

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Magnetic materials –

Part 13: Methods of measurement of resistivity, density and stacking factor of electrical steel strip and sheet

Matériaux magnétiques –

Partie 13: Méthodes de mesure de la résistivité, de la masse volumique et du facteur de foisonnement des bandes et tôles en acier électrique

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60404-13:2018



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2018 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, 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 either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

IEC Catalogue - webstore.iec.ch/catalogue

The stand-alone application for consulting the entire bibliographical information on IEC International Standards, Technical Specifications, Technical Reports and other documents. Available for PC, Mac OS, Android Tablets and iPad.

IEC publications search - webstore.iec.ch/advsearchform

The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing 21 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in 16 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

67 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and Definitions clause of IEC publications issued since 2002. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: sales@iec.ch.

A propos de l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC

Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Catalogue IEC - webstore.iec.ch/catalogue

Application autonome pour consulter tous les renseignements bibliographiques sur les Normes internationales, Spécifications techniques, Rapports techniques et autres documents de l'IEC. Disponible pour PC, Mac OS, tablettes Android et iPad.

Recherche de publications IEC - webstore.iec.ch/advsearchform

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne de termes électroniques et électriques. Il contient 21 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 16 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

67 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et Définitions des publications IEC parues depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: sales@iec.ch.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Magnetic materials –

Part 13: Methods of measurement of resistivity, density and stacking factor of electrical steel strip and sheet

Matériaux magnétiques –

Partie 13: Méthodes de mesure de la résistivité, de la masse volumique et du facteur de foisonnement des bandes et tôles en acier électrique

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 17.220.20; 29.030

ISBN 978-2-8322-5869-9

Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor. Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.
--

CONTENTS

FOREWORD.....	4
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 Terms and definitions	6
4 Determination of the resistivity.....	7
4.1 General.....	7
4.2 Principles of measurement.....	7
4.2.1 Method of determining ρ for an Epstein strip specimen (Method R1)	7
4.2.2 Method of determining ρ for a rectangular sheet specimen (Method R2) with supplementary remarks for strip specimen.....	8
4.2.3 Determination of thickness d	9
4.3 Test specimen	10
4.3.1 Epstein strip specimen.....	10
4.3.2 Rectangular sheet specimen.....	10
4.4 Apparatus	10
4.4.1 Common requirements for Method R1 and Method R2	10
4.4.2 Requirements for Method R1	10
4.4.3 Requirements for Method R2	11
4.5 Measuring procedure	11
4.5.1 Determination of the thickness d of the test specimen.....	11
4.5.2 Procedure with strip specimen (Method R1).....	11
4.5.3 Procedure with rectangular sheet specimen (Method R2)	11
4.6 Reproducibility	11
4.7 Test report	12
5 Determination of the density	12
5.1 General.....	12
5.2 Method based on the measurement of resistance (Method D1)	13
5.2.1 Principles of measurement	13
5.2.2 Test specimen	14
5.2.3 Measuring procedure	14
5.2.4 Reproducibility.....	15
5.3 Gas pycnometer method (Method D2).....	15
5.3.1 Principles of measurement	15
5.3.2 Test specimen	15
5.3.3 Test apparatus	15
5.3.4 Measuring procedure	15
5.3.5 Reproducibility.....	15
5.4 Test report	15
6 Determination of the stacking factor.....	16
6.1 General.....	16
6.2 Test specimen	16
6.3 Measuring procedure	16
6.4 Reproducibility	17
6.5 Test report	17
Annex A (informative) An example of the apparatus for the measurement of the resistivity using a rectangular sheet specimen (Method R2)	19

Annex B (informative) An example of the determination of density using the gas pyknometer method (Method D2)	20
B.1 Overview	20
B.2 Test specimen	20
B.3 Apparatus	21
B.4 Calibration	21
B.5 Measuring procedure	21
B.6 Repeatability	22
Annex C (informative) Calculation of density based on silicon and aluminium content (Method D4)	23
Bibliography	24
Figure 1 – Circuit for the measurement of resistance of an Epstein strip specimen (Method R1)	7
Figure 2 – Circuit for the measurement of resistance of a rectangular sheet specimen (Method R2)	8
Figure 3 – Experimental data and the regression line of the density ρ_m against the product $\rho_m \cdot \rho$ for non-oriented electrical steel sheet [6]	13
Figure 4 – Schematic diagram of stacking specimen and rams	17
Figure A.1 – Schematic cross-sectional view of the arrangement of the contact holder	19
Figure B.1 – Diagram illustrating the two-chamber pressure gas pyknometer	21
Table B.1 – Number of test discs of diameter 36 mm	20

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60404-13:2018

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

MAGNETIC MATERIALS –

Part 13: Methods of measurement of resistivity, density and stacking factor of electrical steel strip and sheet

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60404-13 has been prepared by IEC Technical Committee 68: Magnetic alloys and steels.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 1995 and constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

- a) the sequence of the density and resistivity sections is changed and the title of the document revised to reflect this;
- b) the van-der-Pauw method (Method R2) is also applicable to Epstein strip specimens;
- c) the gas pycnometer method is introduced, and the liquid immersion method and the calculation method based on the chemical composition are quoted;

- d) the requirements of the stacking factor section, such as the tolerance of the dimensions of the test specimen and the repeatability of measurement, are changed;
- e) an example of the apparatus for determination of the resistivity using a rectangular sheet, which was previously part of the main body of the text, is moved to constitute informative Annex A;
- f) an example of the determination of the density by using the gas pycnometer method is added as an informative Annex B;
- g) an example of the determination of density based on the calculation of silicon and aluminium contents is added as an informative Annex C.

The text of this International Standard is based on the following documents:

CDV	Report on voting
68/574/CDV	68/586A/RVC

Full information on the voting for the approval of this International Standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This document has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all the parts in the IEC 60404 series, under the general title *Magnetic materials*, can be found on the IEC web site.

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific document. At this date, the document will be

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

MAGNETIC MATERIALS –

Part 13: Methods of measurement of resistivity, density and stacking factor of electrical steel strip and sheet

1 Scope

This part of IEC 60404 specifies the methods used for determining the resistivity, density and stacking factor of grain-oriented and non-oriented electrical steel strip and sheet. These quantities are necessary to establish the physical characteristics of the material. Moreover, the density is necessary to allow specified values of the magnetic polarization, resistivity and stacking factor to be determined.

Since these properties are functions of temperature, the measurements will be made at an ambient temperature of $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$ except when specified in this document.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60050-121, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 121: Electromagnetism*

IEC 60050-221, *International Electrotechnical Vocabulary – Chapter 221: Magnetic materials and components*

IEC 60404-2, *Magnetic materials – Part 2: Methods of measurement of the magnetic properties of electrical steel sheet and strip by means of an Epstein frame*

IEC 60404-3, *Magnetic materials – Part 3: Methods of measurement of the magnetic properties of magnetic sheet and strip by means of a single sheet tester*

ISO 1183-3, *Plastics – Methods for determining the density of non-cellular plastics – Part 3: Gas pycnometer method*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 60050-121, IEC 60050-221 and ISO 1183-3 apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia: available at <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: available at <http://www.iso.org/obp>

4 Determination of the resistivity

4.1 General

Two methods for the determination of the resistivity of a test specimen are described in this document; Method R1 using an Epstein strip specimen, and Method R2 using a rectangular sheet specimen.

NOTE Method R2 is based on the van-der-Pauw (VDP) method [1]¹ which is based on the theory of conformal mapping of two-dimensional fields. For a body of uniform thickness and arbitrary shape, an exact mathematical formula exists for the resistivity determined from the voltage to current ratio obtained using four contacts. The formula is simplified when specimens and contact positions are highly symmetrical. Method R2 is particularly appropriate for rectangular sheet specimens.

The method of determination of the resistivity ρ , based on the measurement of the geometric dimensions of the test specimen including the thickness, can be applied to all types of material specimens. However, the method for further use to determine the density ρ_m in accordance with 5.2 is restricted to the materials as specified in 5.1.

4.2 Principles of measurement

4.2.1 Method of determining ρ for an Epstein strip specimen (Method R1)

The circuit for the measurement of the resistance of an Epstein strip specimen shall be connected as shown in Figure 1. Two electrical contacts A and B shall be arranged on either end of the shorter sides of the test specimen to supply a homogeneous current through the test specimen in the longitudinal direction. Two electrical contacts, C and D, located inside the contacts A and B shall be arranged on a longer side edge of the test specimen to measure the voltage over the length l_e . It is not necessary to remove the oxide layer or other insulating coatings because the contacts are made at the cut edges of the specimen.

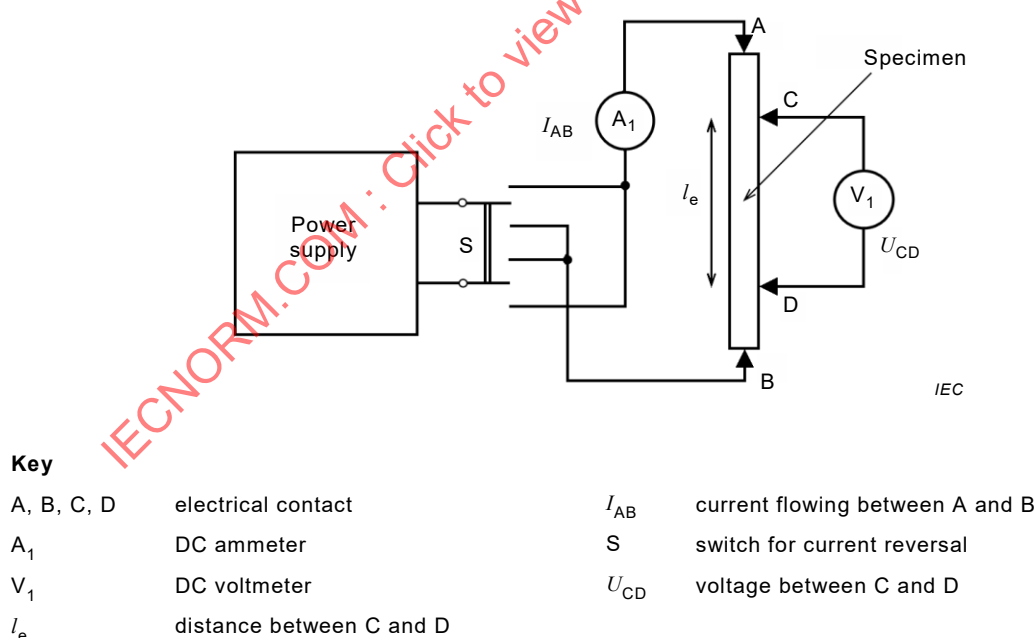


Figure 1 – Circuit for the measurement of resistance of an Epstein strip specimen (Method R1)

¹ Numbers in square brackets refer to the Bibliography.

If a current flows homogeneously through the test specimen, the resistance R of the material over the length l_e of the Epstein strip specimen shall be determined according to Ohm's law as follows:

$$R = \frac{U_{CD}}{I_{AB}} \quad (1)$$

where

R is the resistance of the material over the length l_e between the contacts C and D, in ohms;

U_{CD} is the voltage between the contacts C and D, in volts;

I_{AB} is the current flowing between the contacts A and B, in amperes.

