Publication 589 de la CEI
(Première édition - 1977)

Méthodes d'essai pour la détermination des impuretés ioniques dans les matériaux isolants électriques par extraction par des liquides

IEC Publication 589
(First edition - 1977)

Methods of test for the determination of ionic impurities in electrical insulating materials by extraction with liquids

CORRIGENDUM 1

Page 12

ANNEXE B — SOLUTIONS NORMALISÉES DE KCl

Quatrième paragraphe, au lieu de:

La conductivité des solutions normalisées à 23 °C est égale à:

solution 0,1 N	$\gamma_{KCl} = 1{,}16$	$S \cdot m^{-1}$
solution 0,01 N	$\gamma_{KCl} = 0{,}135$	$S \cdot m^{-1}$
solution 0,001 N	$\gamma_{KCl} = 0{,}014$	$S \cdot m^{-1}$

lire:

La conductivité des solutions normalisées à 23 °C est égale à:

solution 0,1 N	$\gamma_{KCl} = 1{,}24$	$S \cdot m^{-1}$
solution 0,01 N	$\gamma_{KCl} = 0{,}136$	$S \cdot m^{-1}$
solution 0,001 N	$\gamma_{KCl} = 0{,}0141$	$S \cdot m^{-1}$

Page 13

APPENDIX B — KCl STANDARD SOLUTIONS

Fourth paragraph, instead of:

The conductivity of the standard solution at 23 °C is for:

0.1 N	$\gamma_{KCl} = 1.16$	$S \cdot m^{-1}$
0.01 N	$\gamma_{KCl} = 0.135$	$S \cdot m^{-1}$
0.001 N	$\gamma_{KCl} = 0.014$	$S \cdot m^{-1}$

read:

The conductivity of the standard solution at 23 °C is for:

0.1 N	$\gamma_{KCl} = 1.24$	$S \cdot m^{-1}$
0.01 N	$\gamma_{KCl} = 0.136$	$S \cdot m^{-1}$
0.001 N	$\gamma_{KCl} = 0.0141$	$S \cdot m^{-1}$

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
60589

Première édition
First edition
1977-01

Méthodes d'essai pour la détermination des impuretés ioniques dans les matériaux isolants électriques par extraction par des liquides

Methods of test for the determination of ionic impurities in electrical insulating materials by extraction with liquids



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60589: 1977

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
60589

Première édition
First edition
1977-01

Méthodes d'essai pour la détermination des impuretés ioniques dans les matériaux isolants électriques par extraction par des liquides

Methods of test for the determination of ionic impurities in electrical insulating materials by extraction with liquids

© IEC 1977 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 G

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

Publication 589 de la CEI
(Première édition - 1977)

Méthodes d'essai pour la détermination des impuretés ioniques dans les matériaux isolants électriques par extraction par des liquides

IEC Publication 589
(First edition - 1977)

Methods of test for the determination of ionic impurities in electrical insulating materials by extraction with liquids

CORRIGENDUM 1

Page 12

ANNEXE B — SOLUTIONS NORMALISÉES DE KCl

Quatrième paragraphe, au lieu de:

La conductivité des solutions normalisées à 23 °C est égale à:

solution 0,1 N	$\gamma_{KCl} = 1{,}16$	$S \cdot m^{-1}$
solution 0,01 N	$\gamma_{KCl} = 0{,}135$	$S \cdot m^{-1}$
solution 0,001 N	$\gamma_{KCl} = 0{,}014$	$S \cdot m^{-1}$

lire:

La conductivité des solutions normalisées à 23 °C est égale à:

solution 0,1 N	$\gamma_{KCl} = 1{,}24$	$S \cdot m^{-1}$
solution 0,01 N	$\gamma_{KCl} = 0{,}136$	$S \cdot m^{-1}$
solution 0,001 N	$\gamma_{KCl} = 0{,}0141$	$S \cdot m^{-1}$

Page 13

APPENDIX B — KCl STANDARD SOLUTIONS

Fourth paragraph, instead of:

The conductivity of the standard solution at 23 °C is for:

