C I G R É

COMITÉ D'ÉTUDES N° 15
STUDY COMMITTEE No 15

GROUPE DE TRAVAIL 02
WORKING GROUP 02

Propriétés des Askarels et recommandations pour leur emploi dans les appareillages électriques

The properties of Askarels and recommendations for their use in electrical equipment

PLEASE RETURN TO:
P.G. BENIGNUS
47 METCALF DR.
BELLEVILLE, ILLINOIS
62223 - USA
(618) 397 9011

1974

MONS 067118

COMMUNICATIONS

PROPRIÉTÉS DES ASKAREL ET RECOMMANDATIONS POUR LEUR EMPLOI DANS LES APPAREILLAGES ÉLECTRIQUES

par le Groupe de Travail 02
du Comité d'Etudes n° 15
(Matériaux isolants)

Rapport présenté au Comité d'Etudes n° 15
et publié à la demande du Président, le
Prof. T. LEARDINI

Note préliminaire aux recommandations sur l'utilisation des Askarels

Le problème de la pollution de l'environnement par les polychlorobiphényles (PCB) a donné lieu à un afflux d'informations et de rumeurs, parfois très erronées, entraînant des réactions émotionnelles dans l'opinion publique, sans rapport avec la réalité objective.

Face à cette situation, le Groupe de Travail 02 du Comité 15 de la CIGRE a jugé utile de publier un document qui donne les principales recommandations pour une utilisation convenable des liquides Askarels, diélectriques à base de polychlorobiphényles.

La rédaction de ce document a été confiée à une équipe internationale de spécialistes responsables de la production des Askarels et de leur mise en œuvre dans les condensateurs et transformateurs, ainsi que de l'exploitation de ces appareils sur les réseaux.

Après le rappel des caractéristiques essentielles des Askarels, ce document s'efforce de donner, d'une manière aussi complète et objective que possible, l'ensemble des recommandations relatives à la manipulation et la mise en œuvre des polychlorobiphényles et appareils électriques qui en contiennent afin de réduire la pollution de l'environnement à un niveau insignifiant.

Ce document s'adresse à tous ceux concernés par ces liquides : producteurs d'Askarels, fabricants, utilisateurs et contrôleurs d'appareils électriques contenant des Askarels. Sa rédaction a été volontairement réduite à l'essentiel pour le rendre facilement utilisable par tous.

PAPERS

THE PROPERTIES OF ASKAREL AND RECOMMENDATIONS FOR THEIR USE IN ELECTRICAL EQUIPMENT

by Working Group 02
of Study Committee No. 15
(*Insulating Materials*)

Paper presented to Study Committee No. 15
and published at the request of the Chairman,
Prof. T. LEARDINI

Preliminary note to the recommendations on the use of Askarels

The problem of the pollution of the environment by polychlorobiphenyls (PCB) has given rise to many statements and rumours which are sometimes very misleading, causing emotional reactions of public opinion, without real factual support.

Faced by this situation Working Group 02 of Study Committee 15 of CIGRE deemed it useful to issue a document giving the main recommendations for the correct use of Askarels, the dielectric fluids based on polychlorobiphenyls.

An international team of specialists responsible for the production of Askarels and for their utilisation in capacitors and transformers, as well as for the exploitation of these appliances in power distribution, has been entrusted with the drafting of this document.

After a new survey of the essential characteristics of Askarels, this document gives, as completely and as objectively as possible, all the recommendations relating to the handling and implementation of the polychlorobiphenyls and of the electrical appliances which contain it, in order to reduce the pollution of the environment to a very low degree.

This document is intended for all those concerned with Askarels : producers, manufacturers, users and supervisors of electrical equipment containing them. Its presentation has been deliberately reduced to essentials to enable all to use it easily.

MONS 067119

1. — Introduction

Selon les utilisations, les Askarels sont essentiellement constitués par des polychlorobiphényles (PCB) avec sélection éventuelle d'isomères particuliers ou par des mélanges de ces mêmes polychlorobiphényles avec des chlorobenzènes. Ces produits présentent la particularité d'être d'excellents diélectriques ininflammables, chimiquement et thermiquement stables.

En 1966, des traces de polychlorobiphényles furent découvertes dans l'environnement. Les études et recherches entreprises jusqu'à ce jour ont révélé que cette contamination de l'environnement était essentiellement due aux composés les plus persistants, c'est-à-dire aux isomères fortement chlorés des polychlorobiphenyles. Ces composés se sont avérés difficilement biodégradables et modérément toxiques.

En février 1973, le conseil de l'OCDE a décidé de réglementer l'utilisation des polychlorobiphényles au sein des pays membres de cette organisation (*).

Ce document introduit la notion de systèmes ouverts (pour lesquels les polychlorobiphényles ne devront plus être utilisés) et de systèmes fermés.

Pour la catégorie des systèmes fermés, définis comme applications pour lesquelles les polychlorobiphényles sont récupérables, l'OCDE a admis leur utilisation dans tous les cas où les exigences d'ininflammabilité étaient primordiale et a distingué les systèmes fermés sûrement contrôlables des systèmes fermés où la garantie de contrôle ne pouvait pas être assurée.

Les condensateurs de puissance et les transformateurs correspondent à la définition des systèmes fermés contrôlables car ils sont, soit des unités étanches de grandes dimensions, caractérisées par une fiabilité élevée et une grande longévité, soit des appareils où la quantité de fluide isolant justifie économiquement un processus de récupération.

Les applications correspondant aux systèmes fermés non contrôlables devraient être abandonnées dès que des produits ou des technologies améliorés existeront. Un exemple typique de ces dernières applications est constitué par les petits condensateurs.

Les présentes recommandations ont pour but de donner des directives générales pour l'utilisation correcte des Askarels dans la construction et l'utilisation des appareils électriques en contenant. Elles sont susceptibles d'être adaptées aux diverses réglementations et législations nationales.

Ces recommandations constituent donc une contribution aux objectifs fixés par l'OCDE au sujet de l'utilisation contrôlée des polychlorobiphényles, à savoir la réduction tendant vers la suppression totale des risques de pollution de l'environnement par les polychlorobiphenyles.

(*) Cf. document Presse A (73) 3 du 14 février 1973 de l'OCDE.

1. — Introduction

Askarels are essentially polychlorobiphenyls (PCB) and depending upon usage either a selection of particular isomers, or mixtures of these polychlorobiphenyls with chlorobenzenes. These products are excellent dielectrics, have good chemical and thermal stabilities and are fire-resistant.

In 1966, traces of polychlorobiphenyls were discovered in the environment. Studies and researches that have been undertaken since have revealed that the contamination of the environment was due essentially to the most persistent components, that is, to the highly chlorinated isomers of the polychlorobiphenyls. These components are resistant to biodegradation and are moderately toxic.

In February 1973, the Council of the OECD decided to regulate the use of polychlorobiphenyls in the member countries of this organisation (*).

This document introduces concepts of open systems (for which the polychlorobiphenyls must no be used) and of closed systems.

As far as closed systems are concerned, which are defined as applications from which polychlorobiphenyls are recoverable, the OECD has accepted their use in all those cases where requirements of non-inflammability are overriding and distinguished closed systems which could be controlled, from closed systems where this control could not be guaranteed.

Power capacitors and transformers correspond to the definition of controllable closed systems because they are either sealed units of large dimensions that are characterised by a high reliability, and long life or appliances in which the quantity of insulating fluid justifies, economically, a process of recovery.

Applications in non-controllable closed systems should be abandoned as soon as improved products and technologies are available. A typical example of these latter applications would be the use in small capacitors.

These recommendations are intended to give general guidance for using Askarels correctly in the construction and use of electrical equipment containing them. They can be adapted to various regulations and to national legislations.

Thus, these recommendations make a contribution to the aims fixed by the OECD for the controlled use of the polychlorobiphenyls, namely a reduction tending towards the complete suppression of environmental pollution risks arising from polychlorobiphenyls.

(*) *Reference : document Press A (73) of February 1973 of OECD.*

MONS 067120

2. — Recommandations pour l'utilisation convenable des Askarels

2.1. Caractéristiques générales des polychlorobiphényles.

2.1.1. *Caractéristiques techniques.*

Les polychlorobiphényles sont d'excellents liquides diélectriques dont la stabilité thermique et chimique est remarquable :

— Ils ne présentent pas, jusqu'à leur température d'ébullition, de point de combustion,

— Ils ne s'oxydent pas à haute température, même en présence d'oxygène et des métaux catalyseurs d'oxydation,

— l'arc électrique les décompose en un mélange gazeux formé en grande partie d'acide chlorhydrique sec. Ce mélange gazeux ne brûle pas par lui-même.

