NORME INTERNATIONALE

INTERNATIONAL STANDARD

CEI
IEC
60588-2

Première édition
First edition
1978-01

Askarels pour transformateurs et condensateurs

Deuxième partie: Méthodes d'essai

Askarels for transformers and capacitors

Part 2: Test methods



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60588-2: 1978

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

NORME INTERNATIONALE

INTERNATIONAL STANDARD

CEI
IEC
60588-2

Première édition
First edition
1978-01

Askarels pour transformateurs et condensateurs

Deuxième partie: Méthodes d'essai

Askarels for transformers and capacitors

Part 2: Test methods

© IEC 1978 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 3, rue de Varembé Geneva, Switzerland
Telefax: +41 22 919 0300 e-mail: inmail@iec.ch IEC web site http: //www.iec.ch

Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE S

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

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale

SOMMAIRE

Pages

PRÉAMBULE 4

PRÉFACE 4

INTRODUCTION 8

Articles

1. Domaine d'application 8
2. Couleur et aspect 8
3. Masse volumique 10
4. Indice de réfraction 10
5. Viscosité 10
6. Point de feu 12
7. Point d'écoulement 12
8. Indice de neutralisation 12
9. Chlore ionisable 14
10. Teneur en eau 16
11. Chlore hydrolysable 18
12. Stabilité thermique 20
13. Taux de fixateur d'acide chlorhydrique 24
14. Pentachlorobiphényles et homologues plus chlorés 30
15. Contamination par des hydrocarbures 34
16. Tension disruptive 38
17. Résistivité volumique, facteur de dissipation et permittivité 38

ANNEXE A 42

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

CONTENTS

Page

FOREWORD 5

PREFACE 5

INTRODUCTION 9

Clause

1. Scope 9
2. Colour and clarity 9
3. Density 11
4. Refractive index 11
5. Viscosity 11
6. Fire point 13
7. Pour point 13
8. Neutralization number 13
9. Inorganic chlorides 15
10. Water content 17
11. Hydrolyzable chlorine 19
12. Thermal stability 21
13. Scavenger equivalent 25
14. Penta and higher chlorinated homologues 31
15. Hydrocarbon as contaminant 35
16. Breakdown voltage 39
17. Volume resistivity, dissipation factor and permittivity 39

APPENDIX A 43

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ASKARELS POUR TRANSFORMATEURS ET CONDENSATEURS

Deuxième partie : Méthodes d'essai

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 10B: Liquides diélectriques autres que les huiles à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes N° 10 de la CEI: Diélectriques liquides et gazeux.

Le dernier projet fut discuté lors de la réunion tenue à Baden-Baden en 1975. A la suite de cette réunion, un projet, document 10B(Bureau Central)11, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en septembre 1976.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication du document 10B(Bureau Central)11:

Afrique du Sud (République d')	Etats-Unis d'Amérique	Suisse
Allemagne	France	Tchécoslovaquie
Australie	Hongrie	Turquie
Autriche	Italie	Union des Républiques Socialistes Soviétiques
Belgique	Pays-Bas	Yougoslavie
Canada	Pologne	
Danemark	Royaume-Uni	
Egypte	Suède	

Une version révisée des articles 2, 3, 5, 9, 11 et 12, document 10B(Bureau Central)17, fut diffusée en novembre 1977 suivant la Procédure de Deux Mois.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication du document 10B(Bureau Central)17:

Allemagne	Etats-Unis d'Amérique	Suède
Autriche	France	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Pays-Bas	Turquie
Danemark	Pologne	Yougoslavie
Egypte	Royaume-Uni	

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

ASKARELS FOR TRANSFORMERS AND CAPACITORS

Part 2: Test methods

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 10B, Insulating Liquids other than Hydrocarbon Oils, of IEC Technical Committee No. 10, Liquid and Gaseous Dielectrics.

The latest draft was discussed at the meeting held in Baden-Baden in 1975. As a result of this meeting, a draft, Document 10B(Central Office)11, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in September 1976.

The following countries voted explicitly in favour of publication of Document 10B(Central Office)11:

Australia
Austria
Belgium
Canada
Czechoslovakia
Denmark
Egypt
France
Germany
Hungary
Italy
Netherlands
Poland
South Africa (Republic of)
Sweden
Switzerland
Turkey
Union of Soviet Socialist Republics
United Kingdom
United States of America
Yugoslavia

A revised version of Clauses 2, 3, 5, 9, 11 and 12 was circulated, as Document 10B(Central Office)17, in November 1977 under the Two Months' Procedure.

The following countries voted explicitly in favour of publication of Document 10B(Central Office)17:

Austria
Belgium
Canada
Czechoslovakia
Denmark
Egypt
France
Germany
Italy
Netherlands
Poland
Sweden
Switzerland
Turkey
United Kingdom
United States of America
Yugoslavia

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Un projet concernant l'article 14 fut discuté lors de la réunion tenue à Baden-Baden en 1975. A la suite de cette réunion, un projet, document 10B(Bureau Central)8, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en avril 1976.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication du document 10B(Bureau Central)8:

Afrique du Sud (République d')	Etats-Unis d'Amérique	Royaume-Uni
Allemagne	France	Suède
Autriche	Hongrie	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Pays-Bas	Turquie
Danemark	Pologne	Union des Républiques Socialistes Soviétiques
Egypte	Roumanie	

Un projet concernant l'article 15 fut discuté lors de la réunion tenue à Moscou en 1977. A la suite de cette réunion, un projet, document 10B(Bureau Central)18, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en janvier 1978.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication du document 10B(Bureau Central)18:

Afrique du Sud (République d')	Espagne	Suède
Allemagne	Etats-Unis d'Amérique	Suisse
Australie	France	Tchécoslovaquie
Autriche	Hongrie	Turquie
Belgique	Italie	Union des Républiques Socialistes Soviétiques
Canada	Pays-Bas	Yougoslavie
Danemark	Pologne	
Egypte	Royaume-Uni	

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme:

Publications nos 156: Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes.

247: Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité en courant continu des liquides isolants.

475: Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.

588: — Askarels pour transformateurs en condensateurs.
588-1: Première partie: Généralités.
588-3: Troisième partie: Spécifications pour askarels neufs.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

A draft of Clause 14 was discussed at the meeting held in Baden-Baden in 1975. As a result of this meeting, a draft, Document 10B(Central Office)8, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in April 1976.

The following countries voted explicitly in favour of publication of Document 10B(Central Office)8:

Austria	Germany	Sweden
Belgium	Hungary	Switzerland
Canada	Italy	Turkey
Czechoslovakia	Netherlands	Union of Soviet Socialist Republics
Denmark	Poland	
Egypt	Romania	United Kingdom
France	South Africa (Republic of)	United States of America

A draft of Clause 15 was discussed at the meeting held in Moscow in 1977. As a result of this meeting, a draft, Document 10B(Central Office)18, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in January 1978.

The following countries voted explicitly in favour of publication of Document 10B(Central Office)18:

Australia	Germany	Switzerland
Austria	Hungary	Turkey
Belgium	Italy	Union of Soviet Socialist Republics
Canada	Netherlands	
Czechoslovakia	Poland	United Kingdom
Denmark	South Africa (Republic of)	United States of America
Egypt	Spain	Yugoslavia
France	Sweden	

Other IEC publications quoted in this standard:

Publications Nos. 156: Method for the Determination of the Electric Strength of Insulating Oils.

247: Measurement of Relative Permittivity, Dielectric Dissipation Factor and D.C. Resistivity of Insulating Liquids.

475: Method of Sampling Liquid Dielectrics.

588: — Askarels for Transformers and Capacitors.
588-1: Part 1: General.
588-3: Part 3: Specifications for New Askarels.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

ASKARELS POUR TRANSFORMATEURS ET CONDENSATEURS

Deuxième partie: Méthodes d'essai

INTRODUCTION

La présente norme fait partie d'une série traitant des askarels pour transformateurs et condensateurs. Cette série comporte plusieurs parties, dont la Publication 588-1 de la CEI: Première partie: Généralités, et la Publication 588-3 de la CEI: Troisième partie: Spécifications pour askarels neufs.

Avertissement

Les askarels pour transformateurs et condensateurs renferment des polychlorobiphényles qui constituent des contaminants du milieu environnant. Les échantillons et rebuts d'askarels doivent être manipulés et évacués en accord avec les règlements nationaux ou locaux.

1. Domaine d'application

Cette partie de la norme décrit les méthodes d'essai qui seront appliquées pour déterminer les caractéristiques des askarels neufs et usagés pour transformateurs et condensateurs.

2. Couleur et aspect

2.1 *Domaine d'application*

La présente méthode décrit un mode opératoire destiné à l'examen visuel des askarels. Cette méthode permet d'évaluer la couleur d'un échantillon d'askarel et de déceler la présence de trouble, de particules étrangères et autres matières en suspension.

2.2 *Principe de la méthode*

Evaluer la couleur de l'échantillon en comparant une épaisseur spécifiée de l'échantillon avec une série de verres de couleurs normalisées dans un comparateur spécifié.

La présence de trouble, de particules étrangères et de matières en suspension est détectée en observant l'échantillon en lumière réfléchie.

2.3 *Appareillage*

a) Comparateur de couleurs: comparateur de couleurs, constitué par une source lumineuse, des verres de couleurs normalisées, un tube à échantillon et une chambre avec couvercle, dans lequel l'échantillon peut être observé sous une épaisseur d'environ 15 mm et qui convient à l'évaluation de la couleur dans l'échelle de couleurs APHA-Hazen. Il y a deux champs d'observation visibles à travers deux ouvertures centrales. Le champ de droite est produit par l'échantillon d'essai dans un tube, alors que le champ de gauche est formé par l'un des verres de couleurs normalisées.

b) Source lumineuse: source lumineuse telle qu'une lampe-crayon de 70 mm avec une ampoule nos 222 ou 224.

c) Tissu: voile noir de mise au point de photographe.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

ASKARELS FOR TRANSFORMERS AND CAPACITORS

Part 2: Test methods

INTRODUCTION

This standard is one of a series which deals with askarels for transformers and capacitors. The series comprises several parts, namely IEC Publication 588-1, Part 1: General, and IEC Publication 588-3, Part 3: Specifications for New Askarels.

Warning

Askarels for transformers and capacitors contain polychlorinated biphenyls which are toxic environmental contaminants. Askarel samples and wastes shall be handled and disposed of in accordance with national and/or local regulations.

1. Scope

This part of the standard describes the test methods which are to be employed to test the properties of used and unused askarels for transformers and capacitors.

2. Colour and clarity

2.1 *Scope*

This method describes a procedure for visual inspection of askarels. By use of this method the colour of an askarel sample may be estimated and the presence of cloudiness, foreign particles and other suspended materials may be detected.

2.2 *Outline of method*

The colour of the sample is estimated by comparing a specified thickness of the sample with a series of glass colour standards in a specified comparator.

The presence of cloudiness, foreign particles and suspended matter is detected by observing the sample in reflected light.

2.3 *Apparatus*

a) Colour comparator: a colour comparator, consisting of light source, glass colour standards, sample container, housing with cover, in which the sample may be observed through a depth of approximately 15 mm and suitable for estimating colour on the APHA-Hazen colour scale. There are two observation fields that can be seen through two central openings. The right-hand field is produced by the test sample in a tube while the left-hand field is formed by one of the glass colour standards.

b) Light source: a light source such as a 70 mm pen light with a No. 222 or 224 bulb.

c) Cloth: photographer's focusing cloth.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

2.4 *Modalités*

2.4.1 *Evaluation de la couleur*

Remplir le tube en verre du comparateur avec l'échantillon d'essai exactement jusqu'à la marque 50 ml (profondeur intérieure 113 ± 3 mm) et le placer dans la chambre de droite. Placer un tube vide apparié dans la chambre de gauche et fermer les deux portes à ressort. Comparer les couleurs en faisant tourner le disque étalon et en regardant verticalement vers le bas les champs d'observation à une distance d'environ 25 cm. Pendant l'observation, le réflecteur en verre opale placé au fond de l'appareil doit se trouver directement en face de la source lumineuse. Une exposition au nord procure la meilleure source de lumière du jour, mais n'importe quelle lumière indirecte est d'habitude satisfaisante. Il convient de toujours éviter la lumière directe du soleil. Ne pas prolonger l'observation pendant plus de 10 s à 15 s, sans laisser reposer les yeux en regardant des couleurs vertes ou grises. Lorsqu'une égalisation de couleur est obtenue entre l'échantillon d'essai et l'un des étalons en verre, le chiffre visible dans l'ouverture inférieure de droite du couvercle supérieur donne la lecture directe. Si la couleur de la solution d'essai est intermédiaire entre celles de deux étalons en verre, il convient d'indiquer comme résultat la valeur intermédiaire entre leurs valeurs correspondantes, que l'on peut obtenir par interpolation.