0.1 N	$\gamma_{KCl} = 1.16$	$S \cdot m^{-1}$
0.01 N	$\gamma_{KCl} = 0.135$	$S \cdot m^{-1}$
0.001 N	$\gamma_{KCl} = 0.014$	$S \cdot m^{-1}$

read:

The conductivity of the standard solution at 23 °C is for:

0.1 N	$\gamma_{KCl} = 1.24$	$S \cdot m^{-1}$
0.01 N	$\gamma_{KCl} = 0.136$	$S \cdot m^{-1}$
0.001 N	$\gamma_{KCl} = 0.0141$	$S \cdot m^{-1}$

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

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MÉTHODES D'ESSAI POUR LA DÉTERMINATION DES IMPURETÉS IONIQUES DANS LES MATÉRIAUX ISOLANTS ÉLECTRIQUES PAR EXTRACTION PAR DES LIQUIDES

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 15A: Essais de courte durée, du Comité d'Etudes N° 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Un premier projet fut discuté lors de la réunion tenue à Bucarest en 1974. A la suite de cette réunion, un projet, document 15A(Bureau Central)31, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en août 1976.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Allemagne
Autriche
Belgique
Canada
Danemark
Egypte
Etats-Unis d'Amérique
France
Japon
Norvège
Portugal
Royaume-Uni
Tchécoslovaquie
Turquie
Union des Républiques Socialistes Soviétiques

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

METHODS OF TEST FOR THE DETERMINATION OF IONIC IMPURITIES IN ELECTRICAL INSULATING MATERIALS BY EXTRACTION WITH LIQUIDS

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 15A, Short-time Tests, of IEC Technical Committee No. 15, Insulating Materials.

A first draft was discussed at the meeting held in Bucharest in 1974. As a result of this meeting, a draft, Document 15A(Central Office)31, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in August 1976.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Austria
Belgium
Canada
Czechoslovakia
Denmark
Egypt
France
Germany
Japan
Norway
Portugal
Turkey
Union of Soviet Socialist Republics
United Kingdom
United States of America

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

MÉTHODES D'ESSAI POUR LA DÉTERMINATION DES IMPURETÉS IONIQUES DANS LES MATÉRIAUX ISOLANTS ÉLECTRIQUES PAR EXTRACTION PAR DES LIQUIDES

1. Domaine d'application et objet

La présente norme s'applique à la détermination de la présence ou de l'absence de matériaux organiques et/ou inorganiques solubles ionisables dans des matériaux isolants électriques. Leur présence est confirmée par l'accroissement de la conductivité volumique d'un extrait liquide, et l'essai est considéré comme ayant une portée particulière lorsqu'il est appliqué aux matériaux isolants électriques qui doivent être immergés dans des réfrigérants ou des imprégnants.

2. Définitions et unités

La conductivité volumique d'un extrait liquide γ_{ex} est la différence entre la conductivité volumique de l'extrait en solution et la conductivité volumique d'un échantillon témoin (essai à blanc). L'unité SI de la conductivité volumique est $S \cdot m^{-1}$. Dans la pratique, l'unité $S \cdot cm^{-1}$ est souvent utilisée.

3. Appareillage

— Des fioles coniques de 250 ml (Erlenmeyer) avec des réfrigérants à reflux comportant des parois en verre résistant à l'acide et aux bases;

— cellule de mesure de conductivité dont la constante k est connue (m^{-1}) ou (cm^{-1});

— un pont ou un autre dispositif de mesure capable de mesurer des résistances avec une précision de 5%.

Dans le cas d'extraits aqueux, ce dispositif de mesure doit permettre la mesure de résistances jusqu'à 1 MΩ à des fréquences comprises entre 50 Hz et 3 000 Hz.

Dans le cas d'extraits organiques, l'appareil de mesure doit permettre la mesure de résistances jusqu'à 1 TΩ sous une tension continue au plus égale à 100 V.

Note. — Si la constante k de la cellule de mesure n'est pas connue, on peut la déterminer à l'aide d'une solution normalisée de KCl de conductivité connue, conformément à l'annexe B.

