

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

RECOMMANDATION DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

IEC RECOMMENDATION

Publication 371-2

Première édition — First edition

1973

**Spécification pour les matériaux isolants à base de mica
ou de papier de mica agglomérés**

Deuxième partie: Méthodes d'essais

**Specification for insulating materials based on built-up mica
or treated mica paper**

Part 2: Methods of test



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe
Genève, Suisse

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**
Publié trimestriellement
- **Rapport d'activité de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement

Terminologie utilisée dans la présente publication

Seuls sont définis ici les termes spéciaux se rapportant à la présente publication.

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la Publication 50 de la CEI: Vocabulaire Electrotechnique International (V.E.I.), 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 V.E.I. peuvent être obtenus sur demande.

Symboles graphiques et littéraux

Seuls les symboles graphiques et littéraux spéciaux sont inclus dans la présente publication.

Le recueil complet des symboles graphiques approuvés par la CEI fait l'objet de la Publication 117 de la CEI.

Les symboles littéraux et autres signes approuvés par la CEI font l'objet de la Publication 27 de la CEI.

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**
Published quarterly
- **Report on IEC Activities**
Published yearly
- **Catalogue of IEC Publications**
Published yearly

Terminology used in this publication

Only special terms required for the purpose of this publication are defined herein.

For general terminology, readers are referred to IEC Publication 50: International Electrotechnical Vocabulary (I.E.V.), 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 I.E.V. will be supplied on request.

Graphical and letter symbols

Only special graphical and letter symbols are included in this publication.

The complete series of graphical symbols approved by the IEC is given in IEC Publication 117.

Letter symbols and other signs approved by the IEC are contained in IEC Publication 27.

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

RECOMMANDATION DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

IEC RECOMMENDATION

Publication 371-2

Première édition — First edition

1973

**Spécification pour les matériaux isolants à base de mica
ou de papier de mica agglomérés**

Deuxième partie: Méthodes d'essais

**Specification for insulating materials based on built-up mica
or treated mica paper**

Part 2: Methods of test



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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

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

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe

Genève, Suisse

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
INTRODUCTION	6
Articles	
1. Epaisseur	6
2. Composition	6
3. Dimension des clivures	12
4. Compressibilité élastique	12
5. Stabilité sous chaleur et pression	14
6. Résistance à la traction et allongement à la rupture	16
7. Détection des particules métalliques	16
8. Rigidité diélectrique	16
FIGURE 1	18

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
INTRODUCTION	7
Clause	
1. Thickness	7
2. Composition	7
3. Size of splittings.	13
4. Elastic compression	13
5. Stability under heat and pressure	15
6. Tensile breaking strength and elongation at break	17
7. Detection of metal.	17
8. Electric strength.	17
FIGURE 1	18

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**SPÉCIFICATION POUR LES MATÉRIAUX ISOLANTS À BASE DE MICA
OU DE PAPIER DE MICA AGGLOMÉRÉS**

Deuxième partie: Méthodes d'essais

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 présente recommandation a été établie par le Sous-Comité 15C: Spécifications, du Comité d'Etudes N° 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Un premier projet fut discuté lors de la réunion tenue à Londres en 1968. A la suite de cette réunion, un projet définitif, document 15C(Bureau Central)6, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en avril 1969. Des modifications, document 15C(Bureau Central)26, furent soumises à l'approbation des Comités nationaux suivant la Procédure des Deux Mois en février 1972.

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

Afrique du Sud	Pays-Bas
Allemagne	Pologne
Australie	Portugal
Belgique	Royaume-Uni
Canada	Roumanie
Danemark	Suède
Finlande	Suisse
France	Tchécoslovaquie
Hongrie	Turquie
Japon	Yougoslavie

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SPECIFICATION FOR INSULATING MATERIALS BASED ON BUILT-UP
MICA OR TREATED MICA PAPER**

Part 2: Methods of test

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 recommendations and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This recommendation has been prepared by Sub-Committee 15C, Specifications, of IEC Technical Committee No. 15, Insulating Materials.

