

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61099

Première édition
First edition
1992-05

**Spécifications pour esters organiques
de synthèse neufs à usages électriques**

**Specifications for unused synthetic
organic esters for electrical purposes**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 61099: 1992

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 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**

61099

Première édition
First edition
1992-05

**Spécifications pour esters organiques
de synthèse neufs à usages électriques**

**Specifications for unused synthetic
organic esters for electrical purposes**

© IEC 1992 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 Varembé 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

L

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

CORRIGENDUM 1

Page 6

2 Références normatives

Dans la liste des normes, au lieu de

CEI 813: 1985, *Méthode d'essai pour valuer la stabilité l'oxydation des diélectriques liquides base d'hydrocarbures*

lire

CEI 1125: 1992, *Isolants liquides neufs base d'hydrocarbures – Méthodes d'essai pour valuer la stabilité l'oxydation*

Page 14

9.12 *Stabilité l'oxydation*

Au lieu de

... selon la CEI 813, ...

lire

... selon la CEI 1125, Méthode C, ...

Page 7

2 Normative references

In the list of standards, instead of

IEC 813: 1985, *Test method for evaluating the oxidation stability of hydrocarbon insulating liquids*

read

IEC 1125: 1992, *Unused hydrocarbon-based insulating liquids – Test methods for evaluating the oxidation stability*

Page 15

9.12 *Oxidation stability*

Instead of

... according to IEC 813, ...

read

... according to IEC 1125, Method C, ...

IEC NORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61099:1992

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
Articles	
1 Domaine d'application	6
2 Références normatives	6
3 Description et propriétés générales	8
4 Sécurité	8
5 Stockage et maintenance	10
6 Elimination	10
7 Emballage et étiquetage	10
8 Echantillonnage	10
9 Méthodes d'essai	10
10 Fidélité et interprétation des résultats d'essais	16
11 Spécifications pour esters organiques de synthèse utilisés dans les transformateurs	16
12 Spécifications pour esters organiques de synthèse utilisés dans les condensateurs	16
Feuille de spécifications 1	16
Feuille de spécifications 2	18

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
Clause	
1 Scope	7
2 Normative references	7
3 Description and general properties	9
4 Safety	9
5 Storage and maintenance	11
6 Disposal	11
7 Packaging and labelling	11
8 Sampling	11
9 Test methods	11
10 Precision and interpretation of test results	17
11 Specifications for synthetic organic esters used in transformers	17
12 Specifications for synthetic organic esters used in capacitors	17
Specification sheet 1	17
Specification sheet 2	19

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SPÉCIFICATIONS POUR ESTERS ORGANIQUES DE SYNTHÈSE NEUFS À USAGES ÉLECTRIQUES

AVANT-PROPOS

- 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.
- 4) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand il est déclaré qu'un matériel est conforme à l'une de ses recommandations.

La présente Norme internationale a été établie par le Comité d'Etudes n° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
10(BC)259	10(BC)265

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

**SPECIFICATIONS FOR UNUSED SYNTHETIC ORGANIC ESTERS
FOR ELECTRICAL PURPOSES**

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.
- 4) The IEC has not laid down any procedure concerning marking as an indication of approval and has no responsibility when an item of equipment is declared to comply with one of its recommendations.

This International Standard has been prepared by IEC Technical Committee No. 10: Fluids for electrotechnical applications.

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

DIS	Report on Voting
10(CO)259	10(CO)265

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

SPÉCIFICATIONS POUR ESTERS ORGANIQUES DE SYNTHÈSE NEUFS À USAGES ÉLECTRIQUES

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les caractéristiques des esters organiques de synthèse destinés à être utilisés comme liquides isolants dans les transformateurs et autres matériels électriques.

- Les articles 3 à 8 décrivent les esters organiques de synthèse et donnent des indications générales sur leurs propriétés, leur sécurité, leur stockage et leur élimination. Ils donnent également les prescriptions d'emballage, d'étiquetage et d'échantillonnage.
- L'article 9 décrit les méthodes d'essai qui doivent être utilisées pour évaluer les propriétés des esters organiques de synthèse.
- Les articles 11 et 12 spécifient les caractéristiques nécessaires des esters organiques de synthèse destinés à être utilisés dans les transformateurs et condensateurs. D'autres feuilles de spécifications pourront être ajoutées si nécessaire.

