

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60450

Deuxième édition
Second edition
2004-04

**Mesure du degré de polymérisation moyen
viscosimétrique des matériaux isolants
cellulosiques neufs et vieillis à usage électrique**

**Measurement of the average viscometric degree
of polymerization of new and aged cellulosic
electrically insulating materials**

© IEC 2004 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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

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

International Electrotechnical Commission, 3, rue de Varembe, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: www.iec.ch



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

S

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	4
INTRODUCTION.....	8
1 Domaine d'application	10
2 Références normatives.....	10
3 Termes, définitions et symboles	10
3.1 Termes et définitions.....	10
3.2 Symboles	12
4 Principe.....	14
5 Appareil et réactifs	14
6 Eprouvettes	16
6.1 Préparation des éprouvettes.....	16
7 Procédure expérimentale.....	18
7.1 Mesure de la teneur en eau du papier	18
7.2 Détermination de la viscosité.....	18
8 Rapport d'essai	30
Annexe A (normative) Solution d'hydroxyde de Cuen.....	32
Annexe B (normative) Préparation de la solution d'hydroxyde de Cuen.....	34
Annexe C (normative) Procédure de vérification du rapport $\frac{c_{En}}{c_{Cu}}$ de la solution d'hydroxyde de Cuen	40
Annexe D (informative) Valeurs numériques du produit $[\nu] \cdot c$ en fonction de ν_s , calculées d'après la formule de Martin	42
Bibliographie.....	44
Tableau 1 – Symboles	12
Tableau 2 – Valeurs \overline{DP}_v de l'éprouvette	18
Tableau D.1 – $[\nu] \cdot c$ en fonction de ν_s ($k = 0,14$)	42
Figure 1 – Structure chimique d'une molécule de cellulose	10
Figure 2 – Tube de viscosimètre de Ubbelohde.....	26

CONTENTS

FOREWORD.....	5
INTRODUCTION.....	9
1 Scope.....	11
2 Normative references	11
3 Terms, definitions and symbols	11
3.1 Terms and definitions	11
3.2 Symbols	13
4 Principle	15
5 Apparatus and reagents	15
6 Specimens	17
6.1 Preparation of specimens	17
7 Experimental procedure.....	19
7.1 Measurement of water content of paper.....	19
7.2 Determination of viscosity	19
8 Test report.....	31
Annex A (normative) Cuen solution	33
Annex B (normative) Preparation of Cuen solution.....	35
Annex C (normative) Procedure for the verification of the ratio $\frac{c_{En}}{c_{Cu}}$ of the Cuen solution.....	41
Annex D (informative) Numerical values of the product $[\nu] \cdot c$ as a function of ν_s according to Martin's formula	43
Bibliography.....	45
Table 1 – Symbols	13
Table 2 – \overline{DP}_v values of specimen	19
Table D.1 – $[\nu] \cdot c$ as a function of ν_s ($k = 0,14$).	43
Figure 1 – Chemical structure of cellulose	11
Figure 2 – Ubbelohde viscometer tube.....	27

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**MESURE DU DEGRÉ DE POLYMÉRISATION MOYEN VISCOSIMÉTRIQUE
DES MATÉRIAUX ISOLANTS CELLULOSIQUES NEUFS ET VIEILLIS
À USAGE ÉLECTRIQUE**

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 n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
- 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 propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60450 a été établie par le sous-comité 15E: Méthodes d'essai, du comité d'études 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, publiée en 1974, et constitue une révision technique. L'expérience a mis en évidence le besoin d'améliorer la description de la méthode expérimentale. La procédure ainsi revue permet de surmonter les limitations de la première édition.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
15E/229/FDIS	15E/235/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.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**MEASUREMENT OF THE AVERAGE VISCOMETRIC DEGREE OF
POLYMERIZATION OF NEW AND AGED CELLULOSIC ELECTRICALLY
INSULATING MATERIALS**

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 provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with an IEC Publication.
- 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 60450 has been prepared by subcommittee 15E: Methods of test, of IEC technical committee 15: Insulating materials.

This second edition cancels and replaces the first edition, published in 1974, and constitutes a technical revision. Experience has indicated the need for improved description of the experimental method. It describes a revised procedure that overcomes the limitations of the first edition.