A first draft was discussed at the meeting held in London in 1968. As a result of this meeting, a final draft, document 15C(Central Office)6, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in April 1969. Amendments, document 15C(Central Office)26, were submitted to the National Committees for approval under the Two Months' Procedure in February 1972.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Australia	Netherlands
Belgium	Poland
Canada	Portugal
Czechoslovakia	Romania
Denmark	South Africa
Finland	Sweden
France	Switzerland
Germany	Turkey
Hungary	United Kingdom
Japan	Yugoslavia

SPÉCIFICATION POUR LES MATÉRIAUX ISOLANTS À BASE DE MICA OU DE PAPIER DE MICA AGGLOMÉRÉS

Deuxième partie: Méthodes d'essais

Introduction

La présente recommandation traite des matériaux isolants à base de mica ou de papier de mica agglomérés à usage électrique. Elle comprend trois parties:

- Première partie: Définitions et généralités
- Deuxième partie: Méthodes d'essais
- Troisième partie: Spécifications pour matériaux particuliers

1. Epaisseur

1.1 Appareillage

On utilisera un appareil de mesure possédant des touches de 6 mm à 8 mm de diamètre, planes à 0,001 mm près et parallèles à 0,003 mm près. Les graduations seront constituées par des divisions de 0,01 mm permettant une lecture à 0,002 mm près. La pression exercée sur l'éprouvette sera comprise entre 10 N/cm² et 20 N/cm². La précision de la mesure, vérifiable par un calibre de contrôle, sera de 0,005 mm.

1.2 Epreuve

Pour les matériaux livrés en rouleaux, on prend une éprouvette sur toute la largeur du rouleau de façon à obtenir une surface de 0,2 m², ou une longueur de 2 m au maximum.

Pour les matériaux livrés en feuilles, on prend une feuille comme éprouvette.

1.3 Méthode d'essai

On mesure l'épaisseur du matériau en dix points uniformément répartis sur l'éprouvette.

1.4 Résultats

Les valeurs des dix mesures doivent être notées. La moyenne de ces valeurs est l'épaisseur du matériau.

2. Composition

A l'aide des essais cités dans le présent article, on détermine la composition pondérale des éléments suivants: les matières volatiles, l'agglomérant et le mica.

A partir des valeurs ainsi obtenues, on peut calculer la masse par unité de surface pour: le produit sec (produit à l'état de livraison moins les matières volatiles), l'agglomérant, le mica et le renforcement ou support.

Le contenu des paragraphes 2.1 à 2.5 n'est pas applicable aux matériaux micacés contenant un agglomérant qui ne s'élimine pas complètement aux températures élevées. Le paragraphe 2.6 traite des agglomérants aux silicones.

2.1 Epreuve

On prélève une ou plusieurs éprouvettes de 0,01 m² de surface sur le matériau dans son emballage d'origine. L'éprouvette doit être pesée au milligramme près, m_1 étant la masse trouvée en grammes.

Pour déterminer la masse par unité de surface des constituants, il convient de connaître la surface (A) en mètres carrés de l'éprouvette avec une précision de $\pm 1\%$. Les éprouvettes peuvent être débitées en morceaux.

SPECIFICATION FOR INSULATING MATERIALS BASED ON BUILT-UP MICA OR TREATED MICA PAPER

Part 2: Methods of test

Introduction

This recommendation deals with built-up mica or treated mica paper for use in electrical equipment. It consists of three parts:

- Part 1: Definitions and general requirements
- Part 2: Methods of test
- Part 3: Specification for individual materials

1. Thickness

1.1 Test apparatus

A measurement device shall be used having measuring faces of 6 mm to 8 mm diameter which shall be flat within 0.001 mm and parallel to within 0.003 mm. The graduations shall be in divisions of 0.01 mm and shall permit estimation of the reading to 0.002 mm. The pressure exerted on the specimen shall be 10 N/cm² to 20 N/cm². The accuracy of measurement when checked by a setting gauge shall be within 0.005 mm.

1.2 Test specimen

Where the material is delivered in rolls, a specimen is taken across the full width of the roll to give an area of 0.2 m², or a maximum length of 2 m.

Where the material is delivered in sheets, a sheet constitutes a specimen.

1.3 Method of test

Measure the thickness of the material at ten points uniformly distributed over the specimen.

1.4 Results

The values of the ten measurements are to be recorded. The mean of these values is the thickness of the material.

2. Composition

With the tests given in this clause, the content in mass per cent is determined for the following items: volatiles, binder and mica.

From the values obtained, the mass per unit area can be calculated for: the dried product (product as received without volatiles), the binder, the mica, and the reinforcement or support.

Sub-clauses 2.1 to 2.5 are not applicable to mica products containing a binder which is not completely removed at high temperatures. Sub-clause 2.6 deals with silicone binders.

2.1 Test specimen

One or more specimens with a surface area of 0.01 m² are taken from the material in the original packaging. The test specimen shall be weighed with an accuracy of one milligramme, m_1 being the mass found in grammes.

