

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC
60814

Deuxième édition
Second edition
1997-08

**Isolants liquides – Cartons et papiers
imprégnés d'huile –
Détermination de la teneur en eau par titrage
coulométrique de Karl Fischer automatique**

iTeh STANDARD PREVIEW

**Insulating liquids – Oil-impregnated paper
and pressboard –**

**Determination of water by automatic
coulometric Karl Fischer titration**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60814-1997/iec-60814-1997>



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60814:1997

Numéros des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000

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 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** **IEC Bulletin**
- **Annuaire de la CEI** **IEC Yearbook**
Accès en ligne* On-line access*
- **Catalogue des publications de la CEI** **Catalogue of IEC publications**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement Published yearly with regular updates
(Accès en ligne)* (On-line access)*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1fa123d-4ef3-42cf-b38b-19e311c1edfb/iec-60814-1997>

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI)*.

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*.

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.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from the 1st January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 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 revision work, the issue of revised editions and amendments may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

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*.

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.

* See web site address on title page.

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC
60814

Deuxième édition
Second edition
1997-08

**Isolants liquides – Cartons et papiers
imprégnés d'huile –
Détermination de la teneur en eau par titrage
coulométrique de Karl Fischer automatique**

iTeh STANDARD PREVIEW

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

<https://www.it-echnology.com/standards/iec/60814-1997-19e311c1edfb/iec-60814-1997>

© IEC 1997 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
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembé Geneva, Switzerland
e-mail: inmail@iec.ch IEC web site <http://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

	Pages
AVANT-PROPOS	4
Articles	
1 Généralités	6
1.1 Domaine d'application	6
1.2 Références normatives	6
2 Titrage direct pour les liquides à faible viscosité	6
2.1 Champ d'application	6
2.2 Réactions chimiques	8
2.3 Appareillage	8
2.4 Réactifs et produits auxiliaires	12
2.5 Préparation de l'appareil	12
2.6 Méthodes d'échantillonnage	12
2.7 Mode opératoire	14
2.8 Calcul des résultats	14
2.9 Rapport	14
2.10 Fidélité	16
3 Méthode d'entraînement par évaporation pour les liquides à forte viscosité	16
3.1 Champ d'application	16
3.2 Esquisse de la méthode	16
3.3 Appareillage et réactifs	16
3.4 Mode opératoire	18
3.5 Calcul de la teneur en eau	18
3.6 Rapport	18
4 Détermination de la teneur en eau dans les papiers et cartons imprégnés d'huile	20
4.1 Champ d'application	20
4.2 Détermination de l'eau par extraction préalable au méthanol	20
4.3 Dosage par titrage direct	22
4.4 Méthode d'entraînement par évaporation	24
Figures	
1 Schéma de principe d'un titrimètre automatique	28
2 Ensemble de titrage approprié	30
3 Schéma de principe d'un titrimètre automatique et de l'unité d'évaporation par entraînement ..	32
4 Evaporateur en verre avec chauffage	34
5 Flacon de méthanol et ampoule d'extraction	36
Annexe A – Méthode de prélèvement de papiers et cartons imprégnés d'huile	38

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
Clause	
1 General	7
1.1 Scope	7
1.2 Normative references	7
2 Direct titration for low viscosity liquids	7
2.1 Field of application	7
2.2 Chemistry	9
2.3 Apparatus	9
2.4 Reagents and auxiliary materials	13
2.5 Preparation of the apparatus	13
2.6 Sampling methods	13
2.7 Procedure	15
2.8 Calculation of the result	15
2.9 Report	15
2.10 Precision	17
3 Evaporative stripping method for high viscosity liquids	17
3.1 Field of application	17
3.2 Outline of the method	17
3.3 Apparatus and reagents	17
3.4 Procedure	19
3.5 Calculation of water content	19
3.6 Report	19
4 Determination of water in oil-impregnated paper and pressboard	21
4.1 Field of application	21
4.2 Determination of water after previous extraction with methanol	21
4.3 Determination by direct titration	23
4.4 Evaporative stripping method	25
Figures	
1 Block diagram of automatic titrator	29
2 Suitable titration vessel assembly	31
3 Block diagram of automatic titrator and evaporation stripping unit	33
4 Evaporator glass vessel with heater	35
5 Methanol container and extraction tube	37
Annex A – Method for sampling of oil-impregnated paper and pressboard	39

