

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
836**

Première édition
First edition
1988

**Spécifications pour liquides silicones
pour usages électriques**

**Specifications for silicone liquids for
electrical purposes**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 836: 1988

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60 000.

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* (IEV).

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 60 000 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
836**

Première édition
First edition
1988

**Spécifications pour liquides silicones
pour usages électriques**

**Specifications for silicone liquids for
electrical purposes**

© CEI 1988 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

N

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

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4

SECTION UN — GÉNÉRALITÉS

Articles

1. Domaine d'application	8
2. Description et propriétés générales	8
3. Sécurité	8
4. Stockage et maintenance	10
5. Elimination	10
6. Emballage et étiquetage	10
7. Echantillonnage	10

SECTION DEUX — MÉTHODES D'ESSAI

8. Couleur et aspect	12
9. Masse volumique	14
10. Viscosité cinématique	14
11. Point d'éclair	14
12. Point de feu	14
13. Indice de réfraction	14
14. Comportement au feu	16
15. Point d'écoulement	16
16. Teneur en eau	16
17. Indice de neutralisation	16
18. Essai de vieillissement	18
19. Tension de claquage	20
20. Facteur de dissipation diélectrique, permittivité, résistivité en courant continu	22
21. Gassing sous contrainte électrique et ionisation	22

SECTION TROIS — SPÉCIFICATIONS PARTICULIÈRES

22. Spécifications des liquides silicones neufs	22
FEUILLE I	24
ANNEXE A — Spécifications du thermomètre de l'essai de vieillissement	26
FIGURE	28

CONTENTS

FOREWORD	Page 5
PREFACE	5

SECTION ONE — GENERAL

Clause	
1. Scope	9
2. Description and general properties	9
3. Safety	9
4. Storage and maintenance	11
5. Disposal	11
6. Packaging and labelling	11
7. Sampling	11

SECTION TWO — TEST METHODS

8. Colour and appearance	13
9. Density	15
10. Kinematic viscosity	15
11. Flash-point	15
12. Fire-point	15
13. Refractive index	15
14. Flammability	17
15. Pour-point	17
16. Water content	17
17. Neutralization value	17
18. Ageing test	19
19. Breakdown voltage	21
20. Dielectric dissipation factor, permittivity, d.c. resistivity	23
21. Gassing under electrical stress and ionization	23

SECTION THREE — INDIVIDUAL SPECIFICATIONS

22. Specifications for unused silicone liquids	23
SHEET 1	25
APPENDIX A — Thermometer specifications for the ageing test	27
FIGURE	28

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SPÉCIFICATIONS POUR LIQUIDES SILICONES
POUR USAGES ÉLECTRIQUES

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.
- 4) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand il est déclaré qu'un matériel est conforme à l'une de ses recommandations.

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: Fluides pour applications électrotechniques.

(Le Comité d'Etudes n° 10 a terminé le travail du Sous-Comité 10B qui a été dissous en juillet 1987.)

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

Règle des Six Mois	Rapports de vote	Procédure des Deux Mois	Rapports de vote
10B(BC)29 10B(BC)36 10B(BC)37	10B(BC)32 10B(BC)43 10B(BC)44	10(BC)235	10(BC)242

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 publications suivantes de la CEI sont citées dans la présente norme:

- Publications n°s 156 (1963): Méthode pour la détermination de la rigidité électrique des huiles isolantes.
 247 (1978): Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants.
 474 (1974): Méthode d'essai pour la stabilité à l'oxydation des huiles minérales isolantes inhibées.
 475 (1974): Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.
 628 (1985): Gassing des isolants liquides sous contrainte électrique et ionisation.
 733 (1982): Dosage de l'eau dans les huiles isolantes, dans les papiers et cartons imprégnés d'huile.
 814 (1985): Dosage de l'eau dans les diélectriques liquides par titrage coulométrique de Karl Fischer automatique.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SPECIFICATIONS FOR SILICONE LIQUIDS FOR ELECTRICAL PURPOSES

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.
- 4) The IEC has not laid down any procedure concerning marking as an indication of approval and has no responsibility when an item of equipment is declared to comply with one of its recommendations.

PREFACE

This standard has been prepared by Sub-Committee 10B: Insulating Liquids other than Hydrocarbon Oils, of IEC Technical Committee No. 10: Fluids for Electrotechnical Applications.

(Technical Committee No. 10 completed the work of Sub-Committee 10B which was disbanded in July 1987.)