The resistivity ρ shall be determined from the following formula:

$$\rho = \frac{R \cdot b \cdot d}{l_e} \quad (2)$$

where

ρ is the resistivity of the material of the test specimen, in ohm metres;

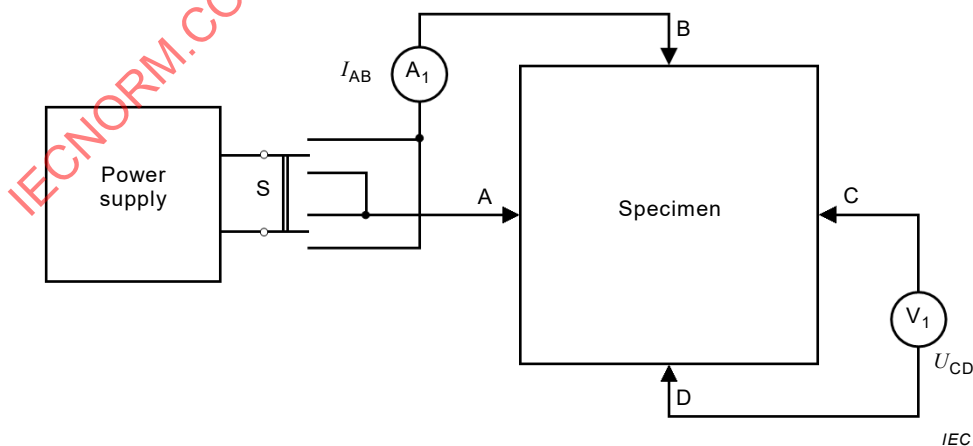
b is the width of the test specimen, in metres;

d is the thickness of the test specimen without an insulation layer, in metres;

l_e is the distance between the contacts C and D, in metres.

4.2.2 Method of determining ρ for a rectangular sheet specimen (Method R2) with supplementary remarks for strip specimen

The circuit for the measurement of the resistance of a square-shaped or rectangular sheet specimen shall be connected as shown in Figure 2. Four electrical contacts A, B, C and D shall be arranged symmetrically at the centre of each edge of the test specimen. The contacts A, B, C and D shall be as small as possible. With a current flowing through the contacts A and B, the voltage between the contacts C and D shall be measured. It is not necessary to remove oxide layer or other insulating coatings because the contacts are made at the cut edges of the specimens.



Key

A, B, C, D electrical contact

A_1 DC ammeter

V_1 DC voltmeter

I_{AB} current flowing between A and B

S switch for current reversal

U_{CD} voltage between C and D

Figure 2 – Circuit for the measurement of resistance of a rectangular sheet specimen (Method R2)

The resistance $R_{AB,CD}$ shall be calculated according to the following formula:

$$R_{AB,CD} = \frac{U_{CD}}{I_{AB}} \quad (3)$$

where

$R_{AB,CD}$ is the resistance measured between the contacts C and D, in ohms;

U_{CD} is the voltage between the contacts C and D, in volts;

I_{AB} is the current flowing between the contacts A and B, in amperes.

Correspondingly, the resistance $R_{BC,DA}$ shall be obtained from the voltage between the contacts D and A and the current flowing through the contacts B and C.

On the basis of the theory of conformal mapping of two-dimensional fields [1], for a body of uniform thickness and arbitrary shape, the following formula holds:

$$\rho = \frac{\pi \cdot d}{\ln 2} \cdot \frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} \cdot F_p \quad (4)$$

where

ρ is the resistivity of the material of the test specimen, in ohm metres;

d is the thickness of the test specimen without insulation layer, in metres;

F_p is a function of the ratio $\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}$ only.

If the ratio $\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}$ is close to unity, the function F_p becomes 1, so that it can be omitted [1]. To ensure that this ratio is close to unity, the contacts shall be arranged symmetrically at the centres of the edges of the rectangular sheet specimen as shown in Figure 2.

Method R2 can also be applied to Epstein strip specimen offering the advantage that the same base plate and contact holders (see Annex A) as for the rectangular sheet specimens can be used, in this case, to obtain a reliable result of the measurement, a certain number (e.g. > 10) of Epstein strip specimens should be tested, and the average should be taken as the result.

NOTE It has been shown that Method R2 (van der Pauw method [1]) is equivalent to Method R1, within limits which are lower than the dispersion between individual strip specimens of one grade of material [2]. The Method R2 has the advantages of versatility of specimen shape [3].

4.2.3 Determination of thickness d

4.2.3.1 General

The thickness of the test specimen d used in Formulae (2) and (4) shall be determined as specified in 4.2.3.2.

4.2.3.2 Calculating the thickness from the density ρ_m

The thickness of the test specimen d shall be calculated using the value of the density ρ_m determined as specified in 5.3, or supplied by the manufacturer. The thickness d shall be determined from the following formula:

$$d = \frac{m}{\rho_m \cdot b \cdot l} \quad (5)$$

where

- m is the mass of the test specimen, in kilograms;
- ρ_m is the density of the material of the test specimen, in kilograms per cubic metre;
- b is the width of the test specimen, in metres;
- l is the length of the test specimen, in metres.

4.3 Test specimen

4.3.1 Epstein strip specimen

The Epstein strip specimen used in Method R1 (according to 4.2.1), conforming with IEC 60404-2, shall have the following dimensions:

- width $b = 30 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$;
- length $280 \text{ mm} \leq l \leq 320 \text{ mm}$ with a tolerance of $\pm 0,5 \text{ mm}$.

4.3.2 Rectangular sheet specimen

The dimensions of the square-shaped or rectangular sheet specimen used in Method R2 (according to 4.2.2), conforming with IEC 60404-3, shall be as follows:

- width $300 \text{ mm} \leq b \leq 500 \text{ mm}$ with a tolerance of $\pm 0,5 \text{ mm}$;
- length $500 \text{ mm} \leq l \leq 610 \text{ mm}$ with a tolerance of $\pm 0,5 \text{ mm}$.

4.4 Apparatus

4.4.1 Common requirements for Method R1 and Method R2

The following equipment is required:

- according to 4.2.3.2, a calibrated balance, capable of weighing the mass of the test specimen to within $\pm 0,1 \%$;
- a power supply consisting of a stable low voltage DC current source capable of supplying a current of the order 1 A to 10 A (unless a four-terminal ohm meter is used, as specified in 4.5.2 and 4.5.3);
- a resistance measuring device (e.g. ammeter and voltmeter of accuracy $\pm 0,1 \%$ or better, or a Kelvin bridge or a four-terminal ohm meter of corresponding accuracy) capable of measuring the resistance R of the test specimen to within $\pm 1 \%$;
- a jig for making contact with the test specimen (as specified in 4.4.2 and 4.4.3) and, between the contacts, a supporting flat plate smaller than the test specimen (on sides where contacts are arranged) but not by more than 5 mm (10 mm for rectangular sheet specimens) on each side. The thickness of the support shall allow the contacts to touch the specimen lying on the support.

4.4.2 Requirements for Method R1

The apparatus for making electrical contact with the strip specimen employs four contacts: two voltage contacts (tips) are mounted on a removable bridge and two current contacts are fixed to the base plate. The four contacts shall be arranged so that the two voltage contacts C and D lie on a longer edge of the strip between the current contacts A and B (see Figure 1). The current contacts shall be arranged symmetrically in the centre of each of the shorter edges of the strip within $\pm 0,5 \text{ mm}$. The two voltage contacts shall have a relatively sharp edge (e.g. with a radius of curvature of 1 mm). The distance l_e between the voltage contacts C and D shall exceed 200 mm. The minimum distance between the voltage contacts and the current contacts shall be not less than the width of the test specimen (the distance l_e between the tips shall be determined within $\pm 0,5 \text{ mm}$, see Figure 1).

4.4.3 Requirements for Method R2

Four contacts with a relatively sharp edge (e.g. with a radius of curvature of 1 mm) shall each be mounted on a holder which is fixed to the base plate. The contacts shall be arranged symmetrically in the centre of each edge of the specimen, within ± 1 mm (or $\pm 0,5$ mm for an Epstein strip specimen) (see Figure 2).

NOTE 1 Annex A gives an example of the apparatus for Method R2.

NOTE 2 Other modes such as soldering electrical wires to the test specimen at the points A, B, C and D of the rectangular test specimen (see Figure 2) can be used to provide good electrical contact.

4.5 Measuring procedure

4.5.1 Determination of the thickness d of the test specimen

The thickness d of the test specimen shall be determined as specified in 4.2.3.2. The length l and width b of the test specimen shall be determined using the required length measuring device, and the mass m of the test specimen shall be determined using the required balance.

4.5.2 Procedure with strip specimen (Method R1)

The circuit connections shall be made as shown in Figure 1. A current I_{AB} having a value between 1 A and 5 A that depends on the thickness and properties of the material and that is sufficient to give a value of the voltage U_{CD} of the specified accuracy shall be passed through the test specimen. If a four-terminal ohm meter having the required measurement accuracy is used, a lower value of the current is permitted. The values of the voltage U_{CD} and the current I_{AB} shall be recorded except when using a four-terminal ohm meter or a Kelvin bridge to measure resistance directly. To reduce contributions from thermal voltages, the current shall then be reversed and set to the same value, the value of the voltage U_{CD} recorded and the average of the two readings calculated.

The resistance R shall then be calculated using Formula (1) except when using a four-terminal ohm meter or a Kelvin bridge to measure resistance directly.

The resistivity ρ shall be calculated using Formula (2) combined with Formula (5).

4.5.3 Procedure with rectangular sheet specimen (Method R2)

The circuit connections shall be made as shown in Figure 2. A current having a value between 2 A and 10 A, that is sufficient to give a reading of the voltage U_{CD} to the specified accuracy, shall be passed via the contacts A and B through the test specimen. If a four-terminal ohm meter having the required measurement accuracy is used, a lower value of the electric current is permitted. The values of the voltage, U_{CD} , and the current, I_{AB} , shall be recorded except when using a four-terminal ohm meter or a Kelvin bridge to measure resistance directly. To reduce contributions from thermal voltages, the current shall then be reversed and set to the same value, the value of the voltage U_{CD} recorded, and the average of the two readings calculated.

The resistance $R_{AB,CD}$ shall then be calculated using Formula (3) except when using a four-terminal ohm meter or a Kelvin bridge to measure resistance directly. Correspondingly, the resistance $R_{BC,DA}$ shall be measured following the same procedure.

The resistivity ρ shall be calculated using Formula (4) combined with Formula (5).

4.6 Reproducibility

According to comparing experiments [3], the reproducibility of the methods for the determination of the resistivity in accordance with Clause 4 is characterized by a relative standard deviation of 0,5 %.

4.7 Test report

The test report shall refer to this document and include the following information, as applicable:

- a) all details necessary for complete identification of the specimens, such as the type or grade of material, nominal thickness;
- b) the width b , and the length l of the test specimen, in metres;
- c) the mass m of the test specimen, in kilograms;
- d) the test method adopted (if Method R2 is used with Epstein strip specimen, number of specimens should be indicated);
- e) the ambient temperature at which the measurement was made, in Celsius;
- f) the test result of resistivity ρ , in ohm metres, rounded to the nearest $0,1 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$.

