IEC 733 82 4844891 0074207 1

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

IEC STANDARD

Publication 733

Première édition – First edition

1982

Dosage de l'eau dans les huiles isolantes, dans les papiers et cartons imprégnés d'huile

Determination of water in insulating oils, and in oil-impregnated paper and pressboard

© CEI 1982

Droits de reproduction réservés – Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

3, rue de Varembé

Genève, Suisse

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

Not for Resale

Révision de la présente publication

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

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

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
- **Catalogue des publications de la CEI**
  Publié annuellement

Terminologie

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

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

Symboles graphiques et littéraux

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

— la Publication 27 de la CEI: Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique;

— la Publication 117 de la CEI: Symboles graphiques recommandés.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit repris des Publications 27 ou 117 de la CEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Publications de la CEI établies par le même Comité d'Etudes

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

Revision 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 on the work of revision, the issue of revised editions and amendment sheets may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
- **Catalogue of IEC Publications**
  Published yearly

Terminology

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

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

Graphical and letter symbols

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

— IEC Publication 27: Letter symbols to be used in electrical technology;

— IEC Publication 117: Recommended graphical symbols.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC Publications 27 or 117, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

IEC publications prepared by the same Technical Committee

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

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

IEC 733 82 ■ 4844891 0074209 5 ■

C.D.U./U.D.C.: 621.315.615.2.001.4 676.26/.27.001.4

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

IEC STANDARD

Publication 733

Première édition – First edition

1982

Dosage de l'eau dans les huiles isolantes, dans les papiers et cartons imprégnés d'huile

Determination of water in insulating oils, and in oil-impregnated paper and pressboard

Mots clés: huile minérale isolante; essais; papier et carton imprégnés.

Key words: mineral insulating oil; testing; impregnated paper and pressboard.

© CEI 1982

Droits de reproduction réservés – Copyright - all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

3, rue de Varembé

Genève, Suisse

Prix Price Fr. s. **53.–**

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

Articles

1. Domaine d'application 6

SECTION UN — DOSAGE DE L'EAU DANS LES HUILES ISOLANTES

2. Aperçu de la méthode 6
3. Réactions chimiques 6
4. Réactifs et produits auxiliaires 8
5. Appareillage 8
6. Préparation de l'appareillage 10
7. Méthode d'échantillonnage des huiles 12
8. Procédure 12
9. Étalonnage du réactif de Karl Fischer 14
10. Calcul des résultats 14
11. Rapport 16
12. Précision 16

SECTION DEUX — DOSAGE DE L'EAU DANS LES PAPIERS ET CARTONS IMPRÉGNÉS D'HUILE

13. Aperçu de la méthode 16
14. Dosage après extraction préalable par le méthanol 16
15. Dosage sans extraction préalable par le méthanol 20

ANNEXE A — Méthodes de prélèvement des papiers et cartons imprégnés d'huile 24

ANNEXE B — Dosage de l'eau dans les papiers et cartons imprégnés d'huile par entraînement dans un courant d'azote 30

ANNEXE C — Notes explicatives: Estimation de la réponse et de la sensibilité de l'appareillage 34

FIGURES 36

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

Clause

1. Scope 7

SECTION ONE — DETERMINATION OF WATER IN INSULATING OILS

2. Outline of method 7
3. Chemistry 7
4. Reagents and auxiliary materials 9
5. Apparatus 9
6. Preparation of apparatus 11
7. Sampling methods for oils 13
8. Procedure 13
9. Standardization of Karl Fischer reagent 15
10. Calculation of results 15
11. Report 17
12. Precision 17

SECTION TWO — DETERMINATION OF WATER IN OIL-IMPREGNATED PAPER AND PRESSBOARD

13. Outline of the method 17
14. Determination after previous extraction with methanol 17
15. Determination without previous extraction with methanol 21

APPENDIX A — Methods for sampling of oil-impregnated paper and pressboard 25

APPENDIX B — Determination of the water in oil-impregnated paper and pressboard by stripping in a nitrogen stream 31

APPENDIX C — Explanatory notes: Evaluation of apparatus response and sensitivity 35

FIGURES 36

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

DOSAGE DE L'EAU DANS LES HUILES ISOLANTES, DANS LES PAPIERS ET CARTONS IMPRÉGNÉS D'HUILE

PRÉAMBULE

1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.

2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.

3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Sous-Comité 10A: Huiles isolantes à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes N° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Un projet fut discuté lors de la réunion tenue à Tokyo en 1979. A la suite de cette réunion, un projet, document 10A(Bureau Central)45, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en novembre 1980.

Les Comités nationaux des pays ci-après se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Allemagne	Etats-Unis d'Amérique
Australie	Finlande
Autriche	France
Belgique	Italie
Canada	Pays-Bas
Chine	Pologne
Danemark	Royaume-Uni
Egypte	Suède
Espagne	Turquie

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme:

Publication nos 296: Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs.
475: Méthode d'échantillonage des diélectriques liquides.
567: Guide pour le prélèvement des gaz et de l'huile dans le matériel électrique rempli d'huile et pour l'analyse des gaz libres et dissous.

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

DETERMINATION OF WATER IN INSULATING OILS, AND IN OIL-IMPREGNATED PAPER AND PRESSBOARD

FOREWORD

1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.

2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.

3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

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

A draft was discussed at the meeting held in Tokyo in 1979. As a result of this meeting, a draft, Document 10A(Central Office)45, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in November 1980.

The National Committees of the following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia	Germany
Austria	Italy
Belgium	Netherlands
Canada	Poland
China	Spain
Denmark	Sweden
Egypt	Turkey
Finland	United Kingdom
France	United States of America

Other IEC publications quoted in this standard:

Publications Nos. 296: Specification for New Insulating Oils for Transformers and Switchgear.
475: Method of Sampling Liquid Dielectrics.
567: Guide for the Sampling of Gases and of Oil from Oil-filled Electrical Equipment and for the Analysis of Free and Dissolved Gases.

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

DOSAGE DE L'EAU DANS LES HUILES ISOLANTES, DANS LES PAPIERS ET CARTONS IMPRÉGNÉS D'HUILE

1. Domaine d'application

La présente norme s'applique au dosage de l'eau dans les huiles isolantes dans les papiers et cartons imprégnés d'huile.

La section un de la présente norme décrit le dosage de l'eau dans les huiles isolantes neuves et usagées dans la gamme de concentrations de 2 mg/kg à 100 mg/kg. Les valeurs de précision citées à l'article 12 s'appliquent seulement aux huiles neuves dont la viscosité est inférieure à 20 mm^2/s à 40 °C.

Notes 1. – Pour des huiles usagées, la précision de la méthode peut être affectée par la présence de produits contaminants ou de produits de dégradation.

2. – Les détails expérimentaux de cette méthode ont été étudiés pour être appliqués tout particulièrement aux huiles conformes à la Publication 296 de la CEI: Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs. Pour les autres huiles, il peut être nécessaire de modifier soit les proportions des constituants du solvant soit la quantité d'échantillon injectée.

La section deux décrit les méthodes de dosage de l'eau dans les matériaux isolants tels que les papiers et cartons imprégnés d'huile dans la gamme de concentration de 0,1% à 20% en masse.

L'annexe A fournit des indications pour le prélèvement des papiers ou cartons imprégnés d'huile.

L'annexe B décrit une méthode alternative, fondée sur un entraînement de l'eau par un courant d'azote et qui peut être utile pour le dosage de l'eau dans les papiers imprégnés par des huiles très visqueuses.

SECTION UN — DOSAGE DE L'EAU DANS LES HUILES ISOLANTES

2. Aperçu de la méthode

Un mélange de chloroforme-méthanol est introduit dans le vase à réaction et l'eau de ce mélange de solvants est neutralisée par le réactif de Karl Fischer. L'échantillon est ensuite ajouté au solvant neutralisé et ce mélange titré à nouveau par le réactif de Karl Fischer. Le réactif de Karl Fischer est étalonné au moyen d'une quantité d'eau mesurée avec précision. Le point final du titrage est détecté électrométriquement au moyen d'électrodes en platine immergées dans la solution et auxquelles est appliquée une différence de potentiel déterminée. La présence d'eau dans le mélange réactionnel provoque la polarisation de la cathode qui s'oppose donc au passage du courant. Lorsque le point final du titrage est atteint, la cathode est dépolarisée par l'excès de réactif de Karl Fischer et une augmentation de courant est lue au microampèremètre couplé en série avec les électrodes.

3. Réactions chimiques

La méthode est fondée sur la réaction de l'eau avec une solution d'iode et de dioxyde de soufre dans un mélange de pyridine-méthanol (réactif de Karl Fischer).

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

DETERMINATION OF WATER IN INSULATING OILS, AND IN OIL-IMPREGNATED PAPER AND PRESSBOARD

1. Scope

This standard applies to the determination of water in insulating oils and in oil-impregnated paper and pressboard.

Section One of this standard describes the determination of water in new and used insulating oils over the concentration range 2 mg/kg to 100 mg/kg. The precision data given in Clause 12 apply only to new oils with viscosity less than 20 mm^2/s at 40 °C.

Notes 1. – For used oils, the accuracy of the method may be affected by the presence of contaminants and degradation products.

2. – The experimental details of the method have been designed to be particularly suitable for mineral oils complying with IEC Publication 296: Specification for New Insulating Oils for Transformers and Switchgear. For use with other oils, modifications to the solvent proportions or sample size may be required.

Section Two describes methods for the determination of water in oil-impregnated paper and pressboard over the range 0.1% to 20% by mass.

Appendix A provides guidelines to the sampling of oil-impregnated paper and pressboard.

Appendix B contains an alternative method based on the extraction of water by means of a nitrogen stream which may be useful to determine the water content in paper impregnated with very viscous oils.

SECTION ONE — DETERMINATION OF WATER IN INSULATING OILS

2. Outline of method

A chloroform-methanol mixture is introduced into the titration vessel and the water in this solvent mixture is reacted with Karl Fischer reagent. The sample is then added to the solvent and the mixture again titrated with Karl Fischer reagent. The Karl Fischer reagent is standardized against an accurately metered amount of water. The end-point of the titration is detected electrometrically using platinum electrodes immersed in the solution across which a specified potential difference is applied. The presence of water in the titration mixture causes polarization of the cathode, thus opposing the passage of current. At the end-point of the titration, excess Karl Fischer reagent depolarizes the cathode giving an increase in current which is shown on a microammeter in series with the electrodes.

3. Chemistry

The method is based on the reaction of water with a solution of iodine and sulphur dioxide in a pyridine-methanol mixture (Karl Fischer reagent).

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

Les véritables réactions chimiques sont complexes mais concernent principalement l'eau, l'iode et le dioxyde de soufre et peuvent s'écrire de la manière suivante:

$$H_2O + I_2 + SO_2 + 3\,C_5H_5N \rightarrow 2\,C_5H_5N.HI + C_5H_5N.SO_3$$

$$C_5H_5N.SO_3 + CH_3OH \rightarrow C_5H_5NH.SO_4.CH_3$$

Note. – La pyridine peut être remplacée par d'autres produits chimiques afin de contrôler le pH pendant la réaction.

4. Réactifs et produits auxiliaires

4.1 Réactif de Karl Fischer, dont l'équivalent en eau est approximativement de 2,5 mg d'eau/ml à 5 mg d'eau/ml (voir note 1).

4.2 Méthanol, pour analyse, dont la teneur en eau est approximativement de 0,05% (voir note 2).

4.3 Chloroforme, pour analyse, dont la teneur en eau est approximativement de 0,05% (voir note 2).

4.4 Perchlorate de magnésium, anhydre, en tant que desséchant.

4.5 Graisse lubrifiante, à base de polytétrafluoréthylène ou d'hydrocarbures fluorés.

Notes 1. – Certains lots de réactif de Karl Fischer ne conviennent pas parce qu'il n'est pas possible d'obtenir la brusque augmentation du courant d'électrode mentionnée dans la note du paragraphe 8.6.

2. – Une petite quantité d'eau doit être présente dans le solvant afin que la réaction se déroule de façon satisfaisante. Les qualités des réactifs spécifiés se sont avérées appropriées mais ils ne doivent pas être séchés.

3. – *Avertissement!* Certains réactifs sont nuisibles pour la santé et doivent être manipulés avec prudence.