Cette ininflammabilité des Askarels permet l'utilisation des condensateurs et transformateurs imprégnés aux polychlorobiphényles dans les zones où les conséquences d'un incendie pourraient être catastrophiques : grands magasins, cinémas, théâtres, industries chimiques ...

Une conséquence de cette ininflammabilité est que, dans certains pays, des réductions sensibles des primes d'assurance incendie sont consenties.

Plus de 90 % des condensateurs de puissance fabriqués actuellement sont imprégnés aux polychlorobiphényles; en raison de la permittivité élevée des Askarels, les condensateurs qui en sont imprégnés sont plus compacts, plus fiables en service que les condensateurs imprégnés à l'huile minérale. Dans ce domaine, l'abandon des polychlorobiphényles aurait provoqué un sérieux recul technologique.

Pour les transformateurs, c'est la caractéristique d'ininflammabilité qui est le paramètre prépondérant.

2.1.2. *Caractéristiques écologiques.*

Les polychlorobiphényles sont chimiquement stables; ils sont très peu solubles dans l'eau (environ 0,05 ppm) et sont miscibles avec les huiles et les graisses : cette combinaison de propriétés facilite le transfert des polychlorobiphényles se trouvant dans l'eau à la phase lipide des organismes vivants de l'environnement aquatique.

Certaines études ont montré que quelques composés à la base de polychlorobiphényles fortement chlorés (plus spécialement ceux qui contiennent au moins 5 atomes de chlore par molécule) se sont accumulés dans l'environnement naturel et plus particulièrement dans les tissus graisseux des poissons et des oiseaux piscivores. A l'heure actuelle,

2. — Recommendations for proper use of Askarels

2.1. General characteristics of polychlorobiphenyls.

2.1.1. Technical characteristics.

The polychlorobiphenyls are excellent dielectric liquids with outstanding thermal and chemical stabilities :

— their fire point is above the boiling point.

— they do not oxidise at a high temperature even in the presence of metallic oxidation catalysts.

— decomposition in an electric arc produces a gaseous mixture with a large proportion of dry hydrochloric acid. This gaseous mixture is non-inflammable.

This fire-resistance of Askarels permits their use in capacitors and transformers in areas where the consequences of a fire could be catastrophic : large stores, cinemas, theatres, chemical industries...

A consequence of this fire-resistance is that in certain countries, reductions in insurance premiums are granted.

More than 90 % of power capacitors currently made are impregnated with polychlorobiphenyls; their high permittivity enables the impregnated capacitors to be more compact and more reliable, when in service, than mineral oil impregnated capacitors. For these reasons, the abandonment of polychlorobiphenyls would have been a serious technological reverse.

For transformers, optimum fire-resistance is the dominant requirement.

2.1.2. Ecologicel characteristics.

Polychlorobiphenyls are chemically stable; they are very slightly soluble in water (ca 0,05 ppm) and are miscible with oils and fats; this combination of properties facilitates the transfer of water-borne polychlorobiphenyls into the lipid phase of organisms living in an aquatic environment.

Certain studies have shown that some highly chlorinated PCB (more especially those that contain at least 5 chlorine atoms per molecule) have accumulated in the natural environment, especially in the fatty tissues of fish and fish-eating birds. So far, it has not been shown that lower chlorinated polychlorobiphenyls have accumulated in the environ-

Il n'a pas été établi que les polychlorobiphényles faiblement chlorés s'accumulaient dans l'environnement : ce qui semblerait indiquer une plus grande biodégradabilité.

2.1.3. *Caractéristiques toxicologiques.*

Les polychlorobiphényles ont une toxicité aiguë (1) comparable à celle de la plupart des solvants chlorés. Les doses létales 50 (DL 50) (2), qui caractérisent le degré de toxicité aiguë et qui dépendent des espèces animales utilisées pour le test et du mode d'administration, sont quelque peu différentes suivant le type de polychlorobiphényle.

On trouvera en annexe I, à titre d'information, quelques valeurs de DL 50 pour les polychlorobiphényles.

A titre de comparaison, et pour permettre de situer ces valeurs, on a donné également les DL 50 de quelques produits largement utilisés dans l'industrie.

Les effets à long terme liés à l'accumulation des polychlorobiphényles dans les organismes doivent être pris en considération pour le bon emploi de ces produits (cf. annexe II : recommandations en matière d'hygiène).

La tolérance dermique des polychlorobiphényles varie suivant les individus. Pour certaines personnes spécialement sensibles, des dermites peuvent être observées, en particulier pour les produits fortement chlorés.

En ce qui concerne les teneurs maximales en vapeurs de polychlorobiphényles dans l'air, les valeurs adoptées sont les suivantes :

- **valeurs des Etats-Unis (3) :**
  Trichlorobiphényles ..... 1 mg/m³
  Pentachlorobiphényles ..... 0,5 mg/m³
- **valeurs de l'U.R.S.S. (4) :**
  tous les polychlorobiphényles ..... 1 mg/m³

Pour plus de détails sur les caractéristiques toxicologiques des Askarels, on peut consulter le rapport « Polychlorinated Biphenyls and the Environment » référence COM - 72 - 10.419) distribué par le « National Technical Information Service », US Department of Commerce, 5285 Port Royal Road, Springfields, Va. 22 151, Etats-Unis.

2.2. Les Askarels pour condensateurs.

2.2.1. *Les matières premières.*

Les Askarels pour condensateurs sont constitués par des mélanges d'isomères de polychlorobiphé-

(1) L'expression « toxicité aiguë » signifie toxicité à court terme.
(2) La dose létale (DL 50) est la dose de produit qui provoque, au bout d'un certain temps à préciser, une mortalité de 50 % des animaux soumis au test.
(3) Valeurs adoptées par la Conférence des Hygiénistes Industriels Gouvernementaux.
(4) Norme NS 215-71 du 5 nov. 71 du Ministère de la Santé Publique de l'U.R.S.S.

ment : this would seem to indicate that they are more biodegradable.

2.1.3. Toxicological characteristics.

The polychlorobiphenyls have acute toxicities (1) comparable with those of several chlorinated solvents. The lethal dose (LD 50) (2) which characterizes the degree of acute toxicity and which depends upon the animal species used for the test and upon the ingestion method, varies according to the type of polychlorobiphenyl.

Appendix 1 records some values of LD 50 for polychlorobiphenyls.

For comparison, the LD 50 values of some products, extensively used in industry, have also been given.

The long term effects that are linked with the accumulation of polychlorobiphenyls in organisms must be taken into account in assessing the safe use of these products (cf. Appendix II : recommendations for hygiene).

The dermal tolerance of the polychlorobiphenyls varies according to individuals. With some individuals who are rather sensitive, dermatitis may be induced, particularly with higher chlorinated products.

The maximum permitted concentrations of polychlorobiphenyl vapours in air, the values adopted are as follows :

- *values in the U.S.A. (3) :*
  Trichlorobiphenyls ..... 1 mg/m³
  Pentachlorobiphenyls ..... 0,5 mg/m³
- *values in the U.S.S.R. (4) :*
  All chlorobiphenyls ..... 1 mg/m³

For more details on the toxicological characteristics of the Askarels, reference can be made to the report "Polychlorinated Biphenyls and the Environment" (reference COM - 72 - 10.419) distributed by the "National Technical Information Service", US Department of Commerce, 5285 Port Royal Road, Springfield Va 22 151, U.S.A.

2.2. Askarels for capacitors.

2.2.1. Raw materials.

Askarels for capacitors are for the most part mixtures of low chlorinated polychlorobiphenyls, whose

(1) *The expression « acute toxicity » means short term toxicity.*
(2) *The LD 50 is the dose of the product, which brings about, after a certain period still to be specified, a death rate of 50 % of the animals submitted to the test.*
(3) *Values adopted by the Conference of Governmental Industrial Health Officers.*
(4) *Norm NS 215-71 of Nov. 5, 71 of the Minister of Public Health of U.S.S.R.*

MONS 067122

nyles faiblement chlorés. Les caractéristiques principales de ces produits sont données aux annexes III a et III b.

La teneur totale en isomères peu biodégradables (pentachlorobiphényle et homologues plus fortement chlorés) est inférieure à 3,5 %. On trouvera en annexe IV la méthode de dosage des isomères fortement chlorés.