4. Méthode

4.1 *Extrait aqueux*

4.1.1 *Eau à utiliser pour l'extraction*

La qualité de l'eau utilisée pour l'extraction a une influence considérable sur le résultat de l'essai. La conductivité volumique de l'eau utilisée pour préparer les extraits aqueux doit être $\leqslant 2 \cdot 10^{-4}\ S \cdot m^{-1}$. La valeur du pH de l'eau à utiliser doit être comprise entre 6,8 et 7,2.

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

METHODS OF TEST FOR THE DETERMINATION OF IONIC IMPURITIES IN ELECTRICAL INSULATING MATERIALS BY EXTRACTION WITH LIQUIDS

1. Scope and object

The purpose of this standard is to determine whether or not ionizable soluble organic and/or inorganic materials are present in electrical insulating materials. Their presence is confirmed by the increase in volume conductivity of the liquid extract and the test is considered to have particular significance when applied to electrical insulating materials which are to be immersed in coolants or impregnants.

2. Definitions and units

The volume conductivity of a liquid extract γ_{ex} is the difference between the volume conductivity of the extract solution and the volume conductivity of the control sample (blank sample). The SI unit of the volume conductivity is $S \cdot m^{-1}$. In practice, the unit $S \cdot cm^{-1}$ is often used.

3. Apparatus

- 250 ml conical flasks (Erlenmeyer) with reflux condensers having acid resistant and alkali resistant glass;
- conductivity cell with known cell constant k (m^{-1}) or (cm^{-1});
- a bridge or other measuring device capable of measuring resistances with an accuracy of 5%.

In the case of aqueous extracts, this measuring device shall permit the measurement of resistances up to 1 MΩ at frequencies between 50 Hz and 3 000 Hz.

In the case of organic extracts, the measuring device shall permit the measurement of resistances up to 1 TΩ using not more than 100 V. d.c.

Note. — If unknown, the cell constant k is determined by means of a standard KCl solution of known conductivity, in accordance with Appendix B.

4. Procedure

4.1 *Aqueous extract*

4.1.1 *Test water*

The quality of the test water has a considerable influence on the result of the test. The volume conductivity of the test water preparing the aqueous extracts shall be $\leqslant 2 \cdot 10^{-4}\ S \cdot m^{-1}$. The pH value of the test water shall be between 6.8 and 7.2.

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

L'eau à utiliser pour l'extraction peut être obtenue à l'aide d'un échangeur d'ions ou être de l'eau bidistillée ayant la valeur de pH recommandée.

Note. — L'attention est attirée sur l'effet du dioxyde de carbone. Le pH d'une eau récemment préparée deviendra égal à une valeur comprise entre 5,7 et 5,9 après exposition de l'eau à l'air pendant un court moment. Si le changement dû au dioxyde de carbone a conduit à un pH au moins égal à 6,4, l'eau peut être ramenée à un pH = 7 en y faisant passer un courant d'azote pur pendant un court moment. Le pH restera dans les limites requises pendant une longue période si l'eau est stockée dans des flacons en polyéthylène d'où le dioxyde de carbone est exclu.

4.1.2 *Préparation de l'extrait aqueux*

Sauf spécification contraire, l'extrait aqueux doit être préparé comme suit.

Prendre une prise d'essai, pesant approximativement 20 g, en morceaux de dimensions appropriées. Peser 5 $\pm$ 0,1 g de ces petits morceaux dans trois fioles équipées de réfrigérants à reflux, comme cela est décrit à l'article 3, et ajouter 100 ml de l'eau à utiliser pour l'extraction. Un quatrième ensemble, fiole et réfrigérant, est utilisé pour l'essai à blanc.

Maintenir doucement en ébullition l'eau dans les quatre fioles pendant 60 $\pm$ 5 min, puis refroidir dans les flacons à la température ambiante.

Faire en sorte que l'admission de dioxyde de carbone soit évitée.

4.1.3 *Mesures*

Avant de mesurer les extraits, il faut déterminer la résistance de l'échantillon témoin (essai à blanc).