5 Determination of the density

5.1 General

The following four methods for the determination of the density are described in this document:

- Method D1, based on measurement of the resistivity using a specimen strip or using a rectangular sheet specimen;
- Method D2, gas pycnometer method according to ISO 1183-3. This is a fundamental method;
- Method D3, liquid immersion method according to ISO 1183-1:2012 [4] and ISO 2738:1999 [5];
- Method D4, theoretical calculation method based on chemical composition of the specimen, as given in Annex C.

Method D1 is an indirect measurement method based on Methods R1 and R2 of Clause 4 on resistivity determination. Method D1 as specified in 5.2 is applicable only to non-oriented electrical steel with the following range of chemical compositions:

- silicon: $C_{Si} \leq 4 \%$;
- aluminium: $0,17 C_{Si} - 0,28 \leq C_{Al} \leq 0,17 C_{Si} + 0,28$ and $C_{Al} \geq 0$;
- total of other alloy constituents: $C_{res} \leq 0,4 \%$,

where

C_{Si} is the mass fraction of silicon, in percentage;

C_{Al} is the mass fraction of aluminium, in percentage;

C_{res} is the mass fraction of total alloy constituents other than silicon and aluminium, in percentage.

If the chemical composition is not known, it shall be verified before using this indirect method. Generally, the chemical composition of electrical steel is left to the discretion of the manufacturer.

Method D2 is a direct measurement method as specified in 5.3 and applicable for grain-oriented and non-oriented electrical steel.

Method D3 is a direct measurement method called the liquid immersion method, according to ISO 1183-1:2012 [4] and ISO 2738:1999 [5].

NOTE 1 For the determination of the density, the liquid immersion method was earlier considered to be a fundamental method for use in cases of arbitration. However, experience has shown that this method is difficult to use in the case of sheet specimens of electrical steel with a relatively large surface area because of the influence of residual air bubbles adhering to the surface which are not easily removed. In contrast, the gas pycnometer

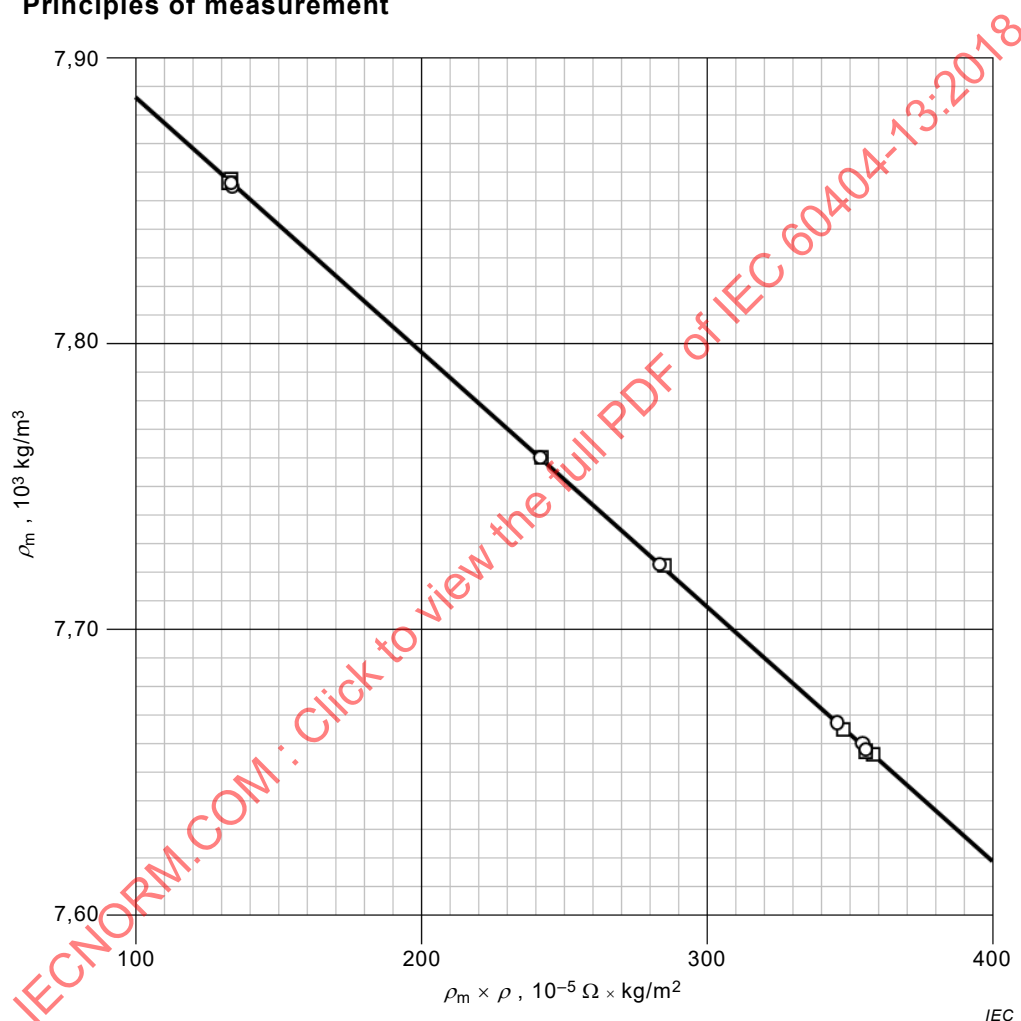
method according to ISO 1183-3 is more practical and can lead to higher accuracy for sheet specimens of electrical steel.

Method D4 is an indirect measurement method based on the theoretical calculation of the chemical composition of the test specimen, which should be used by agreement between the parties concerned. An example of the calculation of the density, through consideration of the silicon and aluminium content, is given in Annex C.

NOTE 2 Manufacturers can determine the density of material by the testing of thicker specimens where it is easier to determine the volume by dimensional measurement during the manufacturing process of the material.

5.2 Method based on the measurement of resistance (Method D1)

5.2.1 Principles of measurement



Key

Symbols ○ and ◻ are for resistivity Method R1 and Method R2 respectively. See [6] for details.

Figure 3 – Experimental data and the regression line of the density ρ_m against the product $\rho_m \cdot \rho$ for non-oriented electrical steel sheet [6]

In the case of materials specified in 5.1 for Method D1, experience has shown that the relationship between the density ρ_m and the product of density and resistivity $\rho_m \cdot \rho$ is a simple, almost linear one [6], as shown in Figure 3. Thus, it is possible to determine the density of the material by the determination of the product $\rho_m \cdot \rho$, based on the measurement of the resistance, mass and geometrical dimensions of the test specimen.

NOTE 1 Both the density ρ_m and the resistivity ρ are functions of the silicon and aluminium content.

The linear function as shown in Figure 3, obtained by linear regression from experimental data [6], follows the empirical relation:

$$\rho_m = 7\,975 - 89\,000 \times (\rho_m \cdot \rho) \quad (6)$$

where

$\rho_m \cdot \rho$ is the value of the product of density and resistivity of the test specimen, in ohm kilograms per square meter.

NOTE 2 This relationship has been established by careful and statistical application of the liquid immersion method [6] taking the usual impurities of non-oriented material into account. The product $\rho_m \cdot \rho$ for the two different types of test specimen used for the Epstein frame (Method R1) and the rectangular sheet test method (Method R2) are determined in accordance with Clause 4.

5.2.2 Test specimen

5.2.2.1 Epstein strip specimen

In the case of using an Epstein strip specimen as specified in 4.2.1, the relationship between the product $\rho_m \cdot \rho$ and the resistance R of the test specimen is given in Formula (7) deduced from Formulae (2) and (5):

$$\rho_m \cdot \rho = \frac{R \cdot m}{l_e \cdot l} \quad (7)$$

Then the value of the density ρ_m shall be calculated as follows, deduced from Formulae (6) and (7):

$$\rho_m = 7\,975 - 89\,000 \times \frac{m}{l_e \cdot l} \cdot R \quad (8)$$

5.2.2.2 Rectangular sheet specimen

In the case of using a square-shaped or rectangular sheet specimens as specified in 4.2.2, the relationship between the product $\rho_m \cdot \rho$ and the resistance R of the test specimen is given in Formula (9) deduced from Formulae (4) and (5), with $F_p = 1$:

$$\rho_m \cdot \rho = \frac{\pi \cdot m}{l \cdot b \cdot \ln 2} \cdot \frac{R_{AB, CD} + R_{BC, DA}}{2} \quad (9)$$

Then the value of the density ρ_m shall be calculated as follows, deduced from Formulae (6) and (9):

$$\rho_m = 7\,975 - 89\,000 \times \frac{\pi \cdot m}{l \cdot b \cdot \ln 2} \cdot \frac{R_{AB, CD} + R_{BC, DA}}{2} \quad (10)$$

5.2.3 Measuring procedure

When using an Epstein strip specimen, the resistance R shall be measured as specified in 4.5.2. The value of ρ_m shall be calculated using Formula (8). It can also be read from Figure 3 with the value of the product $\rho_m \cdot \rho$ determined from Formula (7).

When using a rectangular sheet specimen (or Epstein strip specimen), the resistance $R_{AB, CD}$ and $R_{BC, DA}$ shall be measured as specified in 4.5.3. The value of ρ_m shall be calculated using Formula (10). It can also be read from Figure 3 with the value of the product $\rho_m \cdot \rho$ determined from Formula (9).

5.2.4 Reproducibility

The reproducibility of the method, based on the product $\rho_m \cdot \rho$ in accordance with 5.2.1, is estimated to be characterized by a relative standard deviation of the density of 1,0 %.

5.3 Gas pyknometer method (Method D2)

5.3.1 Principles of measurement

The gas pyknometer method is to determine the volume (and thus the density) of solids as specified in ISO 1183-3.

NOTE The gas pyknometer is not a particular method for magnetic materials but is widely used in industry to determine the volume of regular or irregular forms of materials, such as porous, powdered or granular solids.

5.3.2 Test specimen

It is necessary to remove all the oxide or other insulating coating on the test specimen by grinding or by means of an alternative suitable physical or chemical method.

The test specimen should be cut or punched to a shape convenient for the size of the pyknometer cell used.

In order to obtain a better accuracy of measurement, the amount of the specimen selected should be the optimum for the pyknometer cell used. The mass of the test specimen should not be less than 200 g.

Before starting measurements, the test specimen should be free from any grease or rust. Where pre-treatment is required, care should be taken to avoid any pollution which could influence the measurement of the density of the test specimen. If the test specimen is heated in order to dry it after treatment, it should be left to cool to ambient temperature before the measurement of density is performed.

5.3.3 Test apparatus

The apparatus required to determine the volume (and thus the density) of a specimen of electrical steel sheet should be as specified in ISO 1183-3.

5.3.4 Measuring procedure

The measuring procedure shall include the specimen preparation according to 5.3.2 and follow the instructions as specified in ISO 1183-3.

Annex B gives an example of the determination of the density for a specimen of electrical steel by the gas pyknometer method.

5.3.5 Reproducibility

The reproducibility of the gas pyknometer method in accordance with 5.3 can be expected to be better than approximately 0,2 % as specified in ISO 1183-3.

