INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

IEC
CEI
62021-2

First edition
Première édition
2007-05

Insulating liquids – Determination of acidity

Part 2: Colourimetric titration

Liquides isolants – Détermination de l'acidité

Partie 2: Titrage colorimétrique

Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

PRICE CODE
CODE PRIX
P

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

CONTENTS

FOREWORD 3
INTRODUCTION 5

1 Scope 6
2 Normative references 6
3 Terms and definitions 7
4 Principle 7
5 Reagents 7
5.1 Titration reagent. 7
5.2 Titration solvent 8
5.3 Potassium hydrogen phthalate, primary standard 8
5.4 Standard hydrochloric acid solution 8
5.5 Alkali Blue 6B indicator solution 8
5.6 Cobalt nitrate solution 8
6 Apparatus 8
6.1 Titration vessel 8
6.2 Stirrer 8
6.3 Burette 8
7 Sampling 8
8 Procedure 9
8.1 Standardization of alcoholic potassium hydroxide solution 9
8.2 Blank titration 9
8.3 Sample titration 10
9 Calculation of results 10
10 Precision 10
10.1 Repeatability 10
10.2 Reproducibility 11
11 Report 11

Annex A (informative) Determination of acidity in electrical insulating oils by photometric titration 12

Figure A.1 – Molecular structure of para-naphtolbenzein indicator in (I) acidic media and (II) basic media 15
Figure A.2 – UV spectra of para-naphthol-benzein indicator in toluene/2-propanol/water solution in (a) acidic media, (b) basic media 16

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

INSULATING LIQUIDS – DETERMINATION OF ACIDITY –

Part 2: Colourimetric titration

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 62021-2 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

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

FDIS	Report on voting
10/692/FDIS	10/696/RVD

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

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts of IEC 62021 series, under the general title *Insulating liquids – Determination of acidity* can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication 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

The standardized method given in IEC 62021-1 is a method for measurement of acidity in used and unused mineral oil and is a potentiometric titration requiring special instrumentation for measurement of acidity. Historically, acidity of insulating oil was measured by colourimetric titration as described in IEC 60296, 1982 edition. With the revision of IEC 60296, the colourimetric titration was deleted as that method used high volumes of sample and solvent, generating undesirable volumes of waste.

However, there is still a market requirement for having colourimetric titration as many labs use this method.

Health and safety

This International Standard does not purport to address all the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of the Standard to establish appropriate health and safety practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

The mineral oils which are the subject of this standard should be handled with due regard to personal hygiene. Direct contact with eyes may cause slight irritation. In the case of eye contact, irrigation with copious quantities of clean running water should be carried out and medical advice sought.

Some of the tests specified in this standard involve the use of processes that could lead to a hazardous situation. Attention is drawn to the relevant standard for guidance.

This standard involves mineral oils, chemicals and used sample containers. The disposal of these items should be carried out in accordance with current national legislation with regard to the impact on the environment. Every precaution should be taken to prevent the release into the environment of mineral oil.

INSULATING LIQUIDS – DETERMINATION OF ACIDITY –

Part 2: Colourimetric titration

1 Scope

This part of IEC 62021 describes a procedure for determination of the acidity of unused and used electrical mineral insulating oils.

NOTE 1 In unused and used mineral insulating oils, the constituents that may be considered to have acidic characteristics include organic acids, phenolic compounds, some oxidation products, resins, organometallic salts and additives.

The method may be used to indicate relative changes that occur in a mineral insulating oil during use under oxidizing conditions that may or may not be shown by other properties of the resulting mineral oil.

The acidity can be used in the quality control of unused mineral oil.

As a variety of oxidation products present in used mineral oil contribute to acidity and these products vary widely in their corrosion properties, the test cannot be used to predict corrosiveness of a mineral oil under service conditions.

NOTE 2 The acidity results obtained by this test method may or may not be numerically the same as those obtained by potentiometric methods, but they are generally of the same magnitude. The potentiometric method uses an endpoint at pH 11,3 to ensure titration of all species, whereas the colourimetric methods uses an indicator changing colour at approximately pH 9,5. This may lead to slightly higher results for oils with acidities above 0,3 mg KOH/g oil when using the potentiometric method.

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 60475: *Method of sampling liquid dielectrics*

IEC 60567: *Oil-filled electrical equipment – Sampling of gases and of oil for analysis of free and dissolved gases – Guidance*

ISO 5725: *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results*

ISO 6619: *Petroleum products and lubricants – Neutralization number – Potentiometric titration method*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 19
INTRODUCTION 21

1 Domaine d'application 22
2 Références normatives 22
3 Termes et définitions 23
4 Principe 23
5 Réactifs 23
5.1 Réactif titrant 23
5.2 Solvant titrant 24
5.3 Hydrogénophthalate de potassium, étalon primaire 24
5.4 Solution d'acide chlorhydrique normalisée 24
5.5 Solution indicatrice de Bleu Alcalin 6B 24
5.6 Solution de nitrate de cobalt 24
6 Appareillage 24
6.1 Récipient de titrage 24
6.2 Agitateur 24
6.3 Burette 24
7 Échantillonnage 24
8 Mode opératoire 25
8.1 Détermination du titre de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 25
8.2 Titrage à blanc 25
8.3 Titrage d'échantillons 26
9 Calcul des résultats 26
10 Précision 26
10.1 Répétabilité 26
10.2 Reproductibilité 27
11 Rapport 27