L'extrait aqueux est, après décantation, transvasé de l'éprouvette d'essai dans la cellule de mesure de conductivité afin d'être immédiatement mesuré. La cellule de mesure de conductivité doit être rincée deux fois avec l'extrait. La mesure de la résistance doit être effectuée séparément sur chaque extrait.

Les mesures doivent être effectuées à 23 $\pm$ 1 °C.

Note. — Il est essentiel de s'assurer que, durant la prise, le stockage et la manipulation des échantillons, les éprouvettes et les prises pour essai de conductivité de l'extrait aqueux n'ont pas été contaminées par l'atmosphère, en particulier par l'atmosphère du laboratoire de chimie, ni par manipulation à mains nues.

4.2 *Extrait organique*

4.2.1 *Liquide à utiliser pour l'extraction*

S'il est nécessaire d'utiliser des liquides organiques pour déterminer les impuretés ioniques dans les matériaux isolants électriques, le trichloréthylène est approprié et doit être utilisé, sauf spécification contraire. La conductivité volumique du trichloréthylène utilisé pour préparer les extraits liquides doit être $\leqslant 0{,}5 \cdot 10^{-9}$ S · m^{-1}. Pour des cas particuliers, une valeur de $1 \cdot 10^{-11}$ S · m^{-1} peut être atteinte. Le solvant est en général du grade « réactif pur pour analyse ». Il faut donc le purifier en l'agitant avec environ 1% en poids de terre à foulon et en le filtrant à travers un filtre en verre fritté. Un filtre ayant des pores d'un diamètre maximal compris entre 5 μm et 15 μm convient.

Notes 1. — La terre à foulon devient inefficace si elle absorbe de l'humidité et elle peut être séchée en la chauffant dans de l'air pur à une température n'excédant pas 120 °C.

2. — Le trichloréthylène purifié est stable s'il est maintenu à l'obscurité ou dans un flacon de verre brun (verre inactinique), mais il convient de contrôler sa conductivité avant de l'utiliser pour une extraction. Pendant l'extraction et la mesure, il convient que le solvant soit protégé de la lumière violente, en particulier du rayonnement direct du soleil, et qu'il soit stocké dans l'obscurité.

3. — Le trichloréthylène est toxique et il convient de le manipuler avec les précautions usuelles.

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

The test water can be made by means of an ion-exchanger or by using double distilled water of the recommended pH value.

Note. — Attention is drawn to the effect of carbon dioxide. The pH of newly prepared water will change to between 5.7 and 5.9 after the water has been exposed to air for a short time. If the change due to carbon dioxide has produced a pH of not less than 6.4, the water can be restored to pH = 7 by blowing pure nitrogen through it for a short time. The pH will remain within the required limits for a long time if the water is stored in polyethylene flasks from which carbon dioxide is excluded.

4.1.2 *Preparation of the aqueous extract*

If not otherwise specified, the aqueous extract is to be prepared as follows.

Take a test specimen weighing approximately 20 g into pieces of suitable dimensions. Weigh 5 ± 0.1 g of these small pieces into three flasks fitted with reflux condensers, as described in Clause 3, and add 100 ml of test water. A fourth flask and condenser is used for the blank control sample.

The water in the four flasks shall be kept boiling gently for 60 ± 5 min and then cooled in the flasks to room temperature.

Precautions shall be taken to avoid admission of carbon dioxide.

4.1.3 *Measurements*

Before measuring the extracts, the resistance of the blank control sample shall be determined.

The aqueous extract is decanted from the test specimens into the conductivity cell for measuring immediately. The conductivity cell shall be rinsed twice with the extract. The measurement of the resistance shall be carried out on each extract separately.

The measurements shall be carried out at 23 ± 1 °C.

Note. — It is essential to ensure that during the taking, storing and manipulation of samples, specimens and test portions intended for the conductivity test of aqueous extract are not contaminated either by the atmosphere, particularly the atmosphere of the chemical laboratory, or by handling with bare hands.