5.4 Test report

The test report shall refer to this document and include the following information, as applicable:

- a) all details necessary for the complete identification of the specimens, such as the type or grade of material, nominal thickness;
- b) the description of the test specimen used for the gas pyknometer method, such as form, amount, etc.;

- c) the width b , the length l of the test specimen used for the methods based on the measurement of resistance, in metres;
- d) the mass m of the test specimen, in kilograms;
- e) the test method adopted;
- f) the ambient temperature at which the measurement was made, in Celsius;
- g) the test result of density ρ_m , in kilograms per cubic metre, rounded to the nearest 10 kg/m³, or in kilograms per cubic decimetre, rounded to the nearest 0,01 kg/dm³.

6 Determination of the stacking factor

6.1 General

The method of determination of the stacking factor may be applied to all types of sheet material.

6.2 Test specimen

The test specimen shall comprise a sufficient number of strips of identical size to give a stack of minimum height 6 mm, at least 16 strips for non-oriented materials and at least 24 strips for grain-oriented materials. In the case of a dispute, the test shall be made with 100 strips.

The strips shall be cut by a method which will not produce excessive burrs on the edges that cause deterioration of the stacking factor. If there are excessive burrs on the edges, they should be removed using an appropriate technique. The strips shall have a width of at least 20 mm and a surface area of at least 5 000 mm², within tolerances of $\pm 0,2$ mm for width and $\pm 0,5$ mm for length.

It is recommended to use the Epstein strip specimen in accordance with IEC 60404-2.

6.3 Measuring procedure

The test strips shall be weighed with an accuracy of $\pm 0,1$ % or better. Their mean length and width shall be measured with an accuracy of $\pm 0,2$ % and $\pm 0,7$ % respectively, or better, except when Epstein strip specimens are used which meet the requirements of IEC 60404-2.

The strips are stacked and placed between the rams of a press, see Figure 4. The surface area of the rams shall be sufficient to cover completely the stack of strips that is subjected to pressure. By special agreement, the determination of stacking factor may be made with rams smaller than the size of the strips but not less than 25 mm $\times$ 12 mm. In this case, it is not necessary to deburr the test specimens.

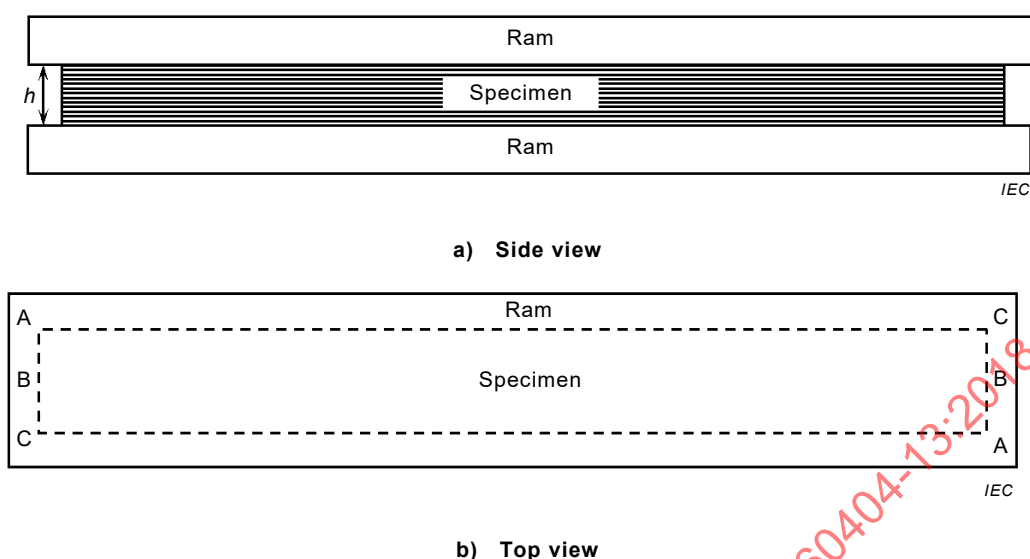


Figure 4 – Schematic diagram of stacking specimen and rams

With a pressure of $(1,00 \pm 0,05)$ N/mm² applied uniformly to the stack, the distance h between the rams shall be measured with an accuracy of $\pm 0,3$ % or better on the symmetrical positions next to the four edges of the stack. If this is not possible, the two symmetrical positions next to the centre of the two shorter sides (B in Figure 4) or next to the diagonal points (A or C in Figure 4) of the stack should be used.

If there is difficulty in achieving the specified accuracy for the measurement of the distance between the rams, the height of the stack should be increased.

The stacking factor f is calculated according to the formula:

$$f = \frac{m}{\rho_m \cdot h \cdot b \cdot l} \quad (11)$$

where

- f is the stacking factor;
- m is the total mass of the test specimen, in kilograms;
- ρ_m is the density of the test specimen, in kilograms per cubic metre;
- h is the height of the stack, in metres;
- b is the mean width of the test specimen, in metres;
- l is the mean length of the test specimen, in metres.

6.4 Reproducibility

The reproducibility of the stacking factor test method in accordance with Clause 6 is estimated to be characterized by a relative standard deviation of 0,5 %.

6.5 Test report

The test report shall refer to this document and include the following information, as applicable:

- a) all details necessary for the complete identification of the specimens, such as the type or grade of material, nominal thickness, and the type of coating, if any;

- b) the mean value of the width b and the length l of the test specimen, in metres;
- c) the mass m of the test specimen, in kilograms;
- d) the height of the stack h , in metres;
- e) the ambient temperature at which the measurement was made, in Celsius;
- f) the test result of stacking factor f , rounded to the nearest 0,005, or as a percentage, rounded to the nearest 0,5 %.

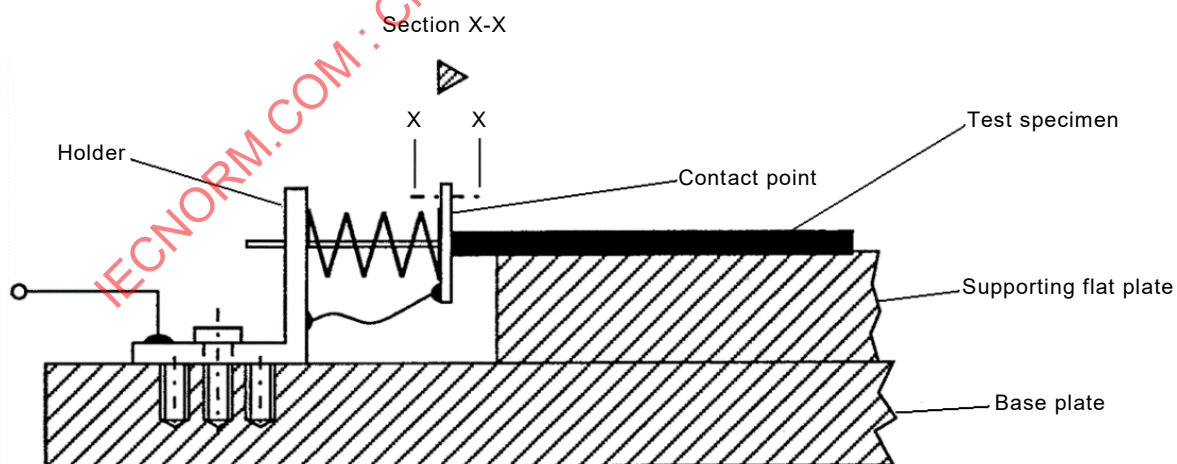
IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60404-13:2018

Annex A (informative)

An example of the apparatus for the measurement of the resistivity using a rectangular sheet specimen (Method R2)

This Annex A describes an example of the apparatus as specified in 4.4.3 for the measurement of the resistivity using a rectangular sheet specimen (Method R2). This configuration is used for making electrical contact with the test specimen and uses four contact points, each with a relatively sharp edge (e.g. with a radius of curvature of 1 mm). Each of these contact points is mounted on a holder which is fixed to the base plate (see Figure A.1). The contact points are arranged symmetrically within ± 1 mm with respect to the test specimen axes. If they are applied to Epstein strip specimen, the symmetry of the contact points at the small edge of the specimen should be within $\pm 0,5$ mm. Between the contact points, there is a supporting flat plate which is smaller than the test specimen – on sides where contacts are arranged – but by not more than 10 mm on each side (5 mm for Epstein strip specimen). The thickness of the support allows the contact points to touch the test specimen lying on the support (see Figure A.1).

The position of one pair of these contacts, arranged opposite each other, can be changed in such a way that the distance between them can be changed but they remain symmetrical within ± 1 mm ($\pm 0,5$ mm for small edge of Epstein strip specimen) with respect to the axis between the other two contacts. This allows for the varying length of the test specimen, which might possibly involve the need to vary the size of the supporting plate. Tapped holes at different points or adjustment slots enable the contact holders to be placed in different positions. The contacts are elastically pressed against the test specimen with the help of springs. The edge of the contacts is perpendicular to the test specimen's edges. This can be achieved by means of a small contact block which can slide relative to its holder and which is pressed against the test specimen by a spring placed between the holder and the contact block. The movable contacts are connected to the holder, or a plug-in socket on it, by means of a flexible conductor welded to both (see Figure A.1).



IEC

Figure A.1 – Schematic cross-sectional view of the arrangement
of the contact holder

Annex B (informative)

An example of the determination of density using the gas pycnometer method (Method D2)

B.1 Overview

This Annex B describes an example of determining the density of electrical steel by a two-chamber pressure-type pycnometer (gas expansion pycnometer). As the physical structure of the material of electrical steel can change with temperature, the density deduced from the volume of the test specimen is also temperature dependent. All the requirements of 5.3 must be met, and some other details and specific points presented in this Annex B should be considered.

B.2 Test specimen

It is preferable that the test specimen is punched to a form of disc with the size and number of discs depending on the pycnometer cell used. For example, when a pycnometer measurement cell of 50 mm diameter and 75 mm length is used, the number of discs with a diameter of 36 mm may be considered as shown in Table B.1 for a total mass of not less than 200 g:

Table B.1 – Number of test discs of diameter 36 mm

Thickness mm	Number of discs	
	Approximately 200 g	Approximately 500 g
0,23	120	290
0,27	100	240
0,30	90	220
0,35	80	190
0,50	55	130
0,65	40	100

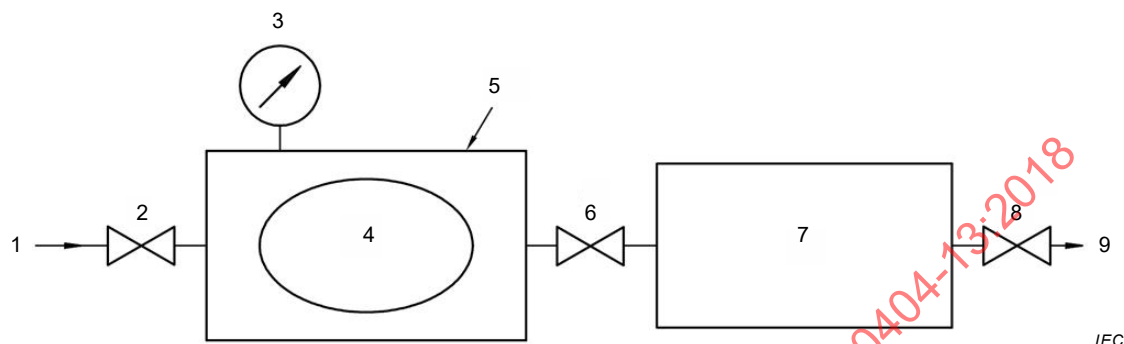
For the removal of the coating from the test specimen, it is preferable to use a chemical solvent. For example:

- soak the test specimen in a solution of ferric trichloride (FeCl_3) at ambient temperature for several hours, or,
- soak the test specimen in a boiling solution of sodium hydroxide (NaOH) more than 50 % in content for about 10 min, then immerse the test specimens directly in high purity hydrochloric acid (HCl) at ambient temperature for approximately 30 s;
- rinse the test specimen successively in tap water, distilled or deionised water and acetone; alternatively, rinse the test specimen in tap water and wipe dry with a clean towel or bibulous paper and remove residual vapour from the surface of the test specimen with a cool air dryer;
- handle the test specimen with forceps or with a magnet of appropriate size, as touching with the fingers may influence the test results.