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

Six Months' Rule	Reports on Voting	Two Months' Procedure	Reports on Voting
10B(CO)29 10B(CO)36 10B(CO)37	10B(CO)32 10B(CO)43 10B(CO)44	10(CO)235	10(CO)242

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

The following IEC publications are quoted in this standard:

- Publications Nos. 156 (1963): Method for the determination of the electric strength of insulating oils.
 247 (1978): Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity of insulating liquids.
 474 (1974): Test method for oxydation stability of inhibited mineral insulating oils.
 475 (1974): Method of sampling liquid dielectrics.
 628 (1985): Gassing of insulating liquids under electrical stress and ionization.
 733 (1982): Determination of water in insulating oils, and in oil-impregnated paper and press-board.
 814 (1985): Determination of water in insulating liquids by automatic coulometric Karl Fischer titration.

Autres publications citées:

- Norme ISO 2592 (1973): Produits pétroliers – Détermination des points d'éclair et de feu – Méthode Cleveland en vase ouvert.
- Norme ISO 2719 (1973): Produits pétroliers – Détermination du point d'éclair – Méthode Pensky-Martens en vase clos.
- Norme ISO 3016 (1974): Huiles de pétrole – Détermination du point d'écoulement.
- Norme ISO 3104 (1976): Produits pétroliers – Liquides opaques et transparents – Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique.
- Norme ISO 3675 (1976): Pétroles bruts et produits pétroliers liquides – Détermination en laboratoire de la masse volumique ou de la densité relative – Méthode à l'aréomètre.
- Norme ISO 5661 (1983): Produits pétroliers: Hydrocarbures liquides – Détermination de l'indice de réfraction.

Projet de norme internationale

- ISO/DIS 4142.2: Verrerie de laboratoire – Tubes à essais.

Withdrawing
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60836:1988

Other publications quoted:

- ISO Standard 2592 (1973): Petroleum products – Determination of flash and fire points – Cleveland open cup method.
- 2719 (1973): Petroleum products – Determination of flash point – Pensky Martens closed cup method.
- 3016 (1974): Petroleum oils – Determination of pour point.
- 3104 (1976): Petroleum products – Transparent and opaque liquids – Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity.
- 3675 (1976): Crude petroleum and liquid petroleum products – Laboratory determination of density or relative density – Hydrometer method.
- 5661 (1983): Petroleum products – Hydrocarbon liquids – Determination of refractive index.

Draft International Standard

- ISO/DIS 4142.2: Laboratory glassware – Test tubes.

Withdrawing
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60836:1988

SPÉCIFICATIONS POUR LIQUIDES SILICONES POUR USAGES ÉLECTRIQUES

SECTION UN — GÉNÉRALITÉS

1. Domaine d'application

La présente norme traite des liquides silicones destinés à être utilisés comme isolants liquides dans les transformateurs et autres matériels électriques. Elle comporte trois sections:

- La section un décrit les liquides silicones et donne des indications générales sur leurs propriétés, leur sécurité, leur stockage et leur élimination. Elle donne également les prescriptions applicables à l'emballage, à l'étiquetage et à l'échantillonnage.
- La section deux décrit les méthodes d'essai à employer pour évaluer les propriétés des liquides silicones.
- La section trois spécifie les caractéristiques nécessaires pour un liquide du type polydiméthylsiloxane, principalement destiné à être utilisé dans les transformateurs. D'autres feuilles de spécifications pourront être ajoutées si nécessaire.

Note. — La maintenance des liquides silicones dans les matériels fait l'objet d'une publication séparée.

2. Description et propriétés générales

Les liquides silicones isolants sont des organopolysiloxanes liquides, dont la structure moléculaire est essentiellement formée de chaînes linéaires d'atomes de silicium et d'oxygène alternés, avec des radicaux d'hydrocarbures portés par les atomes de silicium.

Les liquides silicones pour transformateurs présentent des points d'éclair et de feu élevés et sont donc difficiles à enflammer. Lors de leur combustion, le dégagement de chaleur par unité de temps est beaucoup moins important que celui des huiles à base d'hydrocarbures. Lorsque le liquide brûle sans agitation, il se forme à la surface une couche de silice qui limite l'accès de l'oxygène.

Les liquides silicones ont une plus grande résistance à l'oxydation que les huiles à base d'hydrocarbures et peuvent dès lors être utilisés à plus hautes températures.