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ISOLANTS LIQUIDES – CARTONS ET PAPIERS IMPRÉGNÉS D’HUILE – DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU PAR TITRAGE COULOMÉTRIQUE DE KARL FISCHER AUTOMATIQUE

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) 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. 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 intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ses normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale 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 60814 a été établie par le comités d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette deuxième édition de la CEI 60814 annule et remplace la première édition parue en 1985 dont elle constitue une révision technique.

Elle annule également la CEI 60733, parue en 1982.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/406/FDIS	10/422/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.

L'annexe A est donnée uniquement à titre d'information.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**INSULATING LIQUIDS – OIL-IMPREGNATED PAPER AND PRESSBOARD –
DETERMINATION OF WATER BY AUTOMATIC COULOMETRIC
KARL FISCHER TITRATION**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the 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, the IEC publishes International Standards. 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. The 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 the 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 National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60814 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

This second edition of IEC 60814 cancels and replaces the first edition published in 1985 of which it constitutes a technical revision.

It also cancels IEC 60733, published in 1982.

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

FDIS	Report on voting
10/406/FDIS	10/422/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.

Annex A is for information only.

ISOLANTS LIQUIDES – CARTONS ET PAPIERS IMPRÉGNÉS D'HUILE – DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU PAR TITRAGE COULOMÉTRIQUE DE KARL FISCHER AUTOMATIQUE

1 Généralités

1.1 *Domaine d'application*

La présente Norme internationale décrit des méthodes de détermination de la teneur en eau des isolants liquides et des isolants cellulosiques imprégnés d'huile, par la méthode de titrage coulométrique de Karl Fischer.

La méthode de l'article 2 s'applique aux teneurs en eau supérieures à 2 mg/kg de liquides ayant une viscosité inférieure à 100 mm²/s à 40 °C.

La méthode d'essai de l'article 3, dans laquelle l'eau est extraite par courant d'azote, est la méthode préférentielle pour les liquides isolants de viscosité supérieure à 100 mm²/s.

L'article 4 décrit des méthodes pour déterminer la teneur en eau des papiers et cartons imprégnés d'huile, dans une gamme comprise entre 0,1 % et 20 % en masse.

1.2 *Références normatives*

Les documents normatifs suivants 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. Tout document normatif est sujet 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 documents normatifs indiqués ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent les registres des Normes internationales en vigueur.

CEI 60475: 1974, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

CEI 60567: 1992, *Guide d'échantillonnage de gaz et d'huile dans les matériels électriques immergés, pour l'analyse des gaz libres et dissous*

ISO 595-1: 1986, *Seringues réutilisables en verre ou en verre et métal à usage médical – Partie 1: Dimensions*

ISO 595-2: 1987, *Seringues réutilisables en verre ou en verre et métal à usage médical – Partie 2: Conception, performances et essais*

2 Titration directe pour les liquides à faible viscosité

2.1 *Champ d'application*

Cette méthode s'applique aux teneurs en eau supérieures à 2 mg/kg des liquides ayant une viscosité allant jusqu'à 100 mm²/s à 40 °C. Les données relatives à la fidélité et indiquées en 2.10 s'appliquent uniquement aux liquides neufs.

NOTES

1 Pour les liquides en service, la justesse de la méthode peut être affectée par la présence de contaminants et de produits de dégradation.

2 La méthode a été conçue pour convenir particulièrement aux hydrocarbures et aux esters liquides. Pour les autres liquides, en particulier les fluides silicones, il faut utiliser des réactifs exempts de méthanol.

INSULATING LIQUIDS – OIL-IMPREGNATED PAPER AND PRESSBOARD – DETERMINATION OF WATER BY AUTOMATIC COULOMETRIC KARL FISCHER TITRATION

1 General

1.1 Scope

This International Standard describes methods for the determination of water in insulating liquids and in oil-impregnated cellulosic insulation with coulometrically generated Karl Fischer reagent.