Etant donné qu'il n'y avait pas de raison technique impérative pour continuer à utiliser des produits fortement chlorés dans les condensateurs, les producteurs de polychlorobiphényles ont pris récemment la décision de ne plus fabriquer d'autres imprégnants que les trichlorobiphényles et les mélanges à plus faible teneur en chlore.

Cette décision doit prendre effet au 1er juillet 1974. De ce fait, seuls les Askarels faiblement chlorés seront utilisés pour les petits condensateurs comme pour les grands.

2.2.2. *Transport, réception, manipulation.*

Les polychlorobiphényles sont des produits élaborés relativement chers dont le transport et la manipulation exigent certaines précautions en dehors de toute considération de pollution.

Pour le maintien de leurs propriétés diélectriques, les polychlorobiphényles doivent être protégés des contaminations extérieures, d'où la nécessité de récipients adéquats, étanches.

Le risque de rejet des polychlorobiphényles dans l'environnement, du fait des emballages, est réduit : en effet, en règle générale, les polychlorobiphényles pour condensateurs sont logés dans des récipients spécialement affectés à cet usage, effectuant la navette entre producteurs et utilisateurs. On s'efforcera cependant de limiter dans la mesure du possible les livraisons en fûts.

Les récipients (fûts, containers, citernes) seront bien identifiés et marqués d'une manière qui respecte les *réglementations internationales* en vigueur. De toute façon, la mention :

« Attention, produits peu biodégradables, ne pas rejeter dans l'environnement »

sera apposée par les producteurs sur tous les emballages.

Le transfert des Askarels, des emballages de transport aux réservoirs de stockage, doit être réalisé dans des conditions propres à éviter tout risque de pollution de l'environnement (cf. paragraphe 2.2.4.1. *(ii)* ci-après).

La manipulation des Askarels par le personnel des ateliers doit s'effectuer en respectant les règles d'hygiène détaillées à l'annexe II.

2.2.3. *Recommandations en matière d'hygiène.*

Ces recommandations sont valables pour tous les Askarels concernés par ce document. C'est pourquoi elles sont données en annexe à la fin de celui-ci.

principal characteristics are listed in Appendices III a and III b.

The total concentration of less biodegradable isomers (pentachlorobiphenyl and more highly chlorinated homologues) is below 3.5 %. The method for measuring highly chlorinated isomers will be found in Appendix IV.

As there is no imperative technical reason for continuing the use of the highly chlorinated products in capacitors, polychlorobiphenyl producers have recently decided to stop manufacturing impregnants other than trichlorobiphenyls and lower chlorinated mixtures.

This decision will take effect from July 1st 1974. Therefore, only low chlorinated Askarels will be used for capacitors, both large and small.

2.2.3. Transport, reception, handling.

Polychlorobiphenyls are relatively expensive sophisticated products. Their transport and handling require certain precautions in addition to considerations of pollution.

To maintain their dielectric properties, the polychlorobiphenyls must be protected against external contamination, hence the necessity for adequately sealed containers.

The risk of leakage of polychlorobiphenyls into the environment is minimized because of the type of container : normally polychlorobiphenyls for capacitors are sent in special containers from the manufacturers to the users. The delivery of these products in drums should be limited as much as possible.

Containers must be well labelled according to current legislation in force. In any case the following notice :

"Caution : persistent products, not to be disposed in the environment"

should be indicated on the packing.

The transfer of Askarels from the portable container to storage tanks must be done in such a way that all risks of polluting the environment, which might arise from mishandling, will be avoided (cf. paragraph. 2.2.5.1. (ii) et seq.).

The handling of Askarels by the workshop staff must be carried out according to the health rules detailed in Appendix II.

2.2.3. Recommendations for hygiene.

These recommendations apply to all the Askarels concerned in this document. For this reason they are given in the Appendix at the end of this document.

MONS 067123

2.2.4. *Précautions à prendre pour éviter la pollution de l'environnement.*

Les précautions à prendre s'inscrivent dans le cadre général de la lutte anti-pollution.

2.2.4.1. *Pollution directe.*

(i) Par les vapeurs :

Dans toute la mesure du possible, toutes les vapeurs seront collectées dans une cheminée unique avant d'être rejetées dans l'atmosphère; l'air souillé sera refroidi avant de traverser des filtres maintenus en bon état; ces filtres ont pour but de détruire les brouillards. Le liquide condensé dans les filtres est récupéré.

Il est conseillé de faire suivre le filtre d'une tour de lavage contenant un solvant organique de faible tension de vapeur.

(ii) Par le fluide :

Les installations doivent être conçues de telle manière que, même en cas de fausse manœuvre, il n'y ait pas de rejet de polychlorobiphényles dans la nature. En outre, il faut s'assurer que les pertes par inétanchéités, fuites, éclaboussures soient aussi réduites que possible. Le sol des ateliers sera de préférence réalisé en béton compact protégé si nécessaire par un revêtement résistant aux Askarels.

Les réseaux de tuyauteries devraient être apparents et d'accès aisé pour faciliter la surveillance et les réparations éventuelles.

2.2.4.2. *Pollution indirecte par les résidus de fabrication.*

Les résidus les plus courants sont des fûts déclassés, des chiffons imprégnés, des sciures de balayage, des terres de traitement usagées, des solvants contenant des Askarels, des condensateurs crevés.

Les résidus liquides peuvent être détruits dans un four à combustion approprié (cf. recommandations données en annexe V).

Les résidus solides peuvent également être détruits par incinération. On peut aussi, moyennant accord préalable des autorités locales, soit :

— les stocker dans des puits ad hoc,

— les enfouir dans un champ d'épandage autorisé à cet effet.

2.2.4.3. *Pollution indirecte par les condensateurs claqués en service.*

Deux cas sont à envisager :

Les petits condensateurs, contenant moins de 1 kg d'Askarel, par exemple les condensateurs répondant aux recommandations 80, 82, 161 et 252 de la CEI.

Il est pratiquement impossible de prendre des mesures pour récupérer ces composants qui sont trop dispersés. Toutefois, le rejet de ces condensateurs dans l'environnement ne produit pas de pollution

2.2.4. Precautions to be taken to avoid pollution of the environment.

These precautions should be written into the general instructions for pollution control.

2.2.4.1. Direct pollution.

(i) By vapours :

If possible all vapours should be collected in a single chimney before being emitted into the atmosphere; the contaminated air should be cooled before passing through well maintained filters, which must be designed to eliminate mists. The condensed liquid from the filter should be recovered.

It is advisable to follow filtration with a scrubber tower containing an organic solvent of low volatility.

(ii) By liquid :

The installation should be such that even in the event of an accident polychlorobiphenyls will not be emitted into the environment. Emissions due to leaky joints, leaks and splashes must be reduced as much as possible. The floor of the working area should preferably be made of solid concrete, protected if necessary by an Askarel-proof coating.

All pipes and tubes should be visible and accessible in order to facilitate supervision and maintenance.

2.2.4.2. Indirect pollution from manufacturing residues.

Common sources of wastes are used drums, impregnated rags, sawdust, used Fuller's earth, solvents containing Askarels and used capacitors.

Liquid wastes can be destroyed in an adequate combustion furnace (recommendations are given in Appendix V).

Solid wastes can be burned. Provided that an agreement with the local authorities has been reached it is also possible :

— to stockpile the wastes in appropriate pits

— to bury them at a dry site approved for disposal of toxic wastes.

2.2.4.3. Indirect pollution by capacitors used in service.

Two cases may arise :

Small capacitors, *which contain less than 1 kg Askarel, for example, capacitors conforming to IEC 80, 82, 161 and 252.*

It is practically impossible to take action to recover these components which are normally too widely dispersed. However, the disposal of these capacitors does not normally cause massive harm

MONS 067124

massive localisée : ces petits condensateurs chaqués seront normalement mélangés aux ordures ménagères.

Les grands condensateurs, contenant plus d'1 kg d'Askarel, par exemple les condensateurs conformes aux recommandations CEI, 70, 110, 143. Les dispositions à prendre seront indiquées par un marquage spécial.

On peut proposer le texte suivant :

« *Ce condensateur contient du polychlorobiphényle qui pourrait contaminer l'environnement : sa mise au rebut doit être effectuée en conformité avec les règlements locaux* » (*).

Des directives peuvent également être données dans les livrets d'instruction que les fabricants fournissent généralement avec les unités importantes.