La solubilité de l'eau dans les liquides silicones est plus élevée que dans les huiles minérales.

D'autres caractéristiques physiques, comme le coefficient de transfert de chaleur, nécessaire dans l'étude du matériel, peuvent différer de celles des huiles à base d'hydrocarbures et devront être prises en compte par le concepteur.

3. Sécurité

Les liquides silicones se dégradent dans la nature, en corps simples de l'environnement naturel. Leur manipulation n'est pas dangereuse pour la santé.

Le contact direct avec les yeux peut entraîner une légère irritation. Il convient de porter des lunettes de protection afin d'éviter de recevoir des projections dans les yeux.

En cas de contact oculaire, un lavage avec de grandes quantités d'eau courante propre doit normalement supprimer l'irritation. Si celle-ci devait persister, il conviendrait de consulter un médecin.

SPECIFICATIONS FOR SILICONE LIQUIDS FOR ELECTRICAL PURPOSES

SECTION ONE — GENERAL

1. Scope

This standard deals with silicone liquids to be used as insulating liquids in transformers and other electrical equipment. It comprises three sections as follows:

- Section One describes the silicone liquids and gives general guidance on their properties, safety, storage and disposal. It also gives requirements for packaging, labeling and sampling.
- Section Two describes the test methods that shall be employed to test the properties of silicone liquids.
- Section Three specifies the required characteristics of a liquid polydimethylsiloxane primarily intended for use in transformers. Other specification sheets will be added when required.

Note. — Maintenance of silicone liquids in equipment will be covered in a separate publication.

2. Description and general properties

Silicone insulating liquids are liquid polyorganosiloxanes whose molecular structure consists mainly of linear chains of alternating silicon and oxygen atoms, with hydrocarbon groups attached to the silicon atoms.

Silicone liquids for transformers show high flash and fire-points and are, therefore, difficult to burn. When burning, the rate of heat release is much lower than that of hydrocarbon oils. When the liquid burns with an undisturbed surface, silica is formed on top of the liquid, reducing oxygen access.

Silicone liquids have a greater resistance to oxidation than hydrocarbon oils, and may therefore be used at higher temperatures.

The solubility of water in silicone liquids is greater than in mineral oils.

Other physical characteristics, e.g. heat transfer necessary for the design of equipment, may be different from those of hydrocarbon oils and will need to be taken into account by the designer.

3. Safety

Silicone liquids degrade in nature to simple, naturally occurring substances. Their handling is not hazardous to health.

Direct contact with the eyes may cause slight irritation. Safety glasses should be worn to avoid splashes in the eyes.

In the case of eye contact, irrigation with large quantities of clean running water should relieve irritation. If irritation persists, medical advice is recommended.

4. Stockage et maintenance

Le stockage doit en principe être effectué dans des récipients hermétiques afin d'éviter la pénétration d'humidité et d'impuretés.

En cas de contamination accidentelle par de l'eau et par des particules solides en cours de stockage, le liquide peut habituellement être ramené à une qualité de service satisfaisante en appliquant un traitement sous vide suivi d'une filtration, ou à l'aide d'agents de séchage solides tels que tamis moléculaire suivi d'une filtration. La récupération par ce procédé est relativement simple et économique, donc préférable à l'élimination. Il convient de ne pas utiliser certains types d'adsorbants solides pour la filtration des liquides silicones à température élevée parce qu'ils peuvent entraîner la décomposition des liquides, conduisant à un abaissement des points d'éclair et de feu.

5. Elimination

L'élimination doit s'effectuer conformément aux réglementations locales.

Normalement, si elle est nécessaire, l'élimination peut être effectuée par décharge sur terrain dans des sites agréés, ou dans des incinérateurs pour déchets municipaux. Les épanchements de liquides sont normalement nettoyés par des substances absorbantes. De faibles quantités de fluide pénétrant dans l'environnement ne présentent aucun danger particulier.

6. Emballage et étiquetage

- 6.1 Les liquides silicones doivent normalement être transportés dans des emballages hermétiquement fermés tels que camions-citernes ou wagons-citernes, réservoirs pour transports maritimes ou fûts d'acier.
- 6.2 Chaque emballage doit porter au minimum les renseignements ci-après:
- numéro de la présente norme,
 - appellation commerciale;
 - numéro du lot;
 - toutes précisions requises par les autorités légales du lieu.