NOTE The text above may involve hazardous materials, operations and equipment. This document does not purport to address all of the safety issues associated with its use. It is the responsibility of the user of this document to establish the appropriate health and safety practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to its use.

B.3 Apparatus

The apparatus is comprised of two inter-connected cells, a measurement cell (volume V_{meas}) and an expansion cell (volume V_{exp}), valves for the gas inlet and outlet, and a valve connecting the two cells, as shown in Figure B.1. The measurement cell provides a removable gas-tight lid and the expansion cell is of a fixed internal volume known via calibration. A pressure sensor, usually a transducer, is connected to the measurement cell.



Key

1	Gas inlet	4	Test specimen	7	Expansion cell
2	Gas inlet valve	5	Measurement cell	8	Gas outlet valve
3	Pressure sensor	6	Connecting valve	9	Gas outlet

Figure B.1 – Diagram illustrating the two-chamber pressure gas pycnometer

B.4 Calibration

Before starting the test procedure, the pycnometer is calibrated according to the manufacturer's instructions with a reference material of known volume or density, which is traceable to national and international measurement standards. In the determination of density, the calibration for the balance should also be considered.

NOTE Stainless steel volume spheres are commonly used as a reference material for pycnometer calibration.

By calibration, the volume V_{meas} and volume V_{exp} of the pycnometer can be determined in accordance with ISO 1183-3.

B.5 Measuring procedure

Firstly, the mass of the test specimen (e.g. a stack of discs) m is determined by a balance with an uncertainty of $\pm 0,1$ mg or better.

After introducing the test specimens (e.g. a stack of discs) into the measurement cell, the apparatus is purged by opening all the valves and sweeping both cells with gas, leaving the two cells full of gas at atmospheric pressure. The readout of the pressure sensor is then set to zero. Gases of low affinity for adsorption onto the surface of the test specimen are preferentially used; it is recommended to use helium or nitrogen.

Then, the valves represented on Figure B.1 are as follows: valves (6) and (8) are closed. By opening valve (2), gas is allowed to flow into the measurement cell until the desired pressure P_1 is reached, e.g. 120 kPa. Then valve (2) is closed, valve (6) opened and the resulting equilibrium pressure P_2 measured.

The volume of the test specimen at temperature T is given by the following formula:

$$V_T = V_{\text{meas}} - \frac{V_{\text{exp}}}{\frac{P_1}{P_2} - 1} \quad (\text{B.1})$$

where

V_T is the volume of the test specimen at temperature T , in cubic metres;

V_{meas} is the volume of the measurement cell, in cubic metres;

V_{exp} is the volume of the expansion cell of the pycnometer, in cubic metres;

P_1 is the pressure in the pycnometer containing the test specimen before expansion into the expansion cell, in kilopascals;

P_2 is the pressure in the pycnometer containing the test specimen after expansion into the expansion cell, in kilopascals.

Thus, the density can be calculated by dividing the mass of the test specimen by its volume:

$$\rho_m = \frac{m}{V_T} \quad (\text{B.2})$$

where

ρ_m is the density of the test specimen, in kilograms per cubic metre;

m is the mass of the test specimen, in kilograms;

V_T is the volume of the test specimen at temperature T , in cubic metres.

B.6 Repeatability

The use of helium or nitrogen often shows no measurable difference in test results. In ideal conditions, the repeatability limit of the test can be expected to be better than approximately 0,2 %.

Annex C (informative)

Calculation of density based on silicon and aluminium content (Method D4)

The following formula, which is in accordance with ASTM A34/A34M-06 (2012) [7], can be used for the calculation of density values:

$$\rho_m = 7\,865 - 65 \times (C_{Si} + 1,7 \times C_{Al}) \quad (C.1)$$

where

- ρ_m is the density, in kilogram per cubic metres;
 C_{Si} is the mass fraction of silicon, in percentage;
 C_{Al} is the mass fraction of aluminium, in percentage.

NOTE 1 The chemical composition of the electrical steel is left to the discretion of the manufacturer.

NOTE 2 Actual materials can contain not only silicon and aluminium. Therefore, Formula (C.1) is not always applicable.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60404-13:2018

Bibliography

- [1] VAN DER PAUW, L.J. *A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape*. Philips Res. Repts. 13 (1958), p. 1-9
- [2] SIEVERT, J. *The determination of the density of magnetic sheet steel using strip and sheet samples*. J. Magn. Magn. Mater, vol 133 (1994), p. 390-392
- [3] HOU, R., SIEVERT, J., HE, J. and LIN, A. *Comparison of resistivity measurements on electrical steel plates and strips using the traditional 4-terminal method and the van-der-Pauw (VDP) method*. 14th Int. Workshop on one- and two-dimensional measurement and testing, Tianjin (China), Oct. 2016, paper PE04, submitted for publication in JAEM, 2017
- [4] ISO 1183-1:2012, *Plastics – Methods for determining the density of non-cellular plastics – Part 1: Immersion method, liquid pycnometer method and titration method*
- [5] ISO 2738:1999, *Sintered metal materials, excluding hardmetals – Permeable sintered metal materials – Determination of density, oil content and open porosity*
- [6] SCHMIDT, K.H. and HUNEUS, H. *Determination of the density of electrical steel made from iron-silicon alloys with small aluminum content*. Techn. Messen 48 (1981), p. 375-379
- [7] ASTM A34/A34M-06 (2012), *Standard Practice for Sampling and Procurement Testing of Magnetic Materials*

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60404-13:2018

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60404-13:2018

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	28
1 Domaine d'application	30
2 Références normatives	30
3 Termes et définitions	30
4 Détermination de la résistivité	31
4.1 Généralités	31
4.2 Principes de mesure	31
4.2.1 Méthode pour déterminer ρ dans une bande Epstein (Méthode R1)	31
4.2.2 Méthode pour déterminer ρ pour une tôle rectangulaire (Méthode R2) avec des remarques supplémentaires pour les bandes	32
4.2.3 Détermination de l'épaisseur d	33
4.3 Epreuve d'essai	34
4.3.1 Bande Epstein	34
4.3.2 Tôle rectangulaire	34
4.4 Appareillage	34
4.4.1 Exigences communes à la Méthode R1 et à la Méthode R2	34
4.4.2 Exigences de la Méthode R1	34
4.4.3 Exigences de la Méthode R2	35
4.5 Procédure de mesure	35
4.5.1 Détermination de l'épaisseur d de l'épreuve d'essai	35
4.5.2 Procédure avec une bande (Méthode R1)	35
4.5.3 Procédure avec une tôle rectangulaire (Méthode R2)	35
4.6 Reproductibilité	36
4.7 Rapport d'essai	36
5 Détermination de la masse volumique	36
5.1 Généralités	36
5.2 Méthode basée sur la mesure de la résistance (Méthode D1)	37
5.2.1 Principes de mesure	37
5.2.2 Epreuve d'essai	38
5.2.3 Procédure de mesure	39
5.2.4 Reproductibilité	39
5.3 Méthode utilisant un pycnomètre à gaz (Méthode D2)	39
5.3.1 Principes de mesure	39
5.3.2 Epreuve d'essai	39
5.3.3 Appareillage d'essai	39
5.3.4 Procédure de mesure	39
5.3.5 Reproductibilité	40
5.4 Rapport d'essai	40
6 Détermination du facteur de foisonnement	40
6.1 Généralités	40
6.2 Epreuve d'essai	40
6.3 Procédure de mesure	40
6.4 Reproductibilité	41
6.5 Rapport d'essai	41
Annexe A (informative) Exemple d'appareillage pour la mesure de la résistivité sur une épreuve de tôle rectangulaire (Méthode R2)	43

Annexe B (informative) Exemple de détermination de la masse volumique par la méthode utilisant un pycnomètre à gaz (Méthode D2)	44
B.1 Vue d'ensemble	44
B.2 Eprouvette d'essai	44
B.3 Appareillage.....	45
B.4 Etalonnage	45
B.5 Procédure de mesure.....	45
B.6 Répétabilité	46
Annexe C (informative) Calcul de la masse volumique à partir de la teneur en silicium et en aluminium (Méthode D4).....	47
Bibliographie.....	48
Figure 1 – Circuit de mesure de la résistance d'une bande Epstein (Méthode R1).....	31
Figure 2 – Circuit de mesure de la résistance d'une tôle rectangulaire (Méthode R2).....	32
Figure 3 – Données expérimentales et ligne de régression de la masse volumique ρ_m en fonction du produit $\rho_m \cdot \rho$ pour une tôle d'acier électrique à grains non orientés [6]	37
Figure 4 – Schéma de l'empilage des bandes et des mâchoires.....	41
Figure A.1 – Schéma en coupe du montage du porte-contact.....	43
Figure B.1 – Schéma représentant le pycnomètre à gaz à deux chambres sous pression.....	45
Tableau B.1 – Nombre d'éprouvettes circulaires de 36 mm de diamètre.....	44

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MATÉRIAUX MAGNÉTIQUES –

Partie 13: Méthodes de mesure de la résistivité, de la masse volumique et du facteur de foisonnement des bandes et tôles en acier électrique

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 60404-13 a été établie par le comité d'études 68 de l'IEC: Matériaux magnétiques tels qu'alliages et aciers.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 1995, dont elle constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente:

- a) l'ordre des articles traitant de la masse volumique et de la résistivité a été modifié, ce qui a nécessité une révision du titre du document afin de refléter ce changement;
- b) la méthode Van der Pauw (Méthode R2) est également applicable aux bandes Epstein;

- c) la méthode utilisant un pycnomètre à gaz a été introduite, et la méthode en milieu liquide ainsi que la méthode de calcul basée sur la composition chimique sont citées;
- d) les exigences de l'article traitant du facteur de foisonnement, comme la tolérance concernant les dimensions de l'éprouvette d'essai et la répétabilité des mesures, ont été modifiées;
- e) un exemple de l'appareillage utilisé pour la détermination de la résistivité sur tôle rectangulaire, qui était intégré au corps du document dans l'édition précédente, a été déplacé pour former l'Annexe A informative;
- f) un exemple de détermination de la masse volumique par la méthode utilisant un pycnomètre à gaz a été ajouté à l'Annexe B informative;
- g) un exemple de détermination de la masse volumique par le calcul des teneurs en silicium et en aluminium a été ajouté à l'Annexe C informative.

