IEC 60450

Edition 2.1 2007-07

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Measurement of the average viscometric degree of polymerization of new and aged cellulosic electrically insulating materials

Mesure du degré de polymérisation moyen viscosimétrique des matériaux isolants cellulosiques neufs et vieillis à usage électrique

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX CH

ICS 17.220.99; 29.035.01

ISBN 2-8318-9234-1

CONTENTS

FOREWORD 3
INTRODUCTION 5

1 Scope 6
2 Normative references 6
3 Terms, definitions and symbols 6
3.1 Terms and definitions 6
3.2 Symbols 7
4 Principle 8
5 Apparatus and reagents 8
6 Specimens 9
6.1 Preparation of specimens 9
7 Experimental procedure 10
7.1 Measurement of water content of paper 10
7.2 Determination of viscosity 10
8 Test report 16

Annex A (normative) Cuen solution 17
Annex B (normative) Preparation of Cuen solution 18
Annex C (normative) Procedure for the verification of the ratio $\frac{c_{En}}{c_{Cu}}$ of the Cuen solution 21
Annex D (informative) Numerical values of the product $[\nu]\cdot c$ as a function of ν_s according to Martin's formula 22

Bibliography 23

Table 1 – Symbols 7
Table 2 – $\overline{DP_v}$ values of specimen 10
Table D.1 – $[\nu]\cdot c$ as a function of ν_s (k = 0,14) 22

Figure 1 – Chemical structure of cellulose 6
Figure 2 – Ubbelohde viscometer tube 14

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

MEASUREMENT OF THE AVERAGE VISCOMETRIC DEGREE OF POLYMERIZATION OF NEW AND AGED CELLULOSIC ELECTRICALLY INSULATING MATERIALS

FOREWORD

1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
5) IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with an IEC Publication.
6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60450 has been prepared by subcommittee 15E: Methods of test, of IEC technical committee 15: Insulating materials.

This second edition cancels and replaces the first edition, published in 1974, and constitutes a technical revision. Experience has indicated the need for improved description of the experimental method. It describes a revised procedure that overcomes the limitations of the first edition.

This consolidated version of IEC 60450 consists of the second edition (2004) [documents 15E/229/FDIS and 15E/235/RVD] and its amendment 1 (2007) [documents 112/49/CDV and 112/66/RVC].

The technical content is therefore identical to the base edition and its amendment(s) and has been prepared for user convenience.

It bears the edition number 2.1.

A vertical line in the margin shows where the base publication has been modified by amendment 1.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 3.

The committee has decided that the contents of the base publication and its amendments will remain unchanged until the maintenance result date indicated on the IEC web site under "http://webstore.iec.ch" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

INTRODUCTION

Experience has indicated the need for an improved description of the experimental method for the reproducible determination of the average viscometric degree of polymerization of new and aged cellulosic electrically insulating material.

The major error appears to arise from oxidative degradation occurring during processing and effluxing. Other significant factors include the need to ensure that all of the material is dissolved and used, as well as the effect of the speed of effluxing.

MEASUREMENT OF THE AVERAGE VISCOMETRIC DEGREE OF POLYMERIZATION OF NEW AND AGED CELLULOSIC ELECTRICALLY INSULATING MATERIALS

1 Scope

This International standard describes a standardized method for the determination of the average viscometric degree of polymerization ($\overline{DP}_v$) of new and aged cellulosic electrically insulating materials. It may be applied to all cellulosic insulating materials such as those used in transformer, cable or capacitor manufacturing.

The methods described can also be used for the determination of the intrinsic viscosity of solutions of chemically modified kraft papers, provided that these dissolve completely in the selected solvent.

Caution should be taken if the method is applied to loaded kraft papers.

NOTE Within a sample of material, all the cellulose molecules do not have the same degree of polymerization so that the mean value measured by viscometric methods is not necessarily the same as that which may be obtained by, for instance, osmotic or ultra centrifuging methods.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60814, *Insulating liquids – Oil-impregnated paper and pressboard – Determination of water by automatic coulometric Karl Fischer titration*

ISO 287, *Paper and board – Determination of moisture content – Oven-drying method*

ISO 3105, *Glass capillary kinematic viscometers – Specifications and operating instructions*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 25
INTRODUCTION 27

1 Domaine d'application 28
2 Références normatives 28
3 Termes, définitions et symboles 28
3.1 Termes et définitions 28
3.2 Symboles 29
4 Principe 30
5 Appareil et réactifs 30
6 Eprouvettes 31
6.1 Préparation des éprouvettes 31
7 Procédure expérimentale 32
7.1 Mesure de la teneur en eau du papier 32
7.2 Détermination de la viscosité 32
8 Rapport d'essai 38