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

FDIS	Report on voting
15E/229/FDIS	15E/235/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.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant 2008.
A cette date, la publication sera

- reconduite;
- supprimée;
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 3.

The committee has decided that this publication remains valid until 2008. At this date, in accordance with the committee's decision, the publication will be

- reconfirmed;
- withdrawn;
- replaced by a revised edition, or
- amended.

INTRODUCTION

L'expérience a mis en évidence le besoin d'améliorer la description de la méthode expérimentale destinée à obtenir la détermination reproductible du degré de polymérisation moyen viscosimétrique des matériaux isolants celluloseux neufs et vieillis à usage électrique.

Les erreurs principales prennent naissance lors de la dégradation par oxydation qui se produit pendant le traitement et l'écoulement. Les autres facteurs importants concernent la nécessité de s'assurer que tout le matériau a été dissous et utilisé ainsi que les effets de la vitesse de l'écoulement.

INTRODUCTION

Experience has indicated the need for an improved description of the experimental method for the reproducible determination of the average viscometric degree of polymerization of new and aged cellulosic electrically insulating material.

The major error appears to arise from oxidative degradation occurring during processing and effluxing. Other significant factors include the need to ensure that all of the material is dissolved and used, as well as the effect of the speed of effluxing.

MESURE DU DEGRÉ DE POLYMÉRISATION MOYEN VISCOSIMÉTRIQUE DES MATÉRIAUX ISOLANTS CELLULOSIQUES NEUFS ET VIEILLIS À USAGE ÉLECTRIQUE

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale a pour objet de décrire une méthode normalisée pour déterminer le degré de polymérisation moyen viscosimétrique (\overline{DP}_v) des matériaux isolants cellulosiques neufs et vieillis, à usage électrique. Elle peut s'appliquer à tous les matériaux isolants cellulosiques comme ceux utilisés dans la fabrication des transformateurs, des câbles et des condensateurs. Les méthodes décrites peuvent également être utilisées pour déterminer la viscosité intrinsèque des solutions de papiers kraft modifiés chimiquement, pourvu que ceux-ci se dissolvent totalement dans le solvant choisi.

Il convient de prendre des précautions si la méthode s'applique à des papiers kraft chargés.

NOTE Dans un échantillon de matériau, toutes les molécules de cellulose n'ont pas le même degré de polymérisation de sorte que la valeur moyenne mesurée par les méthodes viscosimétriques n'est pas nécessairement la même que celle obtenue, par exemple, par les méthodes par osmose ou par ultra-centrifugation.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. 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 60814, *Isolants liquides – Cartons et papiers imprégnés d'huile – Détermination de la teneur en eau par titrage coulométrique de Karl Fischer automatique*

ISO 287, *Papier et carton – Détermination de l'humidité – Méthode par séchage à étuve*

ISO 3105, *Viscosimètres à capillaires en verre pour viscosité cinématique – Spécifications et instructions*

MEASUREMENT OF THE AVERAGE VISCOMETRIC DEGREE OF POLYMERIZATION OF NEW AND AGED CELLULOSIC ELECTRICALLY INSULATING MATERIALS

1 Scope

This International standard describes a standardized method for the determination of the average viscometric degree of polymerization (\overline{DP}_v) of new and aged cellulosic electrically insulating materials. It may be applied to all cellulosic insulating materials such as those used in transformer, cable or capacitor manufacturing.

The methods described can also be used for the determination of the intrinsic viscosity of solutions of chemically modified kraft papers, provided that these dissolve completely in the selected solvent.

Caution should be taken if the method is applied to loaded kraft papers.

NOTE Within a sample of material, all the cellulose molecules do not have the same degree of polymerization so that the mean value measured by viscometric methods is not necessarily the same as that which may be obtained by, for instance, osmotic or ultra centrifuging methods.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60814, *Insulating liquids – Oil-impregnated paper and pressboard – Determination of water by automatic coulometric Karl Fischer titration*

ISO 287, *Paper and board – Determination of moisture content – Oven-drying method*

ISO 3105, *Glass capillary kinematic viscometers – Specifications and operating instructions*