5. Appareillage (voir figures 1, 2, 3 et 4, pages 36 à 38)

5.1 Appareil de titrage électrométrique de Karl Fischer (figure 1) constitué de:

a) une burette à piston graduée au moins à 0,005 ml, et munie d'un ajutage constitué d'un tube capillaire de 0,5 mm. La figure 2 illustre un ajutage approprié. Le tube capillaire sous le rodage conique 10/19 doit être coudé et d'une longueur telle que l'extrémité de l'ajutage reste immergée, à tout moment, dans le liquide. Il ne doit pas déverser le réactif dans le tourbillon formé lors de l'agitation du liquide.

b) un vase à réaction, d'une capacité de 250 ml et d'un diamètre intérieur de 50 mm muni d'un rodage plat. La vidange du récipient est facilitée s'il possède à sa base un robinet. Le vase à réaction sera protégé du rayonnement solaire direct pendant les titrages.

c) un couvercle possédant un rodage plat s'adaptant au vase à réaction et au moins quatre tubulures. Une de ces tubulures doit être un rodage conique 14/23 pour permettre l'introduction d'échantillons solides. Une autre tubulure sera munie d'un septum en caoutchouc.

d) des électrodes, en forme de boucles quasi fermées et fixées dans un tube de verre par fusion de celui-ci, en platine ou en alliage de platine. L'extrémité supérieure du tube se termine

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

Actual reactions are complex, but are essentially of water with iodine and sulphur dioxide and may be expressed as:

$$H_2O + I_2 + SO_2 + 3\,C_5H_5N \rightarrow 2\,C_5H_5N.HI + C_5H_5N.SO_3$$

$$C_5H_5N.SO_3 + CH_3OH \rightarrow C_5H_5NH.SO_4.CH_3$$

Note. – Pyridine can be replaced by other chemicals to control the pH during the reaction.

4. Reagents and auxiliary materials

4.1 Karl Fischer reagent, water equivalent 2.5 mg water/ml to 5 mg water/ml, approximately (see Note 1).

4.2 Methanol, analytical reagent grade, water content approximately 0.05% (see Note 2).

4.3 Chloroform, analytical reagent grade, water content approximately 0.05% (see Note 2).

4.4 Magnesium perchlorate, dried, used as desiccant.

4.5 Lubricating grease, polytetrafluoroethylene filled petroleum or fluorinated hydrocarbon types.

Notes 1. – Some batches of Karl Fischer reagent may not be suitable because they do not show the very rapid increase in the electrode current referred to in the note of Sub-clause 8.6.

2. – A small quantity of water has to be present in the solvent for the reaction to proceed satisfactorily. The reagent qualities specified have been found suitable, but should not be further dried.

3. – *Warning!* Certain reagents may be detrimental to human health and must be handled with proper care.

5. Apparatus (see Figures 1, 2, 3 and 4, pages 36 to 38)

5.1 Karl Fischer electrometric titration apparatus (Figure 1) consisting of:

a) piston burette, graduated in increments of 0.005 ml or less, with a jet made from 0.5 mm bore capillary tubing. The construction of a suitable jet is shown in Figure 2. The capillary tubing below the conical ground joint 10/19 should be so bent, and of such a length, that the tip of the jet remains immersed in the liquid at all times and does not discharge into the vortex formed when the liquid is stirred.

b) flanged titration vessel, nominal 250 ml capacity, inside diameter 50 mm. A drainage tap fitted to the base is an advantage when the vessel is to be emptied. The titration vessel should be shielded from direct sunlight when in use.

c) titration vessel lid, flanged to match the titration vessel, with at least four sockets, one of which should be at least a conical ground joint 14/23 to facilitate the addition of solid samples. One socket should be fitted with a rubber septum.

d) electrodes, pure platinum or platinum alloy wire, formed into almost closed loops and anchored by fusion into a glass tube carrying a conical ground joint 10/19 at the upper

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

par un rodage conique 10/19 de telle sorte que l'extrémité des boucles se trouve approximativement à 20 mm du fond du vase à réaction. Le tube est positionné pour que les boucles soient toujours complètement immergées. Les dimensions et les détails de construction des électrodes sont repris à la figure 3, page 37.

Note. – Les électrodes sont particulièrement robustes lorsqu'elles sont réalisées en fil de 1 mm de diamètre; elles peuvent alors être utilisées avec des échantillons solides. Cependant si on examine uniquement des échantillons liquides, l'extrémité libre de la boucle ne doit pas être scellée dans le verre et du fil de diamètre plus petit peut être utilisé.

La distance entre les deux électrodes n'est pas critique, cependant, lorsqu'on utilise du fil de faible diamètre, il faut éviter les courts-circuits accidentels. Si l'extrémité libre est scellée, l'écartement entre électrodes ne doit pas dépasser 5 mm pour leur permettre de pénétrer par le rodage conique 10/19.

Le courant d'électrodes correspondant au point anguleux de la courbe de sensibilité est pricipalement déterminé par la surface de la cathode et dans une moindre mesure par la vitesse de rotation de l'agitateur. Des boucles dont le diamètre intérieur est de 2,2 mm en fil de 1 mm de diamètre offrent une surface appropriée; dans la figure 3, le tableau donne, pour des fils de diamètre différent, les longueurs de fil nécessaires pour obtenir une même surface. D'autres valeurs peuvent être trouvées par interpolation.

e) un agitateur magnétique capable de maintenir, tout au long de la détermination, une vitesse raisonnablement constante (±10%) dans la gamme des 300 tr/min à 1 000/min. Il entraîne un barreau en fer recouvert de verre ou de polytétrafluoréthylène d'environ 25 mm de long.

Note. – L'agitateur magnétique doit être suffisamment puissant pour éviter que la vitesse d'agitation ne chute de plus de 10% lorsque l'échantillon d'huile est introduit dans le solvant.
Toute vitesse d'agitation de la gamme spécifiée peut être utilisée; une fois la vitesse choisie, elle sera maintenue à ±10% près pendant toutes les déterminations.

f) un réservoir en verre brun ou peint en noir, d'une capacité appropriée, pour contenir le réactif de Karl Fischer.

g) un circuit électrométrique est représenté à la figure 4, page 38 (voir également annexe C).

Note. – Des appareils commerciaux utilisent des circuits brevetés. Ceux-ci pourront être utilisés pourvu que leurs sensibilité et rendement ne soient pas inférieurs à ce qui est mentionné dans la présente norme.

h) tubes dessiccateurs pour protéger le vase à réaction et le réservoir du réactif.

5.2 Des seringues en verre, graduées et de capacité appropriée, munies d'aiguilles en acier inoxydable seront utilisées pour l'introduction des échantillons. L'utilisation d'une seringue réduit l'entrée de l'humidité atmosphérique qui est à l'origine d'erreurs lorsque l'échantillon est versé d'un récipient directement dans le vase à réaction.

5.3 Une seringue pour chromatographie, calibrée, d'une capacité de 10 µl et dont l'aiguille mesure au moins 150 mm, pour étalonner le réactif de Karl Fischer.

6. Préparation de l'appareillage

6.1 Démonter et laver les seringues pour éliminer toutes traces d'échantillons précédents; suivant la nature des échantillons, utiliser une solution de détergent, de l'eau savonneuse ou un solvant organique chloré. Rincer convenablement avec de l'eau chaude, ensuite avec de l'eau déionisée et finalement, après égouttage, avec du méthanol. Sécher les seringues propres dans une étuve bien ventilée à 115 ± 5 °C pendant au moins 1 h, ensuite laisser refroidir jusqu'à la température ambiante dans un dessiccateur.

6.2 Appareil de Karl Fischer: s'assurer que tous les rodages de la verrerie et des tubes sont convenablement assemblés et enduits d'une légère couche de graisse (voir note de la figure 1). Veillez à ce que, dans le vase à réaction, l'ajutage de la burette ainsi que les électrodes ne

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

end, so that the lowest part of the loops is approximately 20 mm above the base of the titration vessel and positioned so that the loops are always completely immersed. The construction and dimensions of the electrodes are shown in Figure 3, page 37.

Note. – The electrode is particularly robust when 1 mm diameter wire is used and has been designed for use also with solid samples. If, however, only liquid samples are to be tested, the free end of the wire need not be anchored and smaller diameter wire may be used.

The distance between the electrode wires is unimportant but care should be taken, when using small diameter wire, to prevent accidental short-circuiting. If anchored loops are made, the maximum width of the loops should not exceed 5 mm to allow the electrode assembly to pass through a conical joint 10/19.

The electrode current at the inflexion point of the sensitivity curve is mainly determined by the surface area of the cathode and to a much smaller extent by the stirring speed. A suitable surface area is obtained by forming loops of inside diameter 2.2 mm for 1 mm diameter wire. The table in Figure 3 gives, for various diameters of wire, the lengths of exposed wire required to give the same surface area. Other values can be found by interpolation.

e) electromagnetic stirrer, capable of maintaining a reasonably constant speed (±10%) within the range 300 rev/min to 1 000 rev/min throughout the determination, driving a glass or polytetrafluoroethylene coated stirring bar, made of iron, approximately 25 mm long.

Note. – The electromagnetic stirrer should be sufficiently powerful to prevent the stirring speed falling by more than 10% when the oil sample is added to the solvent.
Any stirring speed within the range specified may be selected; once chosen, the stirring speed for all determinations should be maintained within ±10%.

f) reservoir for Karl Fischer reagent, black-painted or brown glass of suitable capacity.

g) electrometric circuit as shown in Figure 4, page 38, (see also Appendix C).

Note. – Commercial instruments may use proprietary circuiting. These can be used provided their sensitivity and performance are not worse than indicated in this standard.

h) drying tubes for titration vessel and reagent reservoir.

5.2 Glass syringes, graduated, of suitable capacities, fitted with stainless steel canulas, are used for sample transfer. The use of a syringe reduces the pick-up of atmospheric water vapour which causes errors if the sample is introduced by pouring directly from the sample container.

5.3 Chromatographic syringe, calibrated, 10 µl capacity, needle length at least 150 mm, for calibration of Karl Fischer reagent.

6. Preparation of apparatus

6.1 Syringes should be dismantled and washed free of traces of previous samples, either with a suitable detergent solution, soapy water or a chlorinated hydrocarbon solvent, depending on the nature of the samples, rinsed thoroughly with warm water, then deionized water and finally, after draining, with methanol. Dry the clean syringes in a well-ventilated oven at 115 ± 5 °C for at least 1 h, then cool to room temperature in a desiccator.

6.2 Karl Fischer apparatus: ensure that all joints in glassware and tubing are properly made and lightly coated with grease (see note of Figure 1). Check that the stirrer bar in the titration vessel will not contact the burette jet tip or electrodes when revolved. Fit the Karl Fischer

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

soient pas heurtés par la rotation de l'agitateur. Adapter le réservoir du réactif de Karl Fischer à la burette et vérifier l'état du desséchant dans tous les tubes dessiccateurs; il doit être blanc et cristallisé (le desséchant doit normalement être remplacé toutes les deux semaines).

7. Méthodes d'échantillonnage des huiles

7.1 *Échantillonnage de routine*

Utiliser, pour l'échantillonnage de routine, les méthodes décrites dans l'article 2 et le paragraphe 3.1 de la Publication 475 de la CEI: Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.

7.2 *Échantillonnage conseillé*

Pour obtenir une meilleure précision, et particulièrement lorsque la teneur en eau est très faible, utiliser la procédure décrite au paragraphe 3.2 et dans l'annexe B de la Publication 567 de la CEI: Guide pour le prélèvement des gaz et de l'huile dans le matériel électrique rempli d'huile et pour l'analyse des gaz libres et dissous.

8. Mode opératoire

8.1 Remplir la burette avec le réactif de Karl Fischer, ensuite la vider dans le réservoir. Agiter le réservoir délicatement mais convenablement, en prenant soin de ne pas imposer de contraintes aux canalisations en verre. Répéter cette procédure trois fois; dès lors la burette sera sèche et le réactif homogène. Remplir la burette.

8.2 Tourner le robinet 8 (voir figure 1, page 36) afin de relier la burette à l'ajutage, rincer l'ajutage avec le contenu de la burette. Eliminer le réactif se trouvant dans le vase à réaction et remplir la burette jusqu'à la graduation zéro.

8.3 Verser dans le vase à réaction 75 ml du mélange chloroforme-méthanol (1:1 en volume).

8.4 Enclencher l'agitateur magnétique et ajuster la vitesse pour qu'elle soit située dans la gamme citée au point *e)* du paragraphe 5.1.