Annexe A (informative) Détermination de l'acidité dans les huiles isolantes électriques par titrage photométrique 28

Figure A.1 – Structure moléculaire d'indicateur de para-naphtol-benzene dans les supports acides (I) et de base (II) 31
Figure A.2 – Spectres UV de l'indicateur de para-naphtol-benzène dans la solution aqueuse toluène/2-propanol dans les supports acides (a) et de base (b) 32

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

LIQUIDES ISOLANTS – DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ –

Partie 2: Titrage colorimétrique

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 techniques – tous les comités nationaux de la CEI qui sont intéressés par le sujet traité peuvent participer à ces travaux d'élaboration. Des organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales peuvent également participer à ces travaux en liaison avec la CEI. 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'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre toute Publication de la CEI et toute publication nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
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 62021-2 a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/692/FDIS	10/696/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

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

Une liste de toutes les parties de la série CEI 62021, présentées sous le titre général *Liquides isolants – Détermination de l'acidité* peut être consultée sur le site web de la CEI.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication 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

La méthode normalisée existante dans la CEI 62021-1 est la méthode de mesure de l'acidité dans les huiles minérales neuves et usagées et il s'agit d'un titrage potentiométrique nécessitant des appareils de mesure spéciaux en vue de la mesure de l'acidité. Historiquement, l'acidité des huiles isolantes a été mesurée par titrage colorimétrique comme décrit dans la CEI 60296, édition 1982. Avec la révision de la CEI 60296, le titrage colorimétrique a été supprimé parce quecette méthode utilisait de grands volumes d'échantillons et de solvants, générant ainsi des quantités indésirables de déchets.

Toutefois, il existe encore une exigence du marché en faveur du titrage colorimétrique sachant que de nombreux laboratoires utilisent cette méthode.

Santé et sécurité

La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité associés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la norme d'établir les pratiques sanitaires et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des limites réglementaires avant utilisation.

Il est recommandé de manipuler les huiles minérales qui font l'objet de la présente norme dans le respect de l'hygiène du personnel. Un contact direct avec les yeux peut provoquer une légère irritation. Dans le cas d'un contact oculaire, il convient d'effectuer un lavage avec une grande quantité d'eau courante propre et de consulter un médecin.

Certains des essais spécifiés dans la présente norme impliquent des opérations pouvant conduire à une situation dangereuse. L'attention est attirée sur la norme applicable à des fins de guide.

La présente norme implique les huiles minérales, les produits chimiques et les récipients d'échantillons usagés. Il convient d'effectuer l'élimination de ces éléments conformément à la législation nationale en vigueur pour ce qui concerne l'impact sur l'environnement. Il convient de prendre toute précaution pour éviter de rejeter ces huiles dans l'environnement.

LIQUIDES ISOLANTS – DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ –

Partie 2: Titrage colorimétrique

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 62021 décrit une procédure pour la détermination de l'acidité des huiles isolantes minérales électriques neuves et usagées.

NOTE 1 Dans des huiles isolantes minérales neuves et usagées, les constituants qui peuvent être considérés comme ayant des caractéristiques acides comprennent des acides organiques, des composés phénoliques, certains produits d'oxydation, des résines, des sels organométalliques et additifs.

La méthode peut être utilisée pour indiquer des modifications relatives qui se produisent dans une huile minérale isolante pendant l'utilisation dans des conditions d'oxydation qui peuvent être ou peuvent ne pas être révélées par d'autres propriétés de l'huile minérale résultante.

L'acidité peut être utilisée dans le contrôle de la qualité des huiles minérales neuves.

Comme divers produits d'oxydation présents dans l'huile minérale usagée contribuent à l'acidité et comme ces produits varient largement du point de vue de leurs propriétés de corrosion, l'essai ne peut pas être utilisé pour prévoir la corrosivité d'une huile minérale dans des conditions de service.

NOTE 2 Les résultats d'acidité obtenus par cette méthode d'essai peuvent être ou peuvent ne pas être numériquement les mêmes que ceux obtenus par des méthodes potentiométriques, mais ils sont généralement du même ordre de grandeur. La méthode potentiométrique utilise un point final à pH 11,3 pour assurer le titrage de toutes les espèces, alors que la méthode colorimétrique utilise un indicateur à couleur changeante de pH 9,5 environ. Ceci peut conduire à des résultats légèrement plus élevés pour des huiles avec des acidités supérieures à 0,3 mg KOH/g d'huile en utilisant la méthode potentiométrique.

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, c'est l'édition la plus récente du document référencé (y compris tous ses amendements) qui s'applique.

CEI 60475, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

CEI 60567: *Matériels électriques immergés – Echantillonnage de gaz et d'huile pour analyse des gaz libres et dissous – Lignes directrices*

ISO 5725: *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure*

ISO 6619: *Produits pétroliers et lubrifiants – Indice de neutralisation – Méthode par titrage potentiométrique*