Where the mass per unit area of the components has to be determined, the area (A) in square metres of the test specimen shall be determined with an accuracy of $\pm 1\%$. The specimens may be cut into pieces.

2.2 Teneur en matières volatiles et masse par unité de surface du matériau séché

L'éprouvette (masse m_1) doit être chauffée dans les conditions prescrites par la feuille de spécifications (3^e partie) relative au matériau étudié. Après refroidissement en dessiccateur, l'éprouvette est pesée (masse m_2).

La teneur en matières volatiles (T_v) est:

$$T_v = \frac{m_1 - m_2}{m_1} 100\%.$$

La masse par unité de surface (m'_t) du matériau séché est:

$$m'_t = \frac{m_2}{A}$$

m'_t est généralement exprimé en grammes par mètre carré.

2.3 Teneur en agglomérant

2.3.1 Matériau sans renforcement ou avec renforcement inorganique

L'éprouvette, séchée comme il est indiqué au paragraphe 2.3 (masse m_2), est chauffée dans un four à moufle à une température de 500 ± 25 °C. Sauf spécification contraire, le temps de chauffage doit être de 6 h. Après refroidissement en dessiccateur, on détermine la masse m_3 .

La teneur en agglomérant (C_b) est:

$$C_b = \frac{m_2 - m_3}{m_2} 100\%.$$

Note. — En cas de désaccord, on doit poursuivre le chauffage jusqu'à obtenir un poids constant; le poids est considéré comme constant dès que deux pesées successives ne diffèrent pas de plus de 0,1%.

La masse par unité de surface d'agglomérant (m'_b) est:

$$m'_b = \frac{m_2 - m_3}{A}$$

m'_b est généralement exprimé en grammes par mètre carré.

2.3.2 Matériau avec renforcement organique

L'éprouvette, séchée comme indiqué au paragraphe 2.3 (masse m_2), est placée dans la cartouche en papier d'un appareil soxhlet d'extraction de 0,5 l.

Le type de solvant fait l'objet d'un accord entre le fournisseur et l'acheteur. Il doit être capable de dissoudre complètement l'agglomérant, mais rester sans effet sur le renforcement.

On distille à reflux pendant 2 h ou plus si c'est nécessaire à la dissolution complète de l'agglomérant. L'éprouvette est retirée de la cartouche et séchée pendant une demi-heure à 135 °C. Après refroidissement en dessiccateur, on détermine la masse m_4 .

La teneur en agglomérant (C_b) est:

$$C_b = \frac{m_2 - m_4}{m_2} 100\%.$$

La masse par unité de surface de l'agglomérant (m'_b) est:

$$m'_b = \frac{m_2 - m_4}{A}$$

m'_b est généralement exprimé en grammes par mètre carré.

2.2 Content of volatiles and mass per unit area of the dried material

The test specimen (mass m_1) shall be heated under the conditions prescribed in the specification sheet (Part 3) of the material under investigation. After cooling in a desiccator, the specimen is weighed (mass m_2).

The volatile content (T_v) is:

$$T_v = \frac{m_1 - m_2}{m_1} 100\%.$$

The mass per unit area of the dried product (m'_1) is:

$$m'_1 = \frac{m_2}{A}$$

m'_1 is usually expressed in grammes per square metre.

2.3 Binder content

2.3.1 Material without reinforcement or with inorganic reinforcement

The test specimen, dried according to Sub-clause 2.3 (mass m_2), is heated in a muffle oven at a temperature of 500 ± 25 °C. Unless otherwise specified, the period of heating shall be 6 h. After cooling in a desiccator, the mass m_3 is determined.

The binder content (C_b) is:

$$C_b = \frac{m_2 - m_3}{m_2} 100\%.$$

Note. — In case of dispute, the heating shall be continued to constant weight, the weight being considered constant when consecutive weighings differ by not more than 0.1%.

The mass per unit area of binder (m'_b) is:

$$m'_b = \frac{m_2 - m_3}{A}$$

m'_b is usually expressed in grammes per square metre.

2.3.2 Material with organic reinforcement

The test specimen, dried according to Sub-clause 2.3 (mass m_2), is placed in the paper tube of a Soxhlet extraction apparatus with a content of 0.5 l.

The type of solvent is subject to agreement between supplier and purchaser and shall be capable of dissolving the binder completely, but shall not dissolve the reinforcement. The boiling under reflux is continued for 2 h or longer if necessary for the complete dissolution of the binder. The treated specimen is taken out of the paper tube and shall be dried for half an hour at 135 °C. After cooling in a desiccator, the mass m_4 is determined.