8.5 Le sélecteur à trois positions étant en A (voir figure 4, page 38), ajuster le «Réglage du potentiel» pour lire 100 μA au microampèremètre (l'équivalent d'un potentiel de 200 mV).

8.6 Le sélecteur à trois positions étant en B, titrer le mélange de solvants dans le vase à réaction, par le réactif de Karl Fischer, jusqu'à l'obtention au microampèremètre d'un courant stable d'environ 50 μA. Placer le sélecteur à trois positions en C et continuer de titrer jusqu'à l'obtention d'un courant moyen de 70 ± 5 μA qui ne chute pas de plus de 2 μA en 4 min. Relever l'indication du microampèremètre, en tenant compte d'éventuelles oscillations. Remplir la burette jusqu'à la graduation zéro.

Note. – Au cours de l'étape initiale du titrage de l'eau résiduelle du solvant, l'addition de réactif de Karl Fischer provoque une augmentation brutale du courant d'électrodes suivie d'une légère diminution. Lorsque le titrage progresse, les fluctuations de courant deviennent beaucoup moins rapides et le sélecteur à trois positions peut être amené en C.

Avec certaines électrodes, le courant au point final peut osciller autour d'une valeur moyenne de ± 2 μA; le titrage doit être poursuivi jusqu'à ce que la valeur moyennne soit de 70 ± 5 μA (la valeur moyenne doit être comprise entre 65 μA et 75 μA quelles que soient les oscillations) et que la dérive négative de la valeur moyenne soit inférieure à 2 μA en 4 min.

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

solution reservoir to the burette and check that the desiccant in all drying tubes is in good condition, i.e. white and crystalline. (The dessicant will normally require changing at least every fourteen days).

7. Sampling methods for oils

7.1 *Routine sampling*

For routine tests the sampling methods described in Clause 2 and Sub-clause 3.1 of IEC Publication 475: Method of Sampling Liquid Dielectrics, shall be used.

7.2 *Recommended sampling*

For better accuracy, and particularly where the moisture content is very low, the procedure described in Sub-clause 3.2 and Appendix B of IEC Publication 567: Guide for the Sampling of Gases and Oil from Oil-filled Electrical Equipment and for the Analysis of Free and Dissolved Gases, shall be used.

8. Procedure

8.1 Fill the burette with Karl Fischer reagent, then empty it back into the reservoir. Swirl the content of the reservoir gently but thoroughly, taking care not to impose any strain on the glass tubing connections. Repeat this procedure three more times; the burette will now be dry and the reagent homogeneous. Refill the burette.

8.2 Turn tap 8 (see Figure 1, page 36) to connect the burette to the jet and flush the jet with the contents of the burette. Discard the reagent in the titration vessel and refill the burette to the zero graduation.

8.3 Add 75 ml of chloroform-methanol mixture (1:1 by volume) to the titration vessel.

8.4 Switch on the magnetic stirrer, and adjust to a speed within the range mentioned in Item *e)* of Sub-clause 5.1.

8.5 With the three-way switch in position A (Figure 4, page 38), adjust the "Millivolts control" to give a microammeter reading of 100 μA (equivalent to a circuit potential of 200 mV).

8.6 With the switch in position B, titrate the solvent mixture in the titration vessel with Karl Fischer reagent until the microammeter maintains a reasonably steady reading of about 50 μA. Switch to position C and continue titrating until the microammeter maintains a mean reading of 70 ± 5 μA which does not drop more than 2 μA in 4 min. Note the meter reading, allowing for any oscillations that may occur. Fill the burette to the zero graduation.

Note. – During the initial stage of the titration of the residual water in the solvent, addition of Karl Fischer reagent causes a very rapid increase in the electrode current, followed by a fairly rapid fall. As the titration progresses, the current fluctuations becomes much less rapid and the rotary switch can be turned to position C.

With some electrodes, the current at the end-point may oscillate around a mean value by up to ± 2 μA. The titration should be continued until this mean value is 70 ± 5 μA, (i.e. the mean value should be between 65 μA and 75 μA, disregarding the oscillations) and the downward drift of the mean value is less than 2 μA in 4 min.

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

8.7 Pour les échantillons qui ont été prélevés dans des bouteilles en verre, remplir une seringue d'huile en maintenant la pointe de l'aiguille bien en dessous de la surface de l'huile. Refermer la bouteille immédiatement. Maintenir la seringue verticalement, l'aiguille dirigée vers le haut, éliminer les bulles d'air et vider la seringue. Remplir à nouveau la seringue et la peser à 0,1 g près. Pour les échantillons qui ont été prélevés au moyen d'une seringue, éliminer environ 2 ml et rincer l'aiguille, ensuite peser la seringue à 0,1 g près.

8.8 En perçant le septum, injecter une quantité d'huile dans le vase à réaction et repeser la seringue. Noter la masse *M*, en grammes, d'huile injectée. La quantité d'huile à injecter dépendra de la teneur en eau et se situera entre 5 g et 25 g.

8.9 Titrer l'eau par le réactif de Karl Fischer jusqu'à ce que l'aiguille du microampèremètre se stabilise à la valeur notée au paragraphe 8.6. Noter le volume *a* en millilitres.

8.10 Vidanger le vase à réaction, effectuer une deuxième détermination en répétant la procédure décrite aux paragraphes 8.3 et 8.6 à 8.9.

8.11 Après la deuxième détermination et sans vidanger le vase à réaction, étalonner le réactif Karl Fischer suivant la procédure décrite à l'article 9.

9. Étalonnage du réactif de Karl Fischer

9.1 Remplir la burette jusqu'à la graduation zéro.

9.2 Remplir une seringue de chromatographie de 10 µl avec de l'eau déionisée.

9.3 Injecter l'eau dans le vase à réaction, en prenant soin de ne pas appuyer sur le piston de la seringue en perçant le septum au moyen de l'aiguille. Immerger la pointe de l'aiguille avant d'injecter l'eau. Noter la quantité d'eau injectée en milligrammes.

9.4 Titrer au moyen du réactif de Karl Fischer jusqu'à ce que l'aiguille du microampèremètre se stabilise à la valeur notée au paragraphe 8.6. Noter le volume *b* en millilitres.

10. Calcul des résultats

10.1 Equivalent en eau *W* du réactif de Karl Fischer

$$W = \frac{\text{mg d'eau injectée}}{b}$$ en milligrammes d'eau par millilitre de réactif de Karl Fischer

b = millilitres de réactif de Karl Fischer utilisé au paragraphe 9.4

10.2 *Teneur en eau de l'huile*

$$\text{teneur en eau} = \frac{a \cdot W \cdot 1000}{M} \text{ mg/kg}$$

a = millilitres de réactif de Karl Fischer utilisés, au paragraphe 8.9
W = équivalent en eau du réactif de Karl Fischer
M = masse, en grammes, de l'échantillon injecté, au paragraphe 8.8

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

8.7 With samples which have been collected in glass bottles, fill a syringe with oil, keeping the tip of the canulla well below the surface of the oil. Replace the top of the glass bottle immediately. Hold the syringe vertically, with the cannula uppermost, discharge all air bubbles and discard the contents of the syringe. Refill the syringe and weigh to the nearest 0.1 g. With samples which have been collected in a syringe, discharge approximately 2 ml to flush out the canulla and weigh the syringe to the nearest 0.1 g.

8.8 Inject a quantity of oil into the titration vessel via the septum cap and re-weigh the syringe. Record the mass *M*, in grammes, of sample injected. The quantity of oil injected may be varied according to the approximate moisture content of the oil, if known. A range of 5 g to 25 g is suggested.

8.9 Titrate the moisture with Karl Fischer reagent until the microammeter needle remains at the reading noted in Sub-clause 8.6. Record the volume *a* in millilitres.

8.10 Carry out a duplicate determination by emptying the titration vessel and repeating the steps described in Sub-clauses 8.3 and 8.6 to 8.9.

8.11 Without emptying the vessel after the second determination, proceed immediately with the standardization of the Karl Fischer reagent as described in Clause 9.

9. Standardization of Karl Fischer reagent

9.1 Refill the burette to the zero position.

9.2 Fill a 10 µl chromatographic syringe with deionized water.

9.3 Inject the water into the titration vessel, taking care not to depress the plunger of the syringe while passing the needle through the septum cap. Submerge the needle tip below the surface of the liquid mixture before injection of the water. Record the quantity of water injected in milligrammes.

9.4 Titrate with Karl Fischer mixture until the microammeter needle remains at the reading noted in Sub-clause 8.6. Record the volume *b* in millilitres.

10. Calculation of results

10.1 Water equivalent *W* of Karl Fischer reagent

$$W = \frac{\text{mg of water added}}{b} \quad \begin{matrix}\text{milligrammes of water per millilitre} \\ \text{of Karl Fischer reagent}\end{matrix}$$

b = millilitres of Karl Fischer reagent used in Sub-clause 9.4

10.2 *Water content of the oil*

$$\text{water content} = \frac{a \cdot W \cdot 1000}{M} \text{ mg/kg}$$

a = millilitres of Karl Fischer reagent used in Sub-clause 8.9
W = water equivalent of Karl Fischer reagent
M = mass, in grammes, of the sample injected in Sub-clause 8.8

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

11. Rapport

La teneur en eau de l'échantillon d'huile est exprimée comme la moyenne de deux déterminations, arrondie à l'entier le plus proche, en milligrammes d'eau par kilogramme d'huile.

12. Précision

12.1 *Répétabilité*

Les essais effectués en double par le même opérateur doivent être considérés comme suspects, pour un intervalle de confiance de 95%, s'ils diffèrent de plus de $0{,}77\sqrt{X}$ mg/kg (où X est la moyenne de deux déterminations).

12.2 *Reproductibilité*

Lorsque deux laboratoires examinent des échantillons provenant d'une même huile, ils doivent présenter un rapport qui comporte les résultats des essais effectués en double ainsi que la moyenne de ceux-ci.

Les deux moyennes seront considérées comme suspectes, pour un intervalle de confiance de 95%, si elles diffèrent de plus de $3{,}25\sqrt{X}$ mg/kg (où X est la moyenne des deux moyennes).

SECTION DEUX — DOSAGE DE L'EAU DANS LES PAPIERS ET CARTONS IMPRÉGNÉS D'HUILE

13. Aperçu de la méthode

Deux procédures sont décrites. L'eau est soit d'abord extraite par du méthanol absolu, la détermination étant effectuée sur l'extrait, soit déterminée sur l'échantillon de papier sans extraction préalable; dans ce dernier cas l'extraction a lieu pendant le titrage. Cette dernière procédure ne sera appliquée que dans le cas des papiers, l'eau d'échantillons de cartons imprégnés d'huile ne pouvant être complètement extraite pendant la durée normale d'une détermination.

14. Dosage après extraction préalable par le méthanol

14.1 *Réactifs et produits auxiliaires*

a) Réactif de Karl Fischer dont l'équivalent en eau est approximativement de 2,5 mg eau/ml à 5 mg eau/ml (voir article 4, note 1).

b) Méthanol, pour analyse, dont la teneur en eau est approximativement de 0,05% (voir article 4, note 2).

c) 1,1,1-trichloroéthane, qualité technique.

d) Perchlorate de magnésium, anhydre, en tant que desséchant.

e) Graisse lubrifiante, à base de polytétrafluoréthylène ou d'hydrocarbures fluorés.

f) Copeaux de magnésium.

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

11. Report

Report the water content of the oil sample as the average of the duplicate determinations to the nearest integer in milligrammes of water per kilogramme oil.

12. Precision

12.1 *Repeatability*

Duplicate determinations carried out by one operator should be considered suspect at the 95% confidence level if they differ by more than $0.77\sqrt{X}$ mg/kg (where X is the average of the duplicate determinations).

12.2 *Reproducibility*

When two laboratories test different samples of the same oil, each will produce duplicate results and report their average.

The two averages should not be considered suspect at the 95% confidence level unless they differ by more than $3.25\sqrt{X}$ mg/kg (where X is the average of the two averages).

SECTION TWO — DETERMINATION OF WATER IN OIL-IMPREGNATED PAPER AND PRESSBOARD

13. Outline of the method

Two test procedures are described. The moisture is either first extracted with absolute methanol and the determination carried out on the extract or determined directly on a paper sample with the extraction occurring during the titration itself. This latter procedure shall only be applied to paper because an oil-impregnated pressboard sample can never be completely extracted within the normal duration of a determination.

