

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60588-2

Première édition
First edition
1978-01

Askarels pour transformateurs et condensateurs

**Deuxième partie:
Méthodes d'essai**

Askarels for transformers and capacitors

**Part 2:
Test methods**



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

LICENSED TO MECON Limited. - RANCHI/BANGALORE
FOR INTERNAL USE AT THIS LOCATION ONLY, SUPPLIED BY BOOK SUPPLY BUREAU.

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

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

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- **«Site web» de la CEI***
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement
(Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI).

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates
(On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV).

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60588-2

Première édition
First edition
1978-01

Askarels pour transformateurs et condensateurs

**Deuxième partie:
Méthodes d'essai**

Askarels for transformers and capacitors

**Part 2:
Test methods**

© IEC 1978 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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

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

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembé Geneva, Switzerland
e-mail: inmail@iec.ch IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

S

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

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
INTRODUCTION	8
Articles	
1. Domaine d'application	8
2. Couleur et aspect	8
3. Masse volumique	10
4. Indice de réfraction	10
5. Viscosité	10
6. Point de feu	12
7. Point d'écoulement	12
8. Indice de neutralisation	12
9. Chlore ionisable	14
10. Teneur en eau	16
11. Chlore hydrolysable	18
12. Stabilité thermique	20
13. Taux de fixateur d'acide chlorhydrique	24
14. Pentachlorobiphényles et homologues plus chlorés	30
15. Contamination par des hydrocarbures	34
16. Tension disruptive	38
17. Résistivité volumique, facteur de dissipation et permittivité	38
ANNEXE A	42

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
INTRODUCTION	9
Clause	
1. Scope	9
2. Colour and clarity	9
3. Density	11
4. Refractive index	11
5. Viscosity	11
6. Fire point	13
7. Pour point	13
8. Neutralization number	13
9. Inorganic chlorides	15
10. Water content	17
11. Hydrolyzable chlorine	19
12. Thermal stability	21
13. Scavenger equivalent	25
14. Penta and higher chlorinated homologues	31
15. Hydrocarbon as contaminant	35
16. Breakdown voltage	39
17. Volume resistivity, dissipation factor and permittivity	39
APPENDIX A	43

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ASKARELS POUR TRANSFORMATEURS ET CONDENSATEURS

Deuxième partie : Méthodes d'essai

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Sous-Comité 10B: Liquides diélectriques autres que les huiles à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes N° 10 de la CEI: Diélectriques liquides et gazeux.

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

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

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

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

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

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

ASKARELS FOR TRANSFORMERS AND CAPACITORS

Part 2: Test methods

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This standard has been prepared by Sub-Committee 10B, Insulating Liquids other than Hydrocarbon Oils, of IEC Technical Committee No. 10, Liquid and Gaseous Dielectrics.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme :

Publications n^{os} 156: Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes.

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

475: Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.

588: — Askarels pour transformateurs en condensateurs.

588-1: Première partie: Généralités.

588-3: Troisième partie: Spécifications pour askarels neufs.

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

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

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

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

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

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

Other IEC publications quoted in this standard:

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

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

475: Method of Sampling Liquid Dielectrics.

588: — Askarels for Transformers and Capacitors.

588-1: Part 1: General.

588-3: Part 3: Specifications for New Askarels.

ASKARELS POUR TRANSFORMATEURS ET CONDENSATEURS

Deuxième partie : Méthodes d'essai

INTRODUCTION

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

Avertissement

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

1. Domaine d'application

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

2. Couleur et aspect

2.1 Domaine d'application

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

2.2 Principe de la méthode

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

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

2.3 Appareillage

- a) *Comparateur de couleurs*: comparateur de couleurs, constitué par une source lumineuse, des verres de couleurs normalisées, un tube à échantillon et une chambre avec couvercle, dans lequel l'échantillon peut être observé sous une épaisseur d'environ 15 mm et qui convient à l'évaluation de la couleur dans l'échelle de couleurs APHA-Hazen. Il y a deux champs d'observation visibles à travers deux ouvertures centrales. Le champ de droite est produit par l'échantillon d'essai dans un tube, alors que le champ de gauche est formé par l'un des verres de couleurs normalisées.
- b) *Source lumineuse*: source lumineuse telle qu'une lampe-crayon de 70 mm avec une ampoule n^{os} 222 ou 224.
- c) *Tissu*: voile noir de mise au point de photographie.