The binder content (C_b) is:

$$C_b = \frac{m_2 - m_4}{m_2} 100\%.$$

The mass per unit area of binder (m'_b) is:

$$m'_b = \frac{m_2 - m_4}{A}$$

m'_b is usually expressed in grammes per square metre.

2.3.3 Au cas où une partie de l'agglomérant ne serait pas soluble dans le solvant ayant fait l'objet de l'accord précité, le renforcement sera soigneusement séparé du mica et la quantité d'agglomérant encore présente sur le mica sera déterminée par pesée avant et après chauffage à 500 ± 25 °C pendant 6 h.

Note. — Si le fournisseur a spécifié la masse par unité de surface du renforcement, on peut déterminer la teneur en agglomérant selon la méthode décrite au paragraphe 2.4.1.

Dans ce cas, la teneur en agglomérant se détermine à l'aide des équations:

$$C_b = \frac{m_2 - (m_3 + m_5)}{m_2} 100\%$$

$$m'_b = \frac{m_2 - (m_3 + m_5)}{A}$$

où m_5 = masse du renforcement organique

m'_b est généralement exprimé en grammes par mètre carré.

2.4 Masse par unité de surface du renforcement (m'_r)

Le fournisseur doit indiquer la masse par unité de surface du renforcement utilisé; la méthode permettant de déterminer cette propriété doit être définie d'un commun accord entre le fournisseur et l'acheteur.

En l'absence de cette information, on aura recours à une méthode basée sur celle exposée au paragraphe 2.3.1 si le support est inorganique, ou sur celle exposée au paragraphe 2.3.2 si le support est organique.

2.5 Teneur en mica

D'après les résultats des essais précédents, on peut calculer la teneur en mica (C_m) et la masse par unité de surface de celui-ci (m'_m).

Pour un matériau sans renforcement ou avec un renforcement organique:

$$C_m = \frac{m_3}{m_2} 100\%.$$

Pour un matériau avec renforcement organique:

$$m'_m = \frac{m_3}{A}$$

Pour un matériau avec renforcement inorganique:

$$C_m = \frac{\frac{m_3}{A} - m'_r}{m'_t} 100\%$$

$$m'_m = m'_t - m'_b - m'_r$$

m'_m est généralement exprimé en grammes par mètre carré.

2.6 Teneur en silicone de l'agglomérant

La détermination de la teneur en silicone doit faire l'objet d'un accord entre le fournisseur et l'acheteur. La méthode suivante, donnée à titre d'exemple, est l'une des méthodes applicables.

2.6.1 Eprouvettes

L'éprouvette doit avoir une masse d'environ 5g (pour les matériaux minces, on pourra utiliser deux pièces d'environ 5cm × 20cm).

2.3.3 Where part of the binder does not dissolve in the agreed solvent, the reinforcement is carefully separated from the mica and the amount of binder still present in the mica is determined by weighing before and after heating at 500 ± 25 °C for 6 h.

Note. — If the mass per unit area of the reinforcement is stated by the supplier, it is permitted to determine the binder content according to the method described in Sub-clause 2.4.1.

In this case, the binder content is determined by the equations:

$$C_b = \frac{m_2 - (m_3 + m_5)}{m_2} 100\%$$

$$m'_b = \frac{m_2 - (m_3 + m_5)}{A}$$

where m_5 = mass of organic reinforcement

m'_b is usually expressed in grammes per square metre.

2.4 Mass per unit area of reinforcement material (m'_r)

The supplier shall state the mass per unit area of the reinforcement material used and the method for determining this property shall be agreed upon between supplier and purchaser.

In the absence of this information, a method shall be used, based on that defined in Sub-clause 2.3.1 if the support is inorganic, and on that defined in Sub-clause 2.3.2 if the support is organic.

2.5 Mica content

From the results of the previous tests, the mica content (C_m) and the mass per unit area of mica (m'_m) can be calculated.

For material without reinforcement or with organic reinforcement:

$$C_m = \frac{m_3}{m_2} 100\%$$

For material with organic reinforcement:

$$m'_m = \frac{m_3}{A}$$

For material with inorganic reinforcement:

$$C_m = \frac{\frac{m_3}{A} - m'_r}{m'_t} 100\%$$

$$m'_m = m'_t - m'_b - m'_r$$

m'_m is usually expressed in grammes per square metre.

2.6 Silicone binder content

The determination of the silicone content shall be subject to agreement between supplier and purchaser. An example of a possible method is given below.

2.6.1 Test specimen

The test specimen shall have a mass of approximately 5 g (for thin materials, two pieces of approximately 5 cm × 20 cm are suitable).

