

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Resin based reactive compounds used for electrical insulation –
Part 2: Methods of test**

**Composés réactifs à base de résines utilisés comme isolants électriques –
Partie 2: Méthodes d'essai**

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60455-2:2015



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2015 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
Fax: +41 22 919 03 00
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 - www.iec.ch/searchpub

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 20 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in 15 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

65 000 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: csc@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 - www.iec.ch/searchpub

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 20 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 15 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

65 000 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: csc@iec.ch.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Resin based reactive compounds used for electrical insulation –
Part 2: Methods of test**

**Composés réactifs à base de résines utilisés comme isolants électriques –
Partie 2: Méthodes d'essai**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 17.220.99; 29.035.01

ISBN 978-2-8322-3142-5

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.....	5
INTRODUCTION.....	7
1 Scope.....	8
2 Normative references.....	8
3 Terms and definitions	11
4 General notes on methods of test.....	11
4.1 Preparation and conditioning	11
4.2 Sequence of tests	12
4.3 Test report.....	12
5 Methods of test for reactive compounds and their components	12
5.1 Flash point.....	12
5.2 Density	12
5.3 Viscosity	12
5.4 Viscosity after storing at elevated temperature.....	12
5.5 Content of volatile organic components	13
5.6 Isothermal increase of viscosity (processing time).....	13
5.7 Shelf life	13
5.8 Colour.....	13
5.9 Softening temperature.....	14
5.10 Ash content.....	14
5.11 Filler content.....	14
5.12 Chlorine content.....	14
5.12.1 Total chlorine content of unsaturated polyesters and epoxide resins.....	14
5.12.2 Inorganic chlorine content of epoxide resins and glycidyl esters	14
5.12.3 Easily saponifiable chlorine content of epoxide resins and related materials.....	14
5.13 Tendency of crystallisation	14
5.14 Epoxide equivalent of epoxide resins	14
5.15 Content of isocyanate.....	14
5.16 Water content (Karl Fischer method).....	14
5.17 Hydroxyl value	15
5.17.1 Polyester resins	15
5.17.2 Resins other than polyester.....	15
5.18 Acid value of polyester resins	15
5.19 Amount of double bonds of unsaturated polyester and acrylate resins	15
5.20 Acid and acid-anhydride content of acid-anhydride hardeners	15
5.21 Amine value	15
5.22 Pot life	15
5.22.1 General	15
5.22.2 Resinous compounds for cable accessories.....	15
5.23 Gel time	16
5.23.1 Unsaturated polyester based compounds	16
5.23.2 Phenolic resin based compounds	16
5.23.3 Other compounds.....	16
5.24 Exothermic temperature rise.....	16
5.24.1 Unsaturated polyester based compounds	16

5.24.2	Resinous compounds for cable accessories	16
5.24.3	Other compounds.....	17
5.25	Total volume shrinkage of epoxide and unsaturated polyester based compounds	17
5.26	Curing in presence of water.....	17
5.26.1	General	17
5.26.2	Apparatus and materials.....	17
5.26.3	Pouring device	18
5.26.4	Procedure.....	18
5.26.5	Test report.....	18
5.27	Determination of the degree of curing	18
5.28	Curing in thick layer and emissions during curing.....	18
5.28.1	General	18
5.28.2	Equipment	19
5.28.3	Test specimen	19
5.28.4	Procedure.....	19
6	Methods of test for cured reactive compounds.....	20
6.1	General.....	20
6.2	Test specimens.....	20
6.2.1	General	20
6.2.2	Preparation of the reactive compound.....	20
6.2.3	Preparation of test specimens	21
6.2.4	Type and number of test specimens	21
6.3	Density	21
6.4	Mechanical properties	21
6.4.1	Tensile properties	21
6.4.2	Compressive properties.....	21
6.4.3	Flexural properties	22
6.4.4	Impact strength	22
6.4.5	Hardness	22
6.5	Thermal properties	22
6.5.1	Bond strength at elevated temperature	22
6.5.2	Linear thermal expansion	22
6.5.3	Thermal conductivity	22
6.5.4	Glass transition.....	23
6.5.5	Flammability	23
6.5.6	Thermal shock	23
6.5.7	Dry heat resistance of resins for cable accessories – Method of test	23
6.5.8	Wet heat resistance of resins for cable accessories	24
6.5.9	Loss of mass	26
6.5.10	Temperature index	27
6.6	Chemical properties	27
6.6.1	Water absorption.....	27
6.6.2	Effect of liquid chemicals.....	28
6.6.3	Resistance to mould growth	28
6.6.4	Water vapour permeability.....	28
6.7	Electrical properties	28
6.7.1	Effect of water immersion on volume resistivity	28
6.7.2	Dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) and relative permittivity (ϵ_r).....	29