Si la couleur de l'échantillon d'essai apparaît comme plus foncée que 70, il est recommandé de diluer l'échantillon avec du toluène aussi clair que de l'eau; la couleur enregistrée de l'échantillon d'essai doit être calculée en multipliant la couleur notée par le coefficient de dilution. Si le calcul de la couleur enregistrée de l'échantillon d'essai donne une valeur supérieure à 300, le résultat est enregistré comme supérieur à 300.

2.4.2 *Examen au faisceau de Tyndall*

Projeter à travers le tube d'essai, de bas en haut, un étroit faisceau lumineux focalisé et examiner l'échantillon en ouvrant la porte à ressort de droite. Utiliser le voile noir de photographe pour empêcher la pénétration de toute lumière parasite. Noter si l'échantillon est clair et étincelant, voilé ou trouble.

Les particules en suspension sont facilement observées en lumière réfléchie et tout dépôt est visible au fond du tube.

3. Masse volumique

Mesurer la masse volumique à 20 °C (ou la ramener à 20 °C en appliquant le facteur de correction 0,0007 g cm^{-3} $°C^{-1}$).

Toute méthode d'essai classique peut être utilisée.

En cas de contestation, utiliser la Norme ISO 3675-1976.

4. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est déterminé par la « méthode de l'angle limite » à 20 ± 1 °C, en utilisant une lumière monochromatique de 589,3 nm et un réfractomètre à liquides d'Abbe avec une étendue jusqu'au moins 1,63.

5. Viscosité

Mesurer la viscosité conformément à la Norme ISO 3104-1976.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

2.4 *Procedure*

2.4.1 *Colour estimation*

Fill a comparator glass tube with the test sample exactly to the 50-ml mark (internal depth 113 ± 3 mm) and place it in the right-hand chamber. Place an empty matched tube in the left-hand chamber and close both spring doors. Make the colour comparison by revolving the standard disk and looking vertically downward at the observation fields from a distance of approximately 25 cm. While making observations, the opal glass reflector at the bottom of the instrument should face directly toward the light source. Northern exposure provides the best daylight source, but any indirect light usually will be satisfactory. Direct sunlight should always be avoided. Do not prolong the observation for more than 10 s to 15 s without resting the eyes by viewing grey or green colours. When a colour match is obtained between the test sample and one of the glass standards, the figure seen in the lower right-hand opening of the top cover gives the direct reading. If the colour of the test solution is intermediate between those of two glass standards, the result to be reported will be intermediate between their corresponding values, and may be estimated by interpolation.

If the colour of the test sample is observed to be darker than 70, the sample should be diluted with water-white toluene; the recorded colour of the test sample shall then be calculated by multiplying the observed colour by the dilution ratio. If the recorded colour of the test sample is calculated to be greater than 300, the result is recorded as greater than 300.

2.4.2 *Tyndall beam examination*

Project a narrow focused light beam upward through the sample tube, and examine the sample by opening the right-hand spring door. Use the photographer's focusing cloth to exclude extraneous light. Observe whether the sample is clear and sparkling, hazy or cloudy.

Suspended particles will be easily observed by reflected light and sediment will be visible at the bottom of the tube.

3. Density

Density shall be measured at 20 °C (or converted to 20 °C by the correction factor 0.0007 g cm^{-3} $°C^{-1}$).

Any recognized test method may be used.

In case of dispute, the method in ISO Standard 3675-1976 shall be used.

4. Refractive index

Refractive index is determined by the "critical angle method" at 20 ± 1 °C using monochromatic light of 589.3 nm and an Abbe type refractometer with a range of up to at least 1.63.

5. Viscosity

Viscosity shall be measured according to ISO Standard 3104-1976.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

6. Point de feu

Déterminer le point de feu conformément à la Norme ISO 2592-1973.

7. Point d'écoulement

Déterminer le point d'écoulement conformément à la méthode décrite dans la Norme ISO 3016-1974.

8. Indice de neutralisation

8.1 *Domaine d'application*

Cette méthode convient pour la détermination de l'acidité totale d'askarels en service ou neufs.

8.2 *Principe de la méthode*

Ajouter un mélange neutralisé de solvants à un échantillon pesé d'askarel et titrer le mélange obtenu à l'aide d'une solution alcoolique à 0,01 N de KOH.

8.3 *Réactifs*

a) Solution étalon alcoolique d'hydroxyde de potassium (0,01 N).

b) Solution étalon alcoolique d'hydroxyde de potassium (0,1 N).

c) Solution de bleu alcalin: 2 g de bleu alcalin 6B sont dissous dans 95 ml d'alcool isopropylique, 4 ml d'eau distillée et 1 ml de HCl 0,1 N. Après 24 h, effectuer une mesure d'acidité pour vérifier que l'indicateur est suffisamment sensibilisé. L'indicateur est satisfaisant si la couleur vire distinctement du bleu à un rouge comparable à celui d'une solution à 10% de nitrate de cobalt ($Co(NO_3)_2 \cdot 6\ H_2O$). Si la sensibilisation est insuffisante, ajouter à nouveau du HCl à 0,1 N et recontrôler après 24 h. Poursuivre jusqu'à ce que la sensibilisation soit satisfaisante. Filtrer et conserver dans un flacon de verre brun à l'obscurité.

d) Alcool isopropylique contenant 5% d'eau distillée.

e) Toluène exempt de soufre.

8.4 *Mode opératoire*

Peser 50 g de l'échantillon à 0,05 g près dans un flacon de 500 ml conique à bouchon.

Dans un deuxième flacon de 500 ml, ajouter 2 ml de solution de bleu alcalin à un mélange de 60 ml de toluène et 40 ml d'alcool isopropylique. Neutraliser le mélange avec la solution alcoolique KOH 0,1 N. Laisser reposer et neutraliser avec la solution alcoolique KOH 0,1 N à des intervalles en fonction de la réapparition d'une couleur bleue. Une couleur rouge stable comparable à celle d'une solution de nitrate de cobalt ($Co(NO_3)_2 \cdot 6\ H_2O$) sera obtenue en 20-30 min.

Ajouter cette solution à l'échantillon, remuer et titrer immédiatement avec la solution alcoolique KOH 0,01 N jusqu'à l'obtention d'une couleur rouge stable.

L'indice de neutralisation se calcule comme suit:

$$\text{I.N.} = \frac{n \times 0{,}561}{50}$$

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

6. Fire point

Fire point shall be determined according to ISO Standard 2592-1973.

7. Pour point

Pour point shall be determined according to the method described in ISO Standard 3016-1974.

8. Neutralization number

8.1 *Scope*

This method is suitable for the determination of the total acidity of used and unused askarels.

8.2 *Outline of method*

To a weighed sample of askarel add a neutralized mixture of solvents and titrate the solution with 0.01 N alc. KOH solution.

8.3 *Reagents*

a) Standard alcoholic potassium hydroxide solution (0.01 N).

b) Standard alcoholic potassium hydroxide solution (0.1 N).

c) Alkali blue solution: 2 g of alkali blue 6B are dissolved in 95 ml of iso-propyl alcohol, 4 ml of distilled water and 1 ml of 0.1 N HCl. 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 red comparable to that of 10 % solution of cobalt nitrate ($Co(NO_3)_2 \cdot 6\,H_2O$). Should sensitization be insufficient repeat the addition of 0.1 N HCl and check again after 24 h. Continue until sensitization is satisfactory. Filter and store in a brown bottle in the dark.

d) Iso-propyl alcohol containing 5 % distilled water.

e) Toluene, sulphur-free.

8.4 *Procedure*

Weigh 50 g of the sample to the nearest 0.05 g into a 500 ml stoppered conical flask.

To a mixture of 60 ml of toluene and 40 ml iso-propyl alcohol in a second 500 ml flask add 2 ml of alkali blue solution. Neutralize the mixture with 0.1 N alc. KOH solution. Allow to stand and neutralize with 0.1 N alc. KOH solution at intervals dictated by a reappearance of a blue colour. A permanent red colour will be obtained in 20-30 min comparable to that of a solution of cobalt nitrate ($Co(NO_3)_2 \cdot 6\,H_2O$).

Add this solution to the sample, swirl and immediately titrate with 0.01 N alc. KOH solution to a permanent red colour.

The neutralization number is calculated as follows:

$$\text{N.N.} = \frac{n \times 0.561}{50}$$

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

où n est le nombre de millilitres de solution alcoolique KOH 0,01 N nécessaire pour neutraliser l'échantillon.

9. Chlore ionisable

9.1 *Domaine d'application*

La présente méthode est utilisée pour déterminer les ions de chlore ionisable dans les askarels, dans la plage de 0,02 ppm à 100 ppm.

Note. — Les autres halogènes et toute substance étrangère susceptible de former un précipité avec le nitrate d'argent faussent cette détermination, mais dans les conditions normales, les matières de ce genre ne sont pas présentes dans les askarels.

9.2 *Principe de la méthode*

Un échantillon pesé d'askarel est dissous dans de l'acétone exempte de chlore et la solution est titrée avec une solution de nitrate d'argent 0,005 N dans un milieu essentiellement anhydre en utilisant une détection potentiométrique de fin de titration.

9.3 *Appareillage*

a) *Potentiomètre*, pouvant être utilisé avec une électrode de verre.

b) *Système d'électrodes.* Le système d'électrodes le plus satisfaisant en ce qui concerne la durée de vie et la facilité d'entretien est le système d'électrodes verre-argent.

c) *Burette*, une microburette graduée en 0,01 ml.

c) *Agitateur magnétique*, muni d'un barreau d'adaptation enveloppé de verre ou d'une couche de PTFE.

9.4 *Réactifs*

Il convient d'utiliser des produits chimiques pour analyse ou des équivalents. L'eau déionisée doit être exempte de chlore détectable par cet essai.

a) Acétone ne comportant pas de chlore détectable par cet essai.

b) Acide nitrique dilué (HNO_3): mélanger un volume d'acide nitrique concentré (masse volumique 1,42 g/ml) avec 69 volumes d'eau

c) Solution étalon (0,005 N) de nitrate d'argent ($AgNO_3$): dissoudre 0,8495 g de nitrate d'argent sec dans un ballon jaugé de 1 l, en utilisant 1 000 ml d'eau contenant 3 ml d'acide nitrique concentré (masse volumique 1,42 g/ml) ou en diluant 5 ml de solution de nitrate d'argent 0,1 N jusqu'à 100 ml. Etalonner la solution par rapport à un échantillon d'un chlorure pur. La solution doit être conservée dans des récipients en verre brun, dans l'obscurité et vérifiée au moins une fois par mois.

9.5 *Précautions à prendre*

Etant donné que les askarels normaux ne comportent qu'une très petite quantité de chlore ionisable, il convient d'apporter un soin tout particulier au nettoyage et à la manipulation de tout l'appareillage. La verrerie doit être rincée en dernier lieu dans de l'eau déionisée et ne doit plus entrer en contact avec les mains. Il faut faire cet essai dans un local où l'atmosphère est exempte de contaminants. La valeur obtenue dans un essai à blanc indique dans quelle mesure le milieu ambiant, les réactifs et la verrerie étaient satisfaisants pour ce genre d'essai.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

where n is the number of millilitres of 0.01 N alc. KOH solution necessary to neutralize the sample.

9. Inorganic chlorides

9.1 *Scope*

This method covers the determination of inorganic chloride ions in askarel, in the range 0.02 ppm to 100 ppm.

Note. — Other halogens and any foreign substance capable of forming an insoluble compound with silver nitrate interfere with the determination, but such material would not normally be present in an askarel.

9.2 *Outline of method*

A weighed sample of askarel is dissolved in chloride-free acetone and the solution is titrated with 0.005 N silver nitrate solution in an essentially non-aqueous medium using a potentiometric end point.

9.3 *Apparatus*

a) *Potentiometer*, suitable for use with a glass electrode.

b) *Electrode system.* The most satisfactory electrode system, with respect to length of life and ease of maintenance, is a silver-glass system.

c) *Burette*, a microburette graduated in 0.01 ml division.

d) *Magnetic stirrer*, with glass-covered or PTFE-coated stirring bar.