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants:

CDV	Rapport de vote
68/574/CDV	68/586A/RVC

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette Norme internationale.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 60404, publiées sous le titre général *Matériaux magnétiques*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives au document recherché. A cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

MATÉRIAUX MAGNÉTIQUES –

Partie 13: Méthodes de mesure de la résistivité, de la masse volumique et du facteur de foisonnement des bandes et tôles en acier électrique

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 60404 spécifie les méthodes utilisées pour déterminer la résistivité, la masse volumique et le facteur de foisonnement des bandes et tôles en acier électrique à grains orientés et à grains non orientés. Ces grandeurs sont nécessaires pour établir les caractéristiques physiques du matériau. De plus, la masse volumique est nécessaire pour déterminer les valeurs spécifiées pour la polarisation magnétique, la résistivité et le facteur de foisonnement.

Comme ces propriétés dépendent de la température, les mesures seront prises à une température ambiante de (23 ± 5) °C sauf spécification contraire dans le présent document.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 60050-121, *Vocabulaire électrotechnique international – Partie 121: Electromagnétisme*

IEC 60050-221, *Vocabulaire électrotechnique international – Partie 221: Matériaux et composants magnétiques*

IEC 60404-2, *Matériaux magnétiques – Partie 2: Méthodes de mesure des propriétés magnétiques des tôles et bandes magnétiques au moyen d'un cadre Epstein*

IEC 60404-3, *Matériaux magnétiques – Partie 3: Méthodes de mesure des caractéristiques magnétiques des tôles et feuillards magnétiques à l'aide de l'essai sur tôle unique*

ISO 1183-3, *Plastiques – Méthodes pour déterminer la masse volumique des plastiques non alvéolaires – Partie 3: Méthode utilisant un pycnomètre à gaz*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'IEC 60050-121, de l'IEC 60050-221 et de l'ISO 1183-3 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

4 Détermination de la résistivité

4.1 Généralités

Dans le présent document, deux méthodes de détermination de la résistivité d'une éprouvette d'essai sont décrites: la Méthode R1 qui utilise une bande Epstein et la Méthode R2 qui utilise une tôle rectangulaire.

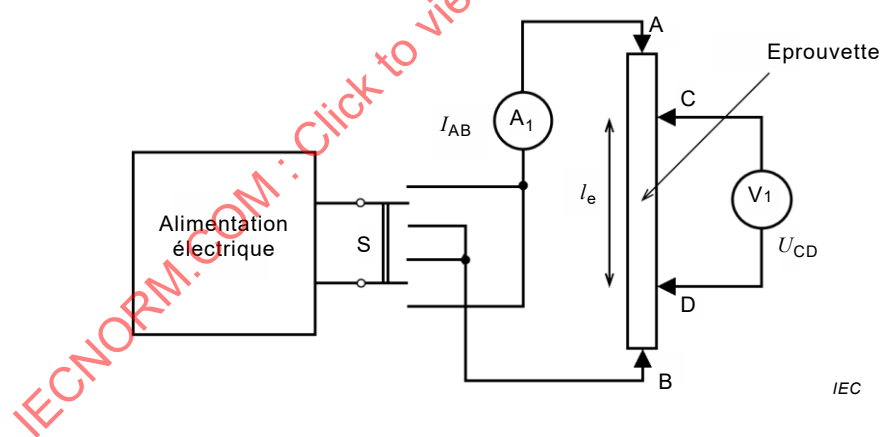
NOTE La Méthode R2 s'appuie sur la méthode Van der Pauw (VDP) [1]¹ qui utilise la théorie de la projection conforme des champs en deux dimensions. Pour un corps dont l'épaisseur est homogène et la forme arbitraire, il existe une formule mathématique exacte pour déterminer la résistivité à partir du rapport tension-courant obtenu à l'aide de quatre contacts. La formule est simplifiée lorsque les éprouvettes et la position des contacts sont très symétriques. La Méthode R2 est particulièrement appropriée pour les tôles rectangulaires.

La méthode de détermination de la résistivité ρ à partir des mesures des dimensions géométriques de l'éprouvette d'essai, notamment l'épaisseur, peut s'appliquer à tous les types d'éprouvettes. En revanche, l'utilisation plus approfondie de la méthode pour déterminer la masse volumique ρ_m selon 5.2 est restreinte aux matériaux spécifiés en 5.1.

4.2 Principes de mesure

4.2.1 Méthode pour déterminer ρ dans une bande Epstein (Méthode R1)

Le circuit de mesure de la résistance de l'éprouvette pour une bande Epstein doit être connecté comme représenté sur la Figure 1. Deux contacts électriques A et B doivent être disposés sur chacune des arêtes les plus courtes de l'éprouvette d'essai afin de fournir un courant homogène à travers l'éprouvette d'essai, dans le sens longitudinal. Deux contacts électriques C et D situés entre les contacts A et B doivent être disposés sur l'une des arêtes les plus longues de l'éprouvette d'essai afin de mesurer la tension sur la longueur l_e . Il n'est pas nécessaire d'éliminer la couche d'oxyde ou tout autre revêtement isolant, car les contacts sont établis sur les arêtes découpées de l'éprouvette.



Légende

A, B, C, D	contact électrique	I_{AB}	courant circulant entre A et B
A_1	ampèremètre à courant continu	S	commutateur pour l'inversion du sens du courant
V_1	voltmètre à courant continu	U_{CD}	tension entre C et D
l_e	distance entre C et D		

Figure 1 – Circuit de mesure de la résistance d'une bande Epstein (Méthode R1)

¹ Les chiffres entre crochets renvoient à la Bibliographie.

Si la circulation du courant est homogène dans toute l'éprouvette d'essai, la résistance R du matériau sur la longueur l_e de la bande Epstein doit être déterminée selon la loi d'Ohm de la manière suivante:

$$R = \frac{U_{CD}}{I_{AB}} \quad (1)$$

où

R est la résistance du matériau sur la longueur l_e entre les contacts C et D, en ohms;

U_{CD} est la tension entre les contacts C et D, en volts;

I_{AB} est l'intensité du courant circulant entre les contacts A et B, en ampères.

La résistivité ρ doit être déterminée selon la formule suivante:

$$\rho = \frac{R \cdot b \cdot d}{l_e} \quad (2)$$

où

ρ est la résistivité du matériau de l'éprouvette d'essai, en ohms-mètres;

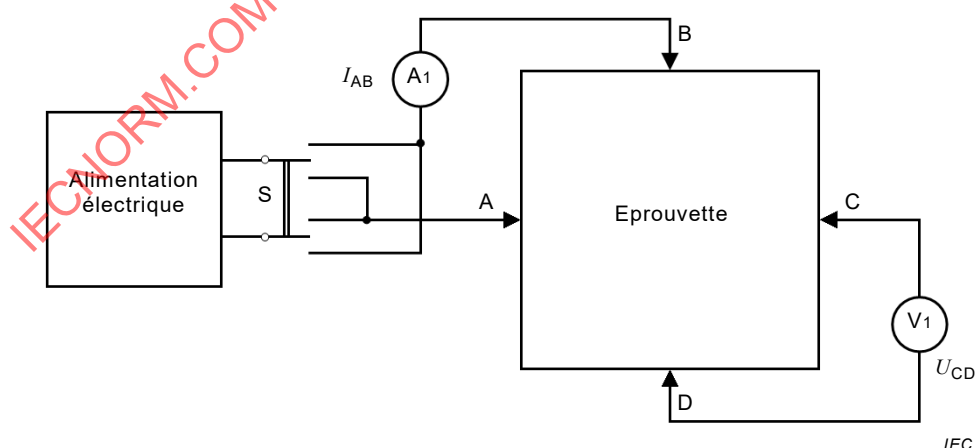
b est la largeur de l'éprouvette d'essai, en mètres;

d est l'épaisseur de l'éprouvette d'essai hors couche d'isolant, en mètres;

l_e est la distance entre les contacts C et D, en mètres.

4.2.2 Méthode pour déterminer ρ pour une tôle rectangulaire (Méthode R2) avec des remarques supplémentaires pour les bandes

Le circuit de mesure de la résistance de l'éprouvette pour une tôle carrée ou rectangulaire doit être connecté comme représenté sur la Figure 2. Quatre contacts électriques A, B, C et D doivent être disposés symétriquement au milieu de chaque arête de l'éprouvette d'essai. Les contacts A, B, C et D doivent être aussi petits que possible. La tension entre les contacts C et D doit être mesurée tandis qu'un courant circule entre les contacts A et B. Il n'est pas nécessaire d'éliminer la couche d'oxyde ou tout autre revêtement isolant, car les contacts sont établis sur les arêtes découpées de l'éprouvette.



Légende

A, B, C, D	contact électrique	I_{AB}	courant circulant entre A et B
A_1	ampèremètre à courant continu	S	commutateur pour l'inversion du sens du courant
V_1	voltmètre à courant continu	U_{CD}	tension entre C et D

Figure 2 – Circuit de mesure de la résistance d'une tôle rectangulaire (Méthode R2)

La résistance $R_{AB,CD}$ doit être calculée selon la formule suivante:

$$R_{AB,CD} = \frac{U_{CD}}{I_{AB}} \quad (3)$$

où

$R_{AB,CD}$ est la résistance mesurée entre les contacts C et D, en ohms;

U_{CD} est la tension entre les contacts C et D, en volts;

I_{AB} est l'intensité du courant circulant entre les contacts A et B, en ampères.

De même, la résistance $R_{BC,DA}$ doit être obtenue à partir de la tension entre les contacts D et A tandis que le courant circule entre les contacts B et C.

Selon la théorie de la projection conforme des champs en deux dimensions [1], pour un corps dont l'épaisseur est homogène et la forme arbitraire, la formule suivante s'applique:

$$\rho = \frac{\pi \cdot d}{\ln 2} \cdot \frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} \cdot F_p \quad (4)$$

où

ρ est la résistivité du matériau de l'éprouvette d'essai, en ohms-mètres;

d est l'épaisseur de l'éprouvette d'essai hors couche d'isolant, en mètres;

F_p dépend uniquement du rapport $\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}$.

Si le rapport $\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}$ est proche de l'unité, la fonction F_p devient 1 et peut donc être omise [1].

Pour s'assurer que ce rapport est proche de l'unité, les contacts doivent être disposés symétriquement au milieu des arêtes de la tôle rectangulaire, comme représenté sur la Figure 2.

La Méthode R2 peut également s'appliquer aux bandes Epstein, ce qui offre l'avantage de pouvoir utiliser le même socle et les mêmes porte-contacts (voir Annexe A) que pour les éprouvettes de tôle rectangulaire. Dans ce cas, pour obtenir un résultat fiable de la mesure, il convient de soumettre à l'essai un certain nombre (> 10, par exemple) de bandes Epstein et il convient ensuite d'effectuer un moyennage du résultat obtenu.