2.6.2 Méthode d'essai

Peser l'éprouvette au milligramme près, dans une cartouche de soxhlet préalablement séchée et tarée. La différence de masse donne la masse de l'éprouvette.

Placer une quantité suffisante de diéthylamine (qualité réactive) dans un flacon d'extraction soxhlet, pour remplir une fois et demie fois le siphon. Ensuite, effectuer l'extraction complète de l'éprouvette par siphonnage à raison de 6 à 10 fois par heure (le temps minimal d'extraction est de 4 h pour les matériaux minces, mais il peut être considérablement plus long pour des matériaux épais).

Laisser l'appareil se refroidir et remplacer le diéthylamine par de l'acétone, puis pratiquer l'extraction comme exposé plus haut pendant une heure et demie.

Enlever la cartouche, la laisser sécher à l'air sur un verre de montre pendant 10 min; ensuite, chauffer pendant 30 min dans un four ventilé à $105 \pm 2^\circ\text{C}$.

Refroidir la cartouche dans un dessiccateur, puis la peser au milligramme près. Soustraire le poids de la cartouche.

2.6.3 Résultats

Indiquer en pourcentage – calculé jusqu'à la première décimale – la teneur en silicone de l'agglomérant pour chaque éprouvette examinée.

$$\text{Teneur en silicone de l'agglomérant} = \frac{\text{perte de masse}}{\text{masse de l'éprouvette}} \times 100\%$$

3. Dimension des clivures

3.1 Eprouvettes

Le format de l'éprouvette d'une feuille soumise à l'essai doit être de 300 mm × 300 mm. Pour les rubans, les éprouvettes et les conditions spéciales d'essai sont indiquées dans les feuilles de spécification particulières (3^e partie).

3.2 Méthode d'essai

Pour enlever l'agglomérant, l'éprouvette est placée dans un plateau ou une cuvette peu profonde; on la fait bouillir dans une solution aqueuse à 15% de potasse caustique (KOH) jusqu'à ce qu'elle se désintègre. Si le liant ne peut s'enlever par ce moyen, d'autres solvants appropriés peuvent être utilisés. On peut aussi chauffer l'éprouvette dans un four à moufle jusqu'à dégradation suffisante de l'agglomérant pour permettre l'examen des clivures.

On peut également enlever les clivures par un moyen mécanique pour autant qu'aucune clivure ne soit brisée au cours de l'opération.

Après désintégration, les clivures sont lavées plusieurs fois à l'eau chaude ou au solvant frais, après quoi on les laisse sécher. La dimension des clivures est déterminée à l'aide d'un gabarit donné par l'ISO/R 67.

4. Compressibilité élastique

La compressibilité élastique du matériau micacé rigide est déterminée d'après les variations d'épaisseur d'une éprouvette à plusieurs couches soumises à des variations cycliques de pression entre 700 N/cm² et 6000 N/cm², la mesure étant faite après stabilisation; elle est exprimée en pourcentage d'épaisseur de l'éprouvette à 700 N/cm². La température de l'essai est celle indiquée dans la spécification des matériaux particuliers (3^e partie).

4.1 Appareillage

Un dispositif de mesure permettant de déterminer l'épaisseur totale des pièces de matériau micacé rigide composant la pile (comme décrit au paragraphe 4.3), ceci avec une précision de 2%, et de mesurer la différence de hauteur de la pile à 700 N/cm² et à 6000 N/cm², avec une précision de 0,01 mm.

2.6.2 Method of test

Weigh the specimen in a previously dried and weighed extraction thimble to the nearest milligramme. The difference in mass is the mass of the specimen.

Put sufficient diethylamine (reagent grade) into a Soxhlet extraction flask to fill the siphon one and a half times, and extract the specimen until extraction is complete at a siphon rate of 6–10 times per hour (the minimum time of extraction is 4 h for thin materials, but may be much longer for thick materials).

Allow the apparatus to cool, then replace the diethylamine with acetone and extract as before for one and a half hours.

Remove the thimble, allow it to dry in air on a watchglass for 10 min, and then heat for 30 min in an air oven at 105 ± 2 °C.

Cool the thimble in a desiccator, and then weigh it to the nearest milligramme. Subtract the weight of the thimble.

2.6.3 Results

Report the silicone binder content for each specimen tested as a percentage to the first decimal place.

$$\text{Silicone binder content} = \frac{\text{loss in mass}}{\text{specimen mass}} \times 100\%.$$

3. Size of splittings

3.1 Test specimen

The size of the specimen of sheet to be tested shall be 300 mm × 300 mm. The specimens and special test conditions for tape materials are stated in the particular specification sheets (Part 3).