Note. — Il convient que le matériel rempli de liquides silicones soit marqué conformément aux prescriptions de la norme applicable à ce matériel en ce qui concerne le liquide isolant.

7. Echantillonnage

Le liquide doit être échantillonné conformément à la Publication 475 de la CEI, en appliquant la procédure convenant à la masse volumique du liquide à échantillonner. Les solvants chlorés conviennent au nettoyage du matériel d'échantillonnage.

4. Storage and maintenance

Storage should be in sealed vessels to prevent ingress of moisture and dirt.

In the event of accidental contamination by water and solid particles during storage the liquid can usually be restored to an acceptable quality by vacuum treatment followed by filtration, or by using solid drying agents such as molecular sieves, followed by filtration. Recovery in this way is relatively simple and economic and is preferred to disposal. Certain types of solid adsorbents should not be used for the filtration of silicone liquids at elevated temperature because they may cause a decomposition of the liquids with a reduction in flash- and fire-points.

5. Disposal

Local regulations shall be complied with.

Normally disposal, if required, may be carried out by landfilling at approved sites, or in incinerators suitable for municipal wastes. Spillages should be cleaned by means of adsorbant media. However, small quantities of fluid entering the environment present no special hazard.

6. Packaging and labelling

6.1 Transport of silicone liquid shall be in clean hermetically sealed containers such as rail or road tank cars, marine tanks or steel drums.

6.2 Each container shall display the following minimum information:

- number of this standard;
- supplier's designation;
- batch number;
- any notices required by local legal authorities.

Note. — Equipment filled with silicone liquids should be labelled in accordance with the requirements of the equipment standard in respect of the insulating liquid.

7. Sampling

The liquid shall be sampled in accordance with IEC Publication 475, using the procedure consistent with the density of the liquid being sampled. Chlorinated solvents are suitable for cleaning the sampling equipment.

SECTION DEUX — MÉTHODES D'ESSAI

8. Couleur et aspect

8.1 *Aperçu de la méthode*

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

La couleur de l'échantillon est évaluée 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.

8.2 *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° 222 ou n° 224.

c) *Tissu:*

Voile noir de mise au point de photographe.

8.3 *Modalités*8.3.1 *Évaluation de la couleur:*

Remplir le tube en verre du comparateur avec l'échantillon d'essai exactement jusqu'à la marque 50 ml (profondeur intérieure de 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.

SECTION TWO — TEST METHODS

8. Colour and appearance

8.1 Outline of method

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

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.

8.2 Apparatus

a) Colour comparator:

A colour comparator, consisting of a light source, glass colour standards, and sample container, housing with cover, in which the sample may be observed through a depth of approximately 15 mm and which is 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.

8.3 Procedure

8.3.1 Colour estimation:

A comparator glass tube shall be filled with the test sample exactly to the 50-ml mark (internal depth 113 ± 3 mm) and placed in the right-hand chamber. An empty matched tube shall be placed in the left-hand chamber and both spring doors shall be closed. The colour comparison shall be made by revolving the standard disk and looking vertically downward at the observation fields from a distance of approximately 25 cm. During the observations, the opal glass reflector at the bottom of the instrument shall face directly towards the light source.

Northern exposure provides the best daylight source, but any indirect light will usually be satisfactory. Direct sunlight should always be avoided. The observation shall not be prolonged 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 should be intermediate between their corresponding values, and may be estimated by interpolation.

Si la couleur de l'échantillon d'essai apparaît plus foncée que 70, il est recommandé de diluer l'échantillon avec du toluène; 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.

8.3.2 Examen en faisceau réfléchi (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.

9. Masse volumique

La masse volumique doit être mesurée à 20 °C selon la Norme ISO 3675.

10. Viscosité cinématique

La viscosité cinématique doit être mesurée à 40 °C selon la Norme ISO 3104.

11. Point d'éclair

Le point d'éclair doit être mesuré conformément à la Norme ISO 2719.

12. Point de feu

Le point de feu doit être mesuré selon la Norme ISO 2592.

En variante à l'appareillage décrit dans la Norme ISO 2592, il est permis d'utiliser un appareil normal de Pensky-Martens tel que décrit dans la Norme ISO 2719 et comportant les modifications suivantes:

Le couvercle du vase est remplacé par un cerclage entourant la circonférence supérieure du vase et supportant le thermomètre et le bec d'inflammation. Le tube contenant le thermomètre doit être centré sur un rayon situé à environ 90° du rayon passant par le point de fixation du bec d'inflammation, et doit être tel que lorsque le thermomètre est en place, son bulbe soit dans l'axe vertical du vase et à 13 mm au-dessous du niveau de remplissage. Le bec d'inflammation est fixé à la verticale du vase et à niveau affleurant avec le bord supérieur du vase.

