

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
247**

Deuxième édition
Second edition
1978

**Mesure de la permittivité relative, du facteur de
dissipation diélectrique et de la résistivité
(en courant continu) des liquides isolants**

**Measurement of relative permittivity, dielectric
dissipation factor and d.c. resistivity
of insulating liquids**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 247: 1978

Révision de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la Commission afin d'assurer qu'il reflète bien l'état actuel de la technique.

Les renseignements relatifs à ce travail de révision, à l'établissement des éditions révisées et aux mises à jour peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et en consultant les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement

Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la Publication 50 de la CEI: Vocabulaire Electrotechnique International (VEI), qui est établie sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini, l'Index général étant publié séparément. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit repris du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, symboles littéraux et signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera:

- la Publication 27 de la CEI: Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique;
- la Publication 617 de la CEI: Symboles graphiques pour schémas.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit repris des Publications 27 ou 617 de la CEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Publications de la CEI établies par le même Comité d'Etudes

L'attention du lecteur est attirée sur le deuxième feuillet de la couverture, qui énumère les publications de la CEI préparées par le Comité d'Etudes qui a établi la présente publication.

Revision 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 on the work of revision, the issue of revised editions and amendment sheets may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
- **Catalogue of IEC Publications**
Published yearly

Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC Publication 50: International Electrotechnical Vocabulary (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field, the General Index being published as a separate booklet. Full details of the IEV will be supplied on request.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV or have been specifically approved for the purpose of this publication.

Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to:

- IEC Publication 27: Letter symbols to be used in electrical technology;
- IEC Publication 617: Graphical symbols for diagrams.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC Publications 27 or 617, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

IEC publications prepared by the same Technical Committee

The attention of readers is drawn to the back cover, which lists IEC publications issued by the Technical Committee which has prepared the present publication.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
247**

Deuxième édition
Second edition
1978

**Mesure de la permittivité relative, du facteur de
dissipation diélectrique et de la résistivité
(en courant continu) des liquides isolants**

**Measurement of relative permittivity, dielectric
dissipation factor and d.c. resistivity
of insulating liquids**

© CEI 1978 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 pro-
cédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et
les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

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

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembe Genève, Suisse



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

P

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

SOMMAIRE

Articles	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
1. Domain d'application	6
2. Définitions	6
3. Considérations générales	8
4. Appareillage	10
5. Solvant de nettoyage	14
6. Nettoyage de la cellule d'essai	14
7. Echantillonnage	16
8. Traitement et préparation des échantillons	16
9. Remplissage de la cellule d'essai	18
10. Température d'essai	18
11. Mesure du facteur de dissipation	18
12. Mesure de la permittivité relative	20
13. Mesure de la résistivité (en courant continu)	22
ANNEXE A – Autres procédés pour les essais de série du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité des liquides isolants	26

CONTENTS

Clause	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
1. Scope	7
2. Definitions	7
3. General considerations	9
4. Apparatus	11
5. Cleaning solvent	15
6. Cleaning the test cell	15
7. Sampling	17
8. Conditioning and preparation of specimens	17
9. Filling the test cell	19
10. Test temperature	19
11. Measurement of dissipation factor	19
12. Measurement of relative permittivity	21
13. Measurement of d.c. resistivity	23
APPENDIX A – Alternative procedures for routine testing of dielectric dissipation factor and resistivity of insulating liquids	27

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**MESURE DE LA PERMITTIVITÉ RELATIVE, DU FACTEUR
DE DISSIPATION DIÉLECTRIQUE ET DE LA RÉSISTIVITÉ
(EN COURANT CONTINU) DES LIQUIDES ISOLANTS**

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La première édition de cette norme a été établie par le Comité d'Etudes N° 15 de la CEI: Matériaux isolants, et a été publiée en 1967 sous le titre: Cellules recommandées pour la mesure de la résistivité des liquides isolants et technique de nettoyage des cellules.

A la suite de la publication de cette norme et en considération des modifications apportées aux domaines d'activités des Comités d'Etudes N° 15 et N° 10 respectivement, il a été décidé de transmettre au Comité d'Etudes N° 10: Diélectriques liquides et gazeux, la responsabilité de sa révision ou de l'édition de compléments qui seraient éventuellement nécessaires.

Le Comité d'Etudes N° 10 a entrepris la révision de cette norme en 1970 avec un domaine d'application élargi, considérant qu'il était souhaitable de traiter l'ensemble du sujet de la mesure des caractéristiques diélectriques des liquides isolants sous la forme d'une seule publication.

Des projets ont été discutés lors de la réunion tenue à Baden-Baden en 1975. A la suite de cette réunion, un projet document, 10(Bureau Central)222, a été soumis aux Comités nationaux pour approbation suivant la Règle des Six Mois en septembre 1976.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Afrique du Sud (République d')

Allemagne

Australie

Autriche

Belgique

Canada

Danemark

Egypte

Espagne

Etats-Unis d'Amérique

Finlande

France

Hongrie

Italie

Japon

Norvège

Pays-Bas

Pologne

Royaume-Uni

Suisse

Tchécoslovaquie

Turquie

Union des Républiques

Socialistes Soviétiques

Yougoslavie

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme:

Publications n°s 93: Méthodes recommandées pour la mesure des résistivités transversales et superficielles d'un matériau isolant électrique.

250: Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises).

475: Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**MEASUREMENT OF RELATIVE PERMITTIVITY,
DIELECTRIC DISSIPATION FACTOR AND
D.C. RESISTIVITY OF INSULATING LIQUIDS**

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

The first edition of this standard was prepared by IEC Technical Committee No. 15, Insulating Materials, and was published in 1967 with the title: Recommended Test Cells for Measuring the Resistivity of Insulating Liquids and Methods of Cleaning the Cells.

Following the publication of this standard, in view of amendments made to the scopes of both Technical Committee No. 15 and Technical Committee No. 10, it was agreed that responsibility for its revision, or for the publication of such supplements as might be required, would pass to Technical Committee No. 10, Liquid and Gaseous Dielectrics.

In 1970 Technical Committee No. 10 considering that it was advisable to cover the whole subject of the measurement of dielectric properties of insulating liquids in a single publication, undertook revision of this standard with an extended scope.

Drafts were discussed at the meeting held in Baden-Baden in 1975. As a result of this meeting, a draft, Document 10(Central Office)222, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in September 1976.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia	Japan
Austria	Netherlands
Belgium	Norway
Canada	Poland
Czechoslovakia	Spain
Denmark	South Africa (Republic of)
Egypt	Switzerland
Finland	Turkey
France	Union of Soviet Socialist Republics
Germany	United Kingdom
Hungary	United States of America
Italy	Yugoslavia

Other IEC publications quoted in this standard:

- Publications Nos. 93: Recommended Methods of Test for Volume and Surface Resistivities of Electrical Insulating Materials.
- 250: Recommended Methods for the Determination of the Permittivity and Dielectric Dissipation Factor of Electrical Insulating Materials at Power, Audio and Radio Frequencies including Metre Wavelengths.
- 475: Method of Sampling Liquid Dielectrics.