14. Determination after previous extraction with methanol

14.1 *Reagents and auxiliary materials*

a) Karl Fischer reagent, water equivalent 2.5 mg of water/ml to 5 mg water/ml approximately (see Clause 4, Note 1).

b) Methanol, analytical reagent grade, water content approximately 0.05% (see Clause 4, Note 2).

c) 1,1,1-trichloroethane, technical grade.

d) Magnesium perchlorate, dried, used as desiccant.

e) Lubricating grease, polytetrafluoroethylene filled petroleum or fluorinated hydrocarbon types.

f) Magnesium turnings.

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

14.2 *Appareillage*

a) Appareil de titrage de Karl Fischer, tel que décrit au paragraphe 5.1.

b) Appareil pour distiller le méthanol.

c) Un récipient pour recueillir le méthanol distillé et qui sera protégé de l'humidité atmosphérique au moyen d'un tube dessiccateur. Ce récipient sera muni à sa partie inférieure d'un robinet de vidange et d'un rodage sphérique permettant de l'adapter au tube d'extraction (voir figure 5, page 39).

d) Un tube d'extraction, gradué et étanche, d'une capacité approximative de 125 ml (voir figure 5).

e) des brucelles métalliques.

14.3 *Préparation de l'appareillage*

Laver toute la verrerie ainsi que les brucelles, pour éliminer les traces d'échantillons précédents, au moyen d'une solution de détergent, d'eau savonneuse ou d'un solvant organique chloré. Rincer parfaitement avec de l'eau chaude, ensuite avec de l'eau déionisée et finalement, après égouttage, avec du méthanol. Sécher le matériel propre dans une étuve à 115 ± 5 °C pendant 1 h, ensuite laisser refroidir, jusqu'à la température ambiante, dans un dessiccateur.

14.4 *Mode opératoire*

a) Distiller le méthanol en présence de copeaux de magnésium pour abaisser la teneur en eau en dessous de 100 mg/kg. Recueillir le méthanol ainsi distillé dans un récipient (voir figure 5) protégé de l'humidité atmosphérique par un tube dessiccateur contenant du perchlorate de magnésium. Déterminer la teneur en eau du méthanol et noter la valeur.

b) Prendre un tube d'extraction contenant un échantillon de papier, ou introduire un échantillon de papier dans un tube d'extraction.

Notes 1. – Choisir la masse de papier de telle sorte que la quantité d'eau à déterminer soit comprise entre 30 mg et 50 mg.

2. – Si le papier, ou le carton, est trop épais, il est recommandé de le diviser en plusieurs morceaux afin d'améliorer l'extraction. Au cours de cette opération, il est nécessaire d'éviter tout risque d'échange d'humidité avec l'atmosphère environnante.

c) Adapter le tube d'extraction au récipient contenant le méthanol anhydre, ouvrir le robinet supérieur et, pendant un temps très court, l'évacuer au moyen de la pompe à vide. Introduire ensuite, au moyen d'une burette appropriée, 50 ml de méthanol anhydre, fermer le robinet supérieur et détacher le tube d'extraction.

d) Répéter la procédure décrite au point *c)* avec un autre tube d'extraction qui ne contient pas de papier. Ceci pour effectuer un essai à blanc.

e) Agiter le tube contenant les échantillons de papier et le tube pour l'essai à blanc pendant 2 h.

f) Préparer l'appareil de titrage de Karl Fischer tel qu'il est indiqué aux paragraphes 8.1 et 8.2.

g) Introduire 50 ml de méthanol (voir paragraphe 14.1) dans le vase à réaction, enclencher l'agitateur magnétique et neutraliser au moyen du réactif de Karl Fischer comme décrit au paragraphe 8.6.

h) Adapter le tube d'extraction à l'un des rodages 14/23 du couvercle du vase à réaction, introduire le méthanol dans le solvant neutralisé et titrer jusqu'au même point final. Noter le volume a_2, en millilitres, de réactif utilisé.

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

14.2 *Apparatus*

a) Karl Fischer titration apparatus, as indicated in Sub-clause 5.1.

b) Methanol distilling apparatus.

c) Dried methanol container, to collect the distilled methanol and which can be protected from the atmosphere by a drying tube and fitted at its lower part with a draining cock and a spherical joint to adapt to the extraction tube (see Figure 5, page 39).

d) Graduated gas-tight extraction tube with an approximate capacity of 125 ml, (see Figure 5).

e) Metal tweezers.

14.3 *Preparation of the apparatus*

All the glassware and metal tweezers should be washed free from traces of previous samples, either with a suitable detergent solution or soapy water or with a chlorinated hydrocarbon solvent rinsed thoroughly with warm water, then deionized water and finally after draining, with methanol. The clean materials should be dried in an oven at 115 ± 5 °C for 1 h, then cooled to room temperature in a desiccator.

14.4 *Procedure*

a) Distill methanol over magnesium turnings in order to lower its water content below 100 mg/kg. Collect the distilled methanol in the container (see Figure 5) protected from the atmosphere by a drying tube filled with magnesium perchlorate. Determine the water content of the distilled methanol and record the value.

b) Take an extraction tube containing a paper sample or put a paper sample in an extraction tube.

Notes 1. – Select the mass of the sample so that the amount of water to be measured falls within 30 mg and 50 mg.

2. – It may be advisable to cut up the paper or pressboard if it is too thick in order to ensure better extraction. It will then be necessary to avoid any risk of exchange of moisture with the surroundings during this operation.

c) Fit the extraction tube to the dry methanol container, open the upper cock, connect to the vacuum line for a very short time and, using an appropriate burette, admit 50 ml of dry methanol. Close the upper cock and disconnect the tube.

d) Repeat Item *c)* with another tube which does not contain any paper. This will be used for the blank test.

e) Shake the sample and blank tubes for 2 h.

f) Prepare the Karl Fischer titration apparatus as indicated in Sub-clauses 8.1 and 8.2.

g) Run 50 ml of reagent methanol (see Sub-clause 14.1) into the titration vessel, switch on the magnetic stirrer and neutralize with Karl Fischer reagent as described in Sub-clause 8.6.

h) Fit the sample tube to one of the 14/23 ground joints on the titration vessel, transfer the methanol to the neutralized solvent and titrate to the same end-point. Record the volume a_2 in millilitres.

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

i) Répéter la procédure décrite aux points *g)* et *h)* pour le tube d'extraction contenant le méthanol de l'essai à blanc, noter le volume a_1, en millilitres, de réactif utilisé. Comparer le résultat de cette détermination au titre du méthanol obtenu après distillation. Cet essai doit servir de critère d'approbation pour la série de déterminations effectuées.

j) Après cette détermination et, sans vidanger le vase à réaction, étalonner immédiatement le réactif de Karl Fischer comme décrit à l'article 9.

k) Extraire l'échantillon de papier du tube d'extraction. Dégraisser le papier au moyen de 1,1,1-trichloroéthane et sécher au moins pendant 1 h à 110 °C. Laisser refroidir le papier dans un dessiccateur, ensuite peser. Noter la masse *M*, en grammes, du papier.

14.5 *Calcul des résultats*

a) Equivalent en eau du réactif de Karl Fischer «*W*»

$$W = \frac{\text{mg d'eau injectée}}{b}$$ en milligrammes d'eau par millilitre de réactif de Karl Fischer

b = millilitres de réactif de Karl Fischer utilisé au point *j)* du paragraphe 14.4

b) Teneur en eau de l'échantillon de papier

$$\text{teneur en eau} = \frac{(a_2 - a_1) \cdot W}{M \cdot 10} \ \%\text{ (en masse)}$$

a_1 = millilitres de réactif de Karl Fischer utilisés pour l'essai à blanc
a_2 = millilitres de réactif de Karl Fischer utilisés pour le titrage de l'échantillon de papier
M = masse, en grammes, de l'échantillon de papier extrait par le méthanol
W = équivalent en eau du réactif de Karl Fischer, milligrammes d'eau par millilitre de réactif

15. Dosage sans extraction préalable par le méthanol

15.1 *Réactifs et produits auxiliaires*

a) Réactif de Karl Fischer dont l'équivalent en eau est approximativement de 2,5 mg eau/ml à 5 mg eau/ml (voir article 4, note 1).

b) Méthanol, réactif pour analyse, dont la teneur en eau est approximativement de 0,05% (voir article 4, note 2).

c) 1,1,1-trichloroéthane, qualité technique.

d) Perchlorate de magnésium, anhydre, en tant que desséchant.

e) Graisse lubrifiante, à base de polytétrafluoréthylène ou d'hydrocarbures fluorés.

15.2 *Appareillage*

a) Appareil de titrage de Karl Fischer, tel que décrit au paragraphe 5.1.

b) Brucelles métalliques.

15.3 *Préparation de l'appareillage*

Voir paragraphe 14.3

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

i) Repeat Items *g)* and *h)* for the blank tube and record the volume a_1, in millilitres. The result should be compared against the initial titre of the methanol as an acceptance criterion for the series of tests.

j) Without emptying the vessel after this determination proceed immediately with the standardization of the Karl Fischer reagent as described in Clause 9.

k) Remove the paper from the extraction tube. Degrease the paper with 1,1,1-trichloroethane and dry for at least 1 h at 110 °C. Cool the paper in a desiccator and then weigh. Record the mass M, in grammes, of the paper.

14.5 *Calculation of the results*

a) Water equivalent "W" of Karl Fischer reagent

$$W = \frac{\text{mg of water added}}{b} \quad \begin{matrix}\text{milligrammes of water per millilitre} \\ \text{of Karl Fischer reagent}\end{matrix}$$

b = millilitres of Karl Fischer reagent used in Item *j)* of Sub-clause 14.4

b) Water content of paper sample

$$\text{water content} = \frac{(a_2 - a_1) \cdot W}{M \cdot 10} \ \%\text{ (by mass)}$$

a_1 = millilitres of Karl Fischer reagent used for blank titration
a_2 = millilitres of Karl Fischer reagent used for titration of paper sample
M = mass, in grammes, of paper sample which has been extracted by the methanol
W = water equivalent of Karl Fischer reagent, milligrammes of water per millilitre

15. Determination without previous extraction with methanol

15.1 *Reagents and auxiliary materials*

a) Karl Fischer reagent, water equivalent 2.5 mg water/ml to 5 mg water/ml approximately (see Clause 4, Note 1).

b) Methanol, analytical reagent grade, water content approximately 0.05% (see Clause 4, Note 2).

c) 1,1,1-trichloroethane, technical grade.

d) Magnesium perchlorate, dried, used as desiccant.

e) Lubricating grease, polytetrafluoroethylene filled petroleum or fluorinated hydrocarbon types.

15.2 *Apparatus*

a) Karl Fischer titration apparatus, as indicated in Sub-clause 5.1.

b) Metal tweezers.

15.3 *Preparation of the apparatus*

See Sub-clause 14.3

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 *Mode opératoire*

a) Suivre la procédure décrite aux paragraphes 8.1 et 8.2.

b) Ajouter 50 ml de méthanol dans le vase à réaction.

c) Suivre la procédure décrite aux paragraphes 8.4 à 8.6.

d) Etalonner ensuite le réactif de Karl Fischer comme décrit dans l'article 9 (il est commode d'effectuer l'étalonnage à ce stade des opérations parce qu'il n'y a pas encore de morceaux de papier qui flottent dans le solvant).

e) Introduire l'échantillon de papier, aussi rapidement que possible dans le vase à réaction, au moyen des brucelles métalliques séchées.

f) Après une période allant de 15 min à 25 min (le temps exact doit être déterminé par l'opérateur), titrer l'humidité extraite du papier par le réactif de Karl Fischer comme décrit au paragraphe 8.6. Noter le volume a_2, en millilitres, de réactif utilisé. Effectuer un essai à blanc de même durée afin d'évaluer la quantité d'eau qui pénètre dans le système pendant la détermination. Noter le volume a_1, en millilitres, de réactif utilisé.

Note. – Il est important de réduire au maximum la durée de la détermination; elle peut être définie par l'expérience de l'opérateur et le type d'échantillon à examiner. Afin d'obtenir des résultats reproductibles pour une série de déterminations, il est nécessaire que la durée de l'extraction soit la même pour toutes les déterminations.

g) Vidanger le vase à réaction. Extraire l'échantillon de papier, le dégraisser au moyen de 1,1,1-trichloroéthane et le sécher au moins 1 h à 110 °C. Laisser refroidir le papier dans un dessiccateur, ensuite peser. Noter la masse M, en grammes, de papier.