L'appareil est utilisé conformément à la procédure décrite dans la Norme ISO 2592.

13. Indice de réfraction

L'indice de réfraction doit être mesuré conformément à la Norme ISO 5661.

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.

8.3.2 Tyndall beam examination:

A narrow focused light beam shall be projected upward through the sample tube, and the sample examined by opening the right-hand spring door. The photographer's focusing cloth is used to exclude extraneous light. The sample is observed to be either 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.

9. Density

Density shall be measured at 20 °C according to ISO Standard 3675.

10. Kinematic viscosity

Kinematic viscosity shall be measured at 40 °C according to ISO Standard 3104.

11. Flash-point

Flash-point shall be determined according to ISO Standard 2719.

12. Fire-point

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

As an alternative to the test apparatus described in ISO Standard 2592, it is permitted to use a standard Pensky-Martens tester as prescribed in ISO 2719 with the following modifications:

The cover of the cup shall be replaced by a clip which encircles the upper rim of the cup and carries the thermometer and test-flame. The tube carrying the thermometer shall have its centre on a radius at approximately 90° to the radius passing through the point of attachment of the test-flame, and shall be of such a height that when the thermometer is in position its bulb shall be in the vertical axis of the cup and 13 mm below the filling-line. The test-flame shall be fixed at the vertical axis of the cup and at a level with the upper edge of the cup.

The tester shall be operated in accordance with the procedure described in ISO Standard 2592.

13. Refractive index

The refractive index shall be determined according to ISO Standard 5661.

14. Comportement au feu

A l'étude.

15. Point d'écoulement

Le point d'écoulement doit être déterminé conformément à la méthode décrite dans la Norme ISO 3016.

16. Teneur en eau

La teneur en eau doit être déterminée conformément à la méthode décrite dans la Publication 814 de la CEI.

La teneur en eau peut également être déterminée suivant la méthode décrite dans la Publication 733 de la CEI, en employant un mélange de solvant d'environ 150 ml de pyridine et de 2 ml de N-éthyl-pipéridine.

Le réactif de Karl Fischer modifié est obtenu en mélangeant successivement:

— pyridine anhydre (qualité de laboratoire)	403 ml
— iode (qualité de laboratoire)	127 g
— éthyl-2-hexanol anhydre	1 000 ml
— dioxyde de soufre liquide	45 ml

Note. — D'autres alcools tels que le N-dodécanol peuvent être employés à la place de l'éthyl-2-hexanol, pourvu que leur masse moléculaire soit plus élevée que celle de l'éthyl-2-hexanol. L'utilisation de ces solvants permet d'éviter les interférences provenant de traces de silanol éventuellement présentes.

17. Indice de neutralisation

17.1 Réactifs

- Solution alcoolique d'hydroxyde de potassium (KOH) standard 0,1 mol/dm³.
- Toluène, exempt de soufre.
- Ethanol azeotropique (température d'ébullition 78,2 °C).
- Solution d'acide chlorhydrique (HCl) standard 0,1 mol/dm³.
- Solution d'indicateur bleu alcalin: dissoudre 2 g de bleu alcalin 6 B dans 100 cm³ d'éthanol azeotropique contenant 1 cm³ d'acide chlorhydrique 0,1 mol/dm³. Après 24 h, effectuer un titrage afin de vérifier si l'indicateur a été suffisamment sensibilisé. L'indicateur convient si la couleur change distinctement du bleu à un rouge comparable à celui d'une solution à 10% de nitrate de cobalt {Co(NO₃)₂ · 6H₂O}.

Si la sensibilisation est insuffisante, ajouter à nouveau de l'acide chlorhydrique 0,1 mol/dm³ et vérifier après 24 h. Continuer jusqu'à ce que la sensibilisation soit suffisante. Filtrer et entreposer à l'obscurité dans une bouteille en verre brun.

14. Flammability

Under consideration.

15. Pour-point

The pour-point shall be determined according to the method described in ISO Standard 3016.

16. Water content

Water content shall be determined according to the method described in IEC Publication 814.