6.7.3	Breakdown voltage and electric strength.....	30
6.7.4	Proof tracking index (PTI).....	31
6.7.5	Electrolytic corrosion.....	31
Annex A (informative) Health and safety.....		36
Bibliography		37
Figure 1 – Test apparatus for curing in presence of water test		32
Figure 2 – Test set-up for volume resistivity		33
Figure 3 – Example of electrode arrangement for flexible cured compound		34
Figure 4 – Example of electrode arrangement for rigid cured compound.....		35
Table 1 – Condition of the top side		19
Table 2 – Condition of the bottom side		19
Table 3 – Condition of the interior		20

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60455-2:2015

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**RESIN BASED REACTIVE COMPOUNDS
USED FOR ELECTRICAL INSULATION –****Part 2: Methods of test****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 60455-2 has been prepared by IEC technical committee 15: Solid electrical insulating materials.

This third edition cancels and replaces the second edition published in 1998. This edition constitutes a technical revision.

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

- a) Introduction of test methods related to IEC 60455-3-8;
- b) Additional and updated test methods for resins.

This bilingual version (2016-01) corresponds to the monolingual English version, published in 2015-06.

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

FDIS	Report on voting
15/751/FDIS	15/757/RVD

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

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

The French version of this standard has not been voted upon.

A list of all parts in the IEC 60455 series, published under the general title *Resin based reactive compounds used for electrical insulation*, can be found on the IEC website.

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

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60455-2:2015

INTRODUCTION

This part of IEC 60455 is one of a series which deals with solvent-free resin based reactive compounds and their components used for electrical insulation.

The series consists of three parts:

- Part 1: Definitions and general requirements (IEC 60455-1);
- Part 2: Methods of test (IEC 60455-2);
- Part 3: Specifications for individual materials (IEC 60455-3).

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60455-2:2015

RESIN BASED REACTIVE COMPOUNDS USED FOR ELECTRICAL INSULATION –

Part 2: Methods of test

1 Scope

This part of IEC 60455 specifies methods of test to be used for testing resin based reactive compounds, their components and cured compounds used for electrical insulation.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60050 (all parts), *International Electrotechnical Vocabulary* (available at <http://www.electropedia.org>)

IEC 60068-2-10:2005, *Environmental testing – Part 2-10: Tests – Test J and guidance: Mould growth*

IEC 60093:1980, *Methods of test for volume resistivity and surface resistivity of solid electrical insulating materials*

IEC 60112:2003, *Method for the determination of the proof and the comparative tracking indices of solid insulating materials*

IEC 60216 (all parts), *Electrical insulating materials – Thermal endurance properties*

IEC 60243-1:1998, *Electrical strength of insulating materials – Test methods – Part 1: Tests at power frequencies*

IEC 60250:1969, *Recommended methods for the determination of the permittivity and dielectric dissipation factor of electrical insulating materials at power, audio and radio frequencies including metre wavelengths*

IEC 60296:2012, *Fluids for electrotechnical applications – Unused mineral insulating oils for transformers and switchgear*

IEC 60426:2007, *Electrical insulating materials – Determination of electrolytic corrosion caused by insulating materials – Test methods*

IEC 60455-1:1998, *Resin based reactive compounds used for electrical insulation – Part 1: Definitions and general requirements*

IEC 60455-3 (all parts), *Resin based reactive compounds used for electrical insulation – Part 3: Specifications for individual materials*

IEC 60455-3-8:2013, *Resin based reactive compounds used for electrical insulation – Part 3: Specifications for individual materials – Sheet 8: Resins for cable accessories*

IEC 60695-11-10:1999, *Fire hazard testing – Part 11-10: Test flames – 50 W horizontal and vertical flame test methods*

IEC 60814:1997, *Insulating liquids – Oil-impregnated paper and pressboard – Determination of water by automatic coulometric Karl Fischer titration*

IEC 61033:1991, *Test methods for the determination of bond strength of impregnating agents to an enamelled wire substrate*

IEC 61099:2010, *Insulating liquids – Specifications for unused synthetic organic esters for electrical purposes*

ISO 37:2011, *Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of tensile stress-strain properties*

ISO 62:2008, *Plastics – Determination of water absorption*

ISO 75 (all parts), *Plastics and ebonite – Determination of temperature of deflection under load*