MESURE DE LA PERMITTIVITÉ RELATIVE, DU FACTEUR DE DISSIPATION DIÉLECTRIQUE ET DE LA RÉSISTIVITÉ (EN COURANT CONTINU) DES LIQUIDES ISOLANTS

1. Domaine d'application

La présente norme donne la description de méthodes qui permettent la détermination du facteur de dissipation diélectrique, de la permittivité relative et de la résistivité (en courant continu) des hydrocarbures et des askarels*, liquides à la température d'essai.

Ces méthodes sont d'abord destinées à l'exécution des essais de référence sur des liquides neufs; mais elles peuvent également être appliquées aux liquides en service dans des transformateurs, des câbles et autres appareillages électriques. Cependant, lorsqu'il est demandé d'exécuter des essais de série, les procédures simplifiées de l'annexe A peuvent être utilisées.

Les procédures d'essai décrites peuvent être utilisées avec succès avec des liquides isolants autres que les hydrocarbures liquides et les askarels mais, dans ce cas, d'autres procédés de nettoyage peuvent être requis.

2. Définitions

2.1 Permittivité relative

La permittivité relative d'un isolant est le rapport entre la capacité C_x d'un condensateur, dans lequel l'espace entre les électrodes et autour d'elles est entièrement et exclusivement rempli de l'isolant en question, et la capacité C_0 de la même disposition d'électrodes dans le vide.

La capacité C_a de la disposition d'électrodes dans l'air peut être normalement utilisée au lieu de C_0 pour déterminer la permittivité relative avec une précision suffisante.

2.2 Facteur de dissipation diélectrique

Le facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$) d'un matériau isolant est la tangente de l'angle de pertes.

L'angle de pertes est l'angle pour lequel la différence de phase entre la tension appliquée et le courant qui en résulte dévie de $\pi/2$ rad lorsque le diélectrique du condensateur se compose exclusivement du matériau isolant.

2.3 Résistivité de volume (en courant continu)

La résistivité de volume d'un matériau isolant est le quotient de l'intensité d'un champ électrique continu par la valeur stationnaire de la densité du courant dans le matériau.

L'unité de résistivité est l'ohm mètre (Ωm).

* Le terme «askarel» englobe une catégorie étendue d'isolants liquides qui, étant constitués totalement ou partiellement de polychlorobiphényles, peuvent être des polluants persistants pour l'environnement.

Il faut veiller, au cours de la manipulation ou de l'élimination de ces produits, à ne pas les répandre dans l'environnement.

MEASUREMENT OF RELATIVE PERMITTIVITY, DIELECTRIC DISSIPATION FACTOR AND D.C. RESISTIVITY OF INSULATING LIQUIDS

1. Scope

This standard describes methods for the determination of dielectric dissipation factor, relative permittivity and d.c. resistivity of hydrocarbons and askarels* which are liquid at the test temperature.

The methods are primarily intended for making reference tests on unused liquids but they may also be applied to liquids in service in transformers, cables and other electrical apparatus. However, when it is desired to make routine determinations, simplified procedures, as described in Appendix A, may be adopted.

The test procedures described may be used successfully with insulating liquids other than hydrocarbon liquids and askarels, though it is recognized that alternative cleaning procedures may be required.

2. Definitions

2.1 Permittivity (relative)

The relative permittivity of an insulating material is the ratio of capacitance C_x of a capacitor in which the space between and around the electrodes is entirely and exclusively filled with the insulating material in question, to the capacitance C_0 of the same configuration of electrodes in vacuum.

The capacitance C_a of the configuration of electrodes in air can normally be used instead of C_0 to determine the relative permittivity with sufficient accuracy.

2.2 Dielectric dissipation factor

The dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) of an insulating material is the tangent of the loss angle.

The loss angle is the angle by which the phase difference between applied voltage and the resulting current deviates from $\pi/2$ rad when the dielectric of the capacitor consists exclusively of the insulating material.

2.3 D.C. resistivity (volume)

The volume resistivity of an insulating material is the quotient of a d.c. electrical field strength and the steady state current density within the material.

The unit of resistivity is the ohm meter (Ωm).

* The term askarel describes a broad class of insulating liquids that, being totally or partly based on polychlorobiphenyls, can be persistent environmental contaminants.

Care is needed in handling or disposing of them to prevent entry into the environment.

3. Considérations générales

3.1 Permittivité et facteur de dissipation diélectrique

La permittivité et le facteur de dissipation diélectrique d'un liquide isolant électrique dépendent beaucoup des conditions expérimentales de mesure, notamment de la température et de la fréquence de la tension appliquée. La permittivité et le facteur de dissipation résultent de la polarisation diélectrique et de la conductance du matériau.

A fréquence industrielle et à température suffisamment élevée, conformément aux présentes méthodes, les pertes diélectriques peuvent être attribuées exclusivement à la conductance du liquide, c'est-à-dire à la présence de porteurs de charge libres dans ce liquide. Les mesures des propriétés diélectriques de liquides isolants de haute pureté acquièrent ainsi une grande importance pour mettre en évidence la présence de polluants ionisables.

La contribution de la conductance aux pertes diélectriques du liquide est une fonction inverse de la fréquence de mesure et varie avec la viscosité du milieu. La valeur de la tension d'essai utilisée pour la mesure du facteur de dissipation est moins importante. Elle dépend souvent de la sensibilité du pont de mesure. Toutefois, il faut se rappeler qu'un gradient de tension trop élevé provoque des phénomènes secondaires aux électrodes, un échauffement dû à des effets diélectriques, des décharges, etc.

Tandis que des quantités relativement importantes d'impuretés produisent des variations comparativement faibles de la permittivité, le facteur de dissipation des liquides isolants peut être fortement influencé par des traces de polluants ionisables dissous ou par des particules colloïdales. Les askarels sont beaucoup plus sensibles à la contamination que les hydrocarbures liquides, car leur polarité est plus élevée et il en résulte un pouvoir solvant et une possibilité de dissociation plus importants. Pour cette raison, la manipulation des askarels demande relativement plus de précautions que celle des hydrocarbures liquides.

Des résultats discordants sont généralement dus à la contamination résultant d'un prélèvement ou d'une manipulation incorrects des échantillons liquides, d'un nettoyage incomplet des cellules ou de la présence d'eau non dissoute.

Une longue exposition à une lumière intense durant la conservation de l'échantillon peut amener une dégradation avec des valeurs élevées des résultats. Des méthodes normalisées pour la conservation et le transport des échantillons liquides ainsi que pour la construction et le nettoyage de la cellule doivent être recommandées afin de minimiser toutes les erreurs dues à la contamination.

On peut obtenir des résultats erratiques suivant le moment où l'on effectue la mesure du facteur de dissipation. En fait, lorsqu'on verse le diélectrique liquide dans la cellule chauffée à température constante, la tangente de l'angle de pertes peut varier d'une façon importante en fonction du temps, même en l'absence de contraintes électriques. Cet effet est plus important pour les askarels. L'évolution dépend du rapport de la surface des électrodes au volume de liquide, et de la température d'essai.