The method in clause 2 is applicable to water concentrations above 2 mg/kg in liquids having viscosity of less than 100 mm²/s at 40 °C.

The test method in clause 3, where water is extracted by means of a nitrogen stream, is the preferred method for insulating liquids of viscosity higher than 100 mm²/s.

Clause 4 describes methods for the determination of water content in oil-impregnated paper and pressboard over the range 0,1 % to 20 % by mass.

1.2 Normative references

The following normative documents 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 normative documents 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 normative documents indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 60475: 1974, *Method of sampling liquid dielectrics*

IEC 60567: 1992, *Guide for the sampling of gases and of oil from oil-filled electrical equipment and for the analysis of free and dissolved gases*

ISO 595-1: 1986, *Reusable all-glass or metal-and-glass syringes for medical use – Part 1: Dimensions*

ISO 595-2: 1987, *Reusable all-glass or metal-and-glass syringes for medical use – Part 2: Design, performance requirements and tests*

2 Direct titration for low viscosity liquids

2.1 Field of application

This method is applicable to water concentrations above 2 mg/kg in liquids having viscosity up to 100 mm²/s at 40 °C. The precision data given in 2.10 apply only to new liquids.

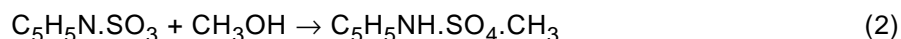
NOTES

1 For liquids in service, the accuracy of the method may be affected by the presence of contaminants and degradation products.

2 The method has been designed to be particularly suitable to hydrocarbon and ester liquids. With other liquids, particularly silicone fluids, methanol free reagents must be used.

2.2 Réactions chimiques

Il est reconnu que les réactions qui se développent au cours d'un titrage de Karl Fischer sont complexes, mais il s'agit essentiellement de la réaction de l'eau avec l'iode en présence de dioxyde de soufre d'une base organique et d'un alcool dans un solvant organique. A l'origine le réactif Karl Fischer comportait de la pyridine et du méthanol, et les réactions pouvaient s'écrire comme suit:



D'autres associations base-alcool sont possibles et peuvent être nécessaires pour des titrages dans certains liquides isolants.

Dans le titrage coulométrique de Karl Fischer, l'échantillon est mélangé à une solution base-alcool d'ions iodures et de dioxyde de soufre. L'iode est produit par électrolyse et réagit avec l'eau comme cela est montré dans les réactions (1) et (2). Suivant la loi de Faraday, la quantité d'iode formée est proportionnelle à la quantité d'électricité consommée dans la réaction ci-après:



Et comme le montre la réaction (1), une mole d'iode réagit stoechiométriquement avec une mole d'eau, de sorte que 1 mg d'eau correspond à 10,72 C (quantité d'électricité en coulombs). Se fondant sur ce principe, il est possible de calculer la quantité d'eau directement à partir de la quantité d'électricité (en coulombs) consommée par l'électrolyse.

2.3 Appareillage

2.3.1 Principe du fonctionnement IEC 60814:1997

Le récipient de titrage forme une cellule d'électrolyse comportant deux compartiments séparés par un diaphragme poreux. Le compartiment anodique contient le mélange du réactif-solvant-échantillon (solution anodique), le compartiment cathodique (ensemble générateur) contient le réactif anhydre (solution cathodique). De part et d'autre du diaphragme se trouvent les électrodes pour l'électrolyse.

NOTE – Des titrimètres sans diaphragme poreux peuvent être utilisés.

L'iode générée par l'électrolyse, suivant la réaction (3), réagit avec l'eau de manière similaire aux réactions (1) et (2) de Karl Fischer. Le point final de la réaction est décelé par une paire d'électrodes en platine immergées dans la solution anodique. A la fin du titrage, l'iode en excès dépoliarise les deux électrodes en platine, modifiant le rapport courant/tension, ce qui actionne l'indicateur de fin de réaction et arrête l'intégrateur de courant.

L'intégrateur de courant somme le courant absorbé au cours de l'électrolyse, calcule la teneur en eau conformément à la loi de Faraday, et finalement l'affiche en microgrammes d'eau.