3.2 Method of test

To remove the bonding material, the specimen is placed in a tray or shallow bath and boiled with a 15% aqueous solution of caustic potash (KOH) until disintegration takes place. If the bond cannot be loosened by the above means, any other suitable solvent may be used or the test specimen may be heated in a muffle oven until the binder is sufficiently degraded to permit examination of the splittings. Alternatively, the splittings may be removed mechanically provided no splitting is torn in the process.

After disintegration, the splittings are washed several times with hot water, or with fresh solvent, and then allowed to dry. The size of the splittings is determined with the template given in ISO/R 67.

4. Elastic compression

The elastic compression of rigid mica material is determined from the variations in thickness of a multi-layer specimen submitted to cyclic pressure variations between 700 N/cm² and 6000 N/cm² measured after stabilization, and is expressed as a percentage of the thickness of the specimen at 700 N/cm². The temperature of the test is that indicated in the specification for individual materials (Part 3).

4.1 Apparatus

A measuring device which enables the total thickness of the pieces of rigid mica material in the stack (as described in Sub-clause 4.3) to be determined within 2% and the difference in height of the stack at 700 N/cm² and 6000 N/cm² to within 0.01 mm.

Des plaques planes d'acier de 1,5 mm à 2 mm d'épaisseur. Une plaque plane d'acier de 10 mm d'épaisseur au maximum, forée pour permettre l'introduction d'un thermocouple.

4.2 *Eprouvette*

L'éprouvette consiste en un certain nombre de morceaux de matériau micacé rigide de même surface, comprise entre 15 cm² et 40 cm². On constitue une pile comprenant alternativement une plaque d'acier de 1,5 mm à 2 mm d'épaisseur et d'une surface plus grande que celle du mica et un morceau de matériau micacé rigide. L'alignement vertical du mica est important. Le nombre de couches doit être tel que la hauteur totale de mica soit de 10 mm à 15 mm. La plaque d'acier forée pour permettre l'introduction d'un thermocouple est placée au centre de la pile.

4.3 *Méthode d'essai*

Une pile réalisée comme indiqué au paragraphe 4.2 est soumise à une pression de 700 N/cm², puis portée à la température indiquée dans la feuille de spécification particulière jusqu'à stabilisation de la compression.

Le chauffage de la pile sera tel que la température maximale spécifiée ne soit pas dépassée en un endroit quelconque de la pile. La hauteur de cette dernière (d_1) est alors déterminée. La pression sur la pile est ensuite augmentée progressivement jusqu'à 6000 N/cm², ceci en 10 min environ.

La pression est maintenue pendant 15 min et la hauteur de la pile (d_2) est déterminée. La pression est alors abaissée progressivement à 700 N/cm², en 5 min environ. Dès que la pression atteint 700 N/cm², on mesure la hauteur de la pile. On recommence un nouveau cycle dans les conditions analogues au premier (compression à 6000 N/cm²) et on maintient cette pression maximale pendant 5 min seulement; on procède alors à la décompression jusqu'à 700 N/cm². Les cycles sont répétés jusqu'à ce que les déterminations successives de d_1 et de d_2 soient constantes à 0,02 mm près (D_1 et D_2).

Des mesures sont ensuite effectuées à la température spécifiée, sur la pile de plaques d'acier intercalaires. La hauteur de pile est mesurée à 700 N/cm² et à 6000 N/cm²; ces valeurs sont consignées comme d_3 et d_4 .

4.4 *Résultats*

Le résultat est exprimé en pourcentage par rapport à l'épaisseur mesurée à 700 N/cm². Il est calculé à l'aide de l'équation:

$$\frac{(D_1 - d_3) - (D_2 - d_4)}{(D_1 - d_3)} 100\%$$

Notes 1. — Pour plus de précisions sur la méthode d'essai mentionnée au paragraphe 4.3, voir la figure 1, page 18.

2. — La déformation plastique du matériau peut s'établir en mesurant l'épaisseur à la pression de 700 N/cm² au début (d_0) et à la fin (d_5) de l'essai à la température ambiante.

3. — En prenant les valeurs à des pressions intermédiaires, on s'aperçoit de la non-linéarité de la compressibilité.

5. *Stabilité sous chaleur et pression*

L'essai de stabilité sous chaleur et pression détermine le glissement du mica ou de l'agglomérant, ou des deux, dans des conditions spécifiées de température et de pression.

L'essai doit être considéré comme très subjectif et les résultats doivent être décrits très soigneusement.