Puisque la valeur initiale est considérée comme étant représentative de l'état réel du liquide, il est très souhaitable de mesurer le facteur de dissipation dès que l'équilibre de température est atteint. Le facteur de dissipation est très sensible aux changements de température, la dépendance en $1/K$ étant exponentielle. Il est par conséquent nécessaire d'effectuer les mesures dans des conditions de température suffisamment précises. La procédure décrite ci-dessous permet de minimiser le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre thermique entre l'échantillon et la cellule.

3. General considerations

3.1 *Permittivity and dielectric dissipation factor*

The permittivity and the dielectric dissipation factor of electrical insulating liquids depend to a considerable extent on the test conditions under which they are measured, in particular on the temperature and on the frequency of the applied voltage. Permittivity and dissipation factor are the results of dielectric polarization and conductance of the material.

At power frequency and sufficiently high temperature, as recommended in these methods, the losses may exclusively be attributable to the conductance of the liquid, that is, to the presence of free charge carriers in the liquid. Measurements of the dielectric properties of high purity insulating liquids are therefore of value as an indication of the presence of ionizable contaminants.

The contribution to dielectric losses from the conductance of the liquid is inversely dependent on measuring frequency and varies with the viscosity of the medium. The value of the test voltage when measuring the dissipation factor is less important. It is often governed by the sensitivity of the measuring bridge. However, it must be borne in mind that too high a voltage stress results in secondary phenomena at the electrodes, dielectric heating, discharges, etc.

While relatively large amounts of impurities produce a comparatively small change in permittivity, the dissipation factor of insulating liquids may be strongly affected by traces of ionizable dissolved contaminants or colloidal particles. Askarels are much more sensitive to contamination than hydrocarbon liquids due to their higher polarity, which results in turn in higher solvent power and dissociation capability. Therefore they require comparatively greater care in handling than hydrocarbon liquids.

Unreliable results usually originate from contamination due to improper sampling or handling of liquid specimens, from incomplete cleaning of the cells or from the presence of undissolved water.

Long exposure to strong light during storage may lead to deterioration with high results. Standardized procedures for the storage and transfer of the liquid samples and for the construction and cleaning of test cells shall be recommended so that errors caused by contamination are minimized.

Erratic results may arise from the time dependance of dissipation factor measurements. In fact, when an insulating liquid is introduced into a cell heated to a constant temperature, its dissipation factor may significantly change with time even in absence of electrical stress. The magnitude of the time effect is more important with askarels. The rate of the change depends on the ratio of area of electrodes to volume of liquid and on the test temperature.

Since the initial value is thought to be representative of the actual condition of the liquid it appears most desirable that dissipation factor should be measured as soon as temperature equilibrium has been reached. The dissipation factor is very sensitive to changes of temperature, the dependance on $1/K$ being exponential. It is therefore necessary to carry out measurements under sufficiently precise temperature conditions. The procedure described below allows the time necessary for the test specimen to attain temperature equilibrium with the test cell to be kept to a minimum.

3.2 Résistivité

La mesure de la résistivité (en courant continu) des liquides dépend de plusieurs conditions expérimentales, notamment:

a) La température

La résistivité est particulièrement sensible aux variations de température, la dépendance en $1/K$ étant exponentielle. Il est par conséquent nécessaire d'effectuer les mesures dans des conditions de température suffisamment précises.

b) La grandeur du champ électrique

La résistivité d'un échantillon déterminé peut être influencée par la valeur de la contrainte appliquée. Pour que les résultats soient comparables, les mesures doivent être réalisées avec des gradients de potentiel approximativement équivalents.

c) La durée de mise sous tension

Dès l'application d'une tension en courant continu, le courant à travers l'échantillon décroît vers une valeur limite à cause de la migration des porteurs de charge vers les électrodes. Par convention, on fixe à 1 min la durée de mise sous tension. Toute variation de la durée de mise sous tension peut provoquer des écarts appréciables dans les résultats d'essais.

La résistivité (en courant continu) est fortement influencée par la contamination de l'échantillon et dépend du temps. On tiendra compte exactement des mêmes précautions que dans le paragraphe 3.1 pour éviter des résultats erratiques dus soit à une manipulation inappropriée de l'échantillon du liquide ou des cellules d'essai, soit à des effets liés au temps de permanence dans la cellule. Comme pour le facteur de dissipation, des impuretés ionisables et colloïdales peuvent également influencer la résistivité. La présence d'eau à l'état dispersé peut réduire la résistivité d'une façon importante. L'eau dissoute peut avoir une importance si la concentration approche de la saturation.

Malgré tous ces facteurs qui influencent la valeur scientifique des résultats, la résistivité (en courant continu) reste un critère utile.

3.3 Ordre des déterminations

Lorsque les mesures de la permittivité, du facteur de dissipation et de la résistivité doivent être faites consécutivement sur la même prise d'essai, les déterminations en courant alternatif doivent toujours être effectuées avant d'appliquer la tension continue. Les électrodes de la cellule devront être court-circuitées durant 1 min après l'essai en courant alternatif et la mesure de résistivité sera commencée immédiatement après.

4. Appareillage

4.1 Cellule d'essai

La même cellule d'essai peut être utilisée pour les mesures de la permittivité, du facteur de dissipation et de la résistivité (en courant continu). Une cellule convenant pour toutes ces applications doit satisfaire aux prescriptions générales suivantes:

- 1) La cellule doit être conçue de façon à pouvoir être facilement démontée pour permettre le nettoyage de toutes les pièces et remontée sans modifier de façon importante la capacité de la cellule vide. En outre sa conception doit être étudiée en sorte qu'elle puisse être placée dans un bain ou une étuve maintenue à température constante convenable et que la température de l'électrode interne puisse être mesurée.

3.2 Resistivity

Measurements of d.c. resistivity of liquids depend on a number of test conditions, namely:

a) *Temperature*

Resistivity is particularly sensitive to changes of temperature, the dependence on $1/K$ being exponential. It is therefore necessary to carry out measurements under sufficiently precise temperature conditions.

b) *Magnitude of the electrical field*

The resistivity of a given specimen may be influenced by the applied stress. For results to be comparable, measurements shall be made with approximately equal voltage gradients.

c) *Time of electrification*

Upon the application of d.c. voltage the current flow through the specimen decreases towards a limiting value due to the sweep of charge carriers to the electrodes. The conventional arbitrary time of electrification is 1 min. Variation in the time of electrification can result in appreciable variation in the test results.

D.C. resistivity is strongly affected by contamination of the specimen and is time dependent. Exactly the same precautions as described in Sub-clause 3.1 should be strictly followed in order to prevent erratic results from improper handling of the liquid sample and test cells or from time effects. As with dissipation factor, ionizable and colloidal impurities also affect resistivity. The presence of water in a dispersed state may significantly reduce resistivity. Dissolved water may become significant when it approaches saturation levels.

Despite all the above factors which influence the scientific significance of the results, d.c. resistivity continues to be a useful criterion.

3.3 Sequence of the determinations

When permittivity, dissipation factor and resistivity measurements are to be made consecutively on the same specimen, the a.c. determination shall always be made before applying the d.c. voltage to the specimen. The cell electrodes should be short-circuited for 1 min after the a.c. test and resistivity measurement started immediately after.