9.4 *Reagents*

Analytical grade chemicals, or equivalent, shall be used. The water shall be chloride-free, as detected by this test.

a) Acetone, containing no detectable chlorine.

b) Diluted nitric acid (HNO_3): mix one volume of concentrated nitric acid (density 1.42 g/ml) in 69 volumes of water.

c) Standard silver nitrate ($AgNO_3$) solution (0.005 N): prepare by dissolving 0.8495 g of dry silver nitrate in a 1 l volumetric flask using 1 000 ml of water containing 3 ml of concentrated nitric acid (density 1.42 g/ml) or by diluting 5 ml of 0.1 N silver nitrate solution to 100 ml. Standardize the solution against a pure chloride standard. The solution shall be stored in brown glassware in the dark and checked at least monthly.

9.5 *Precautions*

Because of the very small amount of chloride determined in normal askarels, extreme care must be used in the cleaning and handling of all apparatus. Glassware should receive a final rinse in reagent water and should not be touched with the hands afterwards. The test must be made in an area where the atmosphere is free of contaminating influences. The value obtained on the blank will indicate the degree to which the environment, reagents and glassware are satisfactory for this type of testing.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

9.6 *Modalités*

Peser 100 g d'askarel à 0,5 g près dans un bécher propre de 250 ml. Ajouter 100 ml d'acétone mesurée dans un tube gradué de 100 ml. Ajouter 2 ml de HNO_3. Titrer à l'aide d'une solution de $AgNO_3$ 0,005 N en utilisant un agitateur magnétique et un système d'électrodes tels que celui décrit au paragraphe 9.3. Les échantillons normaux d'askarels ne demandent que des quantités extrêmement faibles de solution $AgNO_3$ et, pour cette raison, il est recommandé de titrer en utilisant des additions de 0,01 ml et en laissant un temps suffisant pour l'établissement de l'équilibre, avant d'enregistrer la variation de f.é.m. Si, pendant trois ou quatre ajouts de 0,01 ml, on note une variation inférieure à 1 mV par ajout de 0,01 ml, il est recommandé d'utiliser des ajouts plus forts de $AgNO_3$, par exemple 0,05 ml, jusqu'à l'obtention d'une variation de 1 mV. Il convient ensuite de réduire à nouveau les ajouts à 0,01 ml pour terminer le titrage. Le point final est déterminé normalement par deux variations de 50 mV.

Calculer la variation obtenue pour l'addition de 0,01 ml, en divisant la variation en millivolts par le volume de la solution $AgNO_3$. En traçant la courbe représentant $\Delta mV/\Delta ml$ en fonction des millilitres, le point final peut être trouvé à 0,001 ml près. La sensibilité est alors de $\pm 0{,}0017$ ppm. Pour déterminer le point final à $\pm 0{,}01$ ml, il n'est pas nécessaire de tracer un graphique et une sensibilité de $\pm 0{,}02$ ppm est admise.

Répéter le titrage en utilisant un échantillon d'acétone pure. Normalement, une goutte de la solution $AgNO_3$ 0,005 N doit suffire pour titrer cet échantillon.

9.7 *Calculs*

Calculer la teneur en chlore d'après la formule suivante:

$$\text{teneur en chlore, ppm} = 1{,}77\ (A-B)$$

où:

A = millilitres de la solution $AgNO_3$ 0,005 N, utilisés pour le titrage de l'échantillon
B = millilitres de la solution $AgNO_3$ 0,005 N, utilisés pour le titrage à blanc

9.8 *Précision*

Répétabilité: avec une probabilité de 95%, des déterminations en double sur le même échantillon seront considérées comme suspectes si elles diffèrent de plus que les grandeurs suivantes:

Teneur approximative en chlore (ppm)	Répétabilité (ppm)
0,1	0,002
1,0	0,003
4,0	0,084

Reproductibilité: avec une probabilité de 95%, les résultats de deux laboratoires rendant chacun compte de la moyenne de deux déterminations seront considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus que les grandeurs suivantes:

Teneur approximative en chlore (ppm)	Reproductibilité (ppm)
0,1	0,050
1,0	0,082
4,0	0,189

10. Teneur en eau

Déterminer la teneur en eau selon la méthode décrite dans la Recommandation ISO/R 760-1968.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

9.6 *Procedure*

Weigh 100 g of askarel into a clean 250 ml beaker to the nearest 0.5 g. Add 100 ml of acetone measured in a 100-ml graduate. Add 2 ml of HNO_3. Titrate with 0.005 N $AgNO_3$ solution using a magnetic stirrer and an electrode system as described in 9.3. Normal samples of askarel require extremely small amounts of $AgNO_3$ solution and, for this reason, titrate using 0.01-ml additions and allowing sufficient time for equilibrium to be established before recording the e.m.f. change. If a change of less than 1 mV/0.01-ml addition is observed for three or four 0.01-ml increments, larger additions of $AgNO_3$ solution may be used, for instance 0.05 ml, until such a change is observed. Then reduce the additions to 0.01 ml again to complete the titration. The end-point normally is defined by two 50-mV changes.

Calculate the change per 0.01 ml observed, by dividing the change in millivolts by the volume of $AgNO_3$ solution. By plotting $\Delta mV/\Delta ml$ versus millilitres, the end point may be found to the nearest 0.001 ml. This gives a sensitivity of ± 0.0017 ppm. To define the end point to ± 0.01 ml, no plotting is necessary and a sensitivity of ± 0.02 ppm is assumed.

Repeat the titration using a blank sample of acetone. Normally, one drop of 0.005 N $AgNO_3$ solution should be sufficient to titrate the blank.

9.7 *Calculation*

Calculate the chlorine content as follows:

$$\text{chlorine content, ppm} = 1.77\,(A-B)$$

where:

A = millilitres of 0.005 N $AgNO_3$ solution, used to titrate the sample
B = millilitres of 0.005 N $AgNO_3$ solution, used to titrate the blank

9.8 *Precision*

Repeatability: with 95% probability, duplicate determinations on the same sample should be considered suspect if they differ by more than the following quantities:

Approx. chlorine content (ppm)	Repeatability (ppm)
0.1	0.002
1.0	0.003
4.0	0.084

Reproducibility: with 95% probability, the results from two laboratories, each reporting the average of two determinations, should be considered suspect if they differ by more than the following quantities:

Approx. chlorine content (ppm)	Reproducibility (ppm)
0.1	0.050
1.0	0.082
4.0	0.189

10. **Water content**

Water content shall be determined according to the method described in ISO Recommendation R 760-1968.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Un échantillon pesé d'askarel est ajouté à un mélange préséché d'une partie de méthanol pour trois parties de chloroforme et titré au réactif de Karl Fischer.

11. Chlore hydrolysable

11.1 *Domaine d'application*

La présente méthode est utilisée pour déterminer les composés chlorés hydrolysables dans les liquides askarels.

Note. — Les autres halogènes hydrolysables et toute substance étrangère susceptible de former un précipité avec le nitrate d'argent faussent cette détermination mais, dans les conditions normales, les matières de ce genre ne sont pas présentes dans les askarels.

11.2 *Principe de la méthode*

L'askarel est chauffé à reflux avec la solution de méthanol et d'hydroxyde de sodium pendant 1 h et la quantité d'ions chlore formés est évaluée par dosage potentiométrique au moyen d'une solution de nitrate d'argent 0,005 N dans un milieu essentiellement anhydre.

11.3 *Appareillage*

a) *Flacon*, verre borosilicaté, capacité 500 ml avec un joint conique normalisé 24/40.

b) *Réfrigérant*, verre borosilicaté, tube droit, avec un joint conique normalisé 24/40.

c) *Dispositif de dosage potentiométrique*, comportant un potentiomètre, un système d'électrodes, un agitateur magnétique et une microburette, comme indiqué au paragraphe 9.3.

11.4 *Réactifs*

Il est recommandé d'utiliser des produits chimiques pour analyse ou équivalents. L'eau déionisée doit être exempte de chlore détectable par cet essai.

a) Acétone ne comportant pas de chlore détectable par cet essai.

b) Solution étalon (0,005 N) de nitrate d'argent ($AgNO_3$), préparée conformément à la rubrique *c)* du paragraphe 9.4.

c) Méthanol sans chlore; traiter à reflux 2 l de méthanol avec 0,5 g de nitrate d'argent pendant une demi-heure. Séparer le méthanol du nitrate d'argent par distillation, en mettant de côté les premiers 100 ml pour rincer l'appareil. Continuer la distillation jusqu'à ce qu'environ 90% de méthanol soient éliminés du flacon. Vérifier le méthanol par titration pour s'assurer de sa pureté. La concentration en ions chlore équivalents doit être inférieure à 0,01 ml de $AgNO_3$ 0,005 N pour 100 ml de méthanol.

d) Solution étalon méthanol-hydroxyde de sodium: dissoudre 4,0 g de NaOH dans 1 l de méthanol exempt de chlore.

e) Acide sulfurique dilué: mélanger avec précaution un volume d'acide sulfurique concentré (masse volumique 1,84 g/ml) dans un volume d'eau.

11.5 *Précautions à prendre*

Voir paragraphe 9.5.

11.6 *Modalités*

Peser 100 g d'askarel à 0,5 g près dans un flacon taré de 500 ml sur une balance appropriée.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

A weighed sample of askarel is added to a previously dried mixture of 1 part of methanol and three parts of chloroform and titrated against Karl Fischer reagent.

11. Hydrolyzable chlorine

11.1 *Scope*

This method covers the determination of hydrolyzable chlorine compounds in askarel fluids.

Note. — Other hydrolyzable halogens and any foreign substance capable of forming an insoluble compound with silver nitrate interfere with the determination, but such material would not normally be present in an askarel.

11.2 *Outline of method*

Askarel is refluxed with methanolic solution of sodium hydroxide for 1 h and the amount of chloride ions formed is determined by potentiometric titration using 0.005 N silver nitrate in an essentially non-aqueous medium.

11.3 *Apparatus*

a) *Flask*, borosilicate glass, 500 ml capacity, with 24/40 standard-taper joint.

b) *Reflux condenser*, borosilicate glass, open-tube, with 24/40 standard-taper joint.

c) *Potentiometric titration equipment*, consisting of potentiometer, electrode system, magnetic stirrer and microburette, as indicated in Sub-clause 9.3.

11.4 *Reagents*

Analytical grade chemicals, or equivalent, shall be used. The water shall be chloride-free, as detected by this test.

a) Acetone, containing no detectable chlorine.

b) Standard silver nitrate ($AgNO_3$) solution (0.005 N), prepared as described in Sub-clause 9.4, Item *c)*.

c) Methanol, chloride-free: reflux 2 l of methanol with 0.5 g of silver nitrate for half an hour. Distill the methanol from the silver nitrate, discarding the first 100 ml to flush the apparatus. Continue the distillation until about 90% of the methanol has been distilled from the flask. Check the methanol by titration to assure its purity. The chloride ion concentration should be equivalent to less than 0.01 ml of 0.005 N $AgNO_3$ per 100 ml of methanol.

d) Standard methanolic sodium hydroxide solution: dissolve 4.0 g of NaOH in 1 l of chloride-free methanol.

e) Dilute sulphuric acid; carefully mix 1 volume of concentrated sulphuric acid (density 1.84 g/ml) into 1 volume of water.

11.5 *Precautions*

See Sub-clause 9.5.

11.6 *Procedure*

Weigh 100 g of askarel into a tared 500-ml flask to the nearest 0.5 g on a suitable balance.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Ajouter à l'aide d'une éprouvette graduée 100 ml de solution méthanol NaOH.

Fixer le réfrigérant et traiter par chauffage à reflux énergiquement pendant 1 h. Mesurer le temps de chauffage à reflux à partir du commencement de l'ébullition. Couper le dispositif de chauffage et placer un récipient d'eau froide sous le flacon pour refroidir l'échantillon.

Rincer le réfrigérant avec de l'acétone et transvaser toute la solution dans un bécher de 400 ml, en utilisant en tout 100 ml d'acétone.

Prélever à la pipette 3 ml de la solution H_2SO_4 diluée et les ajouter à l'échantillon.

Placer le bécher contenant l'échantillon sur l'agitateur magnétique. Agiter, introduire le système d'électrodes et titrer à l'aide de la solution $AgNO_3$ 0,005 N en utilisant la procédure décrite au paragraphe 9.6.

Faire un essai à blanc, en utilisant tous les réactifs, mais en omettant l'askarel.