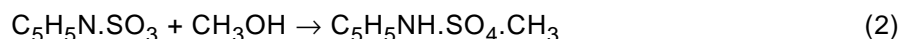
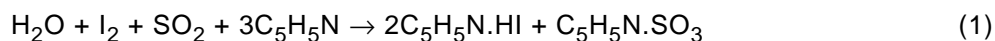
2.3.2 Description de l'appareil

Les titrimètres coulométriques de Karl Fischer du commerce utilisent des circuits brevetés. La description suivante d'un des principes acceptables d'appareil est donnée uniquement à titre d'illustration.

Le schéma fonctionnel représenté en figure 1 décrit l'appareil et comprend les éléments ci-dessous.

2.2 Chemistry

The reactions occurring in a Karl Fischer titration are known to be complex, but are essentially of water with iodine, sulphur dioxide, an organic base and an alcohol in an organic solvent. The original Karl Fischer reagent used pyridine and methanol, and the reactions may be expressed as:



Other base-alcohol combinations are possible and may be necessary for titrations on some insulating liquids.

In coulometric Karl Fischer titration, the sample is mixed with a base/alcohol solution of iodide ion and sulphur dioxide. Iodine is generated electrolytically and reacts with water in a similar way to that shown in reactions (1) and (2). Iodine is generated in proportion to the quantity of electricity according to Faraday's law, as shown by the following reaction:



One mole of iodine reacts with one mole of water stoichiometrically as shown in reactions (1) so that 1 mg of water is equivalent to 10,72 C (number of coulombs). Based on this principle it is possible to determine the amount of water directly from the quantity of electricity (number of coulombs) required for the electrolysis.

2.3 Apparatus

2.3.1 Principle of operation

IEC 60814:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1fa123d-4ef3-42cf-b38b-1e5310cduf/iec-60814-1997>

The titration vessel has the configuration of an electrolysis cell with two compartments connected by a porous diaphragm. The anodic compartment contains the mixture of reagent-solvent and sample (anodic solution), the cathodic compartment (generator assembly) contains anhydrous reagent (cathodic solution). On both sides of the diaphragm are located the electrolysis electrodes.

NOTE – Titrators without the porous diaphragm may be used.

Iodine generated by the electrolysis, as shown in reaction (3), reacts with the water in a similar way to the Karl Fischer reactions (1) and (2). The end-point of the reaction is detected by a pair of platinum electrodes immersed in the anodic solution. At the end of the titration, excess iodine depolarizes the dual platinum electrodes, giving a change in the current/voltage ratio which is used to activate the end-point indicator and to stop the current integrator.

The current integrator integrates the current consumed during the electrolysis, calculates the water equivalent according to Faraday's law, and finally displays it in micrograms of water.

2.3.2 Description of the apparatus

Commercial coulometric Karl Fischer titrators use proprietary circuitry. The following description of one suitable form of apparatus is given for illustrative purposes only.

The block diagram shown in figure 1 illustrates the apparatus and includes the components detailed below.

2.3.2.1 Ensemble de titrage

La figure 2 représente un ensemble de titrage approprié. Cependant les modifications technologiques de l'appareil sont telles que des conceptions radicalement différentes, et satisfaisant aux exigences techniques de la présente norme, peuvent devenir disponibles. L'appareil donné à titre d'exemple se compose:

- d'un récipient de titrage en verre à bride (a), muni d'un orifice d'injection (b) de l'échantillon, et d'un robinet de vidange (c) (facultatif);
- d'un couvercle en polytétrafluoroéthylène à bride (d) s'adaptant au vase de titrage. Il possède trois ouvertures permettant d'y adapter les électrodes et le tube dessiccateur;
- d'un ensemble générateur (cellule d'électrolyse combinée) (e) se composant d'un tube en verre fermé à son extrémité inférieure par un diaphragme et muni, de part et d'autre de ce dernier, d'électrodes en platine;

NOTE – Le diaphragme peut être une membrane échangeuse d'ions, un disque en verre fritté, un filtre en céramique ou tout autre système empêchant la diffusion de deux solutions tout en permettant le passage du courant pour l'électrolyse.