5.1 *Appareillage*

Une presse capable de fournir une pression de 6000 N/cm². Des plaques planes d'acier de 1,5 mm à 2 mm d'épaisseur. Une plaque plane d'acier, d'une épaisseur maximale de 10 mm, forée pour permettre l'introduction d'un thermocouple.

5.2 *Eprouvette*

L'éprouvette est constituée par un certain nombre de morceaux de matériau micacé rigide de même surface comprise entre 15 cm² et 40 cm².

Flat steel plates, 1.5mm–2mm thick. One flat steel plate, not more than 10mm thick, drilled to enable a thermocouple to be inserted.

4.2 Test specimen

The test specimen consists of a number of pieces of rigid mica material of the same area, the latter being of 15cm² to 40cm². A stack is formed consisting alternately of a steel plate 1.5mm to 2mm thick and larger in size than the mica, and a piece of rigid mica material. The vertical alignment of the mica is important. The number of layers shall be such that the total height of the mica sheet is 10mm to 15mm. The steel plate drilled to enable a thermocouple to be inserted is used in the middle of the stack.

4.3 Method of test

A stack made up according to Sub-clause 4.2 is subjected to a pressure of 700 N/cm² and then taken to the temperature indicated in the individual specification sheet and maintained there until no further compression occurs.

The heating of the stack shall be such that the maximum temperature specified is not exceeded in any part of the stack. The height of the stack (d_1) is determined. The pressure on the stack is then increased progressively to 6000 N/cm² over a period of about 10 min.

The pressure is maintained for a period of 15 min and the height of the stack (d_2) is determined. The pressure is decreased progressively down to 700 N/cm² over a period of about 5 min. As soon as the pressure reaches 700 N/cm², the stack height is determined. A new cycle is commenced under similar conditions to the first one (compression to 6000 N/cm², remaining at maximum pressure for only 5 min, followed by decompression to 700 N/cm²). The cycles are repeated until successive determinations of d_1 and d_2 are constant within 0.02mm (D_1 and D_2).

Measurements are then made at the specified temperature on the stack of steel plates used for interleaving the specimen. The stack heights are measured at 700 N/cm² and at 6000 N/cm² and recorded as d_3 and d_4 , respectively.

4.4 Results

The result is expressed as a percentage related to the thickness under a pressure of 700 N/cm² and calculated from the equation:

$$\frac{(D_1 - d_3) - (D_2 - d_4)}{(D_1 - d_3)} 100\%$$

Notes 1. — For clarification of the method of test mentioned in Sub-clause 4.3, see Figure 1, page 18.

2. — The plastic deformation of the material can be established by measuring the thickness at a pressure of 700 N/cm² at the beginning (d_0) and the end (d_5) of the test at room temperature.

3. — Taking values at intermediate pressures gives an idea of the non-linearity of the compression.

5. Stability under heat and pressure

The test for stability under heat and pressure determines mica or binder displacement, or both, under specified conditions of temperature and pressure.

The test is to be considered very subjective, and great care should be used in describing the test results.

5.1 Test apparatus

A press capable of giving a pressure of 6000 N/cm². Flat steel plates, 1.5mm to 2mm thick. One flat steel plate, not more than 10mm thick, drilled to enable a thermocouple to be inserted.

5.2 Test specimen

The test specimen consists of a number of pieces of rigid mica material of the same area, the latter being of 15cm² to 40cm².

On forme une pile comprenant alternativement un morceau de matériau micacé rigide, une plaque d'acier de 1,5 mm à 2 mm d'épaisseur et d'une surface plus grande que celle du mica. L'alignement vertical du mica est important. Le nombre de couches doit être tel que la hauteur totale de mica soit de 10 mm à 15 mm. La plaque d'acier forée, pour permettre l'introduction d'un thermocouple, est placée au centre de la pile.

5.3 *Méthode d'essai*

Une pile, préparée conformément au paragraphe 5.2, est placée entre les plateaux de la presse. La pile est soumise à une pression de 6000 N/cm² pendant 30 min, sous la température indiquée dans la feuille de spécification particulière. Le chauffage de la pile doit être tel que la température maximale spécifiée ne soit pas dépassée en un endroit quelconque de la pile. Lorsque le temps prescrit est écoulé, on examine attentivement dans la pile les bords des tranches de matériau micacé et on note la présence éventuelle de fines gouttelettes d'agglomérant ou un glissement du mica.

6. **Résistance à la traction et allongement à la rupture**

6.1 *Appareillage*

La résistance à la traction et l'allongement à la rupture sont mesurés au moyen d'un appareillage d'essai approprié.