Water content may also be determined according to IEC Publication 733, using a solvent mixture of 150 ml pyridine and 2 ml N-ethyl-piperidine.

The modified Karl Fischer reagent is obtained by successively mixing:

- laboratory grade anhydrous pyridine 403 ml
- laboratory grade iodine 127 g
- anhydrous ethyl-2-hexanol 1000 ml
- liquid sulphur dioxide 45 ml

Note. — Other alcohols, such as N-dodecanol, may be used in place of ethyl-2-hexanol, provided they are of higher molecular weight than ethyl-2-hexanol. The use of these alcohols avoids interference from traces of silanol which might be present.

17. Neutralization value**17.1 Reagents**

- a) Standard alcoholic potassium hydroxide (KOH) solution 0,1 mol/dm³.
- b) Toluene, sulphur-free.
- c) Azeotropic ethanol (boiling-point 78,2 °C).
- d) Standard hydrochloric acid solution (HCl) 0,1 mol/dm³.
- e) Alkali blue indicator solution: 2 g of alkali blue 6 B shall be dissolved in 100 cm³ of azeotropic ethanol containing 1 cm³ hydrochloric acid 0,1 mol/dm³. After 24 h an acid value test shall be carried out to check whether the indicator has been sufficiently sensitized. The indicator is satisfactory if the colour changes distinctly from blue to a red comparable to that of a 10% solution of cobalt nitrate {Co(NO₃)₂ · 6H₂O}.

Should sensitization be insufficient, the addition of 0,1 mol/dm³ hydrochloric acid shall be repeated and a check made again after 24 h. Sensitization shall be continued until it is satisfactory. The solution shall then be filtered into a brown glass bottle and stored in the dark.

17.2 Procédure

Dans un flacon conique à bouchon de 250 cm³, peser 20 g de l'échantillon à 0,05 g près.

Dans un autre flacon conique contenant un mélange de 60 cm³ de toluène et de 40 cm³ d'éthanol, ajouter 2 cm³ de la solution d'indicateur. Neutraliser la solution avec la solution alcoolique de KOH 0,1 mol/dm³ jusqu'à l'obtention d'une couleur rouge comparable à celle d'une solution à 10% de nitrate de cobalt {Co(NO₃)₂ · 6H₂O} et qui persiste pendant au moins 15 s.

Ajouter cette solution à l'échantillon, agiter et titrer immédiatement avec la solution de KOH 0,1 mol/dm³, à une température ne dépassant pas 25 °C, jusqu'au virage.

L'indice de neutralisation (*NV*) est calculé au moyen de l'expression:

$$NV = \frac{V \times N \times 56,1}{m}$$

où:

V = nombre de centimètres cubes de KOH 0,1 mol/dm³ utilisés

N = molarité de la solution de KOH

m = masse de l'échantillon de liquide exprimée en grammes

18. Essai de vieillissement

18.1 Résumé de la méthode

La présente méthode décrit la procédure servant à déterminer l'accroissement de viscosité des liquides silicones après vieillissement par chauffage dans des conditions spécifiées.

Un échantillon du liquide est chauffé pendant 24 h dans un tube à essais ouvert. On mesure la viscosité avant et après vieillissement.

18.2 Appareillage

18.2.1 Tube à essais:

Tube à essais neuf en verre neutre ou borosilicate (voir Norme ISO 4142.2, type I ou type II) ayant les dimensions suivantes:

- longueur totale: 160 mm ± 2 mm
- diamètre extérieur: 25 mm ± 0,5 mm
- épaisseur de paroi: 1,2 mm ± 0,2 mm

Note. — L'utilisation d'un joint torique en PTFE de taille appropriée placé contre la lèvre du tube à essais facilite le retrait du tube à essais du bloc chauffant et évite qu'il reste coincé dans le puits.

18.2.2 Dispositif de chauffage:

Il se compose d'un bloc chauffant en alliage d'aluminium thermostaté pour maintenir l'échantillon de liquide silicone à la température de 225 ± 1 °C (voir figure 1). Cette température est lue à l'aide d'un thermomètre (voir annexe A) placé dans un tube à essais jusqu'à 5 mm du fond; ce tube est rempli de liquide silicone jusqu'à la ligne d'immersion du thermomètre et ensuite placé dans le bloc chauffant.

Note. — Le bloc chauffant est semblable à celui décrit dans la Publication 474 de la CEI, où des conseils d'emploi peuvent être trouvés.