4. Apparatus

4.1 Test cell

The same test cell can be used for measurements of permittivity, dissipation factor and d.c. resistivity. A cell suitable for these purposes shall meet the following general requirements:

- 1) The design of the cell shall be such as to allow easy dismantling for cleaning of all its parts and reassembling without significantly changing the capacitance of the empty cell. The design shall also permit the use of the cell in a suitable constant temperature bath or oven and shall provide means to measure the temperature of the inner electrode.

- 2) Les matériaux utilisés pour la construction de la cellule ne doivent pas être poreux et doivent pouvoir résister de façon satisfaisante aux températures requises. Le centrage des électrodes ne doit pas être influencé par une variation de température.
- 3) La surface des électrodes en contact avec le liquide essayé doit avoir un poli spéculaire pour faciliter le nettoyage. Il ne doit y avoir aucune interaction chimique entre le liquide essayé et les électrodes. Celles-ci ne doivent pas être détériorées par les produits de nettoyage. Les cellules en acier inoxydable se sont avérées satisfaisantes pour l'essai des liquides isolants de tous types. L'aluminium et ses alliages ne peuvent être utilisés car ils peuvent être attaqués par des détergents alcalins.

Note. — En général, les surfaces en plaqué se sont révélées moins satisfaisantes que les électrodes en métal massif. Toutefois, les surfaces revêtues d'or, de nickel ou de rhodium se sont avérées satisfaisantes pour autant que le revêtement soit bien fait et reste intact. L'invar à revêtement de rhodium s'est révélé satisfaisant et possède, en outre, l'avantage d'avoir une faible dilatation thermique. Le laiton plaqué de nickel ou d'or ainsi que l'acier inoxydable plaqué de nickel ont également été utilisés.

- 4) Les matériaux isolants solides utilisés pour maintenir les électrodes doivent avoir un faible facteur de dissipation et une haute résistivité. Ils ne doivent pas absorber ou être altérés par les liquides de référence ou d'essai ou les produits de nettoyage.

Note. — La silice fondue est généralement considérée comme matériau adéquat pour être utilisé comme isolant dans la cellule. En raison de la différence entre le coefficient de dilatation linéaire des métaux usuels et celui de la silice fondue, un jeu radial suffisant est nécessaire entre les joints. Ce jeu peut diminuer la précision du centrage des électrodes.

- 5) La distance entre l'électrode de garde et l'électrode de mesure le long de la surface du liquide et de l'isolation solide doit être suffisante pour supporter la tension d'essai utilisée.
- 6) Des exemples de cellules qui peuvent être utilisées avec des liquides de basse viscosité et jusqu'à environ 2000 V sont représentés schématiquement à la figure 1, page 30 (cellule à trois bornes) et à la figure 2, page 32 (cellule à deux bornes). Toute cellule analogue remplissant les conditions stipulées ci-dessus peut être utilisée. Les cellules à trois bornes sont pourvues d'un anneau de garde efficace pour protéger convenablement l'électrode de mesure. On adoptera une cellule à trois bornes pour les déterminations les plus précises. Dans le cas de mesures pour lesquelles un écran spécial est exigé, on peut ajouter une coiffe de blindage amovible directement reliée électriquement au conducteur externe du câble coaxial utilisé pour le raccordement au pont (voir figure 1a, page 31).

Avec les cellules à deux bornes, l'écran du conducteur connecté généralement à l'électrode de garde doit être fixé solidement à l'isolation du câble afin d'éviter tout contact avec une autre surface. Lorsque ces cellules sont utilisées pour des mesures de résistivité, il convient de s'assurer que la résistance de l'isolation, la cellule étant vide, est au moins égale à 100 fois la résistance du liquide à mesurer. Pour des mesures en courant alternatif, les valeurs correspondantes pour le facteur de dissipation doivent également être établies.

La cellule doit toujours être nettoyée immédiatement avant son utilisation pour un essai de référence. Le nettoyage n'est pas nécessaire avant une mesure de routine faite après une mesure au cours de laquelle la valeur de la propriété mesurée est meilleure que la valeur limite prescrite. Après usage et lorsque les cellules d'essai ne doivent plus être utilisées avant plusieurs jours, celles-ci doivent être nettoyées et séchées selon l'article 6, assemblées et conservées dans une enceinte sèche et sans poussière.

Il peut être jugé utile de limiter l'utilisation d'une même cellule à une seule classe de liquides.

4.2 Enceinte de mesure

L'enceinte de mesure doit être telle que l'on puisse maintenir sa température à $\pm 0,5^\circ\text{C}$ de la valeur prescrite. Il peut s'agir d'une étuve à courant d'air forcé ou d'un bain thermostatique rempli d'huile ou de glycérol et équipé d'un support pour maintenir la cellule.

- 2) The materials used in constructing the cell shall be non-porous and capable of withstanding the required temperature satisfactorily. The alignment of the electrodes shall not be influenced by change of temperature.
- 3) The surfaces of the electrodes in contact with the liquid under test shall have a mirror-like finish to make their cleaning easier. There should be no chemical interactions between the liquids under test and the electrodes. These should also be unaffected by the cleaning materials. Cells made of stainless steel have been found satisfactory for testing all types of insulating liquids. Aluminium or its alloys should not be used because they may be attacked by alkaline detergents.

Note. — Generally, plated surfaces have been found less satisfactory than solid metal electrodes. However, surfaces plated with gold, nickel or rhodium have been found satisfactory provided they are well plated and remain undamaged. Rhodium-plated invar has been found satisfactory and has the additional advantage of low thermal expansion. Nickel- or gold-plated brass and nickel-plated stainless steel have also been used.

- 4) Solid insulation materials used to support the electrodes shall have a low dissipation factor and a high resistivity. They should not absorb or be adversely affected by reference liquids, test liquids or cleaning materials.

Note. — Fused silica is generally considered to be a suitable material for use as an insulating material in the cell. As a consequence of the difference between the coefficients of linear expansion of usual metals and of fused silica, a sufficient radial clearance is necessary between the joints. This clearance may decrease the accuracy of electrode centring.

- 5) The distance, across the surface of the liquid and across the solid insulating material, between the guard electrode and the measuring electrode shall be great enough to withstand the test voltage used.
- 6) Examples of cells which may be used with low viscosity liquids and up to 2000 V are shown diagrammatically in Figure 1, page 30 (three-terminal cell), and in Figure 2, page 32 (two-terminal cell). Any similar cell which meets the requirements given above may be used. In the three-terminal cells provision is made for an efficient guard-ring system which adequately shields the measuring electrode. Three-terminal cells are to be preferred when the most accurate determinations are to be made. In the case of measurements for which special screening is required a removable screening cup can be added and electrically bonded to the outer conductor of the coaxial cable used for the connection to the bridge (see Figure 1a, page 31).

With two-terminal cells, the shield on the lead usually connected to the guard electrode shall be securely clipped to the cable insulation in order to prevent contact with any other surface. When these cells are used for resistivity measurements it should be established that the resistance across the insulators, with the cell empty, is at least 100 times the resistance which is measured through the liquid. For a.c. measurements corresponding values for dissipation factor shall be established.