2.3. Les Askarels pour transformateurs.

2.3.1. ***Les matières premières.***

Les Askarels pour transformateurs sont, le plus souvent, des mélanges de trichlorobenzène et d'hexa ou de penta chlorobiphényles. On utilise parfois le trichlorobiphényle.

Les précautions à prendre sont particulièrement justifiées dans le cas des Askarels pour transformateurs : en effet, ce sont les isomères fortement chlorés qui sont susceptibles de provoquer une pollution de l'environnement.

Les propriétés générales des Askarels pour transformateurs sont données à l'annexe III c.

2.3.2. ***Transport, réception, manipulation.***

Les Askarels pour transformateurs sont des produits élaborés relativement chers dont le transport et la manipulation exigent certaines précautions en dehors de toute considération de pollution.

Pour le maintien de leurs propriétés diélectriques, les polychlorobiphényles doivent être protégés des contaminations extérieures, d'où la nécessité de récipients adéquats, étanches.

Le risque de rejet des polychlorobiphényles dans l'environnement, du fait des emballages, est réduit, car l'Askarel pour transformateurs est généralement fluide. De ce fait, l'égouttage des emballages est aisé. On vérifiera simplement que cet égouttage est bien effectué et que l'emballage n'est pas une source de pollution.

2.3.3. ***Recommandations en matière d'hygiène.***

Ces recommandations sont valables pour tous les Askarels concernés par ce document.

C'est pourquoi elles sont données en annexe, à la fin de ce document.

(*) Si le fabricant l'estime utile, il pourra rappeler dans son marquage le caractère d'ininflammabilité des polychlorobiphényles.

pollution : these small used capacitors may often be mixed with household refuse.

Large capacitors, which contain more than 1 kg Askarel, for example, capacitors conforming to IEC 70, 110, 143. The steps to be taken must be indicated by a special label.

The following text is proposed :

" This capacitor contains polychlorobiphenyl, which could pollute the environment : its disposal must be effected according to local regulations " (*).

Directions may also be given in the instruction booklet that manufacturers generally deliver with large units.

2.3. Askarels for transformers.

2.3.1. Raw materials.

Askarels for transformers are most often mixtures of trichlorobenzene and penta or hexachlorobiphenyl; sometimes trichlorobiphenyl is used.

Precautions to be taken are particularly necessary in the case of Askarels for transformers : these usually contain the more highly chlorinated isomers which are likely to cause persistent pollution of the environment.

The general properties of Askarels for transformers are to be found in Appendix III c.

2.3.2. Transport, reception, handling.

Askarels for transformers are relatively expensive sophisticated products. Their transport and handling require certain precautions in addition to prevention of pollution.

To maintain their dielectric properties, polychlorobiphenyls must be protected against external contamination, hence the necessity for using hermetically sealed containers.

The risk of leakage of polychlorobiphenyls into the environment is minimised by the type of container; since transformer Askarel is generally fluid, draining from containers is simple. It must be checked that drainage is complete and that the container is not a residual source of pollution.

2.3.3. Recommendations for hygiene.

These recommendations apply to all the Askarels mentioned in this document, and listed in the Appendix.

(*) *If the manufacturer desires, he can indicate in his labelling the non-inflammability character of polychlorobiphenyls.*

MONS 067125

2.3.4. ***Précautions à prendre pour éviter la pollution de l'environnement.***

2.3.4.1. ***Pollution directe.***

(i) Par les vapeurs.

Dans le cas particulier des Askarels les plus courants, les vapeurs émises sont des vapeurs de trichlorobenzène, le risque de pollution est fort réduit : on applique les précautions classiques utilisées dans le cas du dégraissage par solvant chloré.

(ii) Par le fluide.

Compte tenu des quantités de liquide mises en œuvre, il est important de prévoir, dans les ateliers de fabrication de transformateurs, des moyens de rétention susceptibles de recueillir tout l'Askarel utilisé. Ces moyens de rétention devront permettre d'éviter dans tous les cas que l'Askarel soit rejeté à l'égout par suite d'une fausse manœuvre dans la manipulation du liquide diélectrique.

Un moyen particulièrement simple de prévenir le rejet dans les égouts consiste à placer une cuve de décantation entre la sortie des égouts de l'usine et le réseau extérieur.

La densité très élevée des Askarels pour transformateurs associée à la très faible solubilité des polychlorobiphényles dans l'eau font que ce dispositif est particulièrement efficace.

Le sol des ateliers sera de préférence réalisé en béton compact protégé si nécessaire par un revêtement résistant aux Askarels.

2.3.4.2. ***Pollution indirecte en fabrication.***

On doit distinguer :

(i) La pollution par résidus (déchets, terres, sciures, chiffons).

Les résidus les plus courants sont des fûts déclassés, des chiffons imprégnés, des sciures de balayage, des terres de traitement usagées, des solvants contenant des Askarels.

Les résidus liquides peuvent être détruits dans un four à combustion approprié (cf. recommandations données en annexe V).

Les résidus solides peuvent également être détruits par incinération. On peut aussi, moyennant accord préalable des autorités locales, soit :

— les stocker dans des puits ad hoc,

— les enfouir dans un champ d'épandage autorisé à cet effet.

(ii) La pollution par appareil accidenté en cours d'essai.

Deux cas se présentent :

a) l'Askarel est régénérable sur place : il suivra donc le circuit normal de traitement dans l'atelier.

b) l'Askarel est trop pollué. Le producteur ou un organisme compétent agréé est avisé. Après examen, l'Askarel sera soit régénéré, soit détruit.

2.3.4. ***Precautions to take to avoid pollution of the environment.***

2.3.4.1. ***Direct pollution.***

(i) ***By vapour.***

For most Askarels, the emitted vapours are mainly of trichlorobenzene and the pollution risk is not great : the precautions used when degreasing by means of chlorinated solvents should be observed.

(ii) ***By liquid.***

In working areas, since large quantities may be involved, it is important to provide retention tanks to collect all the Askarel involved. These retention tanks must prevent the Askarel passing into the drains following any mishandling of the dielectric liquid.

A particularly effective means of preventing Askarel from passing into the drains is the siting of a settling tank between the factory drains and the main sewers.

Owing to the very high density of Askarel transformers and the low solubility of the polychlorobiphenyls in water, such a system is particularly effective.

The floor of the workshops should preferably be made of solid concrete protected if necessary by an Askarel proof coating.

2.3.4.2. Indirect pollution during manufacturing.

A distinction must be made between two sources of pollution :

(i) ***Residues (wastes, Fuller's earth, sawdust, rags).***

The most usual residues are used drums, impregnated rags, sawdust, used Fuller's earth, solvents containing Askarels.

Liquid residues should be burned in an appropriate combustion furnace recommendations given in Appendix V).

Solid wastes can be burned. Provided that an agreement with the local authorities has been reached it is also possible :

— to stockpile the wastes in appropriate pits

— to bury them at a dry site approved for disposal of toxic wastes.

(ii) ***Damaged equipment.***

Two cases may arise :

a) If only lightly contaminated, the Askarel can be regenerated on site; it will be normally treated in the factory:

b) If the Askarel is heavily polluted, the manufacturer or an approved organization is advised. After examination, the Askarel will be either regenerated, or destroyed.

MONS 067126

2.3.4.3. ***Pollution indirecte par les appareils en service.***

Pour des raisons techniques évidentes, les transformateurs aux Askarels sont normalement sans fuite; il n'y a donc pas de pollution systématique du fait des appareils en service.

Incidemment, une fuite peut se produire. Dès qu'elle est signalée, il y a intervention du personnel responsable de la surveillance de l'installation électrique.

Une fuite importante qui passerait inaperçue serait très rapidement sanctionnée par un claquage du transformateur.

Dans le cas particulier où une contamination de l'environnement serait hautement préjudiciable (usine alimentaire, immeuble de grande hauteur, etc.) un moyen de rétention devra pouvoir retenir l'ensemble du liquide mis en œuvre dans le transformateur.

Il est souhaitable que les fabricants indiquent dans les livrets d'entretien la marche à suivre en cas d'avarie légère ou grave pour réduire au minimum la pollution de l'environnement.