17.2 Procedure

20 g of the sample shall be weighed to the nearest 0,05 g into a 250 cm³ stoppered conical flask.

In a second flask, 2 cm³ of indicator solution shall be added to a mixture of 60 cm³ of toluene and 40 cm³ of ethanol. The solution shall be neutralized with 0,1 mol/dm³ KOH solution until a red colour comparable to that of a solution of 10% cobalt nitrate {Co(NO₃)₂ · 6H₂O} is obtained and persists for at least 15 s.

This solution shall be added to the sample, swirled and immediately titrated at a temperature not above 25 °C with 0,1 mol/dm³ KOH solution to the above end-point.

The neutralization value (*NV*) is calculated from the expression:

$$NV = \frac{V \times N \times 56,1}{m}$$

where:

V = number of cubic centimetres of 0,1 mol/dm³ KOH used

N = molarity of the KOH solution

m = mass of the sample in grammes

18. Ageing test

18.1 Summary of method

This method describes a procedure for determining the viscosity increase of silicone liquids when aged by heating under specified conditions.

A sample of the liquid shall be heated in an open glass test-tube for 24 h. Viscosity before and after heating is measured.

18.2 Apparatus

18.2.1 Test tube:

Unused test-tubes made of borosilicate or neutral glass (ISO Draft International Standard 4142.2, Type I or II) of the following dimensions:

- overall length: 160 mm ± 2 mm
- external diameter: 25 mm ± 0,5 mm
- wall thickness: 1,2 mm ± 0,2 mm

Note. — A PTFE O-ring of suitable size fitted adjacent to the lip of the test-tube will facilitate removal from the heating block and prevent the tube becoming fixed in the hole.

18.2.2 Heating device:

This consists of a thermostatically controlled aluminium heating block (as illustrated in Figure 1) capable of maintaining the silicone liquid sample at a temperature of 225 ± 1 °C. This temperature shall be read on a thermometer (see Appendix A) immersed in a test tube to within 5 mm from the bottom; this tube shall be filled with silicone liquid to the immersion line of the thermometer and placed in a spare hole of the heating block.

Note. — The heater is similar to the one described in IEC Publication 474 where guidance as to its use can be found.

18.2.3 Détermination de la viscosité:

La viscosité est déterminée au moyen d'un appareillage conforme à la Norme ISO 3104 et permettant de mesurer la viscosité à 40 °C dans la gamme de 30 mm²/s à 100 mm²/s.

18.3 Nettoyage des tubes à essais

Les tubes d'essai sont lavés chimiquement. Une méthode de nettoyage qui a été trouvée satisfaisante consiste à laver successivement avec de l'acétone, de l'eau distillée, puis de l'acide sulfurique concentré qui est éliminé par rinçage, d'abord à l'eau du robinet, puis à l'eau distillée.

Utiliser des réactifs de qualité pour analyse.

On sèche dans une étuve atmosphérique à 105-110 °C pendant au moins 3 h et on laisse refroidir à la température ambiante dans un dessiccateur, dans lequel les tubes d'essai sont conservés jusqu'au moment de l'emploi.

Les tubes à essais ne sont utilisés qu'une seule fois.

18.4 Procédure

- Peser $25 \pm 0,5$ g de liquide dans deux tubes à essais nettoyés.
- Introduire les tubes dans le bloc chauffant et régler la température pour atteindre 225 ± 1 °C dans le liquide en essai.
- Maintenir cette température pendant $24 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$.
- Sortir les tubes à essais du bloc chauffant et les laisser refroidir au moins pendant 2 h.
- Ensuite, boucher les tubes à essais, par exemple avec un bouchon de plastique et agiter les tubes en les retournant plusieurs fois, pour assurer l'homogénéité de l'échantillon.
- Mesurer la viscosité des deux échantillons ainsi vieillis, ainsi que celle du liquide neuf, suivant la procédure décrite à l'article 10.

18.5 Calcul

Pourcentage d'accroissement de viscosité:

$$\frac{100 (\eta_1 - \eta_0)}{\eta_0}$$

où:

η_0 = viscosité initiale en millimètres carrés par seconde

η_1 = viscosité après vieillissement en millimètres carrés par seconde

Consigner la valeur moyenne des deux résultats s'ils diffèrent entre eux de moins de 2,5%; autrement, consigner les deux résultats individuels.