The cell shall always be cleaned immediately before use in a reference test. Cleaning need not precede a routine measurement made subsequent to one in which the property measured was within the limiting value specified. After use and when test cells are not to be used for several days, they shall be cleaned and dried in accordance with Clause 6, assembled and stored in a dry and dust-free cabinet.

It may be found desirable to restrict the use of a cell to a particular class of liquid.

4.2 Test chamber

The test chamber shall be adequate to maintain its temperature within $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ of the prescribed value. It may consist of a forced draught air oven or of an oil or glycerol filled thermostatically controlled bath fitted with a shelf to support the cell.

L'enceinte de mesure doit être équipée de connexions électriques blindées pour la cellule. La cellule d'essai sera convenablement isolée de l'enveloppe mise à la terre de la chambre d'essai.

4.3 Verrerie

Verrerie ordinaire de laboratoire faite en verre borosilicaté comme les béchers, tubes gradués, pipettes, etc.

Toute verrerie utilisée pour la manipulation d'échantillons sera tout au moins nettoyée suivant la procédure décrite à l'article 6 et ensuite soigneusement séchée.

4.4 Dispositif de mesure de la permittivité et du facteur de dissipation

Pont à courant alternatif (fréquence industrielle) permettant de mesurer le facteur de dissipation avec une résolution atteignant 1×10^{-4} pour les applications normales, mais atteignant de préférence 1×10^{-5} pour une capacité de 100 pF.

Des détails complets concernant les ponts de mesure de capacités en courant alternatif et les circuits de contrôle figurent dans la Publication 250 de la CEI: Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises).

4.5 Dispositif de mesure de la résistivité (en courant continu)

Les instruments et le circuit de contrôle appropriés sont décrits dans la Publication 93 de la CEI: Méthodes recommandées pour la mesure des résistivités transversales et superficielles d'un matériau isolant électrique.

4.6 Chronomètre

D'une précision de 0,5 s pour la mesure de la durée de mise sous tension.

5. Solvant de nettoyage

Le solvant utilisé pour nettoyer la cellule sera d'une pureté au moins équivalente à la «qualité technique» et sera conservé dans des récipients en verre brun.

S'il est fourni en fûts, il sera filtré et conservé dans des flacons en verre brun.

Les solvants chlorés, comme le 1,1,1 trichloréthane, le perchloréthylène et le chloroforme, sont exigés pour les askarels. Les solvants à base d'hydrocarbures, comme l'éther de pétrole (point d'ébullition 60°C à 80°C), le n-heptane et le toluène conviennent pour les huiles à base d'hydrocarbures.

Note. — Les solvants chlorés contenant certains types d'additifs stabilisants peu volatiles peuvent parfois nécessiter une distillation peu avant leur utilisation.

6. Nettoyage de la cellule d'essai

Le nettoyage de la cellule d'essai est d'importance primordiale lors de la mesure des propriétés diélectriques à cause de l'extrême sensibilité des liquides isolants à la moindre trace de contaminants.

Il est par conséquent essentiel que la procédure décrite ci-dessous soit suivie en toute rigueur.

— Démontez complètement la cellule.

— Laver à fond toutes les parties avec deux fractions de solvant (voir l'article 5).

The test chamber shall provide screened electrical connections to the cell. The test cell shall be properly insulated from the earthed enclosure of the chamber.

4.3 *Glassware*

Ordinary chemical glassware made of borosilicate glass such as beakers, graduated cylinders, pipettes, etc., shall be used.

All glassware used in handling samples shall be cleaned at least to the standard specified in Clause 6, and carefully dried.

4.4 *Measuring instrument for permittivity and dissipation factor*

An a.c. (power frequency) bridge, capable of measuring loss tangent with a resolution down to 1×10^{-4} for normal application but preferably capable of measuring down to 1×10^{-5} in a capacitance of 100 pF.

Full details of a.c. capacitance bridge and testing circuit may be found in IEC Publication 250: "Recommended Methods for the Determination of the Permittivity and Dielectric Dissipation Factor of Electrical Insulating Materials at Power, Audio and Radio Frequencies Including Metre Wavelengths".

4.5 *Measuring instrument for d.c. resistivity*

Suitable instruments and test circuit are described in IEC Publication 93: Recommended Methods of Test for Volume and Surface Resistivities of Electrical Insulating Materials.

4.6 *Time-measuring device*

Accurate to 0.5 s, for measuring the time of electrification.

5. **Cleaning solvent**

Solvent used for cleaning the test cell shall have a purity at least corresponding to the requirements for technical grades and shall be stored in brown glass bottles.

If delivered in drums it shall be filtered and stored in brown glass bottles.

Chlorinated solvents, such as 1.1.1 trichloroethane, perchloroethylene and chloroform, are required for testing askarels. Hydrocarbon solvents, such as petroleum spirit (boiling point 60°C to 80°C), n-heptane and toluene, are suitable for hydrocarbon oils.

Note. — Chlorinated solvents containing certain types of low-volatility stabilizing additives may sometimes require distillation shortly before use.

6. **Cleaning the test cell**

The cleanliness of the test cell is of paramount importance when measuring dielectric properties because of the extreme susceptibility of insulating liquids to the influence of the most minute contamination.

It is essential therefore that the procedure outlined below shall be closely followed:

- Dismantle the cell completely.
- Wash all the component parts thoroughly with two portions of the solvent (see Clause 5).

- Rincer toutes les parties à l'acétone et les laver ensuite avec un savon ou un détergent légèrement abrasifs.
Les particules abrasives ainsi que le récurage ne pourront être la cause d'une dégradation du poli spéculaire des surfaces métalliques.
- Porter à ébullition, dans de l'eau distillée contenant 5% de phosphate trisodique, toutes les parties pendant au moins 5 min. Ensuite effectuer plusieurs rinçages à l'eau distillée.
- Porter à ébullition, dans de l'eau distillée, toutes les parties de la cellule pendant au moins 1 h.
- Sécher à fond toutes les parties de la cellule dans une étuve chauffée entre 105°C et 110°C durant tout au plus 90 min, certains matériaux pouvant se détériorer. La durée de séchage dépend de la conception de la cellule mais en général une période de 60 min à 90 min est suffisante pour éliminer toute humidité.

Après que les électrodes auront été lavées, veiller à ne plus toucher leur surface avec les doigts nus.

Veiller également à la propreté des surfaces où sont déposées les parties de la cellule. Ne pas les exposer à une contamination par les vapeurs ou les poussières.

Note. — Les précautions adéquates contre le feu et les effets toxiques sur le personnel seront observées lors de l'utilisation des solvants.

7. Echantillonnage

Les liquides isolants utilisés pour ces essais seront prélevés conformément à la méthode décrite dans la Publication 475 de la CEC: Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides.

8. Traitement et préparation des échantillons

Les échantillons, prélevés comme prévu à l'article 7, doivent être conservés dans leurs récipients d'origine et protégés de la lumière.

