

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
1125**

Première édition
First edition
1992-08

**Isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures –
Méthodes d'essai pour évaluer la stabilité
à l'oxydation**

**Unused hydrocarbon-based insulating liquids –
Test methods for evaluating
the oxidation stability**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 1125: 1992

AVA Documents
Document Sharing Hub

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 auprès du Bureau Central de la CEI.

Les renseignements relatifs à ces révisions, à l'établissement des éditions révisées et aux amendements peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et dans les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement

Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 50: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI), qui se présente sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande. Voir également le dictionnaire multilingue de la CEI.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit tirés du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Symboles graphiques et littéraux

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

- la CEI 27: *Symboles littéraux à utiliser en électro-technique*;
- la CEI 417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*;
- la CEI 617: *Symboles graphiques pour schémas*;

et pour les appareils électromédicaux,

- la CEI 878: *Symboles graphiques pour équipements électriques en pratique médicale*.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit tirés de la CEI 27, de la CEI 417, de la CEI 617 et/ou de la CEI 878, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Publications de la CEI établies par le même comité d'études

L'attention du lecteur est attirée sur les listes figurant à la fin de cette publication, qui énumèrent les publications de la CEI préparées par le comité d'études qui a établi la présente publication.

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 from the IEC Central Office.

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

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
Published yearly
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates

Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC 50: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field. Full details of the IEV will be supplied on request. See also the IEC Multilingual Dictionary.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV 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 publications:

- IEC 27: *Letter symbols to be used in electrical technology*;
- IEC 417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets*;
- IEC 617: *Graphical symbols for diagrams*;

and for medical electrical equipment,

- IEC 878: *Graphical symbols for electromedical equipment in medical practice*.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC 27, IEC 417, IEC 617 and/or IEC 878, 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 end pages of this publication which list the IEC publications issued by the technical committee which has prepared the present publication.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
1125**

Première édition
First edition
1992-08

**Isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures –
Méthodes d'essai pour évaluer la stabilité
à l'oxydation**

**Unused hydrocarbon-based insulating liquids –
Test methods for evaluating
the oxidation stability**

© CEI 1992 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 Varembe Genève Suisse



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

T

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

AVA Documents
Document Sharing Hub

Publication 1125 de la CEI
(1^{re} édition - 1992)

Isolants liquides neufs à base
d'hydrocarbures - Méthodes d'essai
pour évaluer la stabilité
à l'oxydation

IEC Publication 1125
(1st edition - 1992)

Unused hydrocarbon-based
insulating liquids -
Test methods for evaluating
the oxidation stability

C O R R I G E N D U M 1

*Remplacer la page 4 (avant-propos) par la
nouvelle page 4 ci-jointe.*

*Replace page 5 (foreword) by the new
page 5 attached.*

Septembre 1992

September 1992

Withdrawn

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ISOLANTS LIQUIDES NEUFS À BASE D'HYDROCARBURES - MÉTHODES D'ESSAI POUR ÉVALUER LA STABILITÉ À L'OXYDATION

AVANT-PROPOS

- 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.

La Norme internationale CEI 1125 a été établie par le comité d'études n° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Les méthodes A, B et C décrites dans cette norme remplacent et annulent respectivement les CEI 74 (1963), CEI 474 (1974) et CEI 813 (1985).

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
10(BC)263	10(BC)272

Les rapports de vote indiqués dans le tableau ci-dessus donnent toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Les annexes A et B font partie intégrante de la CEI 1125.

Un trait vertical dans la marge de gauche indique où le texte a été corrigé ou complété.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**UNUSED HYDROCARBON-BASED INSULATING LIQUIDS -
TEST METHODS FOR EVALUATING THE OXIDATION STABILITY**

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.

International Standard IEC 1125 has been prepared by IEC technical committee No. 10: Fluids for electrotechnical applications.

Methods A, B and C described in this standard cancel and replace IEC 74 (1963), IEC 474 (1974) and IEC 813 (1985) respectively.

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

DIS	Report on Voting
10(CO)263	10(CO)272

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

Annexes A and B form an integral part of IEC 1125.

A vertical line in the left-hand margin indicates where the text is amended or completed.