- d'électrodes de détection: une paire d'électrodes en platine pour mesure du potentiel ou du courant (f);
- d'un barreau agitateur recouvert de polytétrafluoroéthylène (g);
- de tubes dessiccateurs (h) de l'humidité atmosphérique pour protéger le récipient de titrage et l'ensemble générateur;
- de septums en caoutchouc de silicone, pour fermer l'orifice d'injection. Avant utilisation, il est recommandé que des incisions en croix soient faites dans le septum, pour permettre d'utiliser des aiguilles épointées en bout carré pour injecter l'échantillon (voir 2.4.2d)). Il convient que les septums soient remplacés, dès que nécessaire, pour éviter les fuites d'air comme le montrerait une dérive excessive de l'appareil.

2.3.2.2 Circuit de détection

IEC 60814:1997

Une tension continue stabilisée ou un courant alternatif constant est appliquée aux électrodes de détection (paire d'électrodes de mesure en platine) de sorte que la fin de la réaction puisse être détectée par le changement du courant polarisé ou de la tension.

2.3.2.3 Circuit de stabilisation du courant

Ce circuit commande l'électrolyse conformément au signal provenant du circuit de détection.

2.3.2.4 Alimentation en tension continue

Alimentation en tension continue pour l'électrolyse.

2.3.2.5 Indicateur du point final

Indique quand le point final a été atteint.

2.3.2.6 Intégrateur de courant

Mesure la quantité d'électricité consommée par la cellule d'électrolyse au cours du titrage, puis calcule et affiche la quantité d'eau correspondante, en microgrammes.

NOTE – Certains appareils ont des possibilités intégrées de calcul et affichent la teneur en eau pour une quantité particulière d'échantillon.

2.3.2.7 Agitateur électromagnétique

Agitateur électromagnétique à vitesse constante et suffisante pour assurer une dispersion adéquate. (En général, le contenu du récipient ne sera pas homogène car les isolants liquides ne sont pas totalement miscibles avec les liquides réactifs.)

2.3.2.1 Titration vessel assembly

An example of a suitable titration vessel assembly is shown in figure 2. However, the changes in instrument technology are such that radically different designs may become available which comply with the technical requirements of this standard. The exemplified apparatus consists of:

- a flanged glass reaction vessel (a) with sample injection plug (b) and drain cock (c) (optional);
- a polytetrafluoroethylene lid (d), flanged to match the titration vessel, with three holes to receive the electrodes and drying tube;
- a generator assembly (combined electrolysis cell) (e) consisting of a glass tube closed at its lower end by a diaphragm and equipped with platinum electrodes on each side of the diaphragm;

NOTE – The diaphragm may consist of ion exchange membrane, fritted disc, ceramic filter or other system to prevent diffusion of both solutions, while allowing enough current for electrolysis.

- detector electrodes: dual platinum electrodes for measurement of potential or current (f);
- a polytetrafluoroethylene coated stirrer bar (g);
- drying tubes (h) to protect the titration vessel and the generator assembly from atmospheric moisture;
- silicone rubber septa to seal the injection port. It is recommended that crosscuts should be made in the septa before use, to enable blunt, square-ended needles to be used for sample injection (see 2.4.2 d)). Septa should be replaced as required to prevent air leakage as indicated by excessive instrument drift.

2.3.2.2 Detection circuit

DC constant voltage or a.c. constant current is supplied to the detector electrodes (dual platinum measuring electrodes) so that the end-point may be detected from the change of the polarized current or voltage.

2.3.2.3 Current regulator circuit

This circuit controls the electrolysis according to the signal from the detector circuit.

2.3.2.4 DC power supply

DC power supply for electrolysis.

2.3.2.5 End-point indicator

Indicates when the end-point has been reached.

2.3.2.6 Current integrator

Measures the quantity of electricity consumed by the electrolysis cell during the titration, then calculates and displays the quantity of water, in micrograms, corresponding to it.

NOTE – Some instruments have built-in calculation facilities, and display the water concentration for a specific sample quantity.

2.3.2.7 Electromagnetic stirrer

Electromagnetic stirrer, capable of maintaining a constant speed sufficient to ensure adequate dispersion. (The content of the titration vessel will not in general be a single phase, since most insulating liquids are not completely miscible with the reagent liquids.)