Sauf si la spécification relative au liquide soumis à l'essai le prévoit, on n'appliquera aucun traitement comme la filtration, le séchage, etc. Chaque fois qu'il est possible, préchauffer l'échantillon dans son récipient d'origine après avoir prélevé une quantité d'échantillon suffisante pour les autres essais. Il faut laisser un volume d'expansion suffisant au-dessus du liquide pour éviter le bris du récipient. Lorsque les échantillons doivent être transférés dans d'autres récipients, ces récipients seront des béchers en verre ou des flacons Erlenmeyer en verre, bouchés à l'émeri, nettoyés conformément au paragraphe 4.3. Avant de prélever des prises d'essais, les récipients d'origine seront maintenus dans le local où les essais sont effectués un temps suffisant pour que l'échantillon atteigne la température ambiante.

Afin de prélever des prises d'essais représentatives, il faut homogénéiser le milieu en retournant le flacon et en remuant doucement et à plusieurs reprises le liquide.

Nettoyer le goulot du flacon avec un linge propre non pelucheux et verser une petite portion du liquide pour laver la surface externe.

Le récipient contenant l'échantillon ou les récipients auxiliaires sont bouchés et le liquide est chauffé à l'étuve à une température supérieure de 5°C à 10°C à la température d'essai requise.

Avec les liquides susceptibles d'être oxydés, la période de chauffage ne peut excéder 1 h.

A cause des effets de contamination, il peut être jugé souhaitable d'utiliser une étuve pour chaque classe particulière de liquide.

- Rinse all parts with acetone and then wash them with a mild abrasive soap or mild abrasive detergent.
Abrasive particles and rubbing action should be such as to cause no deterioration of the mirror-like finish of metal surfaces.
- Boil all parts for at least 5 min in 5% trisodium phosphate solution in distilled water followed by several rinsings with distilled water.
- Boil all parts in distilled water for at least 1 h.
- Thoroughly dry the component parts in an oven heated at 105°C to 110°C for no longer than 90 min because certain materials may deteriorate. Drying time depends on the design of the cell but usually 60 min to 90 min is satisfactory to remove any moisture.

After the electrodes have been washed take care not to touch their surfaces with bare hands.

Also pay attention to the cleanliness of surfaces on which cell components are placed. Do not expose them to contamination from vapours or dust.

Note. — Appropriate precaution against fire and toxic effects on personnel shall be observed when using solvents.

7. Sampling

Insulating liquids for use in these tests shall be sampled in accordance with the method described in IEC Publication 475: Method of Sampling Liquid Dielectrics.

8. Conditioning and preparation of specimens

Samples, obtained in accordance with Clause 7, shall be stored in their original containers and shielded from light.

Unless specifically required by the specification relevant to the liquid under test, no treatment, such as filtration, drying, etc., shall be applied. Whenever it is possible, preheat the sample in the original sample container after transfer of sufficient sample for other tests. Sufficient space shall be left for the expansion of the liquid to avoid breakage of the container. Where samples have to be transferred to other containers these shall be glass beakers or glass-stoppered Erlenmeyer flasks cleaned in accordance with Sub-Clause 4.3. Before taking specimens the original container shall be allowed to stand in the room in which the tests are made until the sample attains ambient temperature.

In order that representative specimens may be obtained, the sample is homogenized by tilting the container and gently swirling the liquid several times.

Wipe the mouth of the container with a clean lint-free cloth and pour off a small portion of the liquid to wash the external surface.

The sample container or the auxiliary receptacles are stoppered and the liquid heated in an oven to a temperature 5°C to 10°C above the required test temperature.

With liquids which are susceptible to oxidation the heating period shall not exceed 1 h.

Because of contamination effects, it may be found desirable to restrict the use of an oven to a particular class of liquid.

9. Remplissage de la cellule d'essai

Assembler la cellule lorsqu'elle est encore chaude en veillant à ne pas toucher les surfaces des électrodes ou des isolants qui seront en contact avec le liquide.

Transférer la cellule montée dans l'étuve maintenue entre 5 °C et 10 °C au-dessus de la température d'essai requise. Lorsque la température de la (ou des) électrode(s) interne(s) dépasse la température de l'essai, enlever rapidement la cellule, sortir la (ou les) électrode(s) interne(s) (ne pas les déposer) et remplir la cellule avec une fraction de l'échantillon chauffé.

Replacer le reste de l'échantillon chauffé dans l'étuve. Replacer la (ou les) électrode(s) interne(s) et rincer la cellule en relevant et abaissant deux fois la (ou les) électrode(s) interne(s). Enlever la (ou les) électrode(s) interne(s) (ne pas les déposer); éliminer le liquide de rinçage et remplir immédiatement la cellule avec une seconde fraction de l'échantillon chauffé. Replacer la (ou les) électrode(s) interne(s), transférer la cellule dans l'enceinte de mesure à la température de l'essai et effectuer les connexions électriques nécessaires. Replacer dans l'étuve le reliquat de l'échantillon chauffé. Choisir la température de préchauffage convenable et réaliser les opérations décrites ci-dessus aussi rapidement que possible afin d'éviter un refroidissement exagéré de la cellule. Il faut que la cellule et son contenu atteignent l'équilibre de température en 10 min pour les essais de référence et en 10 min à 15 min pour les essais de série. Prendre également soin de ne pas collecter des poussières sur les surfaces mouillées de la cellule.

Note. — Si une cavité est prévue pour placer un thermomètre dans l'électrode interne, il faut utiliser un thermomètre à mercure gradué en 0,25 °C.

10. Température d'essai

Ces méthodes d'essai peuvent être appliquées pour mesurer les propriétés des diélectriques liquides dans une gamme de températures étendue. Il est recommandé d'effectuer les essais à 90 °C, sauf indication contraire dans la spécification particulière du liquide.

11. Mesure du facteur de dissipation

11.1 Tension de mesure

La tension alternative doit être telle que le liquide soit soumis à un gradient compris entre 0,03 kV/mm et 1 kV/mm. La tension doit être sinusoïdale à une fréquence comprise entre 40 Hz et 62 Hz.

Note. — Généralement, dans cet intervalle de fréquence, on peut convertir les résultats d'une fréquence à une autre par la formule ci-dessous:

$$\operatorname{tg} \delta_{f_1} = \operatorname{tg} \delta_{f_2} \times \frac{f_2}{f_1}$$

11.2 Mesure

Dix minutes après le remplissage de la cellule*, effectuer la mesure du facteur de dissipation lorsque la température de l'électrode interne est à ± 1 °C de la température d'essai requise. Appliquer la tension seulement durant la mesure. Après cette première mesure, vider la cellule et la remplir avec une seconde fraction du même échantillon en suivant la même procédure et avec les mêmes précautions que lors de l'essai précédent, en omettant toutefois le rinçage. Effectuer la mesure. Les deux lectures ne devront pas différer l'une de l'autre de plus de 0,0001 augmenté de 25% de la valeur la plus élevée.

* Pour les essais de série, on peut étendre cette période de 10 min à 15 min.

9. Filling the test cell

Assemble the test cell whilst still hot, taking care not to touch the surfaces of the electrodes or insulation which will be wetted by the liquid.