6.2 *Eprouvette*

La longueur de l'éprouvette doit être telle qu'après serrage dans la machine d'essai, il reste une longueur libre de 200 mm entre les mors. Pour les rubans, la largeur de l'éprouvette est celle du ruban avec un maximum de 25 mm. Pour les matériaux plus larges, les éprouvettes de largeur 25 mm doivent être découpées de façon à éviter tout dommage sur les bords.

6.3 *Méthode d'essai*

Introduire l'éprouvette dans la machine de façon à appliquer la charge uniformément sur toute la largeur et de sorte que la longueur initiale d'essai soit de 200 mm. Une modification des mors peut être nécessaire pour éviter le glissement ou la rupture dans les mors.

L'éprouvette est allongée jusqu'à rupture; la charge maximale atteinte pendant l'essai et l'augmentation de la distance entre les mors au moment de la rupture sont notés quand cela est spécifié dans les feuilles de spécification particulières.

On ne tient pas compte des essais dans lesquels la rupture se produit à une distance de 25 mm, ou moins, de l'un ou l'autre des mors. On fait cinq mesures valables. Le temps qui s'écoule entre l'application de la charge et la rupture doit être de 20 ± 5 s.

6.4 *Résultats*

Les cinq résultats individuels et leur moyenne sont exprimés en newtons par centimètre de largeur. Si une délamination apparaît avant la rupture, la charge de délamination et la charge de rupture doivent être notées.

7. **Détection des particules métalliques**

A l'étude.

8. **Rigidité diélectrique**

Cet essai doit être effectué selon la Publication 243 de la CEI: Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides aux fréquences industrielles.

On utilise l'essai de claquage en montée rapide de tension, comme décrit au paragraphe 7.1 de la Publication 243 de la CEI.

A moins qu'il en soit spécifié autrement dans les feuilles de spécification de la 3^e partie, l'essai doit être effectué dans l'air à la température ambiante.

La dimension des électrodes doit être définie dans les feuilles de spécification.

On doit effectuer cinq essais.

A stack is formed consisting alternately of a steel plate 1.5mm to 2mm thick and larger in size than the mica, and a piece of rigid mica material. The vertical alignment of the mica is important. The number of layers shall be such that the total height of the mica sheet is 10mm to 15mm. The steel plate, drilled to enable a thermocouple to be inserted, is placed in the middle of the stack.

5.3 *Method of test*

A stack prepared according to Sub-clause 5.2 is placed between the plates of the press. The stack is subjected to a pressure of 6000 N/cm² for a period of 30 min at the temperature prescribed in the relevant specification sheet. The heating of the stack shall be such that the maximum temperature specified is not exceeded in any part of the stack. After this period of time, the edges of the micaceous material in the stack are carefully inspected. The presence of small droplets of the binder or a displacement of mica should be noted.

6. **Tensile breaking strength and elongation at break**

6.1 *Test apparatus*

The tensile breaking strength and the elongation at break are measured by means of a suitable testing apparatus.

6.2 *Test specimen*

The length of the test specimen shall be such that after clamping in the testing machine there remains a free length of 200mm between the jaws. For tapes, the width of the specimen is the width of the tape with a maximum of 25mm. From wider materials, test specimens with a width of 25mm shall be cut in such a way that damage to the material along the edges is avoided.

6.3 *Method of test*

Insert the test specimen into the machine so that the load is applied evenly across the width and that the initial test length is 200 mm. It may be necessary to modify the jaws in such a way that slip or break in the jaws is avoided.

The test specimen is elongated until it breaks and the maximum load during the test and the increase in the distance between the jaws at the moment of break are recorded when specified in the relevant specification sheets.

Tests in which the specimen breaks within 25mm of either jaw are discarded. Five valid measurements are made. The time from the commencement of the application of the load to the moment at which the specimen breaks shall be 20 ± 5 s.

6.4 *Results*

The five individual results and their mean are reported in newtons per centimetre width. If delamination occurs before rupture, the load at delamination and the load at rupture are to be reported.

7. **Detection of metal**

Under consideration.

8. **Electric strength**

This test shall be carried out according to IEC Publication 243, Recommended Methods of Test for Electric Strength of Solid Insulating Materials at Power Frequencies.

The breakdown test with rapidly applied voltage shall be used, as described in Sub-clause 7.1 of IEC Publication 243.

Unless otherwise specified in the specification sheets of Part 3, the test shall be performed in air at the ambient temperature.

The size of the electrodes shall be stated in the specification sheets.

Five tests shall be made.