11.7 *Calculs*

Calculer la quantité de chlore qui a réagi (hydrolysable) d'après la formule suivante:

$$\text{chlore réactif, ppm} = 1{,}77\ (A - B)$$

où:

A = millilitres de la solution $AgNO_3$ 0,005 N nécessaires pour le titrage de l'échantillon
B = millilitres de la solution $AgNO_3$ 0,005 N nécessaires pour le titrage à blanc

11.8 *Rapport*

Noter la teneur en chlore hydrolysable (moyenne de deux déterminations effectuées chacune en double) arrondie au nombre entier le plus proche en parties par million. Si la moyenne de deux déterminations est inférieure à 1 ppm, prendre 1 ppm comme teneur en chlore hydrolysable.

11.9 *Précision*

Répétabilité: avec une probabilité de 95%, des déterminations en double sur le même échantillon seront considérées comme suspectes si elles diffèrent de plus de 0,1 ppm.

Reproductibilité: deux laboratoires, rendant chacun compte de la moyenne de déterminations en double au millionième entier près, devront concorder exactement.

12. Stabilité thermique

12.1 *Domaine d'application*

La présente méthode évalue la stabilité thermique relative des askarels ainsi que l'instabilité thermique causée par des contaminants éventuels. Cette méthode ne s'applique pas aux askarels comportant des fixateurs d'acide chlorhydrique.

NOTE. — Les corps étrangers volatils susceptibles d'être libérés par l'exposition à la température employée au cours de l'essai et réagissant au nitrate d'argent donnent des résultats positifs. Dans les conditions normales, les matières de ce genre ne sont pas présentes dans les askarels.

12.2 *Principe de la méthode*

L'askarel est chauffé pendant 16 h à la température de 210 °C, tandis qu'un courant d'air barbote à travers le liquide à raison de 40 ml à 50 ml par minute. Les chlorures volatils sont évacués par le

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Add by graduated cylinder 100 ml of methanolic NaOH solution.

Attach the reflux condenser and reflux vigorously for 1 h. Measure the reflux time from the start of boiling. Turn off the heat and place a container of cold water under the flask to cool the sample.

Rinse down the condenser with acetone and quantitatively transfer the solution into a 400-ml beaker, using a total of 100 ml of acetone.

Add 3 ml of dilute H_2SO_4 to the sample from a pipette.

Place the sample beaker on the magnetic stirrer. Stir the sample, insert the electrode system, and titrate with 0.005 N $AgNO_3$ solution, using the procedure described in Sub-clause 9.6.

Run a blank using all reagents but omitting the askarel.

11.7 *Calculation*

Calculate the amount of reactive (hydrolyzable) chlorine as follows:

$$\text{reactive chlorine, ppm} = 1.77\ (A - B)$$

where:

A = millilitres of 0.005 N $AgNO_3$ solution required for titration of the sample
B = millilitres of 0.005 N $AgNO_3$ solution required for titration of the blank

11.8 *Report*

Report the hydrolyzable chlorine content (average of two duplicate determinations) to the nearest part per million. If the average of the two determinations is less than 1 ppm, report the hydrolyzable chlorine content as 1 ppm.

11.9 *Precision*

Repeatability: with 95% probability, duplicate determinations on the same sample should be considered suspect if they differ by more than 0.1 ppm.

Reproducibility: two laboratories, each reporting the average of duplicate determinations to the nearest integral part per million, should agree exactly.

12. Thermal stability

12.1 *Scope*

This method indicates the relative thermal stability of askarels as well as the thermal instability resulting from possible contaminants. The method does not apply to askarels containing scavengers.

Note. — Volatile foreign substances capable of being liberated by exposure to the temperature employed in the test and reacting with silver nitrate will give positive results. Such materials would not normally be present in an askarel.

12.2 *Outline of method*

The askarel is heated for 16 h at 210 °C while bubbling an air stream of 40-50 ml per minute through the liquid. Volatile chlorides are swept by the air stream from the reaction vessel to the absorber

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

flux d'air du récipient de réaction vers la cuve d'absorption où ils sont recueillis dans un faible volume d'eau. Les ions chlore formés sont déterminés par dosage potentiométrique au moyen d'une solution de nitrate d'argent 0,005 N.

12.3 *Appareillage*

a) Dispositif de chauffage: un bain d'huile silicone à contrôle thermostatique peut être utilisé pour maintenir l'échantillon d'essai à la température requise de 210 ± 0,5 °C. Il est recommandé de placer le bain sous une hotte. Afin d'obtenir des résultats d'une meilleure précision, il est recommandé d'effectuer l'essai à l'abri de la lumière, en particulier, de la lumière du jour et de la lumière fluorescente.

b) Alimentation en air. L'alimentation en air peut s'effectuer à partir d'une bouteille remplie d'air comprimé, pur et sec. Il est recommandé d'épurer l'air en le faisant passer successivement à travers un flacon laveur contenant 40% d'hydroxyde de sodium (pour éliminer les chlorures), un flacon de sécurité vide, un flacon contenant de l'acide sulfurique concentré et, enfin, à travers une colonne remplie de laine de verre ou de perles de verre.

Il est recommandé de nettoyer régulièrement ce système d'épuration d'air.

c) Régulateurs de pression d'air.

d) Système de contrôle d'air pouvant mesurer un débit d'air d'environ 50 ml/min à travers chaque flacon d'essai. Ce système peut se composer d'une tubulure reliée au système d'épuration d'air munie de plusieurs dérivations dont chacune dispose d'une vanne à aiguille réglable et alimente en air un tube de réaction. Le débit d'air par tube de réaction peut être mesuré facilement à l'aide d'un débitmètre à tube capillaire calibré.

e) Tube de réaction. Un flacon en verre borosilicaté du type Erlenmeyer de 300 ml muni d'une tête du type Drechsel, à laquelle est soudé le tube d'arrivée d'air de 6 mm à 8 mm qui plonge jusqu'à 2,5 ± 0,5 mm du fond du récipient d'essai.

f) Tube d'absorption comportant un tube à bulbe de Volhard pour le dosage de l'azote, de 125 ml, muni d'un tube d'arrivée qui se prolonge presque jusqu'au fond du bulbe. Les raccords entre les tubes de réaction et d'absorption sont des tubes de verre joints aux récipients par de petits manchons flexibles et ils sont suffisamment longs pour que le tube d'absorption se trouve à peu près à la température ambiante.

g) Appareillage de titrage potentiométrique comportant un potentiomètre, des électrodes, un agitateur magnétique et une microburette, comme indiqué au paragraphe 9.3.

12.4 *Réactifs*

Il est recommandé d'utiliser des produits chimiques pour analyse. L'eau déionisée doit être exempte de chlore détectable par cet essai.

a) Acétone ne comportant pas de chlore détectable par cet essai.

b) Acide nitrique dilué: mélanger un volume d'acide nitrique concentré (masse volumique 1,42 g/ml) dans 100 volumes d'eau.

c) Solution étalon (0,005 N) de nitrate d'argent ($AgNO_3$), préparée conformément à la rubrique *c)* du paragraphe 9.4.

12.5 *Précautions à prendre*

Voir paragraphe 9.5.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

vessel where they are absorbed in a small quantity of water. The chloride ions absorbed are determined by potentiometric titration using 0.005 N silver nitrate.

12.3 *Apparatus*

a) Heating equipment: a thermostatically-controlled silicon oil bath may be used to maintain the test sample at the required temperature of 210 ± 0.5 °C. The bath should be placed in a hood. For most accurate results the test should be carried out in the absence of light, especially daylight and fluorescent light.

b) Air supply. The air supply may be from a cylinder of dry and pure compressed air. The air shall be purified by passing successively through a scrubber bottle containing 40% sodium hydroxide (to remove chlorides), an empty safety bottle, a bottle containing concentrated sulphuric acid and then through a tower filled with glass wool or glass beads.

This air-purifying train shall be cleaned periodically.

c) Air pressure regulators.

d) Air control system, suitable for metering an air flow of about 50 ml/min through each sample flask. This may consist of a manifold, connected to the air-purifying train, with a number of tappings, each provided with an adjustable needle valve and supplying the air to one reaction flask. The rate of air-flow to the reaction flask may conveniently be measured by means of a calibrated capillary tube flowmeter.

e) Reaction flask. A 300-ml Erlenmeyer borosilicate glass flask fitted with a Drechsel head to which is attached a 6 mm to 8 mm air inlet glass tube which extends to within 2.5 ± 0.5 mm from the bottom.

f) Absorption flask consisting of a 125-ml Volhard nitrogen bulb with an inlet tube extending to near the bottom of the bulb. Connections between reaction and absorption flasks shall be of glass tubing butt-jointed to the vessels by means of short-flexible sleeves and of sufficient length so that the absorption flask will be at about room temperature.

g) Potentiometric titration apparatus consisting of potentiometer, electrodes, magnetic stirrer and microburette, as indicated in Sub-clause 9.3.

12.4 *Reagents*

Analytical grade chemicals shall be used. The water shall be chloride-free, as detected by this test.

a) Acetone, containing no detectable chlorine.

b) Diluted nitric acid: mix 1 volume of concentrated nitric acid (density 1.42 g/ml) with 100 volumes of water.

c) Standard silver nitrate ($AgNO_3$) solution (0.005 N), prepared as described in Sub-clause 9.4, Item *c)*.

12.5 *Precautions*

See Sub-clause 9.5.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

12.6 *Modalités*

Peser 290 ± 1 g d'échantillon dans le flacon Erlenmeyer de 300 ml. Placer la tête en verre rodé contenant les tubes d'arrivée et de sortie d'air et placer le flacon à essai dans le bain chauffant. Chauffer le bain et contrôler la température à 210 ± 0,5 °C.

Le niveau du liquide du bain doit être d'environ 2,5 cm au-dessous du joint en verre rodé du tube à essai.

Verser 10 ml dans le tube d'absorption de Volhard et le relier au tube de sortie d'air du flacon Erlenmeyer.

Relier l'alimentation d'air épuré à l'entrée du flacon Erlenmeyer.

Régler la vanne à aiguille afin d'obtenir le débit d'air désiré, environ 40 ml/min à 50 ml/min. Conserver l'échantillon dans l'obscurité pendant la période de chauffage de 16 h.

Lorsque le chauffage est terminé, transvaser l'eau du tube d'absorption dans un bécher de 150 ml, en utilisant 100 ml d'acétone pour effectuer un transvasement complet.

Ajouter deux gouttes de la solution HNO_3 diluée.

Placer le bécher sur un agitateur magnétique et agiter l'échantillon. Introduire le système d'électrodes et titrer à l'aide de la solution $AgNO_3$ 0,005 N en utilisant la procédure décrite au paragraphe 9.6.

12.7 *Calculs*

Calculer le chlore qui a réagi, d'après la formule suivante:

$$\text{chlore réactif, ppm} = 0{,}61\ (A - B)$$

où:

A = millilitres de la solution $AgNO_3$ 0,005 N nécessaires pour le titrage de l'échantillon
B = millilitres de la solution $AgNO_3$ 0,005 N nécessaires pour le titrage à blanc

12.8 *Précision*

Il ne s'agit pas d'une procédure analytique précise. Si les précautions requises et les soins nécessaires sont pris, il est possible d'obtenir une reproductibilité adéquate, à condition que le niveau de chlore ne dépasse pas environ 1 ppm. L'on ne saurait attendre une bonne reproductibilité à des niveaux de chlore supérieurs.

13. Taux de fixateur d'acide chlorhydrique

La mesure du taux de fixateur d'acide chlorhydrique indique le degré de protection procuré contre les gaz formés par arc. Le taux de fixateur d'acide chlorhydrique est exprimé en milligrammes d'acide chlorhydrique fixé par gramme d'askarel.

Deux modes opératoires analytiques sont décrits aux paragraphes 13.1 et 13.2.

Le premier concerne une détermination quantitative du fixateur d'acide chlorhydrique et le deuxième permet la détection de la présence d'un additif fixateur d'acide chlorhydrique.

Ces méthodes sont applicables aux askarels contenant à la fois du tétraphényle d'étain et des époxydes.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

12.6 *Procedure*

Weigh 290 ± 1 g of the sample into the 300-ml Erlenmeyer flask. Connect the ground-glass joint containing the air inlet and the air outlet tube, and place the flask into the heating bath. Heat the bath and control the temperature at 210 ± 0.5 °C.

The bath fluid level should be about 2.5 cm below the bottom of the ground-glass joint of the flask.

Place 10 ml of water into the Volhard absorber flask and attach it to the air outlet tube from the Erlenmeyer flask.

Connect the purified air supply to the inlet of the Erlenmeyer flask.

Adjust the needle valve to give the desired air flow, about 40 ml/min to 50 ml/min. Keep the sample in the dark during the 16-h heating period.