ISO 175:2010, *Plastics – Determination of the effects of liquid chemicals, including water*

ISO 178:2010, *Plastics – Determination of flexural properties*

ISO 179-1:2010, *Plastics – Determination of Charpy impact properties – Part 1: Non-instrumented impact test*

ISO 179-2:1997, *Plastics – Determination of Charpy impact properties – Part 2: Instrumented impact test*

ISO 291, *Plastics – Standard atmospheres for conditioning and testing*

ISO 306:2004, *Plastics – Thermoplastic materials – Determination of Vicat softening temperature (VST)*

ISO 527 (all parts), *Plastics – Determination of tensile properties*

ISO 584:1982, *Plastics – Unsaturated polyester resins – Determination of reactivity at 80 degrees C (conventional method)*

ISO 604:2002, *Plastics – Determination of compressive properties*

ISO 868:2003, *Plastics and ebonite – Determination of indentation hardness by means of a durometer (Shore hardness)*

ISO 1183-1:2012, *Plastics – Methods for determining the density of non-cellular plastics – Part 1: Immersion method, liquid pycnometer method and titration method*

ISO 1513:2010, *Paints and varnishes – Examination and preparation of samples for testing*

ISO 1523:2002, *Paints, varnishes, petroleum and related products – Determination of flashpoint – Closed cup equilibrium method*

ISO 1675:1985, *Plastics – Liquid resins – Determination of density by the pycnometer method*

- ISO 2039-1:1993, *Plastics – Determination of hardness – Part 1: Ball indentation method*
- ISO 2114:1996, *Plastics – Unsaturated polyester resins – Determination of partial acid value and total acid value*
- ISO 2431:1993, *Paints and varnishes – Determination of flow time by use of flow cups*
- ISO 2535:1997, *Plastics – Unsaturated polyester resins – Measurement of gel time at 25 degrees C*
- ISO 2554:1997, *Plastics – Unsaturated polyester resins – Determination of hydroxyl value*
- ISO 2555:1989, *Plastics – Resins in the liquid state or as emulsions or dispersions – Determination of apparent viscosity by the Brookfield test method*
- ISO 2592:1973, *Petroleum products – Determination of flash and fire points – Cleveland open cup method*
- ISO 3001:1997, *Plastics – Epoxide compounds – Determination of epoxide equivalent*
- ISO 3219:1993, *Plastics – Polymers/resins in the liquid state or as emulsions or dispersions – Determination of viscosity using a rotational viscometer with defined shear rate*
- ISO 3451-1:1997, *Plastics – Determination of ash – Part 1: General methods*
- ISO 3521:1997, *Plastics – Unsaturated polyester and epoxy resins – Determination of overall volume shrinkage*
- ISO 3679:1983, *Paints, varnishes, petroleum and related products – Determination of flashpoint – Rapid equilibrium method*
- ISO 4573:1978, *Plastics – Epoxide resins and glycidyl esters – Determination of inorganic chlorine*
- ISO 4583:1998, *Plastics – Epoxide resins and related materials – Determination of easily saponifiable chlorine*
- ISO 4615:1979, *Plastics – Unsaturated polyesters and epoxide resins – Determination of total chlorine content*
- ISO 4625:1980, *Binders for paints and varnishes – Determination of softening point – Ring-and-ball method*
- ISO 4895, *Plastics – Liquid epoxy resins – Determination of tendency to crystallize*
- ISO 7056, *Plastics laboratory ware – Beakers*
- ISO 9396:1997, *Plastics – Phenolic resins – Determination of the gel time at a given temperature using automatic apparatus*
- ISO 11357-2:1999, *Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 2: Determination of glass transition temperature*
- ISO 11359-2:1999, *Plastics – Thermomechanical analysis (TMA) – Part 2: Determination of coefficient of linear thermal expansion and glass transition temperature*

ISO 11359-3:2002, *Plastics – Thermomechanical analysis (TMA) – Part 3: Determination of penetration temperature*

ISO 14896:2009, *Plastics – Polyurethane raw materials – Determination of isocyanate content*

ISO 15528:2000, *Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes – Sampling*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 60455-1, IEC 60050, as well as the following apply.

3.1

volume resistance

that part of the insulation resistance which is due to conduction through the volume and excluding surface current

3.2

volume resistivity

volume resistance reduced to a cubical unit volume

3.3

dielectric dissipation factor

$\tan \delta$

numerical value of the ratio of the imaginary to the real part of the complex permittivity

3.4

relative permittivity

ϵ_r

ratio of the absolute permittivity to the electric constant

Note 1 to entry: In practical engineering, it is usual to employ the term 'permittivity' when referring to relative permittivity.