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
Section 1: Généralités	
Articles	
1.1 Domaine d'application	6
1.2 Références normatives	6
1.3 Principe général des méthodes	8
1.4 Appareillage	8
1.5 Réactifs	14
1.6 Nettoyage des récipients d'essai	16
1.7 Catalyseur	16
1.8 Conditionnement de l'échantillon d'isolant liquide	16
1.9 Déterminations sur l'isolant liquide après oxydation	16
Section 2: Méthode A	
2.1 Résumé de la méthode	22
2.2 Conditions de l'essai	22
2.3 Mode opératoire	22
2.4 Déterminations sur l'huile oxydée	24
2.5 Rapport	24
2.6 Fidélité	24
Section 3: Méthode B	
3.1 Résumé de la méthode	26
3.2 Conditions de l'essai	26
3.3 Mode opératoire	28
3.4 Déterminations sur l'huile oxydée (facultatif)	30
3.5 Rapport	32
3.6 Fidélité	32
Section 4: Méthode C	
4.1 Résumé de la méthode	34
4.2 Conditions de l'essai	34
4.3 Mode opératoire	34
4.4 Déterminations sur l'isolant liquide oxydé	36
4.5 Rapport	38
4.6 Fidélité	38
Annexes	
A Détermination du diamètre maximal des pores d'un filtre en verre fritté	40
B Spécifications pour les thermomètres	42
Figures 1 à 6	44

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
Section 1: General	
Clause	
1.1 Scope	7
1.2 Normative references	7
1.3 General principle of the methods	9
1.4 Equipment	9
1.5 Reagents	15
1.6 Cleaning of test vessels	17
1.7 Catalyst	17
1.8 Insulating liquid sample conditioning	17
1.9 Determinations on the oxidized insulating liquid	17
Section 2: Method A	
2.1 Outline of the method	23
2.2 Test conditions	23
2.3 Procedure	23
2.4 Determinations on the oxidized oil	25
2.5 Report	25
2.6 Precision	25
Section 3: Method B	
3.1 Outline of the method	27
3.2 Test conditions	27
3.3 Procedure	29
3.4 Determinations on the oxidized oil (optional)	31
3.5 Report	33
3.6 Precision	33
Section 4: Method C	
4.1 Outline of the method	35
4.2 Test conditions	35
4.3 Procedure	35
4.4 Determinations on the oxidized insulating liquid	37
4.5 Report	39
4.6 Precision	39
Annexes	
A Determination of maximum diameter of the pores of a fritted glass filter	41
B Thermometer specifications	43
Figures 1 to 6	44

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ISOLANTS LIQUIDES NEUFS À BASE D'HYDROCARBURES – MÉTHODES D'ESSAI POUR ÉVALUER LA STABILITÉ À L'OXYDATION

AVANT-PROPOS

- 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.

La présente publication a été établie par le Comité d'Etudes n° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette publication est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
10(BC)263	10(BC)272

Les rapports de vote indiqués dans le tableau ci-dessus donnent toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette publication.

Les annexes A et B font partie intégrante de la CEI 1125.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**UNUSED HYDROCARBON-BASED INSULATING LIQUIDS –
TEST METHODS FOR EVALUATING THE OXIDATION STABILITY**

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.

This standard has been prepared by IEC Technical Committee No. 10: Fluids for electro-technical applications.

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

DIS	Report on Voting
10(CO)263	10(CO)272

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

Annexes A and B form an integral part of IEC 1125.

ISOLANTS LIQUIDES NEUFS À BASE D'HYDROCARBURES – MÉTHODES D'ESSAI POUR ÉVALUER LA STABILITÉ À L'OXYDATION

Section 1: Généralités

1.1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit trois méthodes d'essai, utilisant le même appareillage, pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes et des isolants liquides à base d'hydrocarbures. Elle comprend les quatre sections suivantes:

La Section 1 décrit les points suivants qui sont communs aux trois méthodes:

- l'appareillage et les réactifs;
- le nettoyage de la verrerie;
- la préparation du catalyseur et de l'échantillon d'isolant liquide à essayer;
- les déterminations sur l'échantillon d'isolant liquide après oxydation.