When the heating has been completed, transfer the water from the absorber into a 150-ml beaker, using 100 ml of acetone to effect complete transfer.

Add two drops of dilute HNO_3.

Place the beaker on the magnetic stirrer and stir the sample. Insert the electrode system and titrate with 0.005 N $AgNO_3$ solution, using the procedure described in Sub-clause 9.6.

12.7 *Calculation*

Calculate the reactive chlorine as follows:

$$\text{reactive chlorine, ppm} = 0.61\ (A - B)$$

where:

A = millilitres of 0.005 N $AgNO_3$ solution required for titration of the sample
B = millilitres of 0.005 N $AgNO_3$ solution required for titration of the blank

12.8 *Precision*

This is not a precise analytical procedure. If the required precautions and care are taken, it is possible to obtain adequate reproducibility, provided that the chlorine level does not exceed about 1 ppm. At higher chlorine levels good reproducibility cannot be expected.

13. Scavenger equivalent

Measurement of scavenger content indicates the amount of protection available against arc-formed gases. The scavenger content is expressed in terms of milligrams of hydrochloric acid reacted per gram of askarel.

Two analytical procedures are described in Sub-clauses 13.1 and 13.2.

The former covers the quantitative determination of the scavenger equivalent and the latter allows the detection of the presence of a scavenging additive.

These methods are applicable to askarels containing both tin tetraphenyl and epoxide scavengers.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

13.1 *Détermination quantitative*

13.1.1 *Principe de la méthode*

L'additif est mis à réagir avec de l'acide bromhydrique dissous dans l'acide acétique en milieu anhydre.

L'excès d'acide bromhydrique est ensuite titré avec une solution d'acétate de potassium dans l'acide acétique, le violet de méthyle étant utilisé comme indicateur. Une titration de référence est réalisée en utilisant un solvant inerte.

13.1.2 *Réactifs — Qualité analytique*

a) Acide acétique anhydre (glacial).

b) Solution de 0,5 g de violet de méthyle dans 100 g d'acide acétique anhydre.

c) Solution d'acétate de potassium (0,1 N) dans l'acide acétique.

d) Solution d'acide bromhydrique dans l'acide acétique. La solution peut être obtenue à partir soit du brome et du phénol (méthode A) soit du bromure acétylique (méthode B).

13.1.3 *Préparation de la solution d'acide bromhydrique*

Deux variantes de mode opératoire sont décrites dans la méthode A et dans la méthode B, le choix dépendant essentiellement des réactifs utilisés.

Méthode A (avec brome et phénol)

Verser 800 ml d'acide acétique dans un bécher de 2 l et y immerger une ampoule contenant 18 g de brome. Ne pas ouvrir l'ampoule avant qu'elle soit complètement immergée dans l'acide acétique.

Remuer jusqu'à l'obtention d'une solution brune. Verser cette solution dans un flacon jaugé de 1 l. Rincer le bécher à l'acide acétique et récupérer ce résidu dans le flacon jaugé.

Ajouter, en remuant, 10 g de phénol par fractions de 2 g. La coloration disparaît. Ajouter encore 1 g de phénol et agiter. Compléter le niveau à 1 l avec de l'acide acétique et laisser reposer la solution pendant au moins 10 h.

La concentration molaire de la solution sera d'environ 0,11 mol/l.

Méthode B (avec bromure acétylique et eau)

Dissoudre environ 12,3 g de bromure acétylique dans 800 ml d'acide acétique de préférence en ouvrant une ampoule, contenant cette quantité de produit, immergée dans le liquide. Ajouter 1,8 g d'eau et agiter vigoureusement. Compléter à 1 l avec de l'acide acétique et agiter.

La concentration molaire de la solution est de 0,10 mol/l.

13.1.4 *Préparation de la solution d'acétate de potassium*

Placer 15 g à 20 g d'acétate de potassium dans un mortier approprié. Mettre le tout dans un four à 130 °C pendant 12 h, réduire de temps en temps la croûte qui se forme en surface et qui tend à empêcher la déshydratation.

Faire refroidir au dessiccateur et peser 9,8 $\pm$ 0,1 g à 1 mg près d'acétate anhydre. Dissoudre ce sel dans l'acide acétique et compléter à 1 l avec de l'acide acétique dans un flacon jaugé.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

13.1 *Quantitative determination*

13.1.1 *Outline of the method*

The additive is made to react with hydrobromic acid dissolved in the acetic acid under anhydrous conditions.

The excess of hydrobromic acid is then titrated against a solution of potassium acetate in acetic acid, methyl violet being used as an indicator. A reference titration is performed using an unreactive solvent.

13.1.2 *Reagents — Analytical grade*

a) Anhydrous (glacial) acetic acid.

b) Solution of 0.5 g of methyl violet in 100 g of anhydrous acetic acid.

c) Solution of potassium acetate (0.1 N) in acetic acid.

d) Solution of hydrobromic acid in acetic acid. The solution can be made either from bromine and phenol (Method A) or from acetyl bromide (Method B).

13.1.3 *Preparation of hydrobromic acid solution*

Two alternative procedures are described under Method A and Method B, the choice between them depending essentially upon reagent availability.

Method A (from bromine and phenol)

Take 800 ml of acetic acid in a 2 l beaker and immerse in it an ampoule containing 18 g of bromine. Do not break the ampoule until it is completely submerged in the acetic acid.

Shake until a brown solution is obtained. Pour this solution into a 1 l graduated flask. Rinse the beaker with acetic acid and collect the rinsing into the graduated flask.

Add, with shaking, 10 g of phenol in portions of 2 g. The colouration disappears. Add a further 1 g of phenol and shake. Make up to 1 l with acetic acid and let the solution stand for at least 10 h.

The solution has a strength of about 0.11 mol/l.

Method B (from acetyl bromide and water)

Dissolve about 12.3 g of acetyl bromide in 800 ml of acetic acid, preferably by breaking an ampoule containing this quantity submerged in the liquid. Add 1.8 g of water and shake thoroughly. Make up to 1 l with acetic acid and shake.

The solution has a strength of 0.10 mol/l.

13.1.4 *Preparation of potassium acetate solution*

Place 15 g to 20 g of potassium acetate in a suitable mortar. Place in an oven at 130 °C for 12 h, crushing from time to time the crust which forms on top and tends to prevent dehydration.

Cool in a desiccator and weigh 9.8 $\pm$ 0.1 g to the nearest 1 mg of anhydrous acetate. Dissolve the salt in acetic acid and make up to 1 l with acetic acid in a graduated flask.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

La concentration molaire de la solution est:

$$f = \frac{\text{masse d'acétate de potassium (g)}}{98{,}14} \qquad \text{mol/l}$$

Note. — L'acétate de potassium est un composé hygroscopique. Il convient donc d'effectuer la pesée aussi rapidement que possible.

13.1.5 *Mode opératoire*

Peser environ 25 g d'askarel, à 0,1 g près, dans un flacon iodométrique à bouchon de verre rodé.

Prélever à la pipette 20 ml de la solution d'acide bromhydrique pour transfert dans le flacon iodométrique et boucher. Laisser pendant au moins 15 min à une température ambiante qui ne devra pas être inférieure à 20 °C.

Rincer les parois et le bouchon du flacon iodométrique avec quelques millilitres d'acide acétique, ajouter quelques gouttes de violet de méthyle et doser l'acide bromhydrique non fixé avec la solution d'acétate de potassium 0,1 N. Le critère sera un virage au bleu-violet.

Effectuer une titration de référence jusqu'au même critère de virage en reprenant l'opération ci-dessus, de préférence avec un askarel sans additif. L'acide acétique peut être aussi utilisé.

13.1.6 *Calcul*

Calculer le taux de fixateur d'acide chlorhydrique de l'askarel par la relation suivante:

$$\text{milligrammes d'acide chlorhydrique par gramme d'askarel} = \frac{3{,}65\,(B - A)}{P}$$

B = solution d'acétate utilisée pour la solution de référence (ml)

A = acétate de potassium utilisé pour l'échantillon (ml)

P = masse de l'askarel mesuré (g)

13.2 *Détection du fixateur d'acide chlorhydrique*

13.2.1 *Domaine d'application*

Cette méthode a pour objet de détecter la présence ou l'absence d'un fixateur d'acide chlorhydrique actif dans un askarel.

13.2.2 *Principe de la méthode*

Cet essai est fondé sur la réaction colorimétrique décrite au paragraphe 13.1. Les mêmes réactifs sont utilisés.

13.2.3 *Mode opératoire*

Ajouter quelques gouttes d'acide bromhydrique à 0,1 N à un échantillon d'environ 50 g d'askarel et agiter. Ajouter quelques gouttes de violet de méthyle et agiter de nouveau. Observer la teinte après 10 min de repos.

13.2.4 *Interprétation*

La présence ou l'absence d'un fixateur actif d'acide chlorhydrique est indiquée par la couleur de la solution comme suit:

solution incolore ou jaune: absence de fixateur;

solution bleu-violet: présence de fixateur.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

The solution has a strength of:

$$f = \frac{\text{mass of potassium acetate (g)}}{98.14} \qquad \text{mol/l}$$

Note. — Potassium acetate is a hygroscopic compound. Therefore the weighing should be carried out as quickly as possible.

13.1.5 *Procedure*

Weigh about 25 g of askarel to the nearest 0.1 g in an iodometric flask with ground-glass stopper.

Pipette 20 ml of the hydrobromic acid solution into the iodometric flask and stopper. Leave for at least 15 min at an ambient temperature not below 20 °C.

Rinse the walls and the stopper of the iodometric flask with a few milliliters of acetic acid, add a few drops of methyl violet solution and titrate the unreacted hydrobromic acid against the 0.1 N potassium acetate solution. The end-point should be a blue violet colour change.

Carry out a reference titration to the same end-point by repeating the above procedure preferably with an askarel without additive. Acetic acid is an acceptable alternative.

13.1.6 *Calculation*

Calculate the scavenger equivalent of the askarel by means of the relationship:

$$\text{milligrams HCl per gram of askarel} = \frac{3.65\,(B - A)}{P}$$

B = ml of acetate solution used for the reference solution

A = ml of potassium acetate used for the test sample

P = mass (g) of the askarel used

13.2 *Scavenger detection*

13.2.1 *Scope*

This method is intended for detecting the presence or the absence of an active scavenger in an askarel.

13.2.2 *Outline of method*

This test is based on the colorimetric reaction described in Sub-clause 13.1. The same reagents are used.

13.2.3 *Procedure*

Add a few drops of 0.1 N hydrobromic acid to a sample of about 50 g of askarel and shake. Add a few drops of methyl violet and shake again. Observe the colour after a 10 min standing period.

13.2.4 *Interpretation*

The presence or absence of an active scavenger is indicated by the colour of the solution as follows:

solution colourless or yellow: scavenger absent;

solution blue-violet: scavenger present.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

14. Pentachlorobiphényles et homologues plus chlorés

14.1 *Domaine d'application*

Cette méthode décrit un procédé d'analyse par chromatographie en phase gazeuse pour l'estimation du pourcentage des pentachlorobiphényles et des homologues plus chlorés dans les produits de type polychlorobiphényle (PCB) contenant 42% de chlore au maximum. La méthode est applicable dans le domaine 0,1% à 10% en masse de penta et polychlorobiphényles plus chlorés.

La méthode n'est pas absolue puisque les homologues à quatre et cinq atomes de chlore ne sont pas séparés complètement. Elle permet toutefois de vérifier si le produit est conforme aux spécifications. Pour parvenir à des déterminations absolues, il faudrait faire appel à d'autres techniques, par exemple la spectrométrie de masse.

Note. — Cette norme suppose une certaine compétence sur les techniques d'analyse par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire et omet, pour plus de brièveté, de nombreux détails que l'on peut trouver dans les manuels pratiques consacrés à ces techniques.

14.2 *Principe de la méthode*

La chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire est utilisée pour séparer l'askarel en un certain nombre de constituants. Ceux-ci sont alors détectés et mesurés à l'aide d'un détecteur d'ionisation de flamme.

L'identification des composés est effectuée par comparaison des temps de rétention des pics apparaissant sur le chromatogramme de l'askarel à analyser avec ceux du chromatogramme d'un askarel étalon (article A1 de l'annexe A) du même type pour lequel on a précédemment établi l'identification des pics.

La détermination quantitative s'obtient en comparant la surface totale sous les pics correspondant aux constituants contenant cinq atomes de chlore par molécule ou plus, à la surface sous le pic correspondant à un étalon interne.