19. Tension de claquage

La tension de claquage est déterminée suivant la méthode décrite dans la Publication 156 de la CEI, avec les modifications suivantes:

- faire un seul claquage par remplissage,
- effectuer seulement trois déterminations,
- nettoyer les électrodes entre chaque remplissage.

18.2.3 Viscosity determination:

Viscosity apparatus as required by ISO Standard 3104 suitable for measurements of viscosity at 40 °C in the range 30 mm²/s to 100 mm²/s.

18.3 Cleaning the test-tubes

The test-tubes shall be chemically cleaned. A method of cleaning which has been found satisfactory is to wash them successively with acetone, distilled water, then with concentrated sulphuric acid which is removed by washing first with tap water, then with distilled water.

Analytical grade reagents shall be used.

The apparatus is dried in an air oven at 105-110 °C for at least 3 h, and then allowed to cool to room temperature in a desiccator in which the test-tubes are kept until they are used.

Tubes shall not be re-used.

18.4 Procedure

- 25 ± 0,5 g of liquid shall be weighed into each of two cleaned tubes.
- The tubes shall be inserted into the heating block adjusted so that the test liquid reaches a temperature of 225 ± 1 °C.
- The liquid shall be maintained at this temperature for 24 h ± 5 min.
- The tubes shall be taken out of the heating block and allowed to cool for at least 2 h.
- The tubes shall then be closed, for instance with a plastic cap, and shaken, being turned upside down several times to ensure that the sample is homogeneous.
- The viscosity of both aged samples shall be measured, as well as that of the unaged liquid in accordance with the method specified in Clause 10.

18.5 Calculation

Percentage viscosity increase:

$$\frac{100 (\eta_1 - \eta_0)}{\eta_0}$$

where:

η_0 = viscosity of unaged liquid in square millimetre/s

η_1 = viscosity of aged liquid in square millimetre/s

The mean value of both results shall be reported if they agree to within 2,5%, otherwise the two individual results are reported.

19. Breakdown voltage

Breakdown voltage shall be determined by the method described in IEC Publication 156, with the following modifications:

- only one breakdown per filling shall be measured,
- three measurements only shall be made,
- electrodes shall be cleaned between each filling.

20. Facteur de dissipation diélectrique, permittivité, résistivité en courant continu

Ces propriétés doivent être déterminées à 90 °C par la méthode décrite dans la Publication 247 de la CEI. Des solvants chlorés, tels que le 1,1,1, trichloréthane sont nécessaires pour nettoyer la cellule d'essai.

Note. — Les solvants chlorés contenant certains types d'additifs stabilisants de faible volatilité nécessitent une distillation juste avant emploi.

21. Gassing sous contrainte électrique et ionisation

Le gassing est mesuré conformément à la Publication 628 de la CEI.

SECTION TROIS — SPÉCIFICATIONS PARTICULIÈRES

22. Spécifications des liquides silicones neufs

- a) La spécification est applicable uniquement aux liquides silicones neufs destinés à être utilisés dans les matériels électriques, en l'état de livraison, avant traitement et introduction dans le matériel électrique.
- b) Le liquide échantillonné conformément à l'article 7 est soumis aux essais selon les méthodes appropriées décrites dans la section deux.

Les méthodes d'essai sont repérées par un renvoi à l'article correspondant de la section deux.

Les caractéristiques du liquide ainsi essayé doivent être conformes aux exigences données dans la feuille de spécification.

20. Dielectric dissipation factor, permittivity, d.c. resistivity

These properties shall be determined at 90 °C by the method described in IEC Publication 247. Chlorinated solvents, such as 1,1,1,-trichloroethane, are required for cleaning the test cell.

Note. — Chlorinated solvents containing certain types of low volatile stabilizing additives require distillation shortly before use.

21. Gassing under electrical stress and ionization

Gassing under electrical stress and ionization shall be measured according to IEC Publication 628.

SECTION THREE — INDIVIDUAL SPECIFICATIONS**22. Specifications for unused silicone liquids**

- a) The specification applies only to unused silicone liquids intended for use in electrical equipment, as received from the supplier and before any treatment or introduction into electrical equipment.
- b) The liquid sampled in accordance with Clause 7 shall be tested in accordance with the appropriate test methods given in Section Two.

Test methods are indicated by a cross-reference to the relevant clause in Section Two.

The characteristics of the liquid when so tested shall comply with the requirements given in the specification sheet.