La Section 2 – Méthode A décrit une méthode permettant d'évaluer la stabilité à l'oxydation, sous conditions accélérées, des huiles minérales isolantes non inhibées.

La Section 3 – Méthode B décrit une méthode permettant d'évaluer la stabilité à l'oxydation, sous conditions accélérées, des huiles minérales isolantes inhibées.

La Section 4 – Méthode C décrit une méthode permettant d'évaluer la stabilité à l'oxydation, sous conditions accélérées, des isolants liquides à base d'hydrocarbures non inhibés et inhibés.

1.2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur.

CEI 247: (1978), *Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants.*

ISO 383: (1976), *Verrerie de laboratoire – Assemblages coniques rodés interchangeables.*

ISO 4793: (1980), *Filtres frittés de laboratoire – Echelle de porosité – Classification et désignation.*

ISO/DIS 6344-1: *Abrasifs appliqués – Granulométrie – Partie 1: Définitions, désignation et principes.*

UNUSED HYDROCARBON-BASED INSULATING LIQUIDS – TEST METHODS FOR EVALUATING THE OXIDATION STABILITY

Section 1: General

1.1 Scope

This International Standard describes three test methods using the same apparatus for evaluating the oxidation stability of mineral insulating oils and of hydrocarbon-based insulating liquids. It comprises four sections as follows:

Section 1 describes the following items common to the three methods:

- the equipment and reagents;
- the cleaning of the glassware;
- the preparation of the catalyst and of the insulating liquid sample to be tested;
- the determinations on the oxidized insulating liquid.

Section 2 – Method A describes a method for evaluating the oxidation stability of unused uninhibited mineral insulating oils under accelerated conditions.

Section 3 – Method B describes a method for evaluating the oxidation stability of unused inhibited mineral insulating oils under accelerated conditions.

Section 4 – Method C describes a method for evaluating the oxidation stability of unused uninhibited and inhibited hydrocarbon insulating liquids under accelerated conditions.

1.2 Normative references

The following standards contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 247: (1978), *Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity of insulating liquids*.

ISO 383: (1976), *Laboratory glassware – Interchangeable conical ground joints*.

ISO 4793: (1980), *Laboratory sintered (fritted) filters – Porosity grading, classification and designation*.

ISO/DIS 6344-1: *Coated abrasives – Grain size analysis – Part 1: Definitions, designation and principles*.

1.3 Principe général des méthodes

L'échantillon de liquide à essayer, dans lequel barbote un courant d'oxygène ou d'air, est maintenu pendant un temps défini à une température donnée, 100 °C ou 120 °C, en présence de cuivre métallique. La résistance à l'oxydation est déduite de la quantité totale de boues et de l'acidité totale formées ou du temps nécessaire pour obtenir une quantité d'acidité volatile (période d'induction) fixée.

1.4 Appareillage

1.4.1 Dispositif de chauffage

Il est possible d'utiliser un bloc chauffant en alliage d'aluminium ou un bain d'huile, contrôlé par thermostat pour maintenir le nombre voulu de tubes à essai contenant l'échantillon d'isolant liquide à la température requise de 100 °C $\pm$ 0,5 °C ou 120 °C $\pm$ 0,5 °C (en exemple voir les figures 1 et 3, pages 44 et 45). La température doit être lue avec un thermomètre (voir annexe B) placé dans un tube d'oxydation jusqu'à 5 mm du fond; ce tube d'oxydation doit être rempli d'huile jusqu'à la ligne d'immersion du thermomètre et mis ensuite dans le dispositif de chauffage.

La température de la paroi supérieure du couvercle isolé thermiquement doit être maintenue à 50 °C $\pm$ 5 °C (méthode A) ou 60 °C $\pm$ 5 °C (méthodes B et C). Cette température est mesurée à l'aide d'un thermomètre placé dans la cavité d'un bloc en aluminium (voir figure 2, page 45). Les faces de ce bloc, autres que celle en contact avec la surface supérieure de l'isolant du dispositif de chauffage, sont protégées par une isolation thermique convenable d'épaisseur 4 mm. Les caractéristiques thermiques de cette isolation doivent être telles qu'elles permettent d'atteindre les températures spécifiées. Il convient de placer ce bloc au voisinage des trous et à l'intérieur de l'aire définie par ceux-ci sur la face supérieure du dispositif de chauffage.