NOTE - La maintenance des esters dans les matériels fera l'objet d'une publication séparée.

2 Références normatives

Les normes suivantes 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. Toute norme est sujette 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 normes indiquées 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 813: 1985, *Méthode d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation des diélectriques liquides à base d'hydrocarbures.*

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

SPECIFICATION FOR UNUSED SYNTHETIC ORGANIC ESTERS FOR ELECTRICAL PURPOSES

1 Scope

This International Standard specifies characteristics of synthetic organic esters intended for use as insulating liquids in transformers and other electrical equipment.

- Clauses 3 to 8 describe the synthetic organic esters and give general guidance on their properties, safety, storage and disposal. They also give requirements for packaging, labelling and sampling.
- Clause 9 describes the test methods that shall be employed to test the properties of synthetic organic esters.
- Clauses 11 and 12 specify the required characteristics of synthetic organic esters intended for use in transformers and capacitors. Other specification sheets will be added when required.

NOTE - Maintenance of esters in equipment will be covered in a separate publication.

2 Normative references

The following standards 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 standards 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 standards indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standard.

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 813: 1985, *Test method for evaluating the oxidation stability of hydrocarbon insulating liquids.*

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

ISO 2211: 1973, *Produits chimiques liquides - Détermination de la coloration en unités Hazen (échelle platine-cobalt).*

ISO 2592: 1973, *Produits pétroliers - Détermination des points d'éclair et de feu - Méthode Cleveland en vase ouvert.*

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 5661: 1983, *Produits pétroliers: Hydrocarbures liquides - Détermination de l'indice de réfraction.*

3 Description et propriétés générales

Les esters organiques de synthèse, auxquels s'applique la présente norme, sont des liquides qui ne contiennent que du carbone, de l'hydrogène et de l'oxygène. Ils sont préparés à partir de monoalcools ou de polyalcools et de monoacides ou de polyacides aliphatiques ou aromatiques.

Les produits commerciaux peuvent être constitués d'un seul ester ou d'un mélange d'esters et peuvent contenir des stabilisants.

Les esters organiques de synthèse pour transformateurs présentent des points d'éclair et de feu élevés et sont donc relativement difficiles à enflammer. Leurs autres propriétés physiques sont, dans la plupart des cas, semblables à celles des huiles minérales isolantes. Cependant, dans certains cas, leur viscosité peut être supérieure à celle des huiles minérales isolantes classiques pour transformateurs.

Les esters sont plus sensibles à l'humidité que les huiles minérales, ce dont il sera nécessaire de tenir compte lors de leur utilisation ou de leur maintenance.

4 Sécurité

La manipulation des esters liquides ne présente pas de risques pour la santé. Bien que n'irritant pas la peau, ce sont des solvants des graisses minérales et, lors de leur manipulation, le port de gants imperméables est conseillé. Les esters synthétiques n'irritent pas les yeux. Toutefois, conformément aux règles normales d'hygiène industrielle, le port de lunettes de sécurité est recommandé. En cas de projection dans les yeux, il est recommandé de les rincer abondamment avec de l'eau propre et de consulter un médecin.

Des informations détaillées sur la toxicité de ces liquides peuvent être obtenues auprès des fabricants ou des fournisseurs.

ISO 2211: 1973, *Liquid chemical products - Measurement of colour in Hazen units (platinum-cobalt scale)*.

ISO 2592: 1973, *Petroleum products - Determination of flash and fire-points - Cleveland open cup method*.

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 5661: 1983, *Petroleum products - Hydrocarbon liquids - Determination of refractive index*.

3 Description and general properties

The synthetic organic esters to which this standard applies are liquids which contain only carbon, hydrogen and oxygen. They are prepared from mono or polyhydric alcohols and mono or polybasic aliphatic or aromatic acids.

Commercial products may be based on single esters or a mixture of esters and may contain stabilizers.

Synthetic organic esters selected for use in transformers have high flash and fire points and are therefore relatively difficult to ignite. Their other physical properties are in most cases similar to those of mineral insulating oils. They may, however, have slightly higher viscosities than conventional transformer mineral insulating oils.