4.2 *Organic extract*

4.2.1 *Test liquid*

If it is necessary to use organic liquids for the determination of ionic impurities in electrical insulating materials, trichloroethylene is suitable, and shall be used unless otherwise specified. The volume conductivity of trichloroethylene for preparing the liquid extracts shall be $\leqslant 0.5 \cdot 10^{-9}$ S · m^{-1}. For special cases, $1 \cdot 10^{-11}$ S · m^{-1} may be achieved. The solvent is usually of laboratory reagent grade. Therefore, it shall be purified by stirring in about 1% by weight of Fuller's earth and filtering through a sintered glass filter. A filter having a maximum pore diameter in the range of 5 μm to 15 μm is suitable.

Notes 1. — Fullers' earth becomes ineffective if allowed to absorb moisture and may be dried by heating in clean air at a temperature not exceeding 120 °C.

2. — Purified trichloroethylene is stable if kept in the dark or in a brown bottle, but its conductivity should be checked before use for an extraction. During extraction and measurement, the solvent should be shielded from strong light, especially direct sunlight, and stored in the dark.

3. — Trichloroethylene is toxic and should be handled with the appropriate care.

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

4.2.2 *Préparation de l'extrait de trichloréthylène*

Découper une prise d'essai pesant approximativement 20 g en morceaux de dimensions appropriées et les chauffer lentement à l'air pendant environ 2 h à une température de 80 °C à 100 °C de façon à supprimer toute quantité appréciable d'eau absorbée. Peser 5 ± 0,1 g de ces petits morceaux dans trois fioles équipées de réfrigérants à reflux, comme cela est décrit à l'article 3, et ajouter 100 ml de solvant. Un quatrième ensemble, fiole et réfrigérant, est utilisé pour l'échantillon temoin.

Maintenir doucement en ébullition le solvant dans les quatre fioles pendant 60 ± 5 min, puis refroidir dans les flacons à la température ambiante. L'ensemble de ces opérations doit être effectué dans l'obscurité.

Note. — Il convient que la perte de volume due à l'évaporation n'excède pas 10%, sinon l'essai est repris.

4.2.3 *Mesures*

Avant de mesurer les extraits, déterminer la résistance de l'échantillon témoin.

L'extrait de trichloréthylène est transvasé de l'éprouvette d'essai dans la cellule de mesure de conductivité afin d'être immédiatement mesuré.

La cellule doit avoir été nettoyée plusieurs fois, avec du trichloréthylène purifié, et séchée avant d'être remplie. Après que la cellule a été rincée deux fois avec l'extrait, la mesure de la résistance doit être effectuée sur chaque extrait séparément.

Les mesures doivent être effectuées 1 min après application de la tension continue à 23 ± 1 °C.

Note. — Il est essentiel de s'assurer que durant la prise, le stockage et la manipulation des échantillons, les éprouvettes et les prises pour essai de conductivité de l'extrait organique n'ont pas été contaminées par l'atmosphère, en particulier par l'atmosphère du laboratoire de chimie, ni par manipulation à mains nues.

5. Calcul

Effectuer le calcul de la conductivité volumique de l'extrait liquide en appliquant la formule suivante:

$$\gamma'_{ex} = \frac{1}{\varrho_{ex}} = k\left(\frac{1}{R_S} - \frac{1}{R_B}\right)$$

où:

γ'_{ex} = conductivité volumique de l'extrait liquide en $S \cdot m^{-1}$ ($S \cdot cm^{-1}$)

ϱ_{ex} = résistivité volumique de l'extrait liquide en ohms-mètres (ohms-centimètres)

k = constante de la cellule en m^{-1} (cm^{-1})

R_S = résistance de la solution extraite en ohms

R_B = résistance de l'échantillon témoin en ohms

6. Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les renseignements suivants:

— désignation du matériau isolant électrique;

— désignation du liquide;

— tous les résultats consignés;

— date de l'essai.

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

4.2.2 *Preparation of the trichloroethylene extract*

Cut a test specimen weighing approximately 20 g into pieces of suitable dimensions and heat them gently in air for about 2 h at a temperature of 80 °C to 100 °C in order to remove any appreciable amount of absorbed water. Weigh 5 ± 0.1 g of these small pieces into three flasks fitted with reflux condensers, as described in Clause 3, and add 100 ml of solvent. A fourth flask and condenser is used for the control sample.