15.5 *Calcul des résultats*

a) Equivalent en eau du réactif de Karl Fischer «*W*»

$$W = \frac{\text{mg d'eau injectée}}{b}$$ en milligrammes d'eau par millilitre de réactif de Karl Fischer

b = millilitres de réactif de Karl Fischer utilisé au point *d)* du paragraphe 15.4

b) Teneur en eau de l'échantillon de papier

$$\text{teneur en eau} = \frac{(a_2 - a_1) \cdot W}{M \cdot 10} \ \%\ \text{(en masse)}$$

a_1 = millilitres de réactif de Karl Fischer utilisés pour l'essai à blanc au point *f)* du paragraphe 15.4
a_2 = millilitres de réactif de Karl Fischer utilisés au point *f)* du paragraphe 15.4
M = masse, en grammes, de l'échantillon de papier
W = équivalent en eau du réactif de Karl Fischer, en milligrammes d'eau par millilitre de réactif.

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 *Procedure*

a) Follow the procedure described in Sub-clauses 8.1 and 8.2.

b) Add 50 ml of methanol to the titration vessel.

c) Follow the procedure described in Sub-clauses 8.4 to 8.6.

d) Proceed now with the standardization of the Karl Fischer reagent as described in Clause 9. (It is convenient to carry out standardization at this stage because there is no paper floating in the solvent.)

e) Introduce, as quickly as possible, the paper sample by means of dried metal tweezers into the titration vessel.

f) After a time ranging from 15 min to 25 min (exact time shall be determined by the operator) titrate the moisture extracted from the paper with the Karl Fischer reagent as described in Sub-clause 8.6. Record the volume a_2 in millilitres. Carry out a blank test of the same duration in order to evaluate the amount of moisture that enters the system during the test. Record the volume a_1, in millilitres.

Note. – It is important to limit to a minimum the duration of the determination, which can be fixed by the operator on a basis of experience and the type of sample examined. To obtain reproducible results over a series of tests, the same determination period should be used throughout the series.

g) Empty the titration vessel. Remove the paper sample, degrease it with 1,1,1-trichloroethane and dry for at least 1 h at 110 °C. Cool the paper in a desiccator and then weigh. Record the mass M, in grammes, of paper.

15.5 *Calculation of the results*

a) Water equivalent "W" of Karl Fischer reagent:

$$W = \frac{\text{mg of water added}}{b} \quad \begin{matrix}\text{milligrammes of water per millilitre} \\ \text{of Karl Fischer reagent}\end{matrix}$$

b = millilitre of Karl Fischer reagent used in Item *d)* of Sub-clause 15.4

b) Water content of paper sample

$$\text{water content} = \frac{(a_2 - a_1) \cdot W}{M \cdot 10} \ \%\ \text{(by mass)}$$

a_1 = millilitres of Karl Fischer reagent used for blank in Item *f)* of Sub-clause 15.4
a_2 = millilitres of Karl Fischer reagent used in Item *f)* of Sub-clause 15.4
M = mass, in grammes, of the paper sample
W = water equivalent of Karl Fischer reagent in milligrammes of water per millilitre of reagent.

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

MÉTHODES DE PRÉLÈVEMENT DES PAPIERS ET CARTONS IMPRÉGNÉS D'HUILE

A1. Généralités

Cette annexe contient quelques méthodes de prélèvement d'échantillons de papier et de carton imprégnés d'huile dans le matériel électrique, qui se sont avérées appropriées parmi de nombreuses autres existantes. Elles sont destinées à fournir des indications aux personnes peu expérimentées et précisent les précautions principales qui doivent être respectées.

La méthode de prélèvement dépend de la nature de l'isolation à examiner (par exemple câble ou transformateur). Cependant, dans tous les cas, il est important d'éviter tout risque d'échange d'humidité entre la zone où l'échantillon est prélevé et l'ambiance environnante. Pour cette raison, il est recommandé de prélever les échantillons lorsque la partie de l'isolation est encore immergée dans l'imprégnant ou aussitôt après qu'elle en a été retirée.

Lorsque cela est possible, il est recommandé de prélever les échantillons de papier au moyen d'un trépan, et à défaut au moyen de lames de rasoir, de scalpels ou de ciseaux.

A2. Prélèvement sur des câbles

A2.1 *Prélèvement d'une partie de câble*

Le câble est surélevé à l'endroit où il doit être coupé. La gaine métallique est étamée en deux endroits distants d'au moins 50 cm, pour faciliter le scellement des capots métalliques aux extrémités lorsque l'échantillon de câble est enlevé.

La première découpe est effectuée à l'endroit approprié d'une des zones étamées, en utilisant soit une scie à main soit une scie à moteur ou encore un disque abrasif. L'extrémité de l'échantillon est immédiatement scellée au moyen d'un capot métallique pourvu d'un raccord permettant d'abaisser la pression d'huile pendant le scellement.

La deuxième découpe est effectuée dans l'autre zone étamée, distante de la première d'au moins 50 cm en répétant la procédure de scellement.

Les deux extrémités libres du câble doivent être scellées de la même manière.

Si des capots métalliques ne sont pas disponibles on utilisera des capots thermorétractables ou en toute autre matière plastique pourvu qu'ils soient fixés fermement sur le câble. Dans ce cas, il est préférable de placer l'échantillon dans un récipient hermétique, de volume mort très faible, jusqu'à ce que l'échantillon de papier soit prélevé.

A2.2 *Dissection des câbles et prélèvement de papier*

Un morceau de câble, de 30 cm de long environ, est prélevé si possible aussitôt après réception de l'échantillon. Pour cela, l'échantillon est mis dans une boîte à gants dans laquelle circule un courant d'azote sec. L'azote qui provient d'une bouteille commerciale est desséché par passage dans un tube dessiccateur contenant du perchlorate de magnésium pour abaisser le point de rosée de l'azote jusque −56 °C. Le desséchant doit être remplacé régulièrement. L'échantillon est disséqué dans la boîte à gants.

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

METHODS FOR SAMPLING OF OIL-IMPREGNATED PAPER AND PRESSBOARD

A1. General

This appendix describes a few among the various techniques which have been found suitable to take samples of oil-impregnated paper and pressboard from oil-filled electrical equipment. They are intended to provide guidelines for less experienced persons and set out the main precautions which should be taken.

The sampling method depends upon the kind of insulation concerned (e.g. cable or transformer). However, in every case it is important to avoid any risk of moisture exchange between the zone of insulation from which the sample is taken and the surrounding medium. For this reason, it is recommended that samples be taken while this part of insulation is still immersed in the impregnant or as soon as it has been removed from the impregnant.

Where it is practicable it is recommended to take the paper samples with a trepan, if not, razor blades, scalpels or scissors are used.

A2. Sampling from cable

A2.1 *Sampling a part of cable*

The cable is raised at the position where it is to be cut and the metal sheath tinned at two positions not less than 50 cm apart to facilitate plumbing on metal end caps when the sample is removed.

The first cut is made at the appropriate position within one of the tinned areas using a power or hand saw or abrasive cutting disc and the end of the proposed sample closed immediately with a metal end cap which should be provided with a nut and nipple to relieve oil pressure during plumbing.

The second cut is made within the second of the tinned areas not less than 50 cm from the first cut and the capping procedure repeated.

The two cut ends of the remaining cable should also be similarly closed.

If metal end caps are not available, heat shrinkable or other plastic caps may be used provided they are securely taped onto the cable. In this case it is advisable to place the sample in a tin or other closed container with minimum residual air space until the paper sample is to be taken.

A2.2 *Dissection of cables and sampling of papers*

A part of cable approximately 30 cm is cut if possible immediately after the sample cable is received in the laboratory. For this purpose, the sample cable is put in a glove box which is swept by dry nitrogen. The nitrogen is obtained from a commercial gas bottle and passed through a dry tube filled with magnesium perchlorate used as desiccant to lower the dew-point of the nitrogen −56 °C. The desiccant must be regularly replaced. The sample cable is cut up in the glove box.

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

Les échantillons de papier doivent être prélevés, au moyen d'un trépan comme décrit au paragraphe A3.2, au moins en deux endroits localisés à différentes distances du conducteur pour chaque âme du câble.

Les deux ou trois premières couches sont éliminées. Les échantillons sont prélevés dans les cinq ou six couches suivantes, ensuite dans les huit couches les plus proches du conducteur. Les extrémités des échantillons doivent être éliminées parce qu'elles peuvent avoir absorbé accidentellement de l'humidité au moment du prélèvement de l'échantillon de câble. Les échantillons de papier sont introduits dans les flacons de prélèvement (voir article A4) qui sont ensuite bouchés hermétiquement.

L'ensemble de ces opérations doit être effectué le plus rapidement possible. Les flacons contenant les échantillons de papier sont retirés de la boîte à gants. Il est ensuite procédé au dosage de l'eau du papier dans les plus brefs délais, suivant la méthode décrite dans la section deux.

A3. Prélèvement sur des transformateurs

A3.1 *Prélèvement de papier et de carton imprégnés d'huile dans une isolation de faible épaisseur (épaisseur inférieure à 3 mm)*

Les échantillons de papier et de carton sont découpés à l'aide d'un instrument tranchant (lame de rasoir, scalpel, ciseaux). Toutes les manipulations sont effectuées à l'aide de pinces métalliques préalablement séchées. Les échantillons sont introduits dans des flacons qui sont ensuite bouchés hermétiquement. Il est ensuite procédé au dosage de l'eau suivant la méthode décrite dans la section deux.

A3.2 *Prélèvement de papier et de carton imprégnés d'huile dans une isolation de forte épaisseur (épaisseur supérieure à 3 mm)*

Pour effectuer des prélèvements dans des parties de l'isolation d'épaisseur supérieure à 3 mm, on opère de préférence par carottage à l'aide d'un trépan. Il se compose d'un tube dont une extrémité a été rendue tranchante et d'un piston à l'intérieur du tube. L'outil, fixé sur un vilebrequin, est appuyé sur l'isolation dans laquelle il pénètre en tournant. Les disques de papier ainsi découpés s'accumulent dans le tube et y restent maintenus quand on retire l'outil. Le piston permet de chasser les échantillons de papier hors du tube et de les introduire, sans autre manipulation, dans un flacon de prélèvement (voir article A4).

Avec le même outil, on peut prélever des papiers ou des cartons jusqu'à une profondeur de 2 mm à 3 mm en une seule opération et atteindre 4 mm à 5 mm dans une deuxième opération. Pour effectuer des prélèvements à des profondeurs supérieures, il est nécessaire de poursuivre l'opération en utilisant successivement des tubes de diamètre décroissant. Il est ensuite procédé au dosage de l'eau suivant la méthode décrite dans la section deux.

A4. Stockage des échantillons de papier ou de carton

Différentes procédures de stockage peuvent être considérées selon que le dosage de l'eau est effectué immédiatement après le prélèvement ou plus tard. Lorsque l'humidité est dosée immédiatement après le prélèvement, les échantillons peuvent être introduits dans des flacons nettoyés et séchés suivant la procédure décrite au paragraphe 6.1. Si le dosage est effectué après extraction préalable au méthanol, les échantillons de papier sont alors introduits directement dans le tube d'extraction (voir figure 5, page 39) et traité par le méthanol dans les plus brefs délais.

Lorsque l'eau ne peut être dosée immédiatement après le prélèvement, il est conseillé d'introduire les échantillons de papier ou de carton dans des flacons de stockage remplis de

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

Paper samples should be taken with a trepan as described in Sub-clause A3.2 from at least two places at different distances from the conductor for each core of the cable.

The first two or three layers are discarded. Samples are taken from the next five or six layers and then from the eight layers closest to the conductor. Paper samples should not be taken near the ends of the cable sample because they may have accidentally absorbed humidity at the time the cable sample was taken. The paper samples are put in storage flasks which are sealed hermetically (see Clause A4).

All these operations should be carried out as quickly as possible. The flasks containing the paper samples are removed from the glove box and the moisture determinations carried out with the minimum delay according to Section Two.