Esters are more sensitive to moisture than mineral oils and this aspect will need to be considered in their use and maintenance.

4 Safety

The handling of ester liquids is not hazardous to health. Although not skin irritants, esters are solvents for natural fats and, when handling, the use of impervious gloves is advisable. Synthetic esters are also non-irritant to the eyes. However, in accordance with normal industrial hygiene, the use of safety glasses is also recommended. If eye contact does occur, large quantities of clean water should be used for irrigation and medical attention should be sought.

Detailed information on the toxicity of these liquids can be obtained from the manufacturers or suppliers.

5 Stockage et maintenance

Il est préférable de stocker les esters sous abri dans des récipients hermétiques afin d'éviter les entrées d'humidité et d'impuretés.

En cas de contamination accidentelle par de l'eau et/ou des particules solides en cours de stockage, le liquide peut normalement être reconditionné à un niveau de qualité satisfaisant par un traitement sous vide, suivi d'une filtration, ou à l'aide d'agents de dessiccation solides tels que tamis moléculaires, suivi d'une filtration.

6 Elimination

Pour l'élimination on doit se conformer à la réglementation locale. Il est possible d'éliminer les esters organiques de synthèse de la même manière que les huiles minérales isolantes. Normalement, si elle est nécessaire, l'élimination peut être effectuée sur des sites agréés, ou dans des incinérateurs de déchets municipaux. Il est conseillé de nettoyer les épanchements au moyen de substances absorbantes. Cependant, de faibles quantités de liquide se propageant dans l'environnement ne présentent aucun risque particulier.

7 Emballage et étiquetage

7.1 Les esters organiques de synthèse doivent être transportés dans des conteneurs propres, hermétiquement fermés et compatibles avec le liquide transporté.

7.2 Chaque conteneur doit porter au minimum les renseignements ci-après:

- numéro de la présente Norme internationale;
- appellation commerciale;
- numéro du lot;
- toutes les instructions exigées par la réglementation des autorités locales.

NOTE - Il convient que les matériels remplis d'esters organiques de synthèse soient étiquetés conformément aux prescriptions de la norme relative à ces matériels et concernant le liquide isolant.

8 Echantillonnage

Le liquide doit être échantillonné conformément à la CEI 475, en appliquant le mode opératoire convenant à la masse volumique du liquide à échantillonner.

9 Méthodes d'essai

9.1 Couleur

La couleur doit être mesurée conformément à l'ISO 2211.

9.2 Aspect

L'aspect est estimé en examinant, en lumière transmise, un échantillon représentatif de l'ester sous une épaisseur approximative de 10 cm et à température ambiante.

5 Storage and maintenance

Storage should preferably be indoors and in sealed containers to prevent ingress of moisture and dirt.

In the event of accidental contamination by water and/or solid particles during storage, the liquid can normally be restored to an acceptable quality by vacuum treatment followed by filtration or by using solid drying agents such as molecular sieves, followed by filtration.

6 Disposal

Local regulations shall be complied with. Synthetic organic esters may be disposed of in the same manner as mineral insulating oils. Normally, disposal, if required, may be carried out at approved sites, or in incinerators suitable for municipal wastes. Spillages should be cleaned by means of absorbent media. However, small quantities of liquid entering the environment do not present a special hazard.

7 Packaging and labelling

7.1 Transport of synthetic organic esters shall be in clean hermetically sealed containers which do not interact with the contents.

7.2 Each container shall display the following minimum information:

- number of this International Standard;
- supplier's designation;
- batch number;
- any notices required by local regulatory authorities.

NOTE - Equipment filled with synthetic organic esters should be labelled in accordance with the requirements of the equipment standard in respect of the insulating liquid.

8 Sampling

The liquid shall be sampled in accordance with IEC 475 using the procedure consistent with the density of the liquid being sampled.

9 Test methods

9.1 Colour

Colour shall be measured according to ISO 2211.

9.2 Appearance

Appearance shall be evaluated by examining a representative sample of the ester in transmitted light under a thickness of approximately 10 cm and at ambient temperature.