Si on utilise un bloc chauffant en aluminium, les tubes d'oxydation sont insérés dans les puits et à une profondeur hors tout de 150 mm. La profondeur des puits dans la partie chauffante du bloc doit être au moins de 125 mm et de petits colliers en alliage d'aluminium, traversant le couvercle isolant, entourent chaque tube d'oxydation et assurent le chauffage du tube sur une hauteur de 150 mm.

Dans le cas de l'utilisation d'un bain d'huile, les tubes d'oxydation sont immergés dans l'huile à une profondeur de 137 mm; la hauteur hors tout dans le bain étant de 150 mm (voir figure 3, page 45).

Pour les deux types de dispositifs de chauffage, la hauteur du tube au-dessus de la paroi supérieure doit être de 60 mm et le diamètre des trous doit juste permettre l'introduction du tube d'oxydation spécifié. S'il y a du jeu, des joints toriques d'un diamètre intérieur de 25 mm peuvent être placés autour des tubes et pressés contre le couvercle isolé thermiquement ou introduits dans l'espace annulaire existant entre le tube et le couvercle isolé thermiquement. Les dispositifs de chauffage seront équipés de supports pour maintenir les tubes d'absorption.

Le dispositif de chauffage doit être utilisé à l'abri de la lumière du jour et des courants d'air.

NOTE - Lorsque des bains d'huile sont utilisés, pour des raisons de sécurité, il peut être prudent de les placer dans une hotte.

1.3 General principle of the methods

The liquid sample to be tested, through which a stream of oxygen or air is bubbled, is maintained for a given period at a given temperature, 100 °C or 120 °C, in the presence of solid copper. The resistance to oxidation is evaluated from the amount of total sludge and total acidity formed or from the time to develop a given amount of volatile acidity (induction period).

1.4 Equipment

1.4.1 Heating arrangement

A thermostatically-controlled aluminium alloy block heater or oil bath may be used to maintain the insulating liquid in the desired number of oxidation tubes at the required temperature $100\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ or $120\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ (as examples see figures 1 and 3, pages 44 and 45). This temperature shall be read on a thermometer (see annex B) inserted in an oxidation tube to within 5 mm from the bottom; this oxidation tube shall be filled with oil up to the immersion line of the thermometer and placed in the heating bath.

The temperature of the upper surface of the thermal insulation top shall be maintained at $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ (Method A) or $60\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ (Methods B and C). Measure this temperature by the use of a thermometer in a drilled aluminium block (see figure 2, page 45). The surfaces of this block, other than that against the upper surface of the heating device, are protected by suitable thermal insulation of nominal 4 mm thickness. The thermal characteristics of this insulation shall be such as to permit the specified temperatures to be achieved. This block should be placed as near to the holes as practicable and within the area of the upper surface covering the heating device.

When using an aluminium heating block, the oxidation tubes are inserted into the holes to an overall depth of 150 mm. The depth of the holes in the heating part of the block shall be at least 125 mm and short aluminium alloy collars, passing through the insulating cover and surrounding each oxidation tube, will ensure heating over the 150 mm length of the tube.

In the case of oil baths, the oxidation tubes shall be immersed to a depth of 137 mm in the oil and to an overall depth of 150 mm in the bath (see figure 3, page 45).

For both types of heating device, the height of the oxidation tubes above the upper surface shall be 60 mm and the diameter of the holes shall be just sufficient to allow insertion of the specified tube. In the case of slackness a 25 mm internal diameter O-ring may be placed around the tube and pressed against the thermal insulation top or inserted into the annular space between the tube and the thermal insulated top. The heating bath should be equipped with supports to hold the absorption tubes.

When in use the heater shall be shielded from direct sunlight and air draughts.

NOTE - When oil baths are used, for safety reasons, it may be advisable to place them in a fume hood.