A3. Sampling from transformers

A3.1 *Sampling of oil-impregnated paper and pressboard from thin insulation (thickness less than 3 mm)*

Samples of oil-impregnated paper or pressboard are cut by means of a sharp instrument (razor blade, scalpel or scissors). All manipulations are carried out using previously dried metal instruments. The samples are then put in storage flasks which are sealed hermetically. Then the water determinations are carried out according to Section Two.

A3.2 *Sampling oil-impregnated paper and pressboard from thick insulation (thickness greater than 3 mm)*

When the thickness of the insulation is greater than 3 mm the samples are best taken with a trepan. The trepan consists of a tube with a cutting edge at one end, and a piston inside the tube. The trepan fitted to a brace is driven into the insulation by rotating it. The paper disks so obtained are stored inside the tube and remain there when the trepan is withdrawn. The paper samples can be pushed out of the tube by means of the piston and put directly in a storage flask as described in Sub-clause A4.

With the same trepan it is possible to obtain in one operation samples down to a depth of 2 mm to 3 mm and in a second operation down to a depth of 4 mm to 5 mm. To obtain samples at greater depths it is necessary to go on by using successively tubes of decreasing diameter. The water determinations are carried out according to Section Two.

A4. Storage of paper or pressboard samples

Different storage procedures may be considered, according to whether water determination is carried out immediately after sampling or later. When moisture can be determined immediately after sampling the paper samples may be put in flasks cleaned and dried as described in Sub-clause 6.1. When the determination is carried out after previous extraction with methanol, the paper samples are stored directly in the extraction vessel (see Figure 5, page 39) and extracted with methanol with a minimum of delay.

When moisture cannot be determined immediately after sampling it is recommended that the samples of paper or pressboard are placed in storage flasks filled with the insulation

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

l'imprégnant de l'isolation ou à défaut d'une huile sèche dont la teneur en eau est inférieure à 5 mg/kg. L'imprégnant est prélevé en utilisant les méthodes décrites dans la Publication 567 de la CEI.

Les flacons de stockage seront lavés et séchés suivant la procédure décrite au paragraphe 6.1. Ces flacons doivent être aussi petits que possible afin de limiter les risques d'échange d'humidité entre l'imprégnant et le papier (un volume de 50 ml, par exemple, pour quelques grammes de papier).

Les flacons seront munis d'un bouchon vissé à joint de caoutchouc. Un léger volume d'air peut être maintenu au-dessus des liquides afin de compenser la dilatation de ce dernier résultant d'une variation de la température. Dans certains cas, il est commode d'utiliser des seringues à la fois comme flacons de stockage et de transport.

Lorsque des seringues sont utilisées, il est conseillé d'appliquer la procédure suivante:

— Remplir d'huile la seringue munie d'une aiguille jusqu'à ce que le piston sorte du corps de la seringue.

— Obstruer l'aiguille à l'aide d'un bouchon approprié.

— Introduire l'échantillon.

— Remettre le piston dans le corps de la seringue; le bouchon étant enlevé de l'extrémité de l'aiguille, on poussera le piston jusqu'à ce que l'on obtienne le volume d'huile désiré.

— Obstruer à nouveau l'aiguille à l'aide du bouchon. La seringue est alors prête pour le transport.

Pour retirer le prélèvement de papier de la seringue, on opérera comme suit:

— Prendre la seringue, l'aiguille dirigée vers le haut, enlever le bouchon et tirer le piston jusqu'à ce qu'il soit prêt à sortir du corps de la seringue.

— Obstruer à nouveau l'aiguille à l'aide du bouchon.

— Sortir le piston du corps de la seringue; prélever les papiers avec des brucelles métalliques préalablement séchées.

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

impregnant from which the samples were removed or alternatively with dry oil of water content less than 5 mg/kg. The insulation impregnant is obtained using the techniques described in IEC Publication 567.

The storage vessels shall be washed and dried as described in Sub-clause 6.1. The flasks shall be as small as possible so as to limit the risks of moisture exchange between the impregnant and the paper (e.g. a volume of 50 ml for a few grammes of paper).

The flasks will be fitted with screwed caps and suitable rubber washers. A small volume of air should be left above the liquid to compensate for expansion of the latter with changes in temperature. In some cases syringes may conveniently be used as storage and transport vessels.

When syringes are used the following procedure is recommended:

— With a needle fitted, fill the syringe with oil until the piston emerges from the body of the syringe.

— Block the needle end by means of a suitable cap.

— Introduce the sample.

— Refit the piston into the body of the syringe, remove the cap from the needle, and depress the piston until the required volume of oil is drained.

— Block the needle end again by means of the cap. The filled syringe is now ready for transportation.

To remove the paper samples from the syringe proceed as follows:

— Hold the syringe with the needle pointing upwards, remove the cap and pull out the piston until it nearly emerges from the body of the syringe.

— Block the needle end again by means of the cap.

— Remove the piston from the body of the syringe and take out the paper samples with previously dried metal tweezers.

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

DOSAGE DE L'EAU DANS LES PAPIERS ET CARTONS IMPRÉGNÉS D'HUILE PAR ENTRAÎNEMENT DANS UN COURANT D'AZOTE

B1. Aperçu de la méthode

Le papier ou le carton imprégné d'huile est chauffé dans une étuve couplée à l'appareil de Karl Fischer; la vapeur d'eau qui se dégage est transférée quantitativement dans le vase à réaction au moyen d'un courant de gaz inerte (par exemple de l'azote).

B2. Appareillage

a) Appareil de titrage de Karl Fischer, tel que décrit à l'article 5.

b) Une bouteille d'azote munie d'un régulateur de débit. La teneur en eau de l'azote sera inférieure à 5 µl/l. De l'azote dont la teneur en eau est plus élevée peut être séché par barbotage dans du réactif de Karl Fischer ou encore par passage dans une cartouche contenant un tamis moléculaire.

c) Pour le transfert du gaz, une tuyauterie de 3 mm de diamètre en acier inoxydable.

d) Récipient pour échantillons de papier ou de carton: tout récipient métallique de faible volume s'adaptant à la tuyauterie métallique peut être utilisé. Il sera commode de munir les deux orifices du récipient de vannes d'arrêt et de l'adapter en dérivation à la tuyauterie de transfert.

e) Chauffage: tout dispositif de chauffage approprié, par exemple une étuve à circulation d'air, munie d'une entrée et d'une sortie pour le gaz et dont la température peut être ajustée à 130 ou 140 ± 1 °C.

B3. Mode opératoire

a) Préparer l'appareil de titrage de Karl Fischer comme mentionné dans les paragraphes 8.1 et 8.2.

b) Etablir la liaison entre la bouteille de gaz — le dessiccateur — l'étuve et le vase à réaction de Karl Fischer; le tube métallique doit pénétrer dans le vase à réaction et son extrémité sera prolongée par un tube en polytétrafluoréthylène qui permettra de faire barboter le gaz dans le solvant anhydre.

c) Amener l'étuve à la température requise (130 °C pour des papiers ou cartons imprégnés d'huile fluide, 140 °C pour des papiers ou cartons imprégnés d'huiles visqueuses ou de masses isolantes).

d) Ajuster le débit du gaz pour qu'il soit compris entre 25 ml/min et 30 ml/min.

e) Introduire dans le vase à réaction suffisamment de méthanol (teneur en eau inférieure à 0,05%) de telle sorte que l'extrémité des électrodes soient immergées; neutraliser l'eau, encore présente dans le solvant, par titrage avec le réactif de Karl Fischer (voir paragraphes 8.4 à 8.6).

f) Prélever un échantillon de papier ou de carton d'un flacon de stockage et l'introduire rapidement dans le récipient métallique (voir paragraphe B2, point *d*). Lorsque la teneur en eau des papiers ou des cartons est très faible, il convient de prélever un échantillon de 0,5 g à 1 g.

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

DETERMINATION OF THE WATER IN OIL-IMPREGNATED PAPER AND PRESSBOARD BY STRIPPING IN A NITROGEN STREAM

B1. Outline of the method

The impregnated paper is heated in an oven located next to the Karl Fischer apparatus; the water vapour evolved is quantitatively transferred into the titration vessel by a stream of inert gas (i.e. nitrogen).

B2. Apparatus

a) Karl Fischer titrator as described in Clause 5.

b) Nitrogen cylinder equipped with a gas flow regulator. The moisture content of the nitrogen shall be less than 5 µl/l. Nitrogen gas of higher moisture content may be dried by passing through Karl Fischer reagent in a gas washing bottle. Alternately, a molecular sieve cartridge may be used for this purpose.

c) Gas flow line, consisting of a 3 mm bore stainless steel tubing.

d) Paper or pressboard sample container: any gastight, small volume metallic vessel suitable for fitting to the gas line. The vessel may conveniently be fitted with inlet and outlet switch valves and mounted in the gas line on a by-pass.

e) Heating chamber: any suitable heating device, for example an air oven, with gas inlet and outlet and capable of maintaining 130 °C or 140 °C with a precision of ± 1 °C.

B3. Procedure

a) Prepare the Karl Fischer titration vessel as described in Sub-clauses 8.1 and 8.2.

b) Establish the gas flow line between gas cylinder—drying device—Karl Fischer titration vessel; the end of the line, dropping into the titration vessel, should be formed by a polytetrafluoroethylene capillary tube for bubbling the carrier gas in the anhydrous solvent.

c) Heat the oven to a suitable temperature (130 °C for low-viscosity impregnated paper or pressboard, 140 °C for paper or pressboard impregnated with viscous oils or compounds).

d) Adjust the carrier gas flow so as to ensure a steady flow rate of 25 ml/min to 30 ml/min.

e) Pour into the titration vessel sufficient methanol (water content less than 0.05%) to submerge the end of the electrode; neutralize the water of the solvent by titration with the Karl Fischer reagent (see Sub-clauses 8.4 to 8.6).

f) Quickly put the paper sample taken from a storage flask into the paper sample vessel (see Sub-clause B2, Item *d*). For papers with very low water content a sample size of about 0.5 g to 1 g is adequate.

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

g) Au moyen de pinces, introduire rapidement le récipient métallique dans l'étuve, la fermer immédiatement et titrer jusqu'au point final au moyen du réactif de Karl Fischer. Le titrage est habituellement terminé en 20 min.

h) Retirer le papier ou le carton du récipient métallique, le dégraisser au moyen de 1,1,1-trichloroéthane, le sécher pendant 1 h à 105 °C, ensuite peser. Noter la masse *M*, en grammes, de papier sec.

i) Effectuer un essai à blanc, dans les mêmes conditions que celles qui sont décrites au point *g)*, sous azote, en utilisant un récipient métallique vide et en titrant pendant une durée identique à celle de l'essai réel.

j) Etalonner le réactif de Karl Fischer comme décrit à l'article 9.

B4. Calcul des résultats

$$\text{Teneur en eau} = \frac{(a-b)\cdot W}{10\cdot M}\ \%\ \text{(en masse)}$$

a = millilitres de réactif de Karl Fischer utilisés durant le titrage
b = millilitres de réactif de Karl Fischer utilisés durant le titrage à blanc
W = équivalent en eau du réactif de Karl Fischer, milligrammes d'eau par millilitre de réactif
M = masse, en grammes, du papier séché

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

g) Quickly introduce the sample container into the heating chamber with pliers; close the oven immediately and titrate with Karl Fischer reagent to the end-point. The titration time is usually about 20 min.

h) Remove the paper, degrease with 1,1,1-trichloroethane, dry for 1 h at 105 °C and weigh. Record the mass M, in grammes, of dry paper.

i) Make a blank test in the same conditions as described in Item *g)*, under nitrogen, using an empty metallic container and continuing titration for the same length of time.

j) Calibrate the Karl Fischer reagent as described in Clause 9.

B4. Calculation of the results

$$\text{Water content} = \frac{(a-b) \cdot W}{10 \cdot M} \text{ \% (by mass)}$$

a = millilitres of Karl Fischer reagent used for titration of paper sample
b = millilitres of Karl Fischer reagent used for blank titration
W = water equivalent of Karl Fischer reagent, milligrammes of water per millilitre of reagent
M = mass, in grammes, of dried paper sample

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

ANNEXE C

NOTES EXPLICATIVES: ESTIMATION DE LA RÉPONSE ET DE LA SENSIBILITÉ DE L'APPAREILLAGE

Cette note fournit davantage d'informations aux opérateurs qui désirent soit construire leur appareil soit modifier la méthode pour l'appliquer à d'autres produits.