9.3 *Masse volumique*

La masse volumique doit être mesurée à 20 °C selon l'ISO 3675.

9.4 *Viscosité cinématique*

La viscosité cinématique doit être mesurée selon l'ISO 3104.

9.5 *Point d'éclair*

Le point d'éclair doit être mesuré selon l'ISO 2719.

9.6 *Point de feu*

Le point de feu doit être mesuré selon l'ISO 2592.

9.7 *Indice de réfraction*

L'indice de réfraction doit être mesuré selon l'ISO 5661.

9.8 *Point d'écoulement*

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

9.9 *Cristallisation*

9.9.1 *Résumé de la méthode*

Cette méthode décrit un mode opératoire permettant d'évaluer la tendance des esters organiques de synthèse à cristalliser, dans certaines conditions spécifiques.

9.9.2 *Appareillage*

- a) cristalliseur d'une capacité appropriée (150 ml à 250 ml)
- b) réfrigérateur permettant de maintenir une température de $-25\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.

9.9.3 *Mode opératoire*

- a) Dans un cristalliseur, verser environ 100 ml de l'ester organique de synthèse à essayer.
- b) Maintenir pendant 16 h, dans le réfrigérateur à $-25\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, le cristalliseur contenant l'ester de synthèse à essayer.
- c) A la fin de la période d'essai, examiner visuellement l'échantillon de liquide afin d'y déceler la présence de cristaux.

9.10 *Teneur en eau*

La teneur en eau doit être déterminée selon la CEI 814.

9.11 *Indice de neutralisation*

9.11.1 *Réactifs*

- a) Solution alcoolique d'hydroxyde de potassium (KOH) standard 0,1 mol/l.
- b) Toluène, exempt de soufre.

9.3 *Density*

Density shall be measured at 20 °C according to ISO 3675.

9.4 *Kinematic viscosity*

Kinematic viscosity shall be measured according to ISO 3104.

9.5 *Flash-point*

Flash-point shall be determined according to ISO 2719.

9.6 *Fire-point*

Fire-point shall be determined according to ISO 2592.

9.7 *Refractive index*

The refractive index shall be determined according to ISO 5661.

9.8 *Pour-point*

The pour-point shall be determined according to ISO 3016.

9.9 *Crystallization*

9.9.1 *Outline of the method*

This method describes a procedure for assessing the tendency of synthetic organic esters to crystallize under certain specific conditions.

9.9.2 *Apparatus*

- a) crystallizing dish of adequate capacity (150 ml to 250 ml)
- b) a refrigerator able to maintain a temperature of $-25\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.

9.9.3 *Procedure*

- a) Pour into the crystallizing dish approximately 100 ml of the synthetic organic ester to be tested.
- b) Store for 16 h in the refrigerator maintained at $-25\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, the crystallizing dish filled with the synthetic ester to be tested.
- c) At the end of the test period examine the liquid sample visually in order to detect the presence of crystals.

9.10 *Water content*

Water content shall be determined according to IEC 814.

9.11 *Neutralization value*

9.11.1 *Reagents*

- a) Standard alcoholic potassium hydroxide (KOH) solution 0,1 mol/l.
- b) Toluene, sulphur-free.

- c) Ethanol azéotropique (température d'ébullition 78,2 °C).
- d) Solution d'acide chlorhydrique (HCl) standard 0,1 mol/l.
- e) Solution d'indicateur bleu alcalin: dissoudre 2 g de bleu alcalin 6 B dans 100 ml d'éthanol azéotropique, contenant 1 ml d'acide chlorhydrique 0,1 mol/l. 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 au rouge comparable à celui d'une solution à 10 % de nitrate de cobalt $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$.

Si la sensibilisation est insuffisante, ajouter à nouveau de l'acide chlorhydrique 0,1 mol/l et vérifier après 24 h. Continuer jusqu'à ce que la sensibilisation soit suffisante. La solution doit être filtrée et entreposée dans l'obscurité dans une bouteille en verre brun.

9.11.2 Mode opératoire

Peser, dans une fiole conique avec bouchon de 250 ml, 20 g de l'échantillon à 0,05 g près.