The solvent in the four flasks shall be boiled gently for 60 ± 5 min and then cooled in the flasks to room temperature. The whole process shall be carried out in the dark.

Note. — The loss of volume through evaporation should not exceed 10% otherwise the test is to be repeated.

4.2.3 *Measurements*

Before measuring the extracts, the resistance of the control sample shall be determined.

The trichloroethylene extract is decanted from the test specimens into the conductivity cell for measuring immediately.

The cell shall have been cleaned several times with purified trichloroethylene and dried before filling. After the cell has been rinsed twice with extract, the measurement of the resistance shall be carried out on each extract separately.

The measurement shall be carried out 1 min after application of the d.c. voltage at 23 ± 1 °C.

Note. — It is essential to ensure that during the taking, storing and manipulation of samples, specimens and test portions intended for the conductivity test of organic extract, these are not contamined either by the atmosphere, particularly the atmosphere of the chemical laboratory, or by handling with bare hands.

5. Calculation

The calculation of the volume conductivity of the liquid extract shall be calculated by:

$$\gamma_{ex} = \frac{1}{\varrho_{ex}} = k\left(\frac{1}{R_S} - \frac{1}{R_B}\right)$$

where:

γ_{ex} = volume conductivity of the liquid extract in $S \cdot m^{-1}$ ($S \cdot cm^{-1}$)

ϱ_{ex} = volume resistivity of the liquid extract in ohms-metres (ohms-centimetres)

k = cell constant in m^{-1} (cm^{-1})

R_S = resistance of the extract solution in ohms

R_B = resistance of the control sample in ohms

6. Test report

The test report shall include the following information:

— designation of the electrical insulating material;

— designation of the liquid;

— all results;

— date of test.

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

ÉLECTRODES DE PLATINE PLATINÉES

Pour platiner les électrodes, immerger la cellule d'essai dans une solution de:

10 ml d'eau distillée avec
3 g d'acide hexachloroplatinique (IV): $H_2(PtCl_6) \cdot 6\ H_2O$
0,02 g d'acétate de plomb (II)): $Pb(CH_3COO) \cdot 3\ H_2O$.

Puis appliquer une tension continue de 4 V aux électrodes. Régler le courant de façon qu'une petite émission de gaz puisse être observée à la surface des électrodes. Après renversement des polarités, platiner l'autre électrode. Les deux électrodes doivent être cathodes pendant un temps égal. Après avoir été platinées, les électrodes sont revêtues d'une couche mate veloutée, d'un noir intense.

Notes 1. — Dépolir les électrodes neuves de platine brillant avec du papier de verre. Il faut 10 min pour les platiner.

2. — Pour la régénération d'électrodes platinées déjà utilisées, le temps d'opération est de 1 min à 2 min.

Pour nettoyer les électrodes de la solution de platine, les électrodes nettoyées à l'eau sont immergées dans une solution d'acide sulfurique comprise entre 2% et 5%. Les deux électrodes sont alors reliées à la cathode, et une électrode de platine séparée, également immergée dans la solution, est reliée à l'anode. Après quelques minutes d'électrolyse, rincer convenablement les électrodes à l'eau.

Lorsque les cellules d'essai ne sont pas en service, il convient de les remplir de l'eau à utiliser pour l'extraction. Il faut veiller à ce que les électrodes soient mouillées en permanence. Si tel n'est pas le cas, les électrodes peuvent être rincées dans de l'éthanol.

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

PLATINIZED PLATINUM ELECTRODES

For platinizing the electrodes, the test cell shall be dipped into a solution of:

10 ml distilled water with
3 g hexachloroplatinum (IV) acid: $H_2(PtCl_6) \cdot 6\ H_2O$
0.02 g lead (II) acetate: $Pb(CH_3COO) \cdot 3\ H_2O$.

Following this 4 V d.c. shall be applied to the electrodes. The current shall be adjusted so that a slight gas generation on the surface of the electrodes can be observed. After reversing the polarization, the other electrode is platinized. Both electrodes form the cathode for an equal time. After platinizing, the electrodes have a deep-black velvet-like covering.