1.4.2 Récipients d'essai

Tubes à essai en verre neutre ou borosilicaté munis d'un rodage 24/29 (voir ISO 383), de dimensions suivantes:

	mm
– longueur totale	210 ± 2
– diamètre extérieur	26 ± 0,5
– épaisseur de paroi	1,4 ± 0,2
– hauteur de la tête	28 ± 2
– tube d'arrivée d'air:	
diamètre extérieur	5,0 ± 0,4
épaisseur de paroi	0,8 ± 0,1

Le tube à essai est muni d'une tête de type Drechsel, à laquelle est attaché le tube d'arrivée d'air qui se prolonge jusqu'à $2,5 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ du fond du tube à essai et dont le bout est taillé en biseau suivant un angle de 60° par rapport à l'axe horizontal (voir figure 4, page 46).

1.4.3 Tubes d'absorption (nécessaires seulement pour les méthodes B et C)

Ces tubes sont identiques aux tubes à essai et la distance entre axes des deux tubes doit être de $150 \text{ mm} \pm 50 \text{ mm}$ (voir figures 4 et 4 bis, page 46). Il convient que les raccords entre les tubes à essai et d'absorption soient aussi courts que possible; ce sont des tubes de verre, assemblés bout à bout par des manchons courts et flexibles (des manchons en caoutchouc au silicone conviennent bien). Ces tubes sont montés à l'extérieur du dispositif de chauffage.

1.4.4 Creusets filtrants

Creusets du type de Gooch avec plaque en verre fritté de porosité P 10 suivant ISO 4793 (indice de porosité $> 4 \text{ } \mu\text{m}$ et $\leq 10 \text{ } \mu\text{m}$) et, par exemple, d'un volume de 35 ml.

NOTES

1 Le diamètre des pores est déterminé conformément à la méthode décrite dans l'annexe A.

2 Des membranes filtrantes peuvent être utilisées en alternative, pourvu qu'elles soient compatibles avec l'huile et les solvants.

Des membranes convenables composées d'esters cellulose (nitrate de cellulose + acétate de cellulose) ont les caractéristiques suivantes:

porosité: $8 \text{ } \mu\text{m}$

épaisseur: $150 \text{ } \mu\text{m}$

température d'utilisation: 120°C en stérilisateur;
 75°C en filtration continue.

La filtration est améliorée en imprégnant la membrane par un agent mouillant approprié (par exemple: ethoxylate d'octylphenol).

1.4.2 Test vessels

Test tubes of borosilicate or neutral glass provided with a 24/29 ground joint (see ISO 383), of the following dimensions:

	mm
– overall length	210 ± 2
– external diameter	26 ± 0,5
– wall thickness	1,4 ± 0,2
– height of the head	28 ± 2
– air inlet tube:	
external diameter	5,0 ± 0,4
wall thickness	0,8 ± 0,1

The test tube is fitted with a Drechsel head to which is attached the inlet tube which extends to within $2,5 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ from the bottom and has its end ground at an angle of 60° to the horizontal axis (see figure 4, page 46).

1.4.3 Absorption tubes (only required for methods B and C)

These are identical to the test vessels and the distance between the axes of the two tubes shall be $150 \text{ mm} \pm 50 \text{ mm}$ (see figures 4 and 4 bis, page 46). Connections between the test and absorption tubes should be as short as possible, of glass tubing butt-jointed to the vessels by means of short flexible sleeves (silicone rubber sleeving has been found suitable for this purpose). These tubes are mounted outside the heating device.

1.4.4 Filtering crucibles

Gooch-type crucibles with fused-in fritted glass disk according to ISO 4793 - grade P 10 porosity (pore size index $> 4 \mu\text{m}$ and $\leq 10 \mu\text{m}$) of, for example, 35 ml capacity.

NOTES

1 Maximum diameter of the pores can be determined in accordance with the method described in annex A.

2 Alternatively polymeric membrane filters may be used, provided they are compatible with oil and solvents.

Suitable membranes consist of mixture of cellulose esters (cellulose nitrate + cellulose acetate) with the following characteristics:

pore size: $8 \mu\text{m}$

thickness: $150 \mu\text{m}$

operating temperature: 120°C in sterilizer;
 75°C under continuous filtration.

The filtration is improved by impregnating the membrane with a suitable wetting agent (e.g.: octyl ethoxylate).