4 General notes on methods of test

4.1 Preparation and conditioning

Unless otherwise specified in the relevant specification standard or in the method of test, all tests shall be carried out at atmospheric conditions in a temperature range of between 21 °C and 29 °C and a relative humidity range of between 45 % and 70 %. Before measurements are made, the sample or test specimen shall be pre-conditioned under these atmospheric conditions for a time sufficient to allow the sample or the test specimen to reach stability. For taking samples in liquid or paste form, ISO 15528 shall be applied. For preparation of such samples for testing, ISO 1513 shall be applied.

NOTE For definitions of terms for standard atmospheres, see ISO 558. The test atmosphere as specified above does not comply with any of the two standard atmospheres as specified in ISO 291 but covers both ranges inclusive of their tolerances.

Normally, all requirements for a method of test are given in the description, and diagrams are intended only to illustrate one possible arrangement for conducting the test. In case of inconsistencies between this standard and the specification sheets of the IEC 60455-3 series, the latter shall prevail. When another standard is invoked for a test method, reference to that standard shall be included in the report.

4.2 Sequence of tests

To avoid unnecessary efforts, tests shall be carried out on the samples in the following sequence:

- 1) tests on individual components prior to mixing;
- 2) tests on reactive compound just after mixing (ready to use);
- 3) tests on cured compound;
- 4) tests on cured compound after pre treatment (thermal, humidity, water etc.).

If the sample under test fails a test the following tests may become obsolete.

4.3 Test report

If not otherwise specified, the test report shall include the following data:

- 1) resin designation and identification;
- 2) lot number or other identification;
- 3) confirmation of marking and labelling according to the material safety data sheet (MSDS);
- 4) test results;
- 5) major test parameters, including conditioning and calibration, if any;
- 6) processing conditions used to reactive compound;
- 7) copy of the technical data sheet (TDS) and MSDS.

5 Methods of test for reactive compounds and their components

5.1 Flash point

For flash point temperatures of 79 °C and above, the method given in ISO 2592 shall be used. For flash point temperatures below 79 °C, the method given in ISO 1523 shall be used with any of the closed-cup apparatus as described in Annex A of ISO 1523:2002. ISO 1523 shall be read in conjunction with ISO 3679. Two measurements shall be made on two separate samples, and the two results of the flash point shall be reported along with reference to the standards applied.

5.2 Density

The method given in ISO 1675 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the density shall be reported.

5.3 Viscosity

The viscosity shall be determined with a suitable device at $(23 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ if not otherwise specified. If a rotating type of device is used, it shall be in accordance with ISO 2555 (Brookfield type) or with ISO 3219 (a type working at a defined shear rate). If an efflux type of equipment is used, the method of test and the flow cup shall be in accordance with ISO 2431. Two measurements shall be made, and the two results of the viscosity shall be reported, along with reference to the standards applied.

5.4 Viscosity after storing at elevated temperature

This method is not applicable to one-component systems or components containing hardener.

If not otherwise specified, a sample of sufficient amount is stored for $(20 \pm 0,5) \text{ h}$ at a temperature of $(100 \pm 3) ^\circ\text{C}$ in a sealed container. After cooling down to room temperature the

viscosity is measured according to 5.3. The increase of viscosity is calculated using the following equation:

$$\text{Increase of viscosity in \%} = (\eta_2 - \eta_1) \times 100 / \eta_1$$

where

η_1 = dynamic viscosity before storing

η_2 = dynamic viscosity after storing

5.5 Content of volatile organic components

This method is not applicable to one-component systems or components containing hardener. If not otherwise specified, the test shall be carried out in the following way:

The mass of an empty weighing bottle (about 80 mm × 30 mm), is taken to 0,001 g (m_1). A mass of 0,4 g to 0,5 g resin (m_2) is weighed to 0,001 g into the weighing bottle (well closed during weighing). Some drops of toluene are added to dilute the resin. The liquid is spread on the floor of the weighing bottle with a slight twist.

The open weighing bottle is placed into an oven with forced air circulation for at least 2 h at (110 ± 2) °C. After cooling down to room temperature in a desiccator the weighing bottle is weighed again to 0,001 g (m_3).

$$\text{Volatile organic components} = 100 \times (m_2 - (m_3 - m_1)) / m_2$$

5.6 Isothermal increase of viscosity (processing time)