2.3.5. ***Marquage des transformateurs aux Askarels.***

Les plaques signalétiques habituelles donnent déjà la nature du liquide de remplissage. Cependant, il est recommandé d'identifier et de marquer tous les transformateurs aux Askarels (les transformateurs du parc existant ainsi bien que les appareils neufs) au moyen d'une plaque distinctive mentionnant le risque de pollution et les mesures à prendre lors d'un claquage ou de la mise au rebut du transformateur. On a proposé le libellé suivant :

« Ce transformateur contient des polychlorobiphényles qui pourraient contaminer l'environnement. En cas de fonctionnement anormal ou de mise au rebut, consulter le fabricant du transformateur ».

Le marquage des appareils en service pourrait, comme c'est déjà parfois le cas, être confié aux organismes qui contrôlent les installations électriques.

2.3.6. ***Mesures à prendre en cas de déchirure de la cuve d'un transformateur.***

La déchirure brutale de la cuve d'un appareil en service est un accident extrêmement rare pouvant provenir :

- **soit de la chute d'un appareil lors de sa livraison,**
- **soit d'un très grave claquage du transformateur.**

Dans tous les cas, on retiendra le liquide répandu en l'absorbant doux du sable ou de la sciure que l'on répandra abondamment sur le sol.

Le matériau absorbant imbibé d'Askarel sera traité comme les déchets de fabrication (cf. paragraphe 2.3.4.2. (i)). Pour cela, le propriétaire du transformateur recueillera les conseils du fabricant de l'appareil.

2.3.4.3. Indirect pollution by equipment in service.

For rigorous technical reasons, Askarel transformers are designedly leak-tight, therefore there is no systematic pollution due to equipment remaining intact in service.

At the first indication of a leak, a competent person, responsible for taking care of the electrical installation, should intervene.

A serious leakage passing unnoticed could very quickly lead to a transformer failure.

In particular cases, when the pollution of the environment would be highly undesirable (food factory, tall buildings etc) a retentive structure should be provided to collect the whole of the liquid.

It is suggested that the manufacturers should indicate in the servicing manuals the actions to be taken when slight or heavy damage occurs in order to reduce the risk of pollution of the environment to a minimum.

2.3.5. Labelling of Askarel-filled transformers.

The usual name plates frequently denote the nature of the filling-liquid. It is hoped that all Askarel transformers (existing transformers as well as new equipment) will be identified and labelled by a plate emphasizing the pollution risks and the actions to be taken when a transformer becomes unserviceable or has to be removed. The following notice is proposed :

" This transformer contains polychlorobiphenyl which could contaminate the environment. In case of abnormal functioning or disposal, consult the manufacturer of the transformer ".

As is already often the case, this labelling should be provided by the organisation installing the transformer.

2.3.6. Actions following fracture of a transformer tank.

The sudden fracture of equipment in service though extremely rare, may occur due to :

- ***either damage during delivery,***
- ***or an explosion in the transformer.***

In either case, the liquid should be absorbed by sand or sawdust generously spread over the floor.

The absorbing material impregnated with Askarel will be treated as manufacturing wastes (cf. paragraph 2.3.4.2. (i)). Therefore the transformer user should take advice from the equipment manufacturer.

MONS 067127

rels que cette personne ne sera pas sujette à des réactions allergiques particulières. Le médecin de l'entreprise opère la sélection et effectue des examens périodiques, il peut aussi intervenir à la demande de l'ingénieur de fabrication si un ouvrier du département présente des symptômes tels que maux de tête, dermatoses, vertiges, syncopes, toux anormales, irritation des yeux, etc.

Dans les ateliers où l'on utilise des Askarels, on évitera d'employer des personnes qui sont sujettes soit à des inflammations de la gorge et des bronches, soit à des allergies de la peau, eczémas ou gales. Les mêmes dispositions seront prises dans le cas de personnes atteintes de maladies infectieuses ou de maladies chroniques d'organes internes.

person will not be subject to specific allergic reactions. The Medical Officer of the Company should perform selective periodic examinations. He may also intervene at the request of the manufacturer if a worker has such symptoms as headache, dermatitis, dizziness, fainting, abnormal cough, eye irritation etc.

Persons who are subject to throat or bronchial inflammation should not be employed in workshops where Askarels are used. The same ban applies to those who are subject to dermal allergics, eczemas and blackheads as well as by infectious diseases or chronic diseases of internal organs.

2. *Règles générales.*

Il faut dans tous les cas limiter au maximum les contacts de l'Askarel avec la peau, les yeux ou les habits; à plus forte raison, il faut éviter d'avaler de l'Askarel ou d'inspirer des vapeurs d'Askarels à des concentrations plus élevées que celles mentionnées au paragraphe 2.1.3.

La règle de base pour l'hygiène est la propreté du corps, des vêtements et du poste de travail. Il est défendu, dans l'atelier, de fumer, de boire, de manger ou de conserver de la nourriture.

Avant le début de tout travail qui suppose un contact direct de la peau avec les Askarels, il faut dans toute la mesure du possible se protéger les mains au moyen de crèmes ou pommades appropriées; le port de lunettes de sécurité est recommandé.

Les petites blessures sont à masquer. On portera des vêtements de protection et des gants en alcool de polyvinyle ou en Viton dans le cas de travaux nécessitant un contact direct avec de l'Askarel. Rappelons que les gants en caoutchouc ou en Néoprène ne résistent pas dans l'Askarel.

Il faut échanger immédiatement les vêtements et les souliers souillés par les Askarels, ceux-ci ne peuvent être réutilisés qu'après un nettoyage complet. Il faut aussi veiller à ce que les solvants utilisés pour le nettoyage soient débarrassés par distillation de l'Askarel qu'ils ont dissous.

S'il existe un danger d'inspiration directe, on utilisera des masques de protection, munis d'un filtre A, couleur d'identification brune s'il s'agit d'Askarel pur ou d'un filtre B, couleur d'identification grise s'il s'agit d'Askarel contenant de l'acide chlorhydrique (cas de liquides ayant subi un claquage diélectrique sévère).

2. General rules.

Contact of Askarels with the skin, eyes, or clothes should be kept to the minimum possible and care should be taken to avoid swallowing the liquid or inhaling the vapour at higher concentrations than those mentioned in Section 2.1.3.

The basic hygienic rule is maintenance of cleanliness of the body, clothes and work-places. In the working areas, smoking, drinking, eating and storage of food must be forbidden.

Before beginning work involving direct contact of the skin with Askarels, the hands should be protected with barrier creams or ointment; safety goggles should be provided.

Cuts and abrasions should be covered to prevent direct contact with Askarels. Protective clothes and PVA or Viton gloves must be worn. Rubber or Neoprene gloves are not resistant to Askarels.

Clothing and shoes contaminated by Askarel should be discarded. Contaminated clothing may be reused only after thorough cleaning; the solvents used for cleaning should be separated by distillation from the dissolved Askarels.

If there is a risk of direct inhalation, protective masks should be used. These masks should be equipped with a filter A, identification colour, brown, if the Askarel is pure and filter B, identification colour, grey, if the Askarel is contaminated (by hydrochloric acid for instance).

3. *Directives pour le travail en atelier.*

a) Tous les ateliers devront être bien ventilés pour maintenir les teneurs en PCB en-dessous des valeurs tolérées. L'odeur caractéristique des polychlorobiphényles est perceptible bien avant que les seuils tolérés ne soient atteints. Le dosage de l'Askarel dans l'air des ateliers pourra être effectué selon le principe décrit en annexe V.

3. Rules for the factory.

a) All workshops should be ventilated to maintain the concentration of PCBs at a lower value than those which are permitted. The characteristic odour of the polychlorobiphenyls is perceptible long before the tolerated limits are reached. Methods for determining the concentration of Askarels in the air of the workshops are being studied.

MONS 067128

b) Les processus de fabrication ou de réparation seront conduits de telle sorte qu'il n'y ait pratiquement pas d'émission de vapeurs d'Askarel chaud dans les ateliers.

c) Pour les travaux pour lesquels il est inévitable que la figure de l'opérateur soit en permanence à proximité d'Askarel ou de pièces mouillées d'Askarel, il faut prévoir une amenée d'air frais ou un dispositif d'aspiration.

d) Si une pièce mouillée d'Askarel doit être touchée par une flamme (par exemple pour une brasure ou une soudure), les endroits concernés doivent être dégraissés au trichloréthylène ou au chlorure de méthylène.

