

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 Varembe
Genève, Suisse

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.

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

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

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

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 No 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
Australie
Autriche
Belgique
Canada
Chine
Danemark
Egypte
Espagne

Etats-Unis d'Amérique
Finlande
France
Italie
Pays-Bas
Pologne
Royaume-Uni
Suède
Turquie

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme:

- Publication n°s 296: Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs.
475: Méthode d'échantillonnage 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.

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
Austria
Belgium
Canada
China
Denmark
Egypt
Finland
France

Germany
Italy
Netherlands
Poland
Spain
Sweden
Turkey
United Kingdom
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.

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 mm²/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).

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 mm²/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

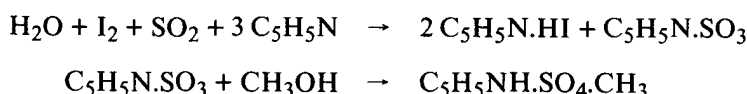
2. Outline of method

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).

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:



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.

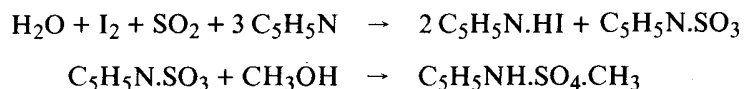
3. – *Avertissement!* Certains réactifs sont nuisibles pour la santé et doivent être manipulés avec prudence.

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

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



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 quantities 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

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 principalement 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 ($\pm 10\%$) 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 $\pm 10\%$ 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 μ l et dont l'aiguille mesure au moins 150 mm, pour étalonner le réactif de Karl Fischer.

6. Préparation de l'appareillage

- 6.1 Démontez et lavez 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 $115 \pm 5^\circ\text{C}$ 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

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 ($\pm 10\%$) 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 $\pm 10\%$.

- 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 μ l 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 $115 \pm 5^\circ\text{C}$ 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

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 $70 \pm 5 \mu\text{A}$ 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 $\pm 2 \mu\text{A}$; le titrage doit être poursuivi jusqu'à ce que la valeur moyenne soit de $70 \pm 5 \mu\text{A}$ (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.