14.3 *Appareillage*

14.3.1 Chromatographe en phase gazeuse équipé de:

- un programmeur de température, 1 °C par minute entre 180 °C et 200 °C;
- un détecteur d'ionisation de flamme;
- une chambre d'injection à diviseur de débit;
- une colonne capillaire d'acier inoxydable d'une longueur de 50 m et de 0,5 mm de diamètre intérieur avec phase stationnaire Apiezon « L » (article A2 de l'annexe A).

14.3.2 Un enregistreur d'une sensibilité appropriée pour la sortie du détecteur d'ionisation de flamme. Temps de réponse de déviation maximale inférieur à 1 s. Vitesse de défilement approximative: 1 cm/min.

14.3.3 Un intégrateur électronique (facultatif).

14.3.4 Des chromatogrammes étalons, portant l'identification des pics, fournis avec les askarels étalons (article A1 de l'annexe A).

14.3.5 Une microseringue, 10 µl.

14.4 *Réactifs*

Askarels étalons (article A1 de l'annexe A).

Etalon interne 2, 3, 4, 5, 2′, 3′, hexachlorobiphényle (article A3 de l'annexe A).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

14. Penta and higher chlorinated homologues

14.1 *Scope*

This method describes a gas chromatographic procedure for estimating the percentage of penta and more highly chlorinated biphenyl homologues in polychlorobiphenyl products (PCB) containing a maximum of 42% chlorine. By this method, it is possible to determine the percentage of penta and higher polychlorobiphenyls between 0.1% and 10% by mass.

The method is not absolute since complete resolution between tetra- and pentachlorobiphenyls is not achieved. Its use will, however, enable to establish compliance with the specification. For absolute determinations, other techniques, such as mass spectrometry, would be necessary.

Note. — This standard assumes a measure of competence with the technique of capillary gas chromatography and omits, for brevity, many details which can be found in practical manuals on these techniques.

14.2 *Principle of the method*

Capillary column gas chromatography is used to separate the askarel into a number of components. These are then detected and measured with a flame ionization detector.

The compounds are identified by comparing peak retention times in the chromatogram obtained for the unknown askarel with those in a chromatogram of a standard askarel (Clause A1 of Appendix A) of the same type, for which peak identifications have previously been determined.

Quantification is achieved by comparing the total area under those peaks corresponding to components containing five or more chlorine atoms per molecule with the area under the peak corresponding to an internal standard.

14.3 *Apparatus*

14.3.1 Gas chromatograph equipped with:

- temperature programmed oven, 1 °C per minute between 180 °C and 200 °C;
- flame ionization detector;
- gas inlet splitter;
- stainless steel capillary column with Apiezon "L" stationary phase, length 50 m, internal diameter 0.5 mm (Clause A2 of Appendix A).

14.3.2 Recorder, sensitivity suitable for output of flame ionization detector. Full-scale response time less than 1 s. Chart speed approximately: 1 cm/min.

14.3.3 Electronic integrator (optional).

14.3.4 Standard chromatograms, with labelled peaks, supplied with standard askarels, (Clause A1 of Appendix A).

14.3.5 Microsyringe, 10 µl.

14.4 *Reagents*

Standard askarels (Clause A1 of Appendix A).

Internal standard 2, 3, 4, 5, 2′, 3′, hexachlorobiphenyl (Clause A3 of Appendix A).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS Not for Resale

Toluène, réactif de laboratoire.

Hélium, gaz porteur, pureté pour chromatographie en phase gazeuse.

Hydrogène.

Air comprimé.

14.5 *Mode opératoire*

14.5.1 Installer le chromatographe et l'équipement auxiliaire. Régler le chromatographe pour obtenir les conditions suivantes:

— températures: colonne 180 °C,
injecteur ⩾ 300 °C,
détecteur ⩾ 300 °C;

— conditions du gaz porteur: pression relative 0,69 bar (10 psig),
rapport de division 100 à 1,
débit 10 ml/min.

14.5.2 Préparer la solution d'askarel étalon approprié dans du toluène (1,00 g d'askarel pour 1,00 ml de toluène). Injecter 3,0 µl de cette solution dans l'injecteur du chromatographe avec la colonne à 180 °C et obtenir le chromatogramme sur le domaine de températures de colonne de 180-200 °C avec une programmation de 1 °C/min (chromatogramme 1).

Vérifier si le chromatogramme 1 correspond au chromatogramme étalon fourni avec l'askarel étalon. Le nouveau chromatogramme doit donner une résolution équivalente et une forme de tracé semblable. Si cela n'est pas le cas, il convient de remplacer la colonne. Identifier sur le chromatogramme 1 les pics relatifs aux composés à cinq atomes de chlore ou plus par molécule.

14.5.3 Préparer une solution d'askarel inconnu dans du toluène (1,00 g d'askarel pour 1,00 ml de toluène). Injecter 3,0 µl de la solution d'askarel inconnu dans l'injecteur du chromatographe avec la colonne à 180 °C et obtenir le chromatogramme sur le domaine 180-200 °C avec une programmation de 1 °C/min (chromatogramme 2).

14.5.4 Préparer une solution d'askarel inconnu et d'étalon interne (1,00 g d'askarel + 0,050 g d'étalon interne pour 1,00 ml de toluène). Injecter 3,0 µl de cette solution dans l'injecteur du chromatographe avec la colonne à 180 °C et obtenir le chromatogramme sur le domaine de 180-200 °C, avec une programmation de 1 °C/min (chromatogramme 3).

Note. — D'autres procédés d'analyse ayant une précision semblable sont permis.

14.6 *Analyse qualitative*

L'identification des homologues à cinq atomes de chlore ou plus par molécule est effectuée en comparant les temps de rétention des pics du chromatogramme 2 à ceux du chromatogramme obtenu avec l'askarel étalon (chromatogramme 1).

14.7 *Analyse quantitative*

En utilisant les données fournies par l'intégrateur électronique, obtenir le résultat pour tous les pics identifiés qui contiennent cinq atomes de chlore ou plus par molécule dans les chromatogrammes 2 et 3 (voir les paragraphes 14.5.3 et 14.5.4). (Si l'on ne s'est pas servi d'un intégrateur, calculer la surface pour tous les pics identifiés du chromatogramme en utilisant n'importe quelle méthode acceptable.)

Relever (ou calculer) le résultat pour le pic d'étalon interne du chromatogramme 3 (voir le paragraphe 14.5.4) et le pic correspondant, s'il existe, sur le chromatogramme 2 (voir le paragraphe 14.5.3).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Toluene, laboratory reagent.

Helium carrier gas, gas chromatography grade.

Hydrogen.

Compressed air.

14.5 *Procedure*

14.5.1 Set up the chromatograph and ancillary equipment. Adjust the chromatograph to the following conditions:

— temperatures: column 180 °C,
injector ⩾300 °C,
detector ⩾300 °C;

— carrier gas conditions: relative pressure 0.69 bar (10 psig),
split ratio 100 to 1,
flow rate 10 ml/min.

14.5.2 Make up solution of appropriate standard askarel in toluene (1.00 g askarel per 1.00 ml toluene). Inject 3.0 µl of standard askarel solution into chromatograph injector with the column at 180 °C, and obtain chromatogram over column temperature range 180-200 °C, at the rate of 1 °C/min (chromatogram 1).

Check chromatogram 1 against labelled standard chromatogram supplied with standard askarel. These should be of equivalent resolution and similar pattern. If this is not so the column should be replaced. In chromatogram 1 identify peaks of compounds containing five or more chlorine atoms per molecule.

14.5.3 Make up solution of unknown askarel in toluene (1.00 g askarel per 1.00 ml toluene). Inject 3.0 µl of unknown askarel solution into chromatograph injector with the column at 180 °C, and obtain chromatogram over range 180-200 °C, at the rate of 1 °C/min (chromatogram 2).

14.5.4 Make up solution of unknown askarel and internal standard (1.00 g askarel + 0.050 g internal standard per 1.00 ml toluene). Inject 3.0 µl of this solution into chromatograph injector with the column at 180 °C and obtain chromatogram over the range 180-200 °C, at the rate of 1 °C/min (chromatogram 3).

Note. — Other procedures for analysis of comparable accuracy are permitted.

14.6 *Qualitative analysis*

Identification of homologues containing five or more chloride atoms per molecule is made by comparison of the relative retention times of chromatogram 2 and those of the standard askarel (chromatogram 1).

14.7 *Quantitative analysis*

Using the electronic integrator data, read off the result for all peaks identified as containing five or more chlorine atoms per molecule in chromatograms 2 and 3 (see Sub-clauses 14.5.3 and 14.5.4). (If an integrator was not used, compute the area for all identified peaks from the chromatogram, by any acceptable method.)

Read off (or compute) the result for the internal standard peak in chromatogram 3 (see Sub-clause 14.5.4) and corresponding peak, if present, in chromatogram 2 (see Sub-clause 14.5.3).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Calculer le pourcentage des homologues à cinq atomes de chlore ou plus par molécule

$$= \left[\frac{A_2}{A_3 - \frac{A_2 - A_3}{A_1 - A_4} \times A_4} - 1 \right] \times 4{,}76\%$$

dans laquelle:

A_1 = surface des pics contenant cinq atomes de chlore ou plus sur le chromatogramme 2

A_2 = surface des pics contenant cinq atomes de chlore ou plus sur le chromatogramme 3

A_3 = surface du pic d'étalon interne dans le chromatogramme 3

A_4 = surface du pic d'étalon interne dans le chromatogramme 2

Note. — La figure 1, page 40, montre un exemple de chromatogramme obtenu avec un askarel commercial pour condensateurs du type C-2. L'analyse quantitative de ce chromatogramme apparaît dans l'article A4 de l'annexe A.

14.8 *Précision*

La précision de cette méthode n'a pas été établie, mais les premiers résultats indiquent que la répétabilité donnerait un coefficient de variation de l'ordre de 10%.

15. Contamination par des hydrocarbures

15.1 *Domaine d'application*

La présente méthode traite de la détermination du pourcentage volumique des hydrocarbures qui contaminent les askarels pour transformateurs au moyen de l'enregistrement du spectre infrarouge du fluide dans certaines bandes spécifiques. La limite inférieure de détection est de l'ordre de 0,1% d'huile en volume. La précision de la méthode dépend de la disponibilité d'un échantillon de l'askarel neuf utilisé comme référence.

15.2 *Signification*

La détermination quantitative du volume d'hydrocarbures existant dans l'askarel qu'elle contamine présente une importance dans le contrôle du degré de contamination et sert à évaluer le moment où les propriétés de résistance au feu de ce fluide peuvent avoir été compromises au point de rendre son usage impropre.

15.3 *Principe de la méthode*

Dans cette méthode, on relève le spectre infrarouge de l'échantillon. Si l'askarel est contaminé par la présence éventuelle d'un hydrocarbure, le contaminant est mis en évidence par l'augmentation de l'absorption à 2 930 cm^{-1} dans le spectre. Le pourcentage volumique de l'huile présente dans l'askarel est ensuite déterminé à partir d'une courbe d'étalonnage.

15.4 *Appareillage*

15.4.1 *Spectrophotomètre infrarouge*

Spectrophotomètre infrarouge à double faisceau avec une plage de fonctionnement appropriée et un pouvoir de résolution meilleur que 5 cm^{-1} à 3 500 cm^{-1}.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Calculate the percentage of penta and higher chloride homologues

$$= \left[\frac{A_2}{A_3 - \frac{A_2 - A_3}{A_1 - A_4} \times A_4} - 1 \right] \times 4.76\%$$

where:

A_1 = area of peaks containing five or more chlorine atoms in chromatogram 2

A_2 = area of peaks containing five or more chlorine atoms in chromatogram 3

A_3 = area of internal standard peak in chromatogram 3

A_4 = area of internal standard peak in chromatogram 2

Note. — An example of a chromatogram from a commercial C-2 Type capacitor askarel is shown in Figure 1, page 40. Quantification is given in Clause A4 of Appendix A.

14.8 *Precision*

The precision of this method has not been determined, but initial results indicate that the repeatability is in the order of 10% coefficient of variation.

15. Hydrocarbon as contaminant

15.1 *Scope*

This method describes the determination of the percentage by volume of hydrocarbon contaminants in transformer askarels by recording the infra-red spectrum of the fluid at certain specific bands. The lower limit of detectability is in the order of 0.1% oil by volume. The accuracy of the method is dependent upon having a sample of unused askarel available as a reference sample.