NOTE Il a été démontré que la Méthode R2 (méthode Van der Pauw [1]) était équivalente à la Méthode R1, dans des limites inférieures à la dispersion entre chaque bande d'un même grade d'acier [2]. La Méthode R2 a l'avantage d'être polyvalente vis-à-vis des formes d'éprouvettes [3].

4.2.3 Détermination de l'épaisseur d

4.2.3.1 Généralités

L'épaisseur de l'éprouvette d'essai d utilisée dans les Formules (2) et (4) doit être déterminée selon les spécifications du 4.2.3.2.

4.2.3.2 Calcul de l'épaisseur à partir de la masse volumique ρ_m

L'épaisseur d de l'éprouvette d'essai doit être calculée en utilisant la valeur de la masse volumique ρ_m déterminée selon les spécifications du 5.3, ou être fournie par le fabricant. L'épaisseur d doit être déterminée selon la formule suivante:

$$d = \frac{m}{\rho_m \cdot b \cdot l} \quad (5)$$

où

- m est la masse de l'éprouvette d'essai, en kilogrammes;
- ρ_m est la masse volumique du matériau de l'éprouvette d'essai, en kilogrammes par mètre cube;
- b est la largeur de l'éprouvette d'essai, en mètres;
- l est la longueur de l'éprouvette d'essai, en mètres.

4.3 Eprouvette d'essai

4.3.1 Bande Epstein

Les bandes Epstein utilisées comme éprouvettes dans la Méthode R1 (selon 4.2.1), conformément à l'IEC 60404-2, doivent avoir les dimensions suivantes:

- largeur $b = 30 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$;
- longueur $280 \text{ mm} \leq l \leq 320 \text{ mm}$ avec une tolérance de $\pm 0,5 \text{ mm}$.

4.3.2 Tôle rectangulaire

Les tôles carrées ou rectangulaires utilisées comme éprouvettes dans la Méthode R2 (selon 4.2.2), conformément à l'IEC 60404-3, doivent avoir les dimensions suivantes:

- largeur $300 \text{ mm} \leq b \leq 500 \text{ mm}$ avec une tolérance de $\pm 0,5 \text{ mm}$;
- longueur $500 \text{ mm} \leq l \leq 610 \text{ mm}$ avec une tolérance de $\pm 0,5 \text{ mm}$.

4.4 Appareillage

4.4.1 Exigences communes à la Méthode R1 et à la Méthode R2

L'équipement suivant est exigé:

- selon 4.2.3.2, une balance étalonnée et capable de peser la masse de l'éprouvette d'essai à $\pm 0,1 \%$ maximum;
- une alimentation électrique composée d'une source de courant continu stable à basse tension, capable de fournir un courant de l'ordre de 1 A à 10 A (à moins d'utiliser un ohmmètre à quatre bornes, comme spécifié en 4.5.2 et en 4.5.3);
- un appareil de mesure de la résistance (par exemple, un ampèremètre-voltmètre d'une précision de $\pm 0,1 \%$ ou mieux, ou un pont double de Kelvin ou un ohmmètre à quatre bornes avec une précision correspondante) capable de mesurer la résistance R de l'éprouvette d'essai à $\pm 1 \%$ maximum;
- un gabarit pour créer le contact avec l'éprouvette d'essai (selon 4.4.2 et 4.4.3) et, entre les contacts, une plaque de soutien plate plus petite que l'éprouvette d'essai (sur les arêtes où sont disposés les contacts), mais pas de plus de 5 mm de chaque côté (10 mm pour les éprouvettes de tôle rectangulaire). L'épaisseur de la plaque de soutien doit permettre aux contacts de toucher l'éprouvette qui repose dessus.

4.4.2 Exigences de la Méthode R1

L'appareillage pour établir le contact avec la bande Epstein comprend quatre contacts: deux contacts pour la tension (pointes) sont montés sur un pont amovible et deux contacts pour le courant sont fixés sur le socle. Les quatre contacts doivent être disposés de manière à ce que les deux contacts de tension C et D reposent sur l'une des arêtes longues de la bande, entre les contacts A et B (voir Figure 1). Les contacts de courant doivent être disposés symétriquement au milieu de chaque arête courte de la bande avec une précision de $\pm 0,5 \text{ mm}$. Les deux contacts de tension doivent avoir une arête relativement vive (c'est-à-dire une courbe de 1 mm de rayon). La distance l_e entre les contacts de tension C et D doit être supérieure à 200 mm. La distance minimale entre les contacts de tension et les contacts de courant ne doit pas être inférieure à la largeur de l'éprouvette d'essai (la distance l_e entre les pointes doit être déterminée avec une précision de $\pm 0,5 \text{ mm}$, voir Figure 1).

4.4.3 Exigences de la Méthode R2

Quatre contacts avec une arête relativement vive (c'est-à-dire une courbe de 1 mm de rayon) doivent être montés sur un support fixé sur le socle. Les contacts doivent être disposés symétriquement au milieu de chaque arête de la bande avec une précision de ± 1 mm (ou $\pm 0,5$ mm pour les bandes Epstein) (voir Figure 2).

NOTE 1 Un exemple d'appareillage pour la Méthode R2 est donné à l'Annexe A.

NOTE 2 D'autres modes peuvent être utilisés pour assurer un bon contact électrique, comme le fait de souder des câbles électriques aux points A, B, C et D de l'éprouvette d'essai rectangulaire (voir Figure 2).

4.5 Procédure de mesure

4.5.1 Détermination de l'épaisseur d de l'éprouvette d'essai

L'épaisseur d de l'éprouvette d'essai doit être déterminée selon les spécifications du 4.2.3.2. La longueur l et la largeur b de l'éprouvette d'essai doivent être déterminées en utilisant l'outil de mesure de longueur exigé, et la masse m de l'éprouvette d'essai doit être déterminée en utilisant la balance exigée.

4.5.2 Procédure avec une bande (Méthode R1)

Les connexions du circuit doivent être établies comme indiqué à la Figure 1. L'éprouvette d'essai doit être parcourue par un courant d'intensité I_{AB} d'une valeur comprise entre 1 A et 5 A qui dépend de l'épaisseur et des propriétés du matériau et qui est suffisante pour produire une tension de valeur U_{CD} avec la précision spécifiée. Si un ohmmètre à quatre bornes ayant la précision de mesure exigée est utilisé, l'intensité du courant utilisé peut avoir une valeur inférieure. Les valeurs de la tension U_{CD} et de l'intensité I_{AB} doivent être consignées sauf si un ohmmètre à quatre bornes ou un pont double de Kelvin est utilisé pour mesurer directement la résistance. Pour réduire les contributions des tensions thermiques, le courant doit ensuite être inversé et réglé à la même valeur, la valeur de la tension U_{CD} enregistrée et la moyenne des deux mesures doit être calculée.

La résistance R doit ensuite être calculée selon la Formule (1) sauf si un ohmmètre à quatre bornes ou un pont double de Kelvin est utilisé pour mesurer directement la résistance.

La résistivité ρ doit être calculée selon la Formule (2) combinée à la Formule (5).

4.5.3 Procédure avec une tôle rectangulaire (Méthode R2)

Les connexions du circuit doivent être établies comme indiqué à la Figure 2. L'éprouvette d'essai doit être parcourue entre les contacts A et B par un courant d'une intensité comprise entre 2 A et 10 A et qui est suffisante pour produire une mesure de la tension U_{CD} avec la précision spécifiée. Si un ohmmètre à quatre bornes ayant la précision de mesure exigée est utilisé, l'intensité du courant électrique utilisé peut avoir une valeur inférieure. Les valeurs de la tension U_{CD} et de l'intensité I_{AB} doivent être consignées sauf si un ohmmètre à quatre bornes ou un pont double de Kelvin est utilisé pour mesurer directement la résistance. Pour réduire les contributions des tensions thermiques, le courant doit ensuite être inversé et réglé à la même valeur, la valeur de la tension U_{CD} enregistrée et la moyenne des deux mesures doit être calculée.

La résistance $R_{AB,CD}$ doit ensuite être calculée selon la Formule (3) sauf si un ohmmètre à quatre bornes ou un pont double de Kelvin est utilisé pour mesurer directement la résistance. La résistance $R_{BC,DA}$ doit être mesurée selon la même procédure.

La résistivité ρ doit être calculée selon la Formule (4) combinée à la Formule (5).

4.6 Reproductibilité

D'après des expériences semblables [3], la reproductibilité des méthodes de détermination de la résistivité selon l'Article 4 est caractérisée par un écart-type relatif de 0,5 %.

4.7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit faire référence au présent document et contenir les informations suivantes, le cas échéant:

- tous les détails nécessaires à l'identification complète des éprouvettes comme le type ou le grade du matériau, l'épaisseur nominale;
- la largeur b et la longueur l de l'éprouvette d'essai, en mètres;
- la masse m de l'éprouvette d'essai, en kilogrammes;
- la méthode d'essai adoptée (si la Méthode R2 est utilisée avec des bandes Epstein, il convient que le nombre d'éprouvettes soit spécifié);
- la température ambiante au moment où la mesure a été prise, en degrés Celsius;
- le résultat de l'essai de résistivité ρ , en ohms-mètres, arrondi à $0,1 \times 10^{-8} \Omega m$.

5 Détermination de la masse volumique

5.1 Généralités

Les quatre méthodes suivantes de détermination de la masse volumique sont décrites dans le présent document:

- Méthode D1, à partir de la mesure de la résistivité à l'aide d'une bande ou d'une tôle rectangulaire;
- Méthode D2 utilisant un pycnomètre à gaz selon l'ISO 1183-3. Il s'agit d'une méthode fondamentale;
- Méthode D3 en milieu liquide selon l'ISO 1183-1:2012 [4] et l'ISO 2738:1999 [5];
- Méthode D4, méthode de calcul théorique basée sur la composition chimique de l'éprouvette, décrite dans l'Annexe C.

La Méthode D1 est une méthode de mesure indirecte qui s'appuie sur les méthodes R1 et R2 de l'Article 4 sur la détermination de la résistivité. La Méthode D1 spécifiée en 5.2 est applicable uniquement à l'acier électrique à grains non orientés dans la gamme de compositions chimiques suivante:

- silicium: $C_{Si} \leq 4 \%$;
- aluminium: $0,17 C_{Si} - 0,28 \leq C_{Al} \leq 0,17 C_{Si} + 0,28$ et $C_{Al} \geq 0$;
- total des autres constituants de l'alliage: $C_{res} \leq 0,4 \%$,

où

C_{Si} est la fraction massique de silicium, en pourcentage;

C_{Al} est la fraction massique d'aluminium, en pourcentage;

C_{res} est la fraction massique de la totalité des constituants de l'alliage, hors silicium et aluminium, en pourcentage.

Si la composition chimique n'est pas connue, elle doit être vérifiée avant d'utiliser cette méthode indirecte. En général, la composition chimique de l'acier électrique est laissée à la discrétion du fabricant.

La Méthode D2 est une méthode de mesure directe spécifiée en 5.3, applicable à l'acier électrique à grains orientés et à grains non orientés.

La Méthode D3 est une méthode de mesure directe appelée méthode en milieu liquide selon l'ISO 1183-1:2012 [4] et l'ISO 2738:1999 [5].