Transfer the assembled cell to the oven maintained at 5°C to 10°C above the required test temperature. When the temperature of the inner electrode(s) has exceeded the test temperature, quickly remove the cell, lift out the inner electrode(s) (do not rest them on any surface) and fill the cell with a portion of the heated sample.

Replace the remainder of the heated sample in the oven, insert the inner electrode(s) and rinse the cell by twice raising and lowering the inner electrode(s). Lift out the inner electrode(s) (do not rest them on any surface), discard the rinsing fluid and immediately refill the cell with a second portion of the heated sample. Replace the inner electrode(s), transfer the cell to the test chamber at the test temperature and make the necessary electrical connections. Replace the remainder of the heated sample in the oven. Choose the appropriate preheating temperature and perform the operations described above as rapidly as possible to avoid cooling the cell excessively in order that the cell and contents will reach equilibrium within 10 min for reference tests and 10 min to 15 min for routine tests. Avoid also the collection of dust particles on the wetted surfaces of the cell.

Note. — If a thermometer pocket is provided in the inner electrode, insert a mercury thermometer graduated in 0.25°C increments.

10. Test temperature

These test methods are suitable for testing insulating liquids over a wide range of temperatures. Tests should be carried out at 90°C, unless otherwise specified by the appropriate specification for the particular liquid.

11. Measurement of dissipation factor

11.1 Test voltage

The a.c. voltage shall be such as to subject the liquid to an electrical stress between 0.03 kV/mm and 1 kV/mm. The voltage shall be sinusoidal at a frequency between 40 Hz and 62 Hz.

Note. — Generally, within the above range of frequency, conversion of results from one frequency to another can be made using the formula:

$$\tan \delta_{f_1} = \tan \delta_{f_2} \times \frac{f_2}{f_1}$$

11.2 Measurement

Ten minutes after filling the cell* carry out the dissipation factor measurement while the temperature of the inner electrode is within $\pm 1^\circ\text{C}$ of the required test temperature. Apply voltage only during the measurement. On completing the initial measurement, pour off the liquid and refill the cell with a second specimen of the sample following the same procedure and exercising the same precautions used in making the first filling, but omitting rinsing. Repeat the measurement. The two readings should not differ from each other by more than 0.0001 plus 25% of the higher of the two values.

* For routine tests this period may be increased from 10 min to 15 min.

Si cette exigence n'est pas satisfaite, continuer les mesures sur d'autres fractions jusqu'à ce que l'on obtienne deux lectures successives différant de moins de 0,0001 plus 25% de la valeur la plus élevée. Ainsi ces valeurs seront considérées acceptables.

En variante, des essais en double peuvent être effectués dans des cellules différentes mais de conception équivalente. Les deux lectures doivent satisfaire les critères d'acceptabilité précédents.

11.3 Rapport

Noter comme facteur de dissipation du liquide échantillonné la valeur la plus basse des deux mesures retenues.

Le rapport devra aussi mentionner:

- a) Le type et la capacité de la (ou des) cellule(s) avec de l'air comme diélectrique,
- b) la tension et la distance effective entre électrodes,
- c) la fréquence de la tension appliquée,
- d) la température de l'essai,
- e) le nombre de remplissages effectués et le résultat obtenu sur chacun d'eux.

12. Mesure de la permittivité relative

12.1 Méthode de mesure

Mesurer la capacité de la cellule propre, d'abord dans l'air sec comme diélectrique et ensuite après remplissage avec un liquide de permittivité relative connue ϵ_n . Calculer la « constante d'électrode » C_e et la correction de capacité C_g de la façon suivante:

$$C_e = \frac{C_n - C_a}{\epsilon_n - 1}$$

$$C_g = C_a - C_e$$

où C_n = capacité de la cellule remplie du liquide étalon dont la permittivité relative est ϵ_n

C_a = capacité de la cellule dans l'air

Mesurer la capacité C_x de la cellule remplie du liquide soumis à l'essai et calculer la permittivité relative ϵ_x d'après

$$\epsilon_x = \frac{C_x - C_g}{C_e}$$

Répéter l'essai jusqu'au moment où l'on obtient une répétabilité de 5% de la valeur la plus élevée.

Notes 1. — La précision maximale est obtenue lorsque les valeurs C_a , C_n et ϵ_n sont connues à la température pour laquelle la valeur C_x est déterminée.

2. — Lorsqu'on utilise une cellule à trois bornes bien conçue et préalablement vérifiée ou lorsqu'une précision moins élevée peut être acceptée, le terme C_g peut être négligé et la permittivité relative peut être calculée à partir de la formule simplifiée:

$$\epsilon_x = \frac{C_x}{C_a}$$

If this requirement is not met, continue with further fillings till two consecutive readings are obtained which agree to within 0.0001 plus 25% of the higher value of the two values being compared. Then these shall be accepted as valid results.

Alternatively duplicate measurements may be carried out in different cells of the same pattern, in which case the readings shall comply with the requirements of the previous paragraphs.

11.3 Report

Report as the dissipation factor of the liquid sample the lower of the two valid measurements.

The report shall also include:

- a) Type of test cell(s) and its capacitance with air as the dielectric,
- b) voltage and effective electrode gap,
- c) frequency of applied voltage,
- d) temperature of test,
- e) number of fillings tested and the result on each.

12. Measurement of relative permittivity

12.1 Measurement

Measure the capacitance of the clean test cell first with dry air as the dielectric and then after filling with a liquid of known relative permittivity ϵ_n . Calculate the “electrode constant” C_e and the correction capacitance C_g from:

$$C_e = \frac{C_n - C_a}{\epsilon_n - 1}$$

$$C_g = C_a - C_e$$

where C_n = capacitance of the cell filled with the calibration liquid having the relative permittivity ϵ_n

C_a = capacitance of the cell with air as the dielectric

Measure the capacitance C_x of the cell filled with the liquid under test and calculate the relative permittivity ϵ_x from

$$\epsilon_x = \frac{C_x - C_g}{C_e}$$

Repeat the test until a repeatability of 5% of the higher value is obtained.

Notes 1. — Maximum accuracy is obtained if values C_a , C_n and ϵ_n are known at the temperature for which the value C_x is determined.

2. — When well-designed, previously checked three-terminal cells are used or where lower accuracy is acceptable, the term C_g may be neglected, and the relative permittivity may be calculated from the simplified formula:

$$\epsilon_x = \frac{C_x}{C_a}$$

12.2 Rapport

Prendre comme permittivité relative de l'échantillon de liquide la moyenne des deux lectures valables.

Le rapport devra aussi mentionner :

- a) le type et la capacité de la cellule avec l'air comme diélectrique,
- b) la tension et la distance entre électrodes,
- c) la fréquence de la tension appliquée,
- d) la température de l'essai.

13. Mesure de la résistivité (en courant continu)

13.1 Tension d'essai

Sauf indication contraire, la tension d'essai en courant continu doit être telle que le liquide soit soumis à une contrainte électrique de 250 V/mm.

13.2 Durée de mise sous tension

Par convention, la durée de mise sous tension est de 60 s.

13.3 Méthode de mesure

Si l'on a mesuré le facteur de dissipation de l'échantillon, les électrodes devront être court-circuitées pendant 1 min et la mesure de la résistivité devra être effectuée immédiatement après.