Les restes d'Askarel seront détruits thermiquement et libéreront des vapeurs riches en acide chlorhydrique. Ces travaux, dans toute la mesure du possible, seront effectués sous hotte. Le port d'un masque (filtre B gris) est recommandé.

b) Manufacturing and repair processes should be made so that no vapour of warm Askarel is emitted in the workshop.

c) Where the operator's face is permanently close to Askarels or near Askarel impregnated units, fresh air ventilation or an air extraction system should be provided.

b) If an Askarel impregnated unit must be touched by a flame (for instance in brazing) the area concerned should first be cleaned by trichloroethylene or methylene chloride.

The residual Askarel will be pyrolysed and emit vapours rich in hydrochloric acid. Such operations must be conducted under a ventilated hood and the operator should wear a mask (filter B, grey).

MONS 067129

ANNEXE III a — APPENDIX III a

Caractéristiques principales des Askarels pour condensateurs *

Main properties of Askarels for capacitors *

Propriétés *Properties*	Méthodes *Methods*	Unités *Units*	Types C_1	Types C_2
Couleur *Colour*	ASTM D 2129	–	≤ 50	≤ 50
Aspect *Clarity*	ASTM D 2129	–	clair, exempt de dépôt et de matières en suspension *clear; free from suspended matter and sediment*	
Teneur moyenne en chlore *Chlorine content*	–	% poids	39	42
Masse volumique *Density*	ISO R 649 et ASTM D 1810	kg/m³	1340 - 1360	1380 - 1400
Indice de réfraction à 20°C *Refractive index at 20°C*	ASTM D 1218	–	1,6220-1,6242	1,6250-1,6282
Viscosité à 20°C *Viscosity at 20°C*	ASTM D 445	cSt	30 - 40	55 - 75
Point de feu *Fire point*	ASTM D 92	°C	aucun jusqu'au point d'ébullition *none up to boiling point*	
Point d'écoulement *Pour point*	ASTM D 97	°C	≤ – 25	≤ – 18
Indice de neutralisation *Neutralization number*	CEI (à paraître) *(to be published)*	mgKOH/g	≤ 0,01	≤ 0,01
Chlorure inorganique *Inorganic chloride*	ASTM D 1821	ppm	≤ 0,1	≤ 0,1
Teneur en eau *Water content*	ISO R 760	ppm	≤ 30	≤ 30
Chlorures hydrolysables *Hydrolysable chlorides*	ASTM D 2441	ppm	≤ 1	≤ 1
Stabilité thermique *Thermal stability*	ASTM D 1936 (A)	ppm	≤ 0,5	≤ 0,5
Résistivité en volume à 90°C *Volume resistivity at 90°C*	CEI (à paraître) *(to be published)*	GΩ x m	≥ 20	≥ 20
Facteur de pertes à 90° et 50 Hz *Dissipation factor at 90° C and 50 Hz*	"	–	≤ 0,02	≤ 0,02
Permittivité à 90°, 50-60 Hz *Permittivity at 90°C and 50-60 Hz*	"	–	5,2 - 5,3	4,8 - 5,1

Composition approximative :
Approximate composition :

C_1 : mélange de dichlorobiphényle et de trichlorobiphényle.
blend of dichlorobiphenyl and of trichlorobiphenyl.
C_2 : trichlorobiphényle.
trichlorobiphenyl.

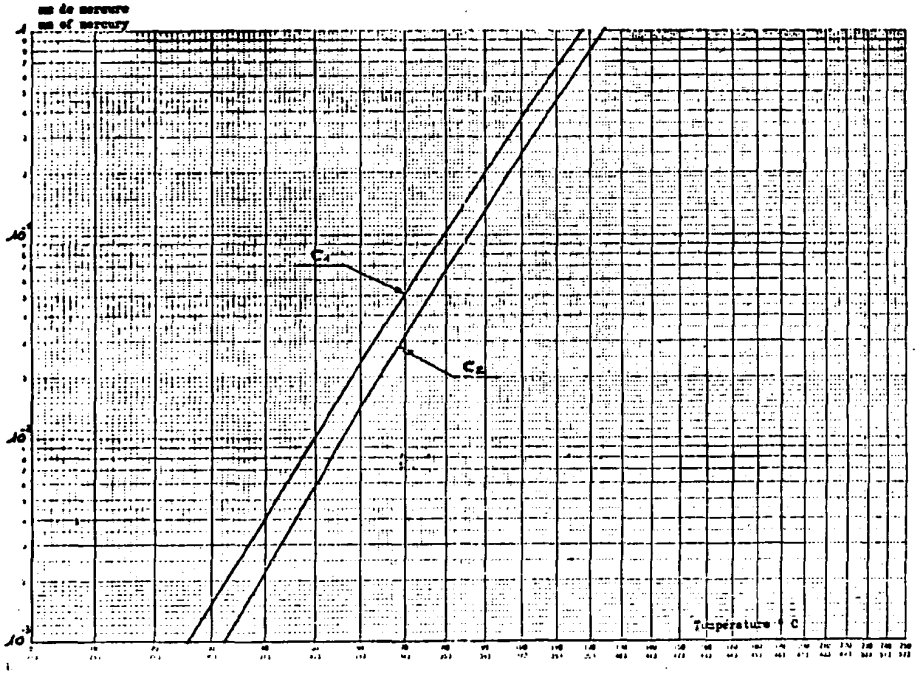
* D'après le document CEI 10 B (secrétariat), 14 juillet 1973.
* *According to document CEI 10 B (secretariat), 14th July 1973.*

MONS 067130

ANNEXE III b — APPENDIX III b

Tension de vapeur des Askarels pour condensateurs

Vapour pressure of Askarels for capacitors



MONS 067131

ANNEXE III c — APPENDIX III c

Caractéristiques principales des Askarels pour transformateurs *
Main properties of Askarels for transformers *

Propriétés *Properties*	Méthodes *Methods*	Unités *Units*	TYPES T1	T2	T3	T4
Couleur *Colour*	ASTM D 2129	-	≤ 150	≤ 150	≤ 50	≤ 150
Aspect *Clarity*	ASTM D 2129	-	clair, exempt de dépôt et matières en suspension *clear, free from suspended matter and sediment*			
Masse volumique *Density*	ISO R 649 and *ASTM D 1810*	kg/m³	1555 - 1565	1557 - 1567	1380 - 1400	1502 - 1521
Viscosité cinématique 20°C *Viscosity at 20°C*	ASTM D 445	cSt	≤ 24	≤ 13	≤ 75	≤ 32
Point de feu *Fire point*	ASTM D 92	°C	aucun jusqu'au point d'ébullition *none up to boiling point*			
Point d'écoulement *Pour point*	ASTM D 97	°C	≤ – 33	≤ – 40	≤ – 18	≤ – 30
Indice de neutralisation *Neutralization number*	CEI 10 B(sec.14)	mg KOH/g	≤ 0.01	≤ 0.01	≤ 0.01	≤ 0.01
Teneur en inhibiteur *Scavenger activity*	CEI (à paraître) *(to be published)*	mg HCl/g	≥ 0.1	≥ 0.1	≥ 0.1	≥ 0.1
Teneur en eau *Water content*	ISO R 760	ppm	≤ 30	≤ 30	≤ 30	≤ 30
Rigidité diélectrique *Breakdown voltage*	CEI 156	kV rms	≥ 45	≥ 45	≥ 45	≥ 45
Résistivité en volume à 90°C *Volume resistivity at 90°C*	CEI (à paraître) *(to be published)*	GΩ x m	≥ 10	≥ 10	≥ 10	≥ 10
Facteur de pertes à 90° et 50 Hz *Dissipation factor at 90° and 50 Hz*	CEI (à paraître) *(to be published)*	-	≤ 0.05	≤ 0.05	≤ 0.05	≤ 0.05

Composition approximative (% poids) : T1 : 60 % hexachlorobiphényle *hexachlorobiphenyl* 40 % trichlorobenzène *trichlorobenzene*

Approximate composition (% weight) : T2 : 45 % hexachlorobiphényle *hexachlorobiphenyl* 55 % tri-tétra chlorobenzène *tri-tetra chlorobenzene*

T3 : 100 % trichlorobiphényle *trichlorobiphenyl*

T4 : 70 % pentachlorobiphényle *pentachlorobiphenyl* 30 % trichlorobenzène *trichlorobenzene*

* D'après le document CEI 10 B (secrétariat), 14 juillet 1973.
* *According to document CEI 10B (secretariat), 13th July 1973.*

MONS 067132

ANNEXE IV

Méthode pour l'estimation des penta et polychlorobiphényles plus chlorés dans les Askarels contenant 42 % de chlore au maximum

1. *Introduction.*

Cette méthode a été établie pour l'analyse d'échantillons commerciaux de polychlorobiphényles.