15.2 *Significance*

The quantitative determination of the volume of hydrocarbon in oil-contamined askarel is important as a check on the degree of contamination and is a means of ascertaining when the fire-resistant property of this fluid may have been impaired to such an extent as to make the fluid unsuitable for further use.

15.3 *Outline of method*

In this method, an infra-red spectrum of the sample is obtained. If the askarel is contaminated with any hydrocarbon material, the contaminant is evidenced by an increase in the absorbance in the spectrum at 2 930 cm^{-1}. The percentage by volume of the oil in askarel is then determined from a calibration curve.

15.4 *Apparatus*

15.4.1 *Infra-red spectrophotometer*

A dual beam infra-red spectrophotometer having a resolution of better than 5 cm^{-1} at 3 500 cm^{-1} and a suitable range.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

15.4.2 *Cellules pour l'essai infrarouge*

Il est recommandé d'employer deux cellules appariées scellées ou fixes dont l'épaisseur entre parois est de 0,100 ± 0,003 mm. S'il n'est pas possible de disposer de cellules appariées, une cellule à écartement variable peut être ajustée et utilisée à la place d'une des cellules fixes. Le matériau des fenêtres ne fait l'objet d'aucune prescription spéciale.

15.4.3 *Dispositif de remplissage des cellules*

Une seringue hypodermique de 5 ml, ou tout autre appareil approprié au remplissage des cellules pour l'essai infrarouge, réalisé en verre, en acier inoxydable ou en tout autre matériau inerte.

15.5 *Prélèvement et conditionnement des échantillons*

Les prélèvements d'échantillons sont effectués selon la Publication 475 de la CEI: Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.

15.6 *Nettoyage, conservation et remplissage des cellules*

Après utilisation, rincer soigneusement les cellules plusieurs fois avec un solvant approprié ne présentant pas d'absorption dans la plage de 2 800 cm^{-1} à 3 000 cm^{-1}. Ce solvant peut être injecté dans les cellules au moyen d'une seringue hypodermique, elle-même rincée avant utilisation avec le solvant.

Note. — Comme solvant, le trichlorofluorométhane est estimé approprié.

Après rinçage, il convient de conserver les cellules au dessiccateur avant de les utiliser.

Pour l'emploi, nettoyer de nouveau la cellule comme décrit et faire suivre de deux rinçages avec du liquide prélevé dans la partie médiane de l'échantillon. Pour remplir la cellule, prendre environ 2 ml d'échantillon avec la seringue nettoyée. Une fois les bouchons enlevés, tenir la cellule debout et introduire la seringue dans l'orifice inférieur et exercer une pression progressive sur le piston de la seringue pour remplir doucement la cellule. Quand le liquide déborde par l'orifice supérieur, boucher celui-ci, poser la cellule à plat, retirer la seringue et boucher l'orifice inférieur.

Note. — *Attention:* Dans certaines cellules, il peut se former éventuellement une poche sécrétant de petites quantités d'un échantillon antérieur, contaminant ainsi l'échantillon essayé et causant des résultats erronés. En cas de doute, assécher la cellule, après l'avoir nettoyée et rincée au solvant, à l'aide d'un courant d'azote sec sous une pression ne dépassant pas 20 mm de mercure.

15.7 *Préparation de la courbe d'étalonnage*

Préparer des solutions étalons contenant 0,1%, 1,0% et 3,0% en volume d'huile neuve pour transformateurs dans de l'askarel neuf pour transformateurs.

Remplir les deux cellules appariées avec de l'askarel neuf, puis placer l'une des cellules dans le faisceau de référence et l'autre dans le faisceau de mesure.

Régler le spectrophotomètre en plaçant la plume enregistreuse à environ 0,02 unités d'absorbance ou environ 98% de transmission pour 4 000 cm^{-1} et enregistrer le spectre infrarouge différentiel dans la plage approximative 3 400 cm^{-1} à 2 500 cm^{-1}.

Si l'on n'obtient pas une ligne droite, nettoyer ou rejeter les cellules qui présentent une absorption dans cette région du spectre et répéter la procédure jusqu'à l'obtention de deux cellules appariées. Elles serviront ensuite à faire toutes les déterminations.

L'askarel de référence étant placé dans le faisceau de référence, enregistrer les spectres sur papier étalonné en absorption dans la plage désirée avec trois remplissages successifs pour chaque solution d'étalonnage. La cellule destinée à contenir l'échantillon doit être complètement nettoyée avant chaque remplissage. Consigner tous les réglages du spectrophotomètre qui sont utilisés pour relever les différents spectres.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

15.4.2 *Infra-red test cells*

Two matched sealed or fixed cells each having a sample path length of 0.100 ± 0.003 mm is recommended. When two matched cells are not available, a variable space cell may be adjusted and used in place of one fixed cell. No special requirement is needed for the material of the windows.

15.4.3 *Cell filling device*

A hypodermic syringe of 5 ml capacity, or other apparatus suitable for filling the infra-red test cells, constructed of glass, stainless steel or other inert material.

15.5 *Sampling and sample conditioning*

The samples shall be obtained in accordance with I E C Publication 475, Method of Sampling Liquid Dielectrics.

15.6 *Cleaning, storing and filling the cells*

After the cells have been used, thoroughly rinse them several times with a suitable solvent free of absorbance in the 2 800 cm^{-1} to 3 000 cm^{-1} range. The solvent may be injected into the cell by means of a hypodermic syringe which shall also be rinsed with the solvent before use.

Note. — Trichlorofluoromethane has been found suitable as a solvent.

After rinsing, the cells should be stored in a desiccator until they are to be used.

When a cell is to be used, clean it again as described, followed by two rinsings with liquid obtained from the middle portion of the sample. When filling the cell, fill the cleaned syringe with about 2 ml of the sample. With the cell in an upright position and the plugs removed from the ports in the cell, insert the syringe in the lower port and slowly fill the cell by exerting a gradual pressure on the syringe plunger. The top port should be plugged when the liquid is observed to be flowing from it. Lay the cell flat, remove the syringe, and plug the lower port.

Note. — *Caution:* In some cells, a pocket of a previous sample may secrete minute quantities which may contaminate the current sample and cause erroneous results. Where this is suspected, the cell should be dried out after cleaning and rinsing with the solvent by flushing it with dry nitrogen applied at a pressure not exceeding 20 mm of mercury.

15.7 *Preparation of calibration curve*

Make up samples containing 0.1%, 1.0% and 3.0% by volume of new transformer oil in new transformer askarel.

Fill the matched cells with the new askarel and insert one cell in the reference beam and the other in the sample beam.

Adjust the spectrophotometer by setting the pen position at approximately 0.02 absorbance units or approximately 98% transmission for 4 000 cm^{-1}, and record the differential infra-red spectrum over the range 3 400 cm^{-1} to 2 500^{-1} approximately.

If a straight line is not obtained, clean or reject cells that have an absorbance in this region and repeat the procedure until a matched pair of cells is obtained. These are then used for all the determinations.

With the reference askarel in the reference beam, record the spectra on absorbance scaled chart over the desired range for each of three fillings of each of the calibration samples. The sample cell must be thoroughly cleaned before each filling. Record all settings of the spectrophotometer used in obtaining the respective spectra.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Tracer une tangente à la courbe du spectre ainsi qu'une perpendiculaire passant par le pic obtenu à 2 930 cm^{-1}. Repérer l'intersection de la tangente et de la perpendiculaire par A_0 et le point où la perpendiculaire coupe la pointe de la courbe du spectre par A (voir figure 2, page 41). Prendre les valeurs de l'absorbance en ces points sur les tracés des trois enregistrements spectraux effectués sur chaque solution étalon à 0,01 près et soustraire les valeurs trouvées pour A_0 de celles trouvées pour A. Si l'on reporte la moyenne des trois valeurs obtenues pour chaque solution étalon par rapport à la concentration, on doit obtenir une droite.

Celle-ci constitue la courbe d'étalonnage qui sert à déterminer la concentration inconnue d'huile pour transformateurs dans un échantillon d'askarel.

Note. — Si l'instrument utilisé travaille en transmission, l'absorbance de l'échantillon se calcule à l'aide de la formule:

$$A_{2930} = \frac{\log \frac{I_0}{I}}{d}$$

dans laquelle:

I_0 = valeur de transmission en pour-cent pour laquelle la ligne de base coupe la perpendiculaire tracée à 2 930 cm^{-1}
I = valeur de transmission en pour-cent au sommet du pic à 2 930 cm^{-1}
d = épaisseur de la cellule en mm

15.8 *Mode opératoire*

En utilisant les deux cellules appariées qui ont servi à établir la courbe d'étalonnage, remplir la cellule de référence avec le fluide de référence et l'autre cellule avec le fluide échantillon et placer respectivement les deux cellules dans les faisceaux de référence et de mesure.

En conservant les réglages du spectrophotomètre utilisés pour établir la courbe d'étalonnage, enregistrer le spectre différentiel dans la plage 3 400 cm^{-1} à 2 500 cm^{-1}.

Prendre les valeurs d'absorbance A_0 et A à la valeur 2 930 cm^{-1} du spectre (voir figure 2, page 41), faire la différence et déterminer la concentration cherchée à l'aide de la courbe d'étalonnage.

Si le pourcentage d'hydrocarbure qui contamine l'askarel dépasse 3,0% d'huile en volume, la précision de la mesure peut être améliorée en répétant l'essai après dilution de l'échantillon dans un volume égal de tétrachlorure de carbone ou d'un solvant inerte similaire; dans ce cas, il faut diluer l'échantillon de référence dans le même rapport.

Note. — Voir la note du paragraphe 15.7.

16. Tension disruptive

Déterminer la tension disruptive par l'essai décrit dans la Publication 156 de la CEI: Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes.

17. Résistivité volumique, facteur de dissipation et permittivité

Déterminer ces caractéristiques par 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.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Draw a tangent to the spectrum curve and a perpendicular line through the peak at 2 930 cm^{-1}. Designate the intersection of the tangent and perpendicular lines as A_0 and the point at which the perpendicular line bisects the tip in the spectrum curve as A (see Figure 2, page 41). Read the values of absorbance at these points on the charts of the three scans made on each sample to the nearest 0.01 and subtract the values of A_0 from those of A. When the average of the three values for each calibration sample is plotted against concentration, a straight line should be obtained.

This is the calibration curve from which the unknown concentration of transformer oil in a sample of askarel may be determined.

Note. — If an instrument reading in transmittance is used, the absorbance of the sample is calculated from:

$$A_{2930} = \frac{\log \frac{I_0}{I}}{d}$$

where:

I_0 = percentage transmittance at which the base line crosses the perpendicular line at 2 930 cm^{-1}

I = percentage transmittance at the tip of the peak at 2 930 cm^{-1}

d = thickness of the cell in mm

15.8 *Procedure*

Using the same two matched cells with which the calibration curve was obtained, fill the reference cell with the reference fluid and the other cell with the sample fluid and insert them in the paths of the reference and sample beams, respectively.

Record the differential spectrum over the 3 400 cm^{-1} to 2 500 cm^{-1} range using the same settings on the spectrophotometer as were used in obtaining the calibration curve.

Read the values of absorbance A_0 and A at 2 930 cm^{-1} on the spectrum (see Figure 2, page 41), obtain the difference and determine the concentration from the calibration curve.

If the hydrocarbon contamination of the askarel sample exceeds 3.0 % oil by volume, the accuracy of the determination can be improved by repeating the test after dilution of the sample with an equal volume of carbon tetrachloride or similar inactive solvent, in which case the reference sample should also be diluted to the same ratio.

Note. — See note in Sub-clause 15.7.

16. Breakdown voltage

Breakdown voltage shall be determined by the test described in IEC Publication 156, Method for the Determination of the Electric Strength of Insulating Oils.