Notes 1. — Bright platinum new electrodes shall be roughened with sand-paper. They require 10 min for platinizing.

2. — For the regeneration of used platinized electrodes, the operating time is 1 min to 2 min.

For cleaning the platinum solution from the electrodes, the water-rinsed electrodes are dipped into a 2% to 5% sulphuric acid solution. Then the two electrodes are connected to the cathode and a separate platinum electrode is also dipped into the solution and connected to the anode. After a few minutes of electrolysis, the electrodes must be thoroughly rinsed with water.

During the time when the test cells are not in use, they should be filled with test water. Care must be taken that the electrodes are kept continuously moistened. In case of failure to do so, the electrodes may be rinsed in ethanol.

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

ANNEXE B

SOLUTIONS NORMALISÉES DE KCl

Préparer trois solutions normalisées ayant des concentrations de 0,1 N, 0,01 N et 0,001 N. Pour cela, on utilise du KCl pulvérisé ou cristallisé du grade « pur pour analyse » qui doit être séché avant emploi à environ 105 °C pendant 2 h.

Peser à l'air 7,4555 g de KCl pour 0,1 N et 0,7456 g de KCl pour 0,01 N à une température de 23 ± 2 °C. Introduire ensuite chaque quantité dans des fioles jaugées, de 1 000 ml, qui sont alors portées à volume avec l'eau utilisée pour l'extraction (voir le paragraphe 4.1.1).

Ne préparer la solution normalisée de 0,001 N qu'immédiatement avant utilisation. Verser 100 ml de la solution normalisée de KCl de 0,01 N dans une fiole jaugée, de 1 000 ml, qui est alors portée à volume avec l'eau utilisée pour l'extraction (voir le paragraphe 4.1.1).

La conductivité des solutions normalisées à 23 °C est égale à:

solution 0,1 N	$\gamma_{KCl} = 1{,}24$	$S \cdot m^{-1}$
solution 0,01 N	$\gamma_{KCl} = 0{,}136$	$S \cdot m^{-1}$
solution 0,001 N	$\gamma_{KCl} = 0{,}0141$	$S \cdot m^{-1}$

et la constante k de la cellule peut être calculée de la façon suivante:

$$k = \gamma_{KCl} \cdot R$$

où R est la résistance mesurée en ohms.

Il convient de stocker les solutions normalisées de KCl dans des fioles de verre munies de bouchons en verre rodé.

Note. — Il convient que toutes les fioles de verre soient en verre pour hydrolyse, résistant aux acides et aux bases.

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

APPENDIX B

KCl STANDARD SOLUTIONS

Three standard solutions having concentrations 0.1 N, 0.01 N and 0.001 N shall be prepared. For this purpose, pulverized or cristalline KCl, pure for analysis is used. It should be dried before using at approximately 105 °C for 2 h.

For 0.1 N weigh 7.4555 g KCl and for 0.01 N weigh 0.7456 g KCl in air at a temperature of 23 ± 2 °C. Each quantity is then placed in a 1 000 ml measuring flask which is then filled up with test water (see Sub-clause 4.1.1) to 1 litre.

The 0.001 N standard solution should be prepared immediately before use only. One hundred millilitres of the 0.01 N KCl standard solution shall be placed in a 1 000 ml measuring flask which is then filled up with test water (see Sub-clause 4.1.1) to 1 litre.

The conductivity of the standard solution at 23 °C is for:

0.1	N	$\gamma_{KCl} = 1.24$	$S \cdot m^{-1}$
0.01	N	$\gamma_{KCl} = 0.136$	$S \cdot m^{-1}$
0.001	N	$\gamma_{KCl} = 0.0141$	$S \cdot m^{-1}$

and the cell constant k may be calculated as follows:

$$k = \gamma_{KCl} \cdot R$$

where R is the resistance measured in ohms.

The KCl standard solution should be stored in glass flasks with ground-glass stoppers.

Note. — All glass flasks should be made of acid-resistant and alkali-resistant hydrolytic glass.

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 17.220.99 ; 29.035.01

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