Elle détermine le pourcentage des homologues polychlorobiphényles contenant 5 atomes de chlore ou plus par molécule dans les Askarels contenant 42 % de chlore au maximum. La méthode utilise la chromatographie gazeuse sur colonne capillaire pour séparer les composés de polychlorobiphényles et l'ionisation de flamme pour la détection et les mesures.

Par cette méthode, il est possible de déterminer les pourcentages de penta et polychlorobiphényles plus chlorés entre 0,1 et 10 % poids pour poids. L'identification des composés a été effectuée par couplage de la chromatographie gazeuse avec la spectrométrie de masse et avec l'aide des indices de rétention.

2. *Conditions opératoires.*

Comme il n'est pas possible de donner des instructions précises pour la préparation de la colonne, les conditions suivantes ne sont données qu'à titre indicatif. Une optimisation de ces conditions sera probablement nécessaire.

— ***Colonne*** : acier inox — Longueur 50 m — Ø intérieur : 0,5 mm.

— ***Phase stationnaire*** : Apiezon L.

— ***Méthode de remplissage*** : méthode dynamique.

— ***Températures*** :
Injecteur : > 300° C.
Colonne : de 180 °C à 200 °C avec une programmation de 1°/mn.

— ***Gaz porteur*** : Hélium — Pression 10 P.S.I.G. — Rapport Split = 100/1.

— ***Quantité injectée*** : 3 µl de solution (1 g de polychlorobiphényle pour 1 ml benzène).

Note : Tester que la réponse du détecteur est linéaire pour toute concentration des composés.

— ***Détecteur*** : Ionisation de flamme.

— ***Etalon interne*** : Un isomère pur d'hexachlorobiphényle est ajouté à l'échantillon à une concentration de 5 % poids pour poids.

— ***Efficacité de la colonne*** : Supérieure à 20 000 plateaux théoriques pour l'hexachlorobiphényle étalon.

APPENDIX IV

Method for estimation of penta and higher polychlorobiphenyls in Askarels containing a maximum of 42 % chlorine

1. Introduction.

This method has been established for the analysis of commercial polychlorobiphenyls.

It determines the percentage of those homologues of polychlorobiphenyl, containing 5 or more chlorine atoms per molecule, in Askarels containing a maximum of 42 % chlorine. The method uses capillary column gas chromatography to separate the polychlorobiphenyl components and flame ionisation for detection and measurement.

By this method it is possible to determine the percentages of penta and higher polychlorobiphenyls between 0.1 and 10 % w/w. Identification of components has been effected by GC/MS together with the help of retention indices.

2. Operating conditions.

As it is not possible to give precise instructions for column preparation the following is given for guidance. Optimisation of these conditions will probably be necessary.

— Column : *stainless steel — length 50 m — internal Ø : 0.5 mm.*

— Stationary phase : *Apiezon L.*

— Filling method : *dynamical method.*

— Temperatures :
Injector : > 300 °C.
Column : 180 °C to 200 °C with a programme of 1 °C/mn.

— Carrier gas : Helium — Pressure = 10 PSIG — *Split ratio = 100:1.*

— Injected quantity : 3 µl *solution (1 g of polychlorobiphenyl per 1 ml of benzene).*

Note : *Check that detector response is linear for all component levels.*

— Detector : *Flame ionisation.*

— Internal standard : *a pure isomer of hexachlorobiphenyl is added to the sample to give about 5 % w/w concentration.*

— Efficiency of column : > *20.000 theoretical plates for hexachlorobiphenyl standard.*

MONS 067133

3. *Analyse qualitative.*

L'identification est basée sur la comparaison des informations obtenues avec le couplage GC/SM et les Indices de rétention de Kovats donnés par Sissons et Welti (*J. of Chromatography*, 60, 1971, 15-32).

4. *Analyse quantitative.*

Employer comme standard interne, le 2345 2' 3' hexachlorobiphényle. Il est possible que ce composé soit présent dans des échantillons commerciaux. Dans ce cas, il est prévu d'en tenir compte dans la méthode de calcul.

4.1. *Méthode de calcul avec le standard interne normal.*

Cette méthode sera utilisée lorsque le standard interne n'interfère avec aucun des pics du produit à analyser. Elle résulte de la formule suivante :

$$\frac{P_i}{P_0} = K_i \times \frac{S_i}{S_0}$$

P_i = Poids des constituants intéressants (par exemple penta et PCB plus chlorés).

P_0 = Poids du standard interne.

*K_i = Facteur de réponse des constituants par rapport au standard interne.

S_i = Surface totale des composés à 5 Cl et au-dessus.

S_0 = Surface du pic standard interne.

4.2. *Méthode de calcul avec correction de la quantité « résiduelle » de standard interne.*

Cette méthode de calcul est utilisée lorsque le standard interne a le même temps de rétention qu'un composé réel de l'échantillon.

Le chromatogramme 1 est obtenu sans l'addition de standard interne.

3. Qualitative analysis.

*Identification of peaks is based on GC/MS information together with Kovats retention indices, as given by Sissons and Welti (*J. of Chromatography, *60, 1971, 15-32).*

4. Quantitative analysis.

Use as internal standard the 2345 2' 3' hexachlorobiphenyl. It is possible that this compound will be present in commercial samples, but, if so, this is taken into account in the calculation method.

4.1. Method of calculation with normal internal standard.

This method will be used when the internal standard does not interfere with any of the peaks of the product to analyse. It results from the following formula :

$$\frac{m_i}{m_{is}} = K_{is} \times \frac{A_i}{A_{is}}$$

where :

m_i = *Weight of components of interest (i.e. pentachloro and higher (PCBs).*

m_{is} = *Weight of internal standard.*

*K_{is} = *Response coefficients for components of interest in relation to internal standard.*

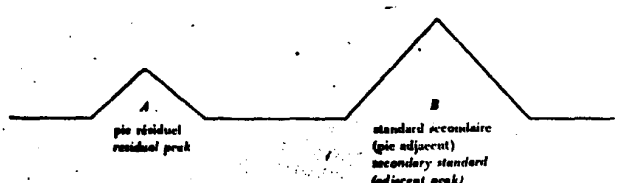
A_i = *Total area of component of Cl$_5$ and above.*

A_{is} = *Total area of internal standard peak.*

4.2. Method of calculation with correction for the amount of " residual " internal standard.

This method is used if the internal standard has the same retention time as a true compound in the sample.

Chromatogram 1 is obtained without addition of the internal standard.



Chromatogramme 1

* Dans l'état actuel des connaissances, la valeur obtenue pour ce coefficient de réponse est pratiquement égale à 1.

* *In present state of knowledge, the value obtained for this reponse coefficient is practically 1.*

MONS 067134

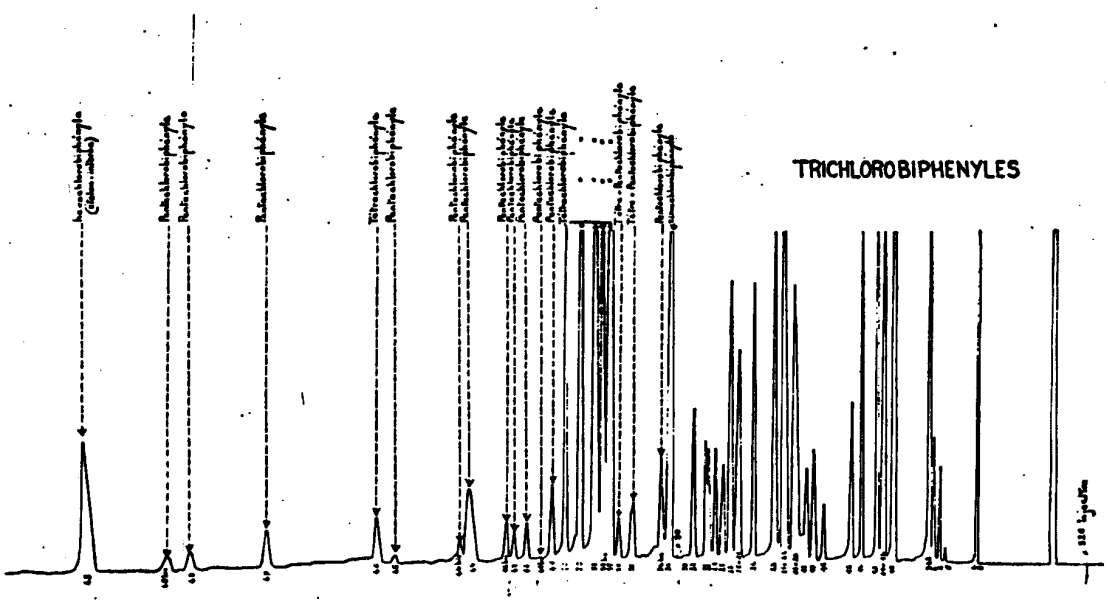


Fig. 1

Chromatogramme d'un échantillon commercial
Chromatogram of a commercial sample

MGNS 067135

Il en résulte le facteur Z

où

$$Z = \frac{\text{Surface du pic de même T.R. que S.I.}}{\text{Surface d'un pic adjacent de qualité mesurable}}$$

Z est la surface « résiduelle » du standard interne par unité de surface d'un second pic standard (B).