Si l'on ne doit mesurer que la résistivité, commencer la mesure 10 min après le remplissage de la cellule*.

Etablir les connexions électriques à l'appareil de mesure et au générateur de tension de façon que le pôle positif soit relié à l'électrode externe de la cellule. Appliquer la tension en courant continu et, après 60 s de mise sous tension, noter les valeurs du courant et de la tension.

Note. — En variante, on peut utiliser des appareils de mesure de résistance, pourvu que les autres exigences (par exemple la contrainte de 250 V/mm) soient remplies.

Court-circuiter les électrodes de la cellule durant 5 min.

Éliminer le liquide se trouvant dans la cellule, y verser une seconde fraction de l'échantillon et répéter les mesures.

Calculer la résistivité en ohm mètre par la formule :

$$\rho = K \frac{U}{I}$$

où U = lecture de la tension d'essai, en volts

I = lecture de l'intensité du courant, en ampères

K = constante de la cellule, en mètres

La constante de la cellule K est calculée à partir de la capacité de la façon suivante :

$$K \text{ (mètres)} = 0,113 \times \text{capacité (pF) de la cellule vide.}$$

* Pour les essais de série, cette durée pourra être étendue jusqu'à 15 min.

12.2 Report

Report as the relative permittivity of the liquid sample the mean of the two valid measurements.

The report shall also include:

- a) Type of test cell and its capacitance with air as the dielectric,
- b) voltage and electrode gap,
- c) frequency of applied voltage,
- d) temperature of test.

13. Measurement of d.c. resistivity

13.1 Test voltage

The d.c. test voltage shall be such as to subject the liquid to an electrical stress of 250 V/mm, unless otherwise specified.

13.2 Time of electrification

The conventional time of electrification shall be 60 s.

13.3 Measurement

If the dissipation factor has been measured on the test specimen, the electrodes should be short-circuited for 1 min, and resistivity measurement started immediately after.

If only resistivity is to be measured, start the determination 10 min after filling the cell*.

Establish electrical connections to the measuring apparatus and to the voltage supply so that the positive potential lead is connected to the outer electrode of the cell. Apply d.c. voltage, and at the end of 60 s of electrification, record the current and voltage readings.

Note. — Alternatively, instruments reading in resistance may be used provided the other requirements (e.g. a stress of 250 V/mm) are complied with.

Short-circuit the cell electrodes for a period of 5 min.

Discard the liquid in the cell, pour in a second specimen from the sample and repeat the measurements.

Calculate the resistivity in ohm metres by means of:

$$\rho = K \frac{U}{I}$$

where U = reading of the test voltage, in volts

I = reading of the current, in amperes

K = cell constant in metres

The cell constant K is calculated from the capacitance according to:

$$K \text{ (metre)} = 0.113 \times \text{capacitance (pF) of the empty cell.}$$

* For routine tests 10 min may be extended to 15 min.

Les deux lectures ne devront pas différer l'une de l'autre de plus de 35% de la valeur la plus élevée. Si cette exigence n'est pas remplie, continuer d'autres remplissages jusqu'à ce que l'on obtienne que deux mesures successives de la résistivité ne diffèrent pas entre elles de plus de 35% de la valeur la plus élevée.

Ces résultats seront considérés comme acceptables.

Note. — Une seconde mesure effectuée après chaque remplissage avec inversion de la polarité de la tension appliquée peut fournir des informations sur la propreté de la cellule et sur d'autres phénomènes. Certains instruments électroniques ne disposant pas de commutateur pour cette inversion devront être utilisés avec précaution, pour éviter d'obtenir des résultats erronés.

13.4 Rapport

Prendre comme résistivité de l'échantillon la plus élevée des deux valeurs retenues.

Le rapport devra également mentionner:

- a) le type et la constante de la cellule d'essai,
- b) la tension et la distance entre électrodes,
- c) le nombre de remplissages et le résultat obtenu sur chacun d'eux,
- d) la température de l'essai.

The two readings should not differ from each other by more than 35% of the higher of the two values. If this requirement is not met, continue with further fillings until two consecutive values of resistivity are obtained which agree to within 35% of the higher of the two values being compared.

Then these shall be accepted as valid results.

Note. — A second measurement on each filling, made with the polarity of the applied voltage reversed, may provide information on the cleanliness of the cell and other phenomena. In order to avoid erroneous results care is necessary with certain electronic instruments which do not have a switch for such reversal.

13.4 Report

Report as resistivity of the sample the higher of the two valid measurements.

The report should also include:

- a) Type of test cell and the cell constant,
- b) voltage and electrode gap,
- c) number of fillings tested and the result on each,
- d) temperature of test.

ANNEXE A

AUTRES PROCÉDÉS POUR LES ESSAIS DE SÉRIE DU FACTEUR DE DISSIPATION DIÉLECTRIQUE ET DE LA RÉSISTIVITÉ DES LIQUIDES ISOLANTS

A1. Généralités

Ces procédures simplifiées sont utiles pour vérifier si le facteur de dissipation ou de la résistivité d'une série d'échantillons d'hydrocarbures et d'askarels liquides en service dans l'appareillage électrique ou à l'état neuf s'écartent de certaines valeurs spécifiées.

Les méthodes d'essai décrites dans cette annexe sont moins précises que celles décrites précédemment mais elles permettent une plus grande rapidité d'exécution avec un niveau de précision encore très acceptable.

A2. Cellule de mesure

Des cellules d'essai modifiées pour permettre le remplacement du liquide sans qu'il soit nécessaire de les ouvrir peuvent également être utilisées.

Il peut être jugé souhaitable de limiter l'utilisation d'une même cellule à une classe particulière de liquide.

A3. Enceinte de mesure

Une étuve à ventilation forcée, un manteau chauffant ou un bain rempli d'huile ou de glycérol doit maintenir la cellule d'essai à une température suffisamment uniforme de façon que la température de l'essai et la température de l'électrode interne ne diffèrent pas de plus de 2°C. L'utilisation d'une plaque chauffante est moins satisfaisante car des écarts de température en divers points de la cellule peuvent amener des résultats imprécis.

A4. Température d'essai

Les mesures peuvent être faites lorsque la température de l'échantillon soumis à l'essai se situe à $\pm 2^\circ\text{C}$ de la température désirée.

A5. Nettoyage de la cellule

Lorsque les procédés de nettoyage décrits à l'article 6 ne peuvent pas être utilisés, il est impératif que chaque laboratoire concerné utilise une bonne procédure de nettoyage de la cellule, de façon que les résultats obtenus soient répétables et en accord avec ceux obtenus suivant la méthode plus élaborée décrite à l'article 6.

Les précautions concernant le choix des solvants (article 5) doivent également être suivies.

La procédure suivante sera souvent suffisante dans le cas des hydrocarbures liquides:

- Démonter la cellule complètement, lorsque cela est possible.
- Laver à fond, deux fois, toutes les pièces avec le solvant (article 5).
- Rincer toutes les pièces à l'acétone, puis à l'eau courante chaude, puis effectuer plusieurs rinçages avec de l'eau distillée.