Dans une autre fiole conique contenant un mélange de 60 ml de toluène et de 40 ml d'éthanol, ajouter 2 ml de la solution d'indicateur. Neutraliser la solution avec la solution alcoolique de KOH 0,1 mol/l jusqu'à l'obtention d'une couleur rouge comparable à celle d'une solution à 10 % de nitrate de cobalt $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ persistant pendant au moins 15 s.

Ajouter cette solution à l'échantillon, agiter et titrer immédiatement avec la solution de KOH 0,1 mol/l, à une température ne dépassant pas 25 °C, jusqu'au virage.

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

$$NV = \frac{V \times M \times 56,1}{G}$$

où:

V est le nombre de millilitres cubes de KOH 0,1 mol/l utilisés

M est la molarité de la solution de KOH

G est la masse de l'échantillon de liquide, en grammes.

9.12 Stabilité à l'oxydation

La stabilité à l'oxydation doit être déterminée selon la CEI 813, la durée de l'essai étant de 164 h.

9.13 Tension de claquage

La tension de claquage doit être déterminée selon la CEI 156.

9.14 Facteur de dissipation diélectrique, permittivité et résistivité en courant continu

Ces propriétés doivent être déterminées à 90 °C selon la CEI 247. Les solvants à base d'hydrocarbures conviennent pour le nettoyage de la cellule.

- c) Azeotropic ethanol (boiling-point 78,2 °C).
- d) Standard hydrochloric acid solution (HCl) 0,1 mol/l.
- e) Alkali blue indicator solution: 2 g of alkali blue 6 B shall be dissolved in 100 ml of azeotropic ethanol containing 1 ml hydrochloric acid 0,1 mol/l. After 24 h, an acid value test shall be carried out 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 $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$.
Should sensitization be insufficient, the addition of 0,1 mol/l hydrochloric acid shall be repeated and a check made again after 24 h. Sensitization shall be continued until it is satisfactory. The solution shall then be filtered into a brown glass bottle and stored in the dark.

9.11.2 Procedure

20 g of the sample shall be weighed to the nearest 0,05 g into a 250 ml stoppered conical flask.

In a second conical flask, 2 ml of indicator solution shall be added to a mixture of 60 ml of toluene and 40 ml of ethanol. The solution shall be neutralized with 0,1 mol/l KOH solution until a red colour comparable to 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.

This solution shall be added to the sample, swirled and immediately titrated at a temperature not exceeding 25 °C with 0,1 mol/l KOH solution to the above end-point.

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

$$NV = \frac{V \times M \times 56,1}{G}$$

where:

V is the number of cubic millilitres of 0,1 mol/l KOH used

M is the molarity of the KOH solution

G is the mass of the liquid sample, in grams

9.12 Oxidation stability

Oxidation stability shall be determined according to IEC 813, with a test duration of 164 h.

9.13 Breakdown voltage

Breakdown voltage shall be determined according to IEC 156.

9.14 Dielectric dissipation factor, permittivity and d.c. resistivity

These properties shall be determined at 90 °C according to IEC 247. Hydrocarbon solvents are suitable for cleaning the test cell.

9.15 *Gassing sous contrainte électrique et ionisation*

Le gassing sous contrainte électrique et ionisation doit être mesuré selon la méthode A de la CEI 628.

10 **Fidélité et interprétation des résultats d'essais**

La fidélité de chacune des méthodes spécifiées doit être utilisée seulement comme guide d'un accord possible entre les mesures des propriétés faites en double et ne doit pas être considérée comme une limite de tolérance, applicable aux valeurs limites prescrites dans les feuilles de spécifications 1 et 2.

11 **Spécifications pour esters organiques de synthèse utilisés dans les transformateurs**

Les propriétés du liquide se conformant à cette norme ne doivent pas excéder les valeurs limites prescrites dans la feuille de spécifications 1, les essais étant effectués selon les méthodes spécifiées à l'article 9.

12 **Spécifications pour esters organiques de synthèse utilisés dans les condensateurs**

Les propriétés du liquide se conformant à cette norme ne doivent pas excéder les valeurs limites prescrites dans la feuille de spécifications 2, les essais étant effectués selon les méthodes spécifiées à l'article 9.