Le chromatogramme 2 est obtenu après ajout du standard interne dans l'échantillon.

From this is obtained the factor Z

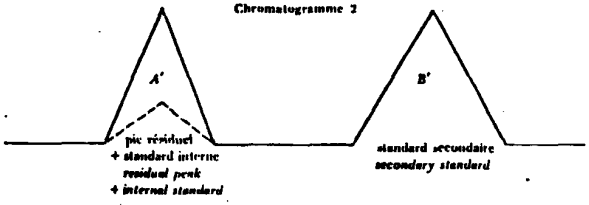
where

$$Z = \frac{\text{Area of the peak of same R.T as I.S.}}{\text{Area of an adjacent peak of measurable size}}$$

I.e. Z is the area of " residual " I.S. peak per unit area of the secondary standard peak (B).

Chromatogram 2 is obtained after addition of internal standard to the sample.

Chromatogramme 2



Alors :

$$P_i = \frac{P_e \times K_i \times S_i}{(A' - ZB')}$$

Then

$$w_i = \frac{w_e \cdot K_i \cdot \Sigma A_i}{(A' - ZB')}$$

où :

P_i = Poids des constituants intéressants (par exemple penta PCB plus chlorés).

P_e = Poids ajouté de S.I.

K_i = Coefficient de réponse des composés par rapport au standard interne.

A' = Surface du standard interne dans le chromatogramme 2.

B' = Surface du pic standard secondaire dans le chromatogramme 2.

S_i = Surface totale des composés à doser y compris la surface « résiduelle » du pic S.I. soit Z B'.

$$Z = \frac{\text{Surface du pic S.I. "résiduel" (chromatogramme 1)}}{\text{Surface du pic B standard secondaire (chromatogramme 1)}}$$

where

w_i = *Weight of components of interest (i.e. pentachloro and higher PCB).*

w_e = *Weight of added I.S.*

K_i = *Coefficient of response of components of interest in relation to internal standard.*

A' = *Area of I.S. peak in chromatogram 2.*

B' = *Area of secondary standard peak in chromatogram 2.*

A_i = *Total area of peaks of components of interest. This must include area of " residual " I.S. peak i.e. ZB'.*

$$Z = \frac{\text{Area of residual I.S. peak (chromatogram 1)}}{\text{Area of secondary standard peak B (chromatogram 1)}}$$

5. *Résultats.*

Les résultats seront exprimés sous forme de pourcentages isomères penta et hexa chlorés.

Exemple de dosage.

A titre d'exemple, on trouvera le chromatogramme d'un échantillon commercial de trichlorobiphényle ainsi que le tableau d'identification et de quantification des différents isomères.

5. Results.

The results will be expressed in the form of percentages of penta and more highly polychlorinated isomers.

Example of measurement.

As an example, see the chromatogram of a commercial sample of trichlorobiphenyl as well as the table of identification and quantification of the different isomers.

MONS 067136

N° pic (chromato ci-joint) *Peak number (Chromato. attached)*	Identification			Qualification sur échantillon commercial *Quantification of a commercial sample* % poids *% poids*
	Sissons et Welti *and*		Nombre de chlores *Number of chlorines*	
	n° pic *Peak No.*	Indice de rétention *R.I.*		
34	31	2092	4	2.88
34 bis		2092	5	0.37
35	32	2119	4 + 5	0.34
36	33	2136	4 + 5	0.19
40			4	1.35
41	39	2195	5	0.37
41 bis			5	0.05
42	40	2207	5	0.20
43	41	2212	5	0.14
43 bis			5	0.20
44	42	2232	5	0.48
44 bis	43	2242	5	0.11
45			5	0.08
46			4	0.32
47			5	0.30
48			5	0.18
48 bis			5	0.15
Penta and higher PCB's Σ Penta et Hexa				3.18

Ce pourcentage doit être considéré comme un maximum car les tetrachlorobiphenyles sous les pics 35 et 36 n'ont pas été déduits.

This percentage must be considered as a maximum because the tetrachlorobiphenyls under the peaks 35 and 36 have not been deducted.

ANNEXE V

Remarques sur la destruction des Askarels par incinération

La destruction totale des polychlorobiphényles peut être obtenue par décomposition pyrolytique.

Des travaux effectués aux Etats-Unis * ont montré que les conditions convenables d'incinération dépendaient du couple de paramètres : température - temps de séjour des vapeurs dans l'incinérateur. De plus, un certain excès d'oxygène dans les gaz de combustion est nécessaire.

Exemples :

- temps de séjour : 2 s
- température : 1 100 °C
- excès d'oxygène : 3 %

* Cf. Official Standards Proposal PUB n° CP-P.-1973 et n° TR - P. - 1973, de la National Electrical Manufacturer's Association, sect. 2, p. 8.

APPENDIX V

Remarks on the destruction of Askarels by incineration

Total destruction of polychlorobiphenyls can be obtained by pyrolitic decomposition.

*Work carried out in the United States * has shown that suitable incineration conditions depend on the parameter couple : — temperature — dwell time of vapours in the incinerator. Moreover a certain excess of oxygen in the combustion gases is necessary.*

Examples :

- *Dwell time = 2 sec.*
- *Temperature = 1 100 °C*
- *Oxygen excess = 3 %*

* *Cf. Official Standards Proposal PUB No. CP - PI - 1973 and No. TR - PG - 1973, National Electrical Manufacturer's Association, Sect. 2, p. 8.*

MONS 067137

ou bien

- temps de séjour : 1,5 s
- température : 1 480 °C
- excès d'oxygène : 2 %

Dans le cas de destruction de quantités importantes, le responsable des unités d'incinération devra évaluer le risque de rejet de l'PCB dans l'atmosphère afin de s'assurer que les conditions d'incinération sont bien suffisantes.

Pour cela, il devra vérifier que les gaz de combustion ne contiennent pas de polychlorobiphényles.

Cette évaluation peut se faire par prélèvement gazeux et barbotage dans des flacons absorbants remplis de toluène pour analyse.

Il est conseillé de placer 2 flacons en série afin de retenir toute trace de produit à analyser.

L'expérience montre que pour des flacons barboteurs contenant 50 ml de toluène, on ne doit pas dépasser un débit gazeux de 50 litres/heure si l'on veut que la rétention des traces de polychlorobiphényles soit quantitative.

Les PCB éventuellement retenus dans les flacons barboteurs seront dosés directement en chromatographie en phase gazeuse avec détecteurs à capture d'électrons.

En outre, le responsable de l'incinération s'assurera que la composition des gas rejetés est bien conforme aux règlements locaux.

or else

- *Dwell time = 1.5 sec.*
- *Temperature = 1 480 °C*
- *Oxygen excess = 2 %*

In the case of the destruction of large quantities, the Head of the incineration unit should evaluate the risk of dissipation of PCB in the atmosphere in order to be sure that incineration conditions are adequately adjusted.

For this it should be ensured that the combustion gases do not contain polychlorobiphenyls.

This evaluation can be made by bubbling samples of gas through absorption flasks containing toluene for analysis.

It is suggested that 2 flasks should be used in series in order to retain all traces of any polychlorobiphenyls for analysis.

The experiment shows that, for absorption flasks containing 50 ml of toluene a gaseous flow of 50 l/hour should not be exceeded if the retention of traces of polychlorobiphenyl is to be complete.

Any PCBs retained in the toluene will be analysed directly by gas chromatography using an electron capture detector.

The supervisor responsible for the incineration should be sure that the composition of the effluent gases meets local regulations.

MONS 067138