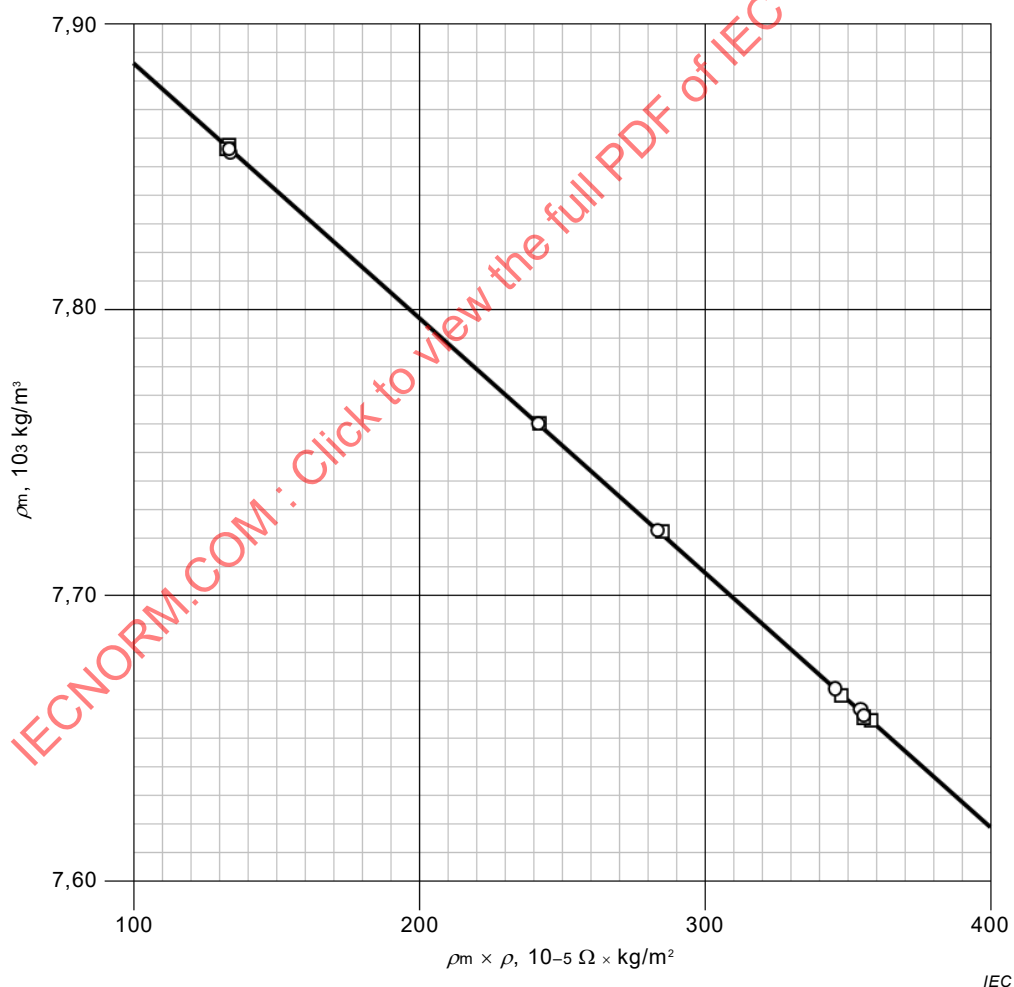
NOTE 1 Pour déterminer la masse volumique, la méthode en milieu liquide était autrefois considérée comme une méthode fondamentale à utiliser pour les cas d'arbitrage. Cependant, l'expérience a montré que cette méthode était difficile à utiliser sur les éprouvettes de tôles en acier électrique dont la surface est relativement grande, à cause de l'influence des bulles d'air résiduelles restées à la surface et difficiles à éliminer. Au contraire, la méthode utilisant un pycnomètre à gaz selon l'ISO 1183-3 est plus pratique et peut contribuer à obtenir une meilleure précision avec les tôles d'acier électrique.

La Méthode D4 est une méthode de mesure indirecte basée sur le calcul théorique de la composition chimique de l'éprouvette d'essai. Il convient de l'utiliser par convention entre les parties concernées. Un exemple de calcul de la masse volumique tenant compte de la teneur en silicium et en aluminium est donné à l'Annexe C.

NOTE 2 Les fabricants peuvent déterminer la masse volumique du matériau en réalisant des essais sur des éprouvettes de plus grande épaisseur, car elles permettent de déterminer plus facilement le volume en mesurant les dimensions pendant la fabrication du matériau.

5.2 Méthode basée sur la mesure de la résistance (Méthode D1)

5.2.1 Principes de mesure



Légende

Les symboles ○, et □ désignent les Méthode R1 et R2 de détermination de la résistivité, respectivement. Voir [6] pour plus de détails.

Figure 3 – Données expérimentales et ligne de régression de la masse volumique ρ_m en fonction du produit $\rho_m \cdot \rho$ pour une tôle d'acier électrique à grains non orientés [6]

Dans le cas des matériaux spécifiés en 5.1 pour la Méthode D1, l'expérience a montré que la relation entre la masse volumique ρ_m et le produit de la masse volumique et de la résistivité $\rho_m \cdot \rho$ est simple, presque linéaire [6], comme le montre la Figure 3. Ainsi, la masse volumique du matériau peut être déterminée en déterminant le produit $\rho_m \cdot \rho$ à partir de la mesure de la résistance, de la masse et des dimensions géométriques de l'éprouvette d'essai.

NOTE 1 La masse volumique ρ_m et la résistivité ρ dépendent de la teneur en silicium et en aluminium.

La fonction linéaire présentée dans la Figure 3, obtenue par régression linéaire à partir des données expérimentales [6], suit la relation empirique:

$$\rho_m = 7\,975 - 89\,000 \times (\rho_m \cdot \rho) \quad (6)$$

où

$\rho_m \cdot \rho$ est la valeur du produit de la masse volumique et de la résistivité de l'éprouvette d'essai, en ohms-kilogrammes par mètre carré.

NOTE 2 Cette relation a été établie par l'application soignée et statistique de la méthode en milieu liquide [6] en tenant compte des impuretés habituelles présentes dans les matériaux à grains non orientés. Le produit $\rho_m \cdot \rho$ pour les deux types d'éprouvettes d'essai utilisés pour le cadre d'Epstein (Méthode R1) et pour la méthode d'essai sur tôle rectangulaire (Méthode R2) est déterminé selon l'Article 4.

5.2.2 Epreuve d'essai

5.2.2.1 Bande Epstein

Si l'éprouvette utilisée est une bande Epstein selon les spécifications du 4.2.1, la relation entre le produit $\rho_m \cdot \rho$ et la résistance R de l'éprouvette d'essai est donnée par la Formule (7) déduite des Formules (2) et (5):

$$\rho_m \cdot \rho = \frac{R \cdot m}{l_e \cdot l} \quad (7)$$

Puis, la valeur de la masse volumique ρ_m doit être calculée de la manière suivante, par déduction des Formules (6) et (7):

$$\rho_m = 7\,975 - 89\,000 \times \frac{m}{l_e \cdot l} \cdot R \quad (8)$$

5.2.2.2 Tôle rectangulaire

Si l'éprouvette utilisée est une tôle carrée ou rectangulaire conforme aux spécifications du 4.2.2, la relation entre le produit $\rho_m \cdot \rho$ et la résistance R de l'éprouvette d'essai est donnée par la Formule (9) déduite des Formules (4) et (5), avec $F_p = 1$:

$$\rho_m \cdot \rho = \frac{\pi \cdot m}{l \cdot b \cdot \ln 2} \cdot \frac{R_{AB, CD} + R_{BC, DA}}{2} \quad (9)$$

Puis, la valeur de la masse volumique ρ_m doit être calculée de la manière suivante, par déduction des Formules (6) et (9):

$$\rho_m = 7\,975 - 89\,000 \times \frac{\pi \cdot m}{l \cdot b \cdot \ln 2} \cdot \frac{R_{AB, CD} + R_{BC, DA}}{2} \quad (10)$$

5.2.3 Procédure de mesure

Avec une bande Epstein, la résistance R doit être mesurée selon les spécifications du 4.5.2. La valeur de ρ_m doit être calculée à l'aide de la Formule (8). Elle peut également être lue à partir de la Figure 3 avec la valeur du produit $\rho_m \cdot \rho$ déterminé à partir de la Formule (7).

Avec une tôle rectangulaire (ou une bande Epstein), la résistance $R_{AB,CD}$ et $R_{BC,DA}$ doit être mesurée selon les spécifications du 4.5.3. La valeur de ρ_m doit être calculée à l'aide de la Formule (10). Elle peut également être lue à partir de la Figure 3 avec la valeur du produit $\rho_m \cdot \rho$ déterminé à partir de la Formule (9).

5.2.4 Reproductibilité

Il est estimé que la reproductibilité de la méthode, d'après le produit $\rho_m \cdot \rho$ selon le 5.2.1, est caractérisée par un écart-type relatif de 1,0 % pour la masse volumique.

5.3 Méthode utilisant un pycnomètre à gaz (Méthode D2)

5.3.1 Principes de mesure

La méthode utilisant un pycnomètre à gaz permet de déterminer le volume (donc la masse volumique) des solides selon l'ISO 1183-3.

NOTE La méthode utilisant un pycnomètre à gaz n'est pas réservée aux matériaux magnétiques; elle est largement utilisée dans l'industrie pour déterminer le volume des matériaux de formes régulières et irrégulières, comme les solides poreux, pulvérulents ou granulaires.

5.3.2 Eprouvette d'essai

Il est nécessaire d'éliminer tout l'oxyde ou tout autre revêtement isolant de l'éprouvette d'essai par meulage, ou selon une autre méthode physique ou chimique convenable.

Il convient de découper ou produire l'éprouvette d'essai à l'emporte-pièce, selon une forme pratique pour la taille de la cellule du pycnomètre utilisé.

Pour obtenir une meilleure précision de mesure, il convient de choisir une quantité optimale d'éprouvettes pour la cellule du pycnomètre utilisé. Il convient que la masse de l'éprouvette d'essai ne soit pas inférieure à 200 g.

Avant de démarrer les mesures, il convient de débarrasser l'éprouvette d'essai de toute graisse ou rouille. Si un prétraitement est exigé, il convient de prendre soin d'éviter toute pollution qui pourrait influencer la mesure de la masse volumique de l'éprouvette d'essai. Si l'éprouvette d'essai est chauffée pour la faire sécher après le traitement, il convient de la laisser refroidir à température ambiante avant de procéder à la mesure de la masse volumique.

5.3.3 Appareillage d'essai

Il convient que l'appareillage exigé pour déterminer le volume (donc la masse volumique) d'une tôle d'acier électrique respecte les spécifications de l'ISO 1183-3.

5.3.4 Procédure de mesure

La procédure de mesure doit inclure la préparation de l'éprouvette selon le 5.3.2 et suivre les instructions spécifiées dans l'ISO 1183-3.

Un exemple de détermination de la masse volumique d'une éprouvette d'acier électrique selon la méthode utilisant un pycnomètre à gaz est donné à l'Annexe B.