La figure 6, page 40, illustre les courbes courant-potentiel du système chloroforme-méthanol-réactif de Karl Fischer. Lorsque le vase à réaction ne contient que le solvant chloroforme-méthanol, le courant parcourant les électrodes est très faible, même pour des potentiels d'électrodes supérieur à 750 mV. Après l'introduction d'une quantité suffisante de réactif de Karl Fischer pour réagir avec l'eau résiduelle du mélange de solvants, toute adjonction supplémentaire de réactif produit un courant d'électrodes qui est fonction de la quantité de réactif ajouté. Si l'on porte en graphique le courant en fonction du potentiel après chaque adjonction de réactif, on obtient une famille de courbes présentant un palier pour des potentiels compris entre 100 mV et 300 mV approximativement. En vue de limiter les erreurs dues aux petites variations du potentiel d'électrodes, le potentiel a été fixé à 200 mV approximativement pour correspondre au milieu du palier.

La sensibilité de l'appareillage est vérifiée en portant en graphique le courant d'électrodes en fonction du volume «d'excès» de réactif de Karl Fischer. La figure 7, page 40, illustre un exemple typique de courbe de sensibilité qui est constituée de deux droites dont le point d'intersection dépend du rapport chloroforme-méthanol, de la vitesse d'agitation et de la surface extérieure de la cathode. Le courant correspondant au point final, tel que mentionné au paragraphe 8.6, garantit que le système travaille dans la zone de haute sensibilité (droite dont la pente est la plus forte) et permettant de petites variations dans les dimensions d'électrodes.

Lorsque le rapport chloroforme-méthanol est supérieur à 1:1, l'addition d'huile au solvant peut altérer l'allure de la courbe de sensibilité, proportionnellement au volume d'huile ajouté. Avant d'utiliser cette méthode avec des huiles qui ne répondent pas aux spécifications de la Publication 296 de la CEI ou avec des rapports chloroforme-méthanol supérieur à 1:1, il est nécessaire d'établir les courbes de sensibilité avant et après l'addition de différentes quantités d'huile.

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

APPENDIX C

EXPLANATORY NOTES: EVALUATION OF APPARATUS RESPONSE AND SENSITIVITY

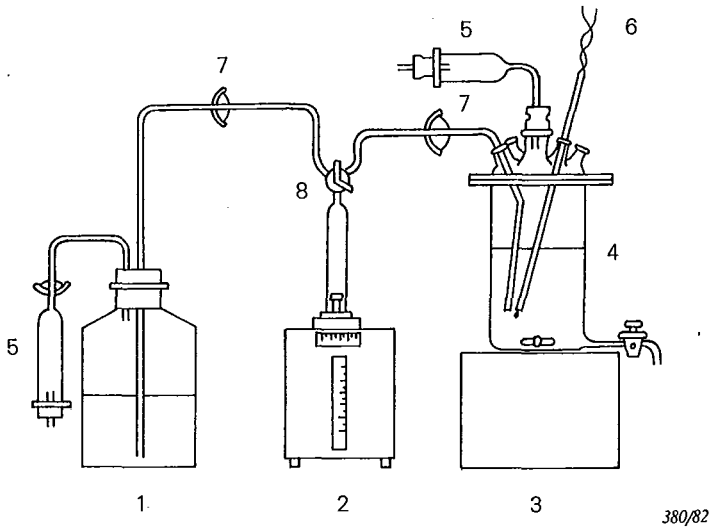
These notes give further information for operators who wish to construct the apparatus or to modify the method for use with other materials.

The current-potential characteristics of the system chloroform-methanol-Karl Fischer reagent are shown in Figure 6, page 40. With only chloroform-methanol solvent in the titration vessel, the electrode current is very small, even at electrode potentials in excess of 750 mV. After the addition of sufficient Karl Fischer reagent to react with the residual water in the solvent mixture, subsequent addition of Karl Fischer reagent produces an electrode current which is a function of the amount of "excess" reagent. Current and potential measurements made after successive small additions of reagent can be plotted to give a family of curves showing a current plateau between 100 mV and 300 mV approximately. In order to minimize errors due to small variations of electrode potential, a mid-plateau value of approximately 200 mV was chosen.

The sensitivity of the apparatus is assessed by plotting the electrode current against the volume of "excess" Karl Fischer reagent added. A typical sensitivity curve (shown in Figure 7, page 40) displays two slopes and the inflexion point depends on the chloroform-methanol ratio of the solvent, the stirring speed, and the surface area of the cathode. The end-point current specified in Sub-clause 8.6 ensures that the system is operated in the second (higher) sensitivity region of the curve, with allowance made for small variations in electrode dimensions.

With chloroform-methanol ratios greater than 1:1, the addition of oil to the solvent can alter the slope of the sensitivity curve by an amount determined by the volume of oil added. Before using this method with oils other than those complying with IEC Publication 296, or before using chloroform-methanol ratios greater than 1:1, sensitivity curves should be determined before and after the addition of varying amounts of oil.

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



1 = réservoir du réactif Karl Fischer
Karl Fischer reagent reservoir

2 = burette à piston
piston burette

3 = agitateur magnétique
magnetic stirrer

4 = vase à réaction
titration vessel

5 = tube dessiccateur
drying tube

6 = électrodes
electrodes

7 = rodage sphérique
spherical ground joint

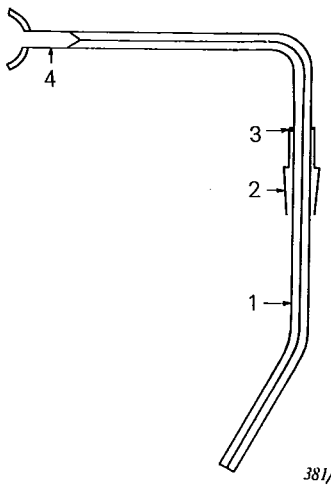
8 = robinet à trois voies
three-way cock

Note. - Une attention toute particulière doit être accordée au robinet 8. Au cours des titrages, l'action dissolvante du réactif de Karl Fischer crée progressivement un passage dégraissé entre les branches du robinet, permettant ainsi un passage direct du réactif entre le réservoir et le vase à réaction. Cet effet, quoique faible, peut entraîner des erreurs significatives. Il peut être minimisé en maintenant approximativement à la même hauteur les niveaux du liquide dans le réservoir et dans le vase à réaction et en graissant régulièrement le robinet.

Note. - Particular attention should be paid to cock 8. During use, the solvent action of Karl Fischer reagent on the grease gradually creates an ungreased path between the ports of the cock, allowing direct transfer of reagent between the reservoir and the titration vessel. This effect, although small, can lead to significant errors, and can be minimized by maintaining the liquid levels in the reservoir and the titration vessel at approximately the same height, and also by regular greasing of the cock.

FIG. 1. - Vue d'ensemble de l'appareil de titrage électrométrique de Karl Fischer.
General layout of Karl Fischer electrometric titration apparatus.

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



1 = tube capillaire de 0,5 mm
capillary tube 0.5 mm

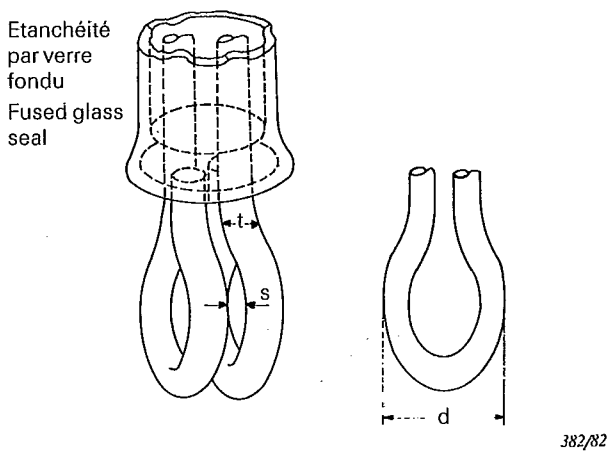
2 = rodage conique 10/19*
10/19 conical ground joint*

3 = joint torique
ring seal

4 = rodage sphérique
spherical ground joint

* Norme ISO 383.
* ISO Standard 383.

FIG. 2. - Ajutage de burette approprié.
Suitable burette jet.



s = écartement entre les boucles: 0,5 mm à 1 mm
spacing between loops: 0.5 mm to 1 mm

t = diamètre du fil: 0,5 mm à 1 mm
diameter of wire: 0.5 mm to 1 mm

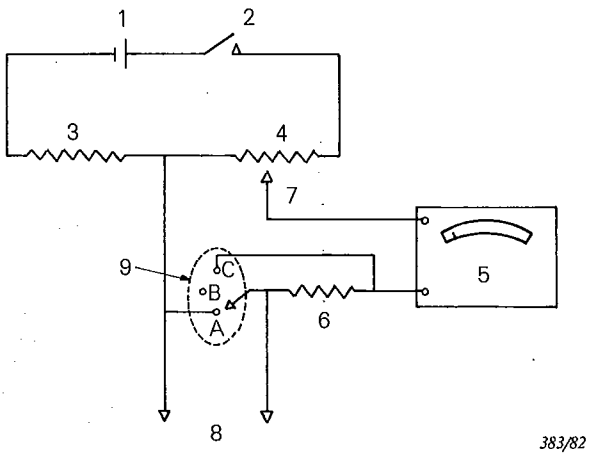
d = largeur maximale de la boucle: 5 mm
maximum width of loops: 5 mm

Dimensions d'électrodes correspondant à une même surface (voir paragraphe 5.1, point *d)*)
Alternative dimensions for same surface area (see Sub-clause 5.1, Item *d)*)

Diamètre du fil (mm) Diameter of wire (mm)	1,000	0,889	0,762	0,635	0,508
Longueur de fil dans chaque boucle dépassant le verre fondu (mm) Length of wire in each loop outside glass seal (mm)	10	11	14	16	20

FIG. 3. - Détails de construction des électrodes.
Details of electrode construction.

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



1 = batterie 1,5 V
battery 1.5 V

2 = interrupteur principal
main switch

3 = résistance = 470 Ω
resistance = 470 Ω

4 = résistance = 100 Ω
resistance = 100 Ω

5 = microampèremètre 100 μA pour la totalité de l'échelle
microammeter 100 μA, full scale deviation

6 = résistance *R* telle que *R* + résistance microampèremètre = 2 000 Ω
resistance *R* so that *R* + microammeter resistance = 2 000 Ω

7 = réglage du potentiel (millivolts)
potential control (millivolts)

8 = électrodes en platine
platinum electrodes

9 = sélecteur à trois positions
three-way switch

Note. - Le circuit électrométrique est un simple circuit ampèremétrique dont le microampèremètre est monté en série avec des électrodes. Le microampèremètre doit avoir une résistance interne faible afin d'obtenir une haute sensibilité; une valeur de 300 Ω s'est avérée appropriée.

Lorsque le circuit est enclenché, il se développe une tension de 300 mV aux bornes du potentiomètre de 100 Ω. Lorsque le sélecteur à trois positions est en A et le potentiomètre réglé pour obtenir une déviation à fond d'échelle du galvanomètre, une tension de 200 mV est appliquée au circuit d'électrodes. Lorsque le sélecteur à trois positions est en B, la résistance *R* montée en série avec le microampèremètre protège ce dernier des brusques fluctuations de courant qui peuvent se produire au début du titrage.

Note. - The electrometric circuit is a simple amperometric circuit with the microammeter in series with the electrodes. The microammeter should have a low internal resistance in order to give high sensitivity. A value of about 300 Ω has been found suitable.

When the circuit is switched on, approximately 300 mV is developed across the 100 Ω potentiometer. With the rotary switch in position A, and the potentiometer adjusted to give full scale deflection on the microammeter, 200 mV is supplied to the electrode circuit. With the three-way switch in position B, resistor *R* is connected in series with the microammeter to protect the microammeter movement from damage caused by violent current fluctuations which can occur during the initial stages of the titration.

FIG. 4. - Circuit pour le dispositif de détermination électrométrique du point final.
Circuit for the electrometric detection of the end-point.