17. Volume resistivity, dissipation factor and permittivity

These properties shall be determined by the methods described in IEC Publication 247, Measurement of Relative Permittivity, Dielectric Dissipation Factor and D.C. Resistivity of Insulating Liquids.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

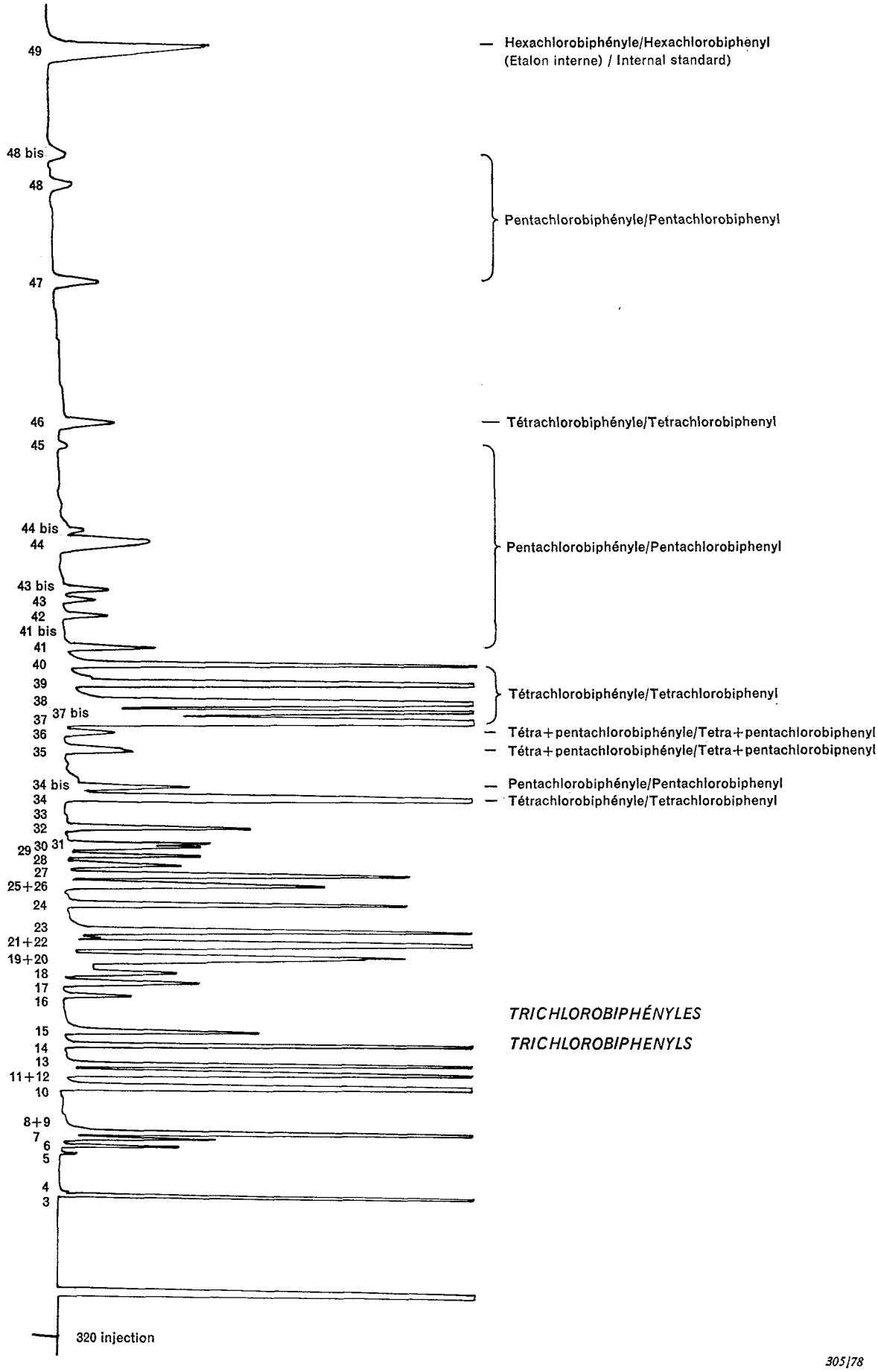

FIG. 1. — Analyse du chromatogramme.

Chromatogram analysis.

Dessin: C.I.G.R.É.
Drawing; C.I.G.R.É.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

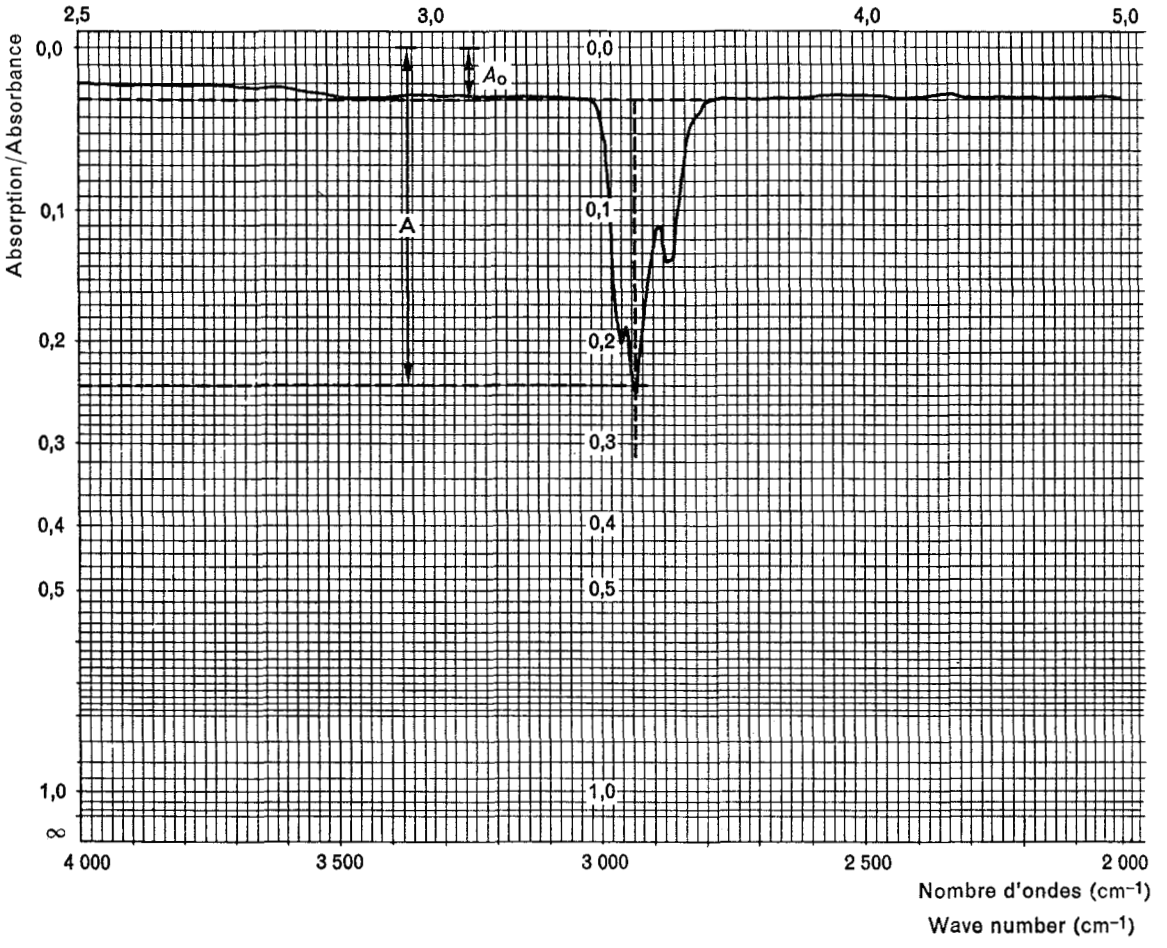

FIG. 2. — Exemple de spectre différentiel du rayonnement infrarouge enregistré sur graphique étalonné en absorption.

Example of differential infra-red spectrum recorded on absorbance scaled chart.

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

ANNEXE A

A1 Askarel étalon et chromatogramme étalonné

Un askarel étalon est un askarel conforme à la spécification appropriée de la CEI pour le type que l'on examine et qui a été fourni par le fournisseur de l'askarel que l'on inspecte.

Chaque askarel étalon doit être accompagné d'un chromatogramme étalonné avec l'identification des pics pour les constituants contenant cinq atomes de chlore ou plus par molécule. Il peut également s'avérer utile d'inclure un chromatogramme de l'askarel étalon plus un faible pourcentage de l'étalon interne de manière que ce pic puisse s'identifier facilement.

A2 Colonnes capillaires

Les colonnes capillaires enduites d'Apiezon « L » sont fournies commercialement.

Il est également possible d'enduire des tubes capillaires d'acier inoxydable obtenus dans le commerce afin de réaliser une colonne appropriée. Dans ce cas, il convient d'adopter la méthode dynamique *.

Quelle que soit la colonne employée, il convient de vérifier la résolution en comparant le chromatogramme de l'askarel étalon au chromatogramme fourni avec l'échantillon. Cela est particulièrement important lorsqu'on utilise une colonne neuve ou lorsqu'on suspecte la détérioration de la colonne.

A3 Etalon interne

L'étalon interne devrait exister sous forme de composé relativement pur et par commodité il devrait avoir un temps de rétention supérieur à ceux de la plupart des constituants.

L'hexachlorobiphényle 2, 3, 4, 5, 2′, 3′ satisfait à ces exigences et il est possible de l'obtenir par synthèse sous forme de composé PCB unique. Il a été démontré que son facteur de réponse au détecteur d'ionisation de flamme est analogue à ceux des homologues comptant cinq atomes de chlore ou plus par molécule qui sont présents dans les askarels.

Note. — Les dispositions pour le stockage et la fourniture de cet étalon n'ont pas encore fait l'objet d'un accord.

A4 Exemple de détermination

Le tableau suivant donne l'analyse quantitative du chromatogramme de la figure 1, page 40, obtenu avec un askarel commercial pour condensateurs du type C-2. Le pourcentage calculé représente une valeur estimée au maximum du fait que des homologues de tétrachlorobiphényle sont présents sous les pics 35 et 36.

* Méthode dynamique décrite par J. Malec, *Chromat. Sci.* (1971).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

APPENDIX A

A1 Standard askarel and labelled standard chromatogram

A standard askarel is one which conforms to the appropriate I E C specification for the type being examined and has been provided by the supplier of the askarel being examined.

Each standard askarel must be accompanied by a standard chromatogram suitably labelled with peak identifications of those components containing five or more chlorine atoms per molecule. It may also be advantageous to include a chromatogram of the standard askarel plus a small percentage of the internal standard so that this peak may also be readily identified.

A2 Capillary columns

Capillary columns coated with Apiezon "L" are available commercially.

It is also possible to coat commercial stainless steel capillary tubing to make a suitable column. In this case, the dynamic method * should be used.

Whatever column is used, adequate resolution should be ensured by comparing the chromatogram of standard askarel against the chromatogram supplied with the sample. This is particularly important when using a new column or when deterioration of the column is suspected.

A3 Internal standard

The internal standard should exist as a relatively pure compound and for convenience should elute beyond the range of most components.

2, 3, 4, 5, 2′, 3′, hexachlorobiphenyl satisfies these requirements and it can be synthesized as a unique PCB compound. It has been shown that its response factor to the flame ionization detector is similar to those of the penta and higher chlorinated homologues in askarels.

Note. — Arrangements for the storage and supply of this standard are still to be agreed.

A4 Example of measurement

The following table gives quantitative analysis of the chromatogram shown in Figure 1, page 40, which was obtained from a commercial C-2 Type capacitor askarel. The result obtained must be considered as a maximum because tetrachlorobiphenyls are included under peaks 35 and 36.

---

* Dynamic method described by J. Malec, *Chromat. Sci.* (1971).

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Numéro de pic	Nombre d'atomes de chlore	% en masse
34	4	2,88
34 *bis*	5	0,37
35	4 + 5	0,34
36	4 + 5	0,19
40	4	1,35
41	5	0,37
41 *bis*	5	0,05
42	5	0,20
43	5	0,14
43 *bis*	5	0,20
44	5	0,48
44 *bis*	5	0,11
45	5	0,08
46	4	0,32
47	5	0,30
48	5	0,18
48 *bis*	5	0,15
Pourcentage des PCB contenant plus de quatre atomes de chlore par molécule		3,16

--`,,```,,,,````-`-`,,`,,`,`,,`---
Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Peak number	Number of chlorine atoms	% mass
34	4	2.88
34 *bis*	5	0.37
35	4 + 5	0.34
36	4 + 5	0.19
40	4	1.35
41	5	0.37
41 *bis*	5	0.05
42	5	0.20
43	5	0.14
43 *bis*	5	0.20
44	5	0.48
44 *bis*	5	0.11
45	5	0.08
46	4	0.32
47	5	0.30
48	5	0.18
48 *bis*	5	0.15
Percentage of PCBs containing more than four chlorine atoms per molecule		3.16

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

--`,,``,`-`-`,,`,,`,`,,`---
Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS
Not for Resale

ICS 29.035.40 ; 29.120.99 ; 29.180

Typeset and printed by the IEC Central Office
GENEVA, SWITZERLAND

Copyright International Electrotechnical Commission
Provided by IHS under license with IEC
No reproduction or networking permitted without license from IHS

Not for Resale