ASKARELS FOR TRANSFORMERS AND CAPACITORS

Part 2: Test methods

INTRODUCTION

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

Warning

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

1. Scope

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

2. Colour and clarity

2.1 Scope

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

2.2 Outline of method

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

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

2.3 Apparatus

- a) *Colour comparator*: a colour comparator, consisting of light source, glass colour standards, sample container, housing with cover, in which the sample may be observed through a depth of approximately 15 mm and suitable for estimating colour on the APHA-Hazen colour scale. There are two observation fields that can be seen through two central openings. The right-hand field is produced by the test sample in a tube while the left-hand field is formed by one of the glass colour standards.
- b) *Light source*: a light source such as a 70 mm pen light with a No. 222 or 224 bulb.
- c) *Cloth*: photographer's focusing cloth.

2.4 Modalités

2.4.1 Evaluation de la couleur

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

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

2.4.2 Examen au faisceau de Tyndall

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

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

3. Masse volumique

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

Toute méthode d'essai classique peut être utilisée.

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

4. Indice de réfraction

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

5. Viscosité

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

2.4 Procedure

2.4.1 Colour estimation

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

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

2.4.2 Tyndall beam examination

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

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

3. Density

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

Any recognized test method may be used.

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

4. Refractive index

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

5. Viscosity

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

6. Point de feu

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

7. Point d'écoulement

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

8. Indice de neutralisation

8.1 *Domaine d'application*

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

8.2 *Principe de la méthode*

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

8.3 *Réactifs*

- a) Solution étalon alcoolique d'hydroxyde de potassium (0,01 N).
- b) Solution étalon alcoolique d'hydroxyde de potassium (0,1 N).
- c) Solution de bleu alcalin: 2 g de bleu alcalin 6B sont dissous dans 95 ml d'alcool isopropylique, 4 ml d'eau distillée et 1 ml de HCl 0,1 N. Après 24 h, effectuer une mesure d'acidité pour vérifier que l'indicateur est suffisamment sensibilisé. L'indicateur est satisfaisant si la couleur vire distinctement du bleu à un rouge comparable à celui d'une solution à 10% de nitrate de cobalt ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$). Si la sensibilisation est insuffisante, ajouter à nouveau du HCl à 0,1 N et reconstrôler après 24 h. Poursuivre jusqu'à ce que la sensibilisation soit satisfaisante. Filtrer et conserver dans un flacon de verre brun à l'obscurité.
- d) Alcool isopropylique contenant 5% d'eau distillée.
- e) Toluène exempt de soufre.

8.4 *Mode opératoire*

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

Dans un deuxième flacon de 500 ml, ajouter 2 ml de solution de bleu alcalin à un mélange de 60 ml de toluène et 40 ml d'alcool isopropylique. Neutraliser le mélange avec la solution alcoolique KOH 0,1 N. Laisser reposer et neutraliser avec la solution alcoolique KOH 0,1 N à des intervalles en fonction de la réapparition d'une couleur bleue. Une couleur rouge stable comparable à celle d'une solution de nitrate de cobalt ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$) sera obtenue en 20-30 min.

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

L'indice de neutralisation se calcule comme suit:

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

6. Fire point

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

7. Pour point

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

8. Neutralization number

8.1 Scope

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

8.2 Outline of method

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

8.3 Reagents

- a) Standard alcoholic potassium hydroxide solution (0.01 N).
- b) Standard alcoholic potassium hydroxide solution (0.1 N).
- c) Alkali blue solution: 2 g of alkali blue 6B are dissolved in 95 ml of iso-propyl alcohol, 4 ml of distilled water and 1 ml of 0.1 N HCl. After 24 h, carry out an acid value test to check whether the indicator has been sufficiently sensitized. The indicator is satisfactory if the colour changes distinctly from blue to red comparable to that of 10 % solution of cobalt nitrate ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$). Should sensitization be insufficient repeat the addition of 0.1 N HCl and check again after 24 h. Continue until sensitization is satisfactory. Filter and store in a brown bottle in the dark.
- d) Iso-propyl alcohol containing 5 % distilled water.
- e) Toluene, sulphur-free.

8.4 Procedure

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

To a mixture of 60 ml of toluene and 40 ml iso-propyl alcohol in a second 500 ml flask add 2 ml of alkali blue solution. Neutralize the mixture with 0.1 N alc. KOH solution. Allow to stand and neutralize with 0.1 N alc. KOH solution at intervals dictated by a reappearance of a blue colour. A permanent red colour will be obtained in 20-30 min comparable to that of a solution of cobalt nitrate ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$).

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

The neutralization number is calculated as follows:

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