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

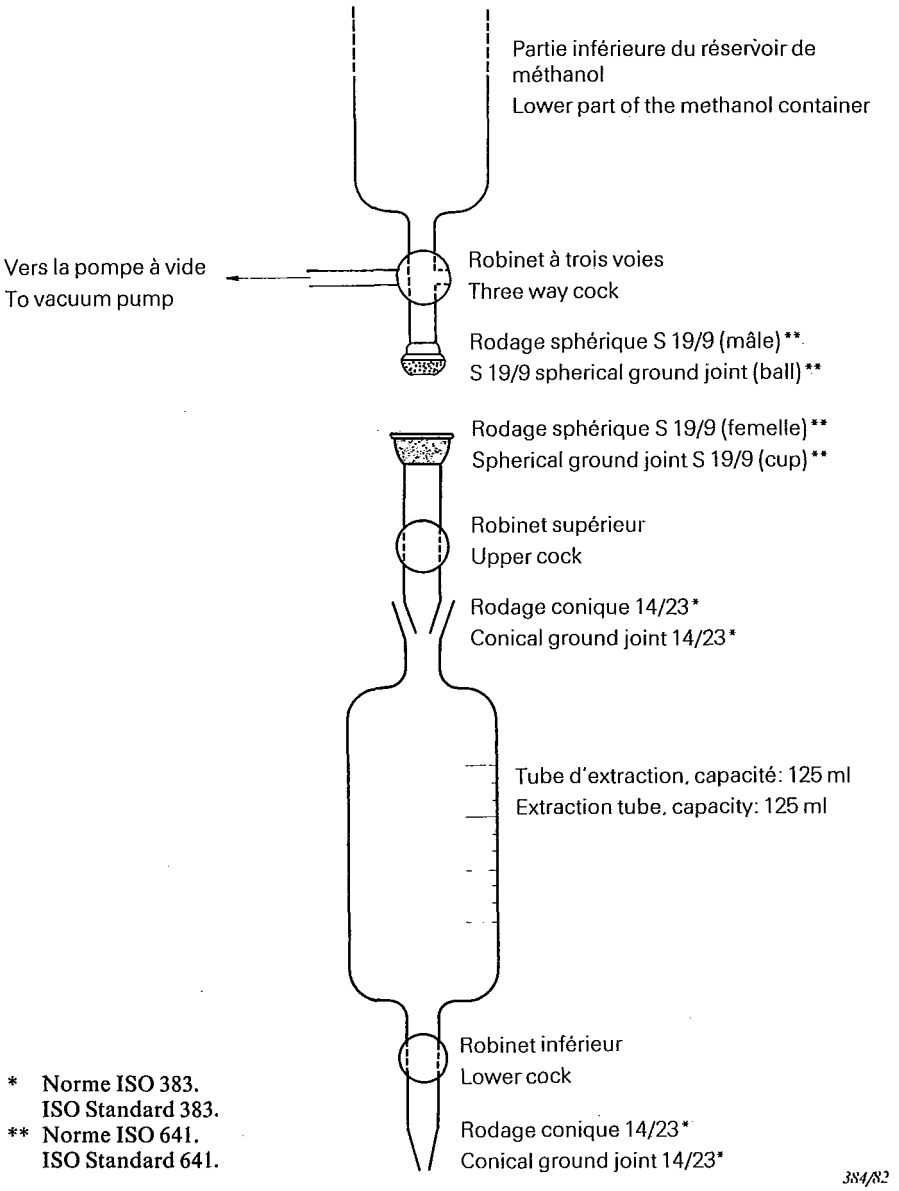


FIG. 5. - Réservoir de méthanol et tube d'extraction.
Methanol container and extraction tube.

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

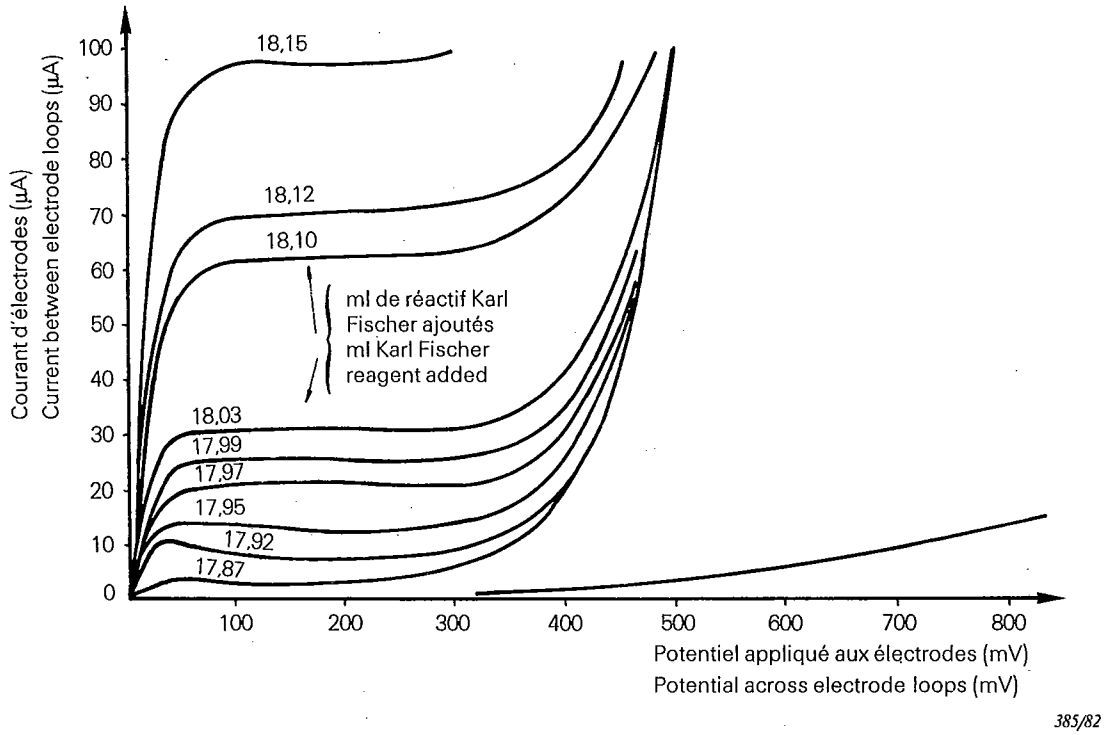


FIG. 6. - Courbes courant/potentiel.
Current/potential curves.

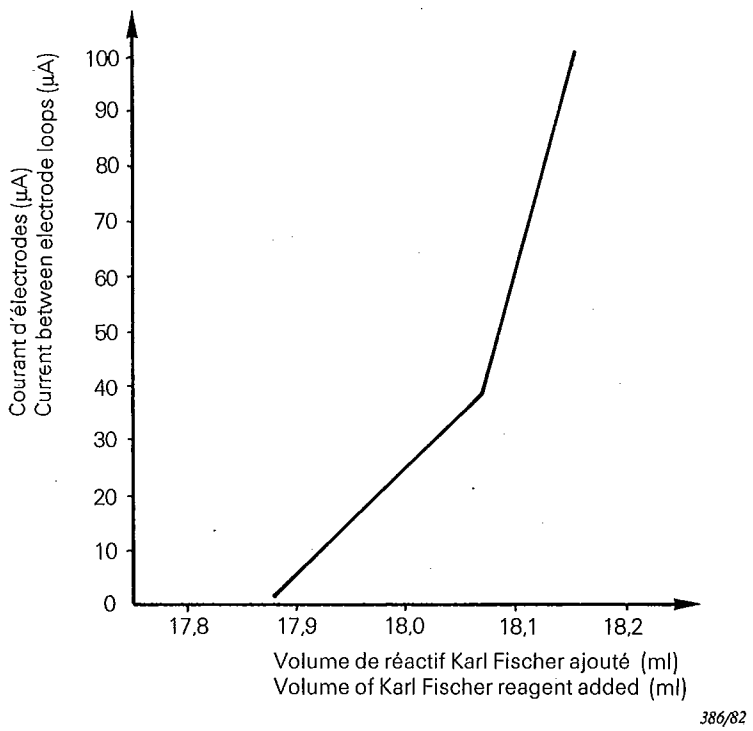


FIG. 7. - Sensibilité de l'appareillage.
Sensitivity of apparatus.

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

Publications de la CEI préparées par le Comité d'Etudes nº 10

74 (1963)	Méthode pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles isolantes. Deuxième édition 1963 comprenant les modifications nº 1 (1973) et nº 2 (1974).
156 (1963)	Méthode pour la détermination de la rigidité des huiles isolantes.
247 (1978)	Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants.
296 (1978)	Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs. Première édition 1969 comprenant la Modification nº 1 (1972).
296A (1971)	Premier complément.
376 (1971)	Spécifications et réception de l'hexafluorure de soufre neuf.
376A (1973)	Premier complément: Section treize: Taux d'huile minérale.
376B (1974)	Deuxième complément: Article 26.
422 (1973)	Guide pour la maintenance et la surveillance des huiles isolantes en service.
465 (1974)	Diélectriques liquides neufs à base d'hydrocarbures (autres que les huiles minérales pour transformateurs et appareillage de coupure).
465A (1977)	Premier complément.
474 (1974)	Méthode d'essai pour la stabilité à l'oxydation des huiles minérales inhibées.
475 (1974)	Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.
480 (1974)	Guide relatif au contrôle de l'hexafluorure de soufre (SF_6) prélevé sur le matériel électrique.
567 (1977)	Guide pour le prélèvement des gaz et de l'huile dans le matériel électrique rempli d'huile et pour l'analyse des gaz libres et dissous.
588: —	Askarels pour transformateurs et condensateurs.
588-1 (1977)	Première partie: Généralités.
588-2 (1978)	Deuxième partie: Méthodes d'essai.
588-3 (1977)	Troisième partie: Spécifications pour askarels neufs.
588-4 (1979)	Quatrième partie: Guide pour la maintenance des askarels dans les transformateurs.
588-5 (1979)	Cinquième partie: Essai éliminatoire pour déterminer la compatibilité des matériaux avec les askarels pour transformateurs.
588-6 (1979)	Sixième partie: Essai éliminatoire pour déterminer les effets des matériaux sur les askarels pour condensateurs.
590 (1977)	Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques des huiles isolantes minérales neuves.
599 (1978)	Interprétation de l'analyse des gaz dans les transformateurs et autres matériels électriques remplis d'huile, en service.
628 (1978)	Formation de gaz dans les huiles isolantes pour câbles et condensateurs sous contrainte électrique et ionisation.
666 (1979)	Détection et dosage d'additifs antioxydants spécifiques présents dans les huiles isolantes.
733 (1982)	Dosage de l'eau dans les huiles isolantes, dans les papiers et cartons imprégnés d'huile.

IEC publications prepared by Technical Committee No. 10

74 (1963)	Method for assessing the oxydation stability of insulating oils. Second edition 1963 incorporating Amendments No. 1 (1973) and No. 2 (1974).
156 (1963)	Method for the determination of the electric strength of insulating oils.
247 (1978)	Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity of insulating liquids.
296 (1978)	Specification for new insulating oils for transformers and switchgear. First edition 1969 incorporating Amendment No. 1 (1972).
296A (1971)	First supplement.
376 (1971)	Specification and acceptance of new sulphur hexafluoride.
376A (1973)	First supplement: Section Thirteen: Mineral oil content.
376B (1974)	Second supplement: Clause 26.
422 (1973)	Maintenance and supervision guide for insulating oils in service.
465 (1974)	New liquid hydrocarbon dielectrics (other than mineral transformer and switchgear oils.
465A (1977)	First supplement.
474 (1974)	Test method for oxidation stability of inhibited mineral insulating oils.
475 (1974)	Method of sampling liquid dielectrics.
480 (1974)	Guide to the checking of sulphur hexafluoride (SF_6) taken from electrical equipment.
567 (1977)	Guide from the sampling of gases and oil from oil-filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases.
588: —	Askarels for transformers and capacitors.
588-1 (1977)	Part 1: General.
588-2 (1978)	Part 2: Test methods.
588-3 (1977)	Part 3: Specifications for new askarels.
588-4 (1979)	Part 4: Guide for maintenance of transformer askarels in equipment.
588-5 (1979)	Part 5: Screening test for compatibility of materials and transformer askarels.
588-6 (1979)	Part 6: Screening test for effects of materials on capacitor askarels.
590 (1977)	Determination of the aromatic hydrocarbon content of new mineral insulating oils.
599 (1978)	Interpretation of the analysis of gases in transformers and other oil-filled electrical equipment in service.
628 (1978)	Gassing of cable and capacitor insulating oils under electrical stress and ionization.
666 (1979)	Detection and determination of specified antioxidant additives in insulating oils.
733 (1982)	Determination of water in insulating oils, and in oil-impregnated paper and pressboard.

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