



# INTERNATIONAL STANDARD

# NORME INTERNATIONALE



**Insulating liquids – Determination of acidity –  
Part 3: Test methods for non-mineral insulating oils**

**Liquides isolants – Détermination de l'acidité –  
Partie 3: Méthodes d'essai pour les huiles non minérales isolantes**

INTERNATIONAL  
ELECTROTECHNICAL  
COMMISSION

COMMISSION  
ELECTROTECHNIQUE  
INTERNATIONALE

PRICE CODE  
CODE PRIX

T

ICS 29.040.10

ISBN 978-2-8322-1404-6

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.  
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

## CONTENTS

FOREWORD.....	4
INTRODUCTION.....	6
1 Scope.....	7
2 Normative references .....	7
3 Terms and definitions .....	7
4 Method A: Automatic potentiometric titration.....	8
4.1 Principle .....	8
4.2 Reagents and auxiliary products .....	8
4.2.1 Reagents .....	8
4.2.2 Titration reagent .....	8
4.2.3 Titration solvent.....	8
4.2.4 Potassium hydrogen phthalate, primary standard.....	9
4.2.5 Reference electrode electrolyte .....	9
4.2.6 Aqueous buffer solutions .....	9
4.2.7 Glass electrode cleaning solution .....	9
4.3 Apparatus .....	9
4.3.1 Potentiometric titration apparatus .....	9
4.3.2 Glass indicator electrode .....	9
4.3.3 Reference electrode .....	10
4.3.4 Stirrer .....	10
4.3.5 Titration vessel .....	10
4.3.6 Titration stand .....	10
4.4 Sampling.....	10
4.5 Preparation and maintenance of electrode system .....	10
4.5.1 Preparation.....	10
4.5.2 Maintenance .....	10
4.6 Calibration .....	11
4.6.1 Calibration of pH titrimeter.....	11
4.6.2 Settings for the potentiometric instrument.....	11
4.7 Procedure .....	12
4.7.1 General .....	12
4.7.2 Standardization of alcoholic potassium hydroxide solution .....	12
4.7.3 Blank titration .....	13
4.7.4 Sample titration .....	13
4.8 Calculation of result .....	14
4.9 Precision.....	14
4.9.1 Repeatability .....	14
4.9.2 Reproducibility.....	14
4.10 Report.....	15
5 Method B: Colourimetric titration.....	15
5.1 Principle .....	15
5.2 Reagents .....	15
5.2.1 General .....	15
5.2.2 Titration reagent .....	15
5.2.3 Titration solvent.....	16
5.2.4 Potassium hydrogen phthalate, primary standard.....	16

5.2.5	Standard hydrochloric acid solution .....	16
5.2.6	Alkali blue 6B indicator solution .....	16
5.2.7	Cobalt nitrate solution.....	16
5.3	Apparatus .....	16
5.3.1	Titration vessel .....	16
5.3.2	Stirrer .....	16
5.3.3	Burette .....	16
5.4	Sampling.....	16
5.5	Procedure .....	17
5.5.1	General .....	17
5.5.2	Standardization of alcoholic potassium hydroxide solution .....	17
5.5.3	Blank titration .....	17
5.5.4	Sample titration .....	18
5.6	Calculation of result .....	18
5.7	Precision.....	18
5.7.1	Repeatability .....	18
5.7.2	Reproducibility.....	19
5.8	Report.....	19
Annex A (informative) Determination of acidity in non-mineral electrical insulating oils by photometric titration .....		20
A.1	Principle .....	20
A.2	Reagents and solvents.....	20
A.3	Preparation of titration solutions and solvents .....	20
A.3.1	Potassium hydroxide alcoholic solution (0,01 mol/l) .....	20
A.3.2	Potassium hydrogen phthalate solution (0,01 mol/l) .....	20
A.3.3	Titration solvent.....	21
A.4	Apparatus .....	21
A.4.1	Volumetric titrator .....	21
A.4.2	Titration vessel .....	21
A.4.3	Titration stand .....	21
A.4.4	Stirrer .....	21
A.4.5	Recorder/printer .....	21
A.4.6	Photometric sensor.....	21
A.5	Sampling.....	22
A.6	Procedure .....	22
A.6.1	Preparation and maintenance of the titration system.....	22
A.6.2	Determination of acidity of the titration solvent (blank titration) .....	22
A.6.3	Determination of molarity of the potassium hydroxide alcoholic solution (0,01 mol/l) .....	22
A.6.4	Titration of soluble acidity in the oil sample.....	23
A.7	Calculation of result .....	23
A.8	Report.....	23
Figure 1 – Potentiometric titration curve.....		12
Figure A.1 – Molecular structure of para-naphtholbenzein indicator in a) acidic media and b) basic media .....		24
Figure A.2 – UV spectra of para-naphtholbenzein indicator in toluene/2-propanol/water solution in acidic media (curve a) and basic media (curve b).....		24

## INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

### INSULATING LIQUIDS – DETERMINATION OF ACIDITY –

#### Part 3: Test methods for non-mineral insulating oils

#### 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 itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 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 62021-3 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
10/936/FDIS	10/942/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 in the IEC 62021 series, published 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 stability 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.

**IMPORTANT – The “colour inside” logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this publication using a colour printer.**

## INTRODUCTION

### **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 insulating liquids which are the subject of this standard should be handled with due regard to personal hygiene. Direct contact with the 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 procedures referenced in this standard involve the use of processes that could lead to a hazardous situation. Attention is drawn to the relevant standard for guidance.

### **Environment**

This standard involves non-mineral insulating oils, chemicals, used sample containers and fluid-contaminated solids. The disposal of these items should be carried out according to local regulations with regard to their impact on the environment. Every precaution should be taken to prevent the release into the environment of these oils.

## INSULATING LIQUIDS – DETERMINATION OF ACIDITY –

### Part 3: Test methods for non-mineral insulating oils

#### 1 Scope

This part of IEC 62021 describes two procedures for the determination of the acidity of unused and used electrical non-mineral insulating oils. Method A is potentiometric titration and Method B is colourimetric titration.

NOTE 1 In unused and used non-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 non-mineral insulating oil during use under oxidizing conditions regardless of the colour or other properties of the resulting non-mineral oil.

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

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

NOTE 2 The acidity results obtained by potentiometric test method may or may not be numerically the same as those obtained by colourimetric methods, but they are generally of the same magnitude.

#### 2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. 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 insulating liquids*

ISO 5725 (all parts), *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results*

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

## SOMMAIRE

AVANT-PROPOS .....	29
INTRODUCTION.....	31
1 Domaine d'application .....	32
2 Références normatives .....	32
3 Termes et définitions .....	32
4 Méthode A: Titrage potentiométrique .....	33
4.1 Principe .....	33
4.2 Réactifs et produits auxiliaires .....	33
4.2.1 Réactifs .....	33
4.2.2 Réactif titrant.....	33
4.2.3 Solvant titrant .....	34
4.2.4 Hydrogénophthalate de potassium, étalon primaire.....	34
4.2.5 Électrolyte d'électrode de référence.....	34
4.2.6 Solutions tampons aqueuses .....	34
4.2.7 Solution de nettoyage de l'électrode de verre .....	34
4.3 Appareillage.....	34
4.3.1 Appareillage de titrage potentiométrique.....	34
4.3.2 Électrode de mesure en verre.....	35
4.3.3 Électrode de référence .....	35
4.3.4 Agitateur.....	35
4.3.5 Récipient de titrage .....	35
4.3.6 Dispositif de titrage.....	35
4.4 Échantillonnage .....	35
4.5 Préparation et maintenance du système d'électrodes.....	35
4.5.1 Préparation.....	35
4.5.2 Maintenance .....	36
4.6 Étalonnage .....	36
4.6.1 Étalonnage du pH-mètre.....	36
4.6.2 Réglages de l'appareil de mesure potentiométrique .....	37
4.7 Mode opératoire.....	37
4.7.1 Généralités .....	37
4.7.2 Détermination du titre de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium .....	38
4.7.3 Titrage à blanc.....	38
4.7.4 Titrage d'échantillons.....	39
4.8 Calcul des résultats .....	39
4.9 Fidélité.....	40
4.9.1 Répétabilité .....	40
4.9.2 Reproductibilité.....	40
4.10 Rapport.....	40
5 Méthode B: Titrage colorimétrique .....	40
5.1 Principe .....	40
5.2 Réactifs .....	40
5.2.1 Généralités .....	40
5.2.2 Réactif titrant.....	40
5.2.3 Solvant titrant .....	41
5.2.4 Hydrogénophthalate de potassium, étalon primaire.....	41



