Specifications for capacitor alkylnaphthalenes

When tested in accordance with the methods specified in clause 6 the properties of alkylnaphthalene-based products used as impregnant in capacitors shall meet the requirements given in specification sheet 3.

According to IEC 1039 they are designated as follows: L-NC-867-3.

11 Specifications for capacitor methylpolyarylmethanes

When tested in accordance with the methods specified in clause 6, the properties of polyalkylarylmethane based products used as impregnant in capacitors shall meet the requirements given in specification sheet 4. According to IEC 1039 they are designated as follows: L-NC-867-4.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60867:1993

FEUILLE 1

Spécifications pour alkylbenzènes pour condensateurs et câbles

Propriétés	Méthode d'essai (paragraphe)	Valeurs admissibles		
		Classe I	Classe II	Classe III
<i>Physiques</i>				
– Aspect	6.1	Limpide et exempt de matière en suspension ou de dépôt		
– Masse volumique à 20 °C (kg/dm³)	6.2	0,850 à 0,880	0,850 à 0,880	0,850 à 0,885
– Viscosité cinématique à 40 °C (mm²/s)	6.3	Max. 6	Min. 5 – Max. 11	Min. 10 – Max. 50
– Point d'éclair (°C)	6.4	Min. 110	Min. 130	Min. 150
– Point d'écoulement (°C)	6.5	Max. –45	Max. –45	Max. –30
<i>Chimiques</i>				
– Indice de neutralisation (mg KOH/g)	6.6	Max. 0,03		
– Teneur en chlore (mg/kg)	6.7	Max. 30		
– Teneur en eau (mg/kg)	6.8	Max. 75		
– Soufre corrosif	6.9	Non corrosif		
<i>Electriques</i>				
– Tension de claquage (kV)	6.10	Min. 30 ¹⁾		
– Résistivité volumique à 90 °C (TΩ.m)	6.11	Min. 0,5 ¹⁾		
– Facteur de dissipation diélectrique, tan δ à 90 °C et 40 Hz à 60 Hz	6.11	Max. 0,002 ¹⁾		
– Stabilité sous contrainte électrique et ionisation (gassing) ²⁾ (soit la méthode A, soit la méthode B)	6.12			
Absorption (mm³/min)	Méthode A	Min. 20		
Absorption (cm³)	Méthode B	Min. 2,5		

1) Les valeurs limites spécifiées tiennent compte des conditions de livraison les plus défavorables. Ces valeurs concernent les liquides en état de réception.

2) 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

Specifications for capacitor and cable alkylbenzenes

Property	Test method (subclause)	Permissible value		
		Class I	Class II	Class III
<i>Physical</i>				
– Appearance	6.1	Clear, no suspended matter of sediments		
– Density at 20 °C (kg/dm³)	6.2	0,850 to 0,880	0,850 to 0,880	0,850 to 0,885
– Kinematic viscosity at 40 °C (mm²/s)	6.3	Max. 6	Min. 5 – Max. 11	Min. 10 – Max. 50
– Flash-point (°C)	6.4	Min. 110	Min. 130	Min. 150
– Pour-point (°C)	6.5	Max. –45	Max. –45	Max. –30
<i>Chemical</i>				
– Neutralization value (mg KOH/g)	6.6		Max. 0,03	
– Chlorine content (mg/kg)	6.7		Max. 30	
– Water content (mg/kg)	6.8		Max. 75	
– Corrosive sulphur	6.9		Non-corrosive	
<i>Electrical</i>				
– Breakdown voltage (kV)	6.10		Min. 30 ¹⁾	
– Volume resistivity at 90 °C (TΩ.m)	6.11		Min. 0,5 ¹⁾	
– Dielectric dissipation factor, tan δ at 90 °C and 40 Hz to 60 Hz	6.11		Max. 0,002 ¹⁾	
– Stability under electrical stress and ionization (gassing) ²⁾ (either method A or method B)	6.12			
Absorption (mm³/min)	Method A		Min. 20	
Absorption (cm³)	Method B		Min. 2,5	

1) The specified limiting values take into account the most unfavourable delivery conditions. These values relate to liquids as received.

2) 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.

FEUILLE 2

Spécifications pour alkyldiphénylétanes pour condensateurs

Propriétés	Méthode d'essai (paragraphe)	Valeurs admissibles
<i>Physiques</i>		
– Aspect	6.1	Limpide et exempt de matière en suspension ou de dépôt
– Masse volumique à 20 °C (kg/dm³)	6.2	0,950 à 1,000
– Viscosité cinématique à 40 °C (mm²/s)	6.3	Max. 7
– Point d'éclair (°C)	6.4	Min. 140
– Point d'écoulement (°C)	6.5	Max. –40
<i>Chimiques</i>		
– Indice de neutralisation (mg KOH/g)	6.6	Max. 0,03
– Teneur en chlore (mg/kg)	6.7	Max. 30
– Teneur en eau (mg/kg)	6.8	Max. 100
– Soufre corrosif	6.9	Non corrosif
<i>Electriques</i>		
– Tension de claquage (kV)	6.10	Min. 30 ¹⁾
– Résistivité volumique à 90 °C (TΩ.m)	6.11	Min. 0,5 ¹⁾
– Facteur de dissipation diélectrique, tan δ à 90 °C et 40 Hz à 60 Hz	6.11	Max. 0,002 ¹⁾
– Stabilité sous contrainte électrique et ionisation (gassing) Absorption (mm³/min)	6.12 Méthode A	Min. 100
¹⁾ Les valeurs limites spécifiées tiennent compte des conditions de livraison les plus défavorables. Ces valeurs concernent les liquides en état de réception.		