Annexe A (normative) Solution d'hydroxyde de Cuen 39
Annexe B (normative) Préparation de la solution d'hydroxyde de Cuen 40
Annexe C (normative) Procédure de vérification du rapport $\frac{c_{\mathrm{En}}}{c_{\mathrm{Cu}}}$ de la solution d'hydroxyde de Cuen 43
Annexe D (informative) Valeurs numériques du produit $[v]\cdot c$ en fonction de v_s, calculées d'après la formule de Martin 44

Bibliographie 45

Tableau 1 – Symboles 29
Tableau 2 – Valeurs $\overline{DP_v}$ de l'éprouvette 32
Tableau D.1 – [*v*].*c* en fonction de v_s (k = 0,14) 44

Figure 1 – Structure chimique d'une molécule de cellulose 28
Figure 2 – Tube de viscosimètre de Ubbelohde 36

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

MESURE DU DEGRÉ DE POLYMÉRISATION MOYEN VISCOSIMÉTRIQUE DES MATÉRIAUX ISOLANTS CELLULOSIQUES NEUFS ET VIEILLIS À USAGE ÉLECTRIQUE

AVANT-PROPOS

1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
5) La CEI n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60450 a été établie par le sous-comité 15E: Méthodes d'essai, du comité d'études 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, publiée en 1974, et constitue une révision technique. L'expérience a mis en évidence le besoin d'améliorer la description de la méthode expérimentale. La procédure ainsi revue permet de surmonter les limitations de la première édition.

Cette version consolidée de la CEI 60450 comprend la deuxième édition (2004) [documents 15E/229/FDIS et 15E/235/RVD] et son amendement 1 (2007) [documents 112/49/CDV et 112/66/RVC].

Le contenu technique de cette version consolidée est donc identique à celui de l'édition de base et à son (ses) amendement(s); cette version a été préparée par commodité pour l'utilisateur.

Elle porte le numéro d'édition 2.1.

Une ligne verticale dans la marge indique où la publication de base a été modifiée par l'amendement 1.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de la publication de base et de ses amendements ne sera pas modifié avant la date de maintenance indiquée sur le site web de la CEI sous "http://webstore.iec.ch" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

INTRODUCTION

L'expérience a mis en évidence le besoin d'améliorer la description de la méthode expérimentale destinée à obtenir la détermination reproductible du degré de polymérisation moyen viscosimétrique des matériaux isolants cellulosiques neufs et vieillis à usage électrique.

Les erreurs principales prennent naissance lors de la dégradation par oxydation qui se produit pendant le traitement et l'écoulement. Les autres facteurs importants concernent la nécessité de s'assurer que tout le matériau a été dissous et utilisé ainsi que les effets de la vitesse de l'écoulement.

MESURE DU DEGRÉ DE POLYMÉRISATION MOYEN VISCOSIMÉTRIQUE DES MATÉRIAUX ISOLANTS CELLULOSIQUES NEUFS ET VIEILLIS À USAGE ÉLECTRIQUE

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale a pour objet de décrire une méthode normalisée pour déterminer le degré de polymérisation moyen viscosimétrique ($\overline{DP_v}$) des matériaux isolants cellulosiques neufs et vieillis, à usage électrique. Elle peut s'appliquer à tous les matériaux isolants cellulosiques comme ceux utilisés dans la fabrication des transformateurs, des câbles et des condensateurs. Les méthodes décrites peuvent également être utilisées pour déterminer la viscosité intrinsèque des solutions de papiers kraft modifiés chimiquement, pourvu que ceux-ci se dissolvent totalement dans le solvant choisi.

Il convient de prendre des précautions si la méthode s'applique à des papiers kraft chargés.

NOTE Dans un échantillon de matériau, toutes les molécules de cellulose n'ont pas le même degré de polymérisation de sorte que la valeur moyenne mesurée par les méthodes viscosimétriques n'est pas nécessairement la même que celle obtenue, par exemple, par les méthodes par osmose ou par ultra-centrifugation.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60814, *Isolants liquides – Cartons et papiers imprégnés d'huile – Détermination de la teneur en eau par titrage coulométrique de Karl Fischer automatique*

ISO 287, *Papier et carton – Détermination de l'humidité – Méthode par séchage à* étuve

ISO 3105, *Viscosimètres à capillaires en verre pour viscosité cinématique – Spécifications et instructions*