5.2.5	Solution d'acide chlorhydrique normalisée .....	41
5.2.6	Solution indicatrice de bleu alcalin 6B.....	41
5.2.7	Solution de nitrate de cobalt .....	42
5.3	Appareillage.....	42
5.3.1	Réipient de titrage .....	42
5.3.2	Agitateur.....	42
5.3.3	Burette .....	42
5.4	Échantillonnage .....	42
5.5	Mode opératoire.....	42
5.5.1	Généralités .....	42
5.5.2	Détermination du titre de la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium .....	42
5.5.3	Titration à blanc.....	43
5.5.4	Titration d'échantillons.....	43
5.6	Calcul des résultats .....	44
5.7	Fidélité.....	44
5.7.1	Répétabilité .....	44
5.7.2	Reproductibilité .....	44
5.8	Rapport.....	44
Annexe A (informative) Détermination de l'acidité dans les huiles non minérales électriques isolantes par titration photométrique .....		
A.1	Principe .....	46
A.2	Réactifs et solvants.....	46
A.3	Préparation des solutions de titration et des solvants.....	46
A.3.1	Solution d'hydroxyde de potassium alcoolique (0,01 mol/l) .....	46
A.3.2	Solution d'hydrogénéphthalate de potassium (0,01 mol/l) .....	46
A.3.3	Solvant titrant .....	47
A.4	Appareillage.....	47
A.4.1	Titrimètre volumétrique .....	47
A.4.2	Réipient de titration .....	47
A.4.3	Dispositif de titration.....	47
A.4.4	Agitateur.....	47
A.4.5	Enregistreur/imprimante .....	47
A.4.6	Capteur photométrique .....	47
A.5	Échantillonnage .....	48
A.6	Mode opératoire.....	48
A.6.1	Préparation et maintenance du système de titration.....	48
A.6.2	Détermination de l'acidité du solvant titrant (titration à blanc) .....	48
A.6.3	Détermination de la molarité de la solution d'hydroxyde de potassium alcoolique (0,01 mol/l).....	48
A.6.4	Titration d'acidité soluble dans l'échantillon d'huile.....	49
A.7	Calcul des résultats .....	49
A.8	Rapport.....	49

Figure 1 – Courbe de titrage potentiométrique .....	37
Figure A.1 – Structure moléculaire d'indicateur de para-naphtol-benzène dans les supports a) acides et b) de base .....	50
Figure A.2 – Spectres UV de l'indicateur de para-naphtol-benzène dans la solution aqueuse toluène/2-propanol en milieux acides (courbe a) et basique (courbe b).....	50

## COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

### LIQUIDES ISOLANTS – DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ –

#### Partie 3: Méthodes d'essai pour les huiles non minérales isolantes

##### AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 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 brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 62021-3 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
10/936/FDIS	10/942/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, publiées 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 stabilité 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.

**IMPORTANT – Le logo "*colour inside*" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.**

## INTRODUCTION

### **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 convient de manipuler les liquides isolants qui font l'objet de la présente norme dans le respect de l'hygiène personnelle. 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.

Certaines procédures référencées dans la présente norme concernent l'utilisation de processus qui pourraient entraîner une situation dangereuse. L'attention est attirée sur la norme applicable à des fins de guide.

### **Environnement**

La présente norme implique les huiles non minérales isolantes, les produits chimiques, les récipients d'échantillons usagés et les solides contaminés par des fluides. Il convient d'effectuer l'élimination de ces éléments conformément aux réglementations locales 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 3: Méthodes d'essai pour les huiles non minérales isolantes

#### 1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 62021 décrit deux procédures pour la détermination de l'acidité des huiles non minérales isolantes électriques neuves et usagées. La Méthode A est le titrage potentiométrique et la Méthode B est le titrage colorimétrique.

NOTE 1 Dans des huiles non minérales isolantes 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 des additifs.

La méthode peut être utilisée pour indiquer des modifications relatives qui se produisent dans une huile non minérale isolante pendant son utilisation par oxydation, indépendamment de la couleur ou d'autres propriétés de l'huile non minérale résultante.

L'acidité peut être utilisée dans le contrôle de la qualité de l'huile non minérale isolante neuve.

Comme divers produits d'oxydation présents dans l'huile non minérale isolante 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 non minérale isolante dans des conditions de service.

NOTE 2 Les résultats d'acidité obtenus par la méthode d'essai potentiométrique peuvent être ou ne pas être numériquement les mêmes que ceux obtenus par des méthodes colorimétriques, mais ils sont généralement du même ordre de grandeur.

#### 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 5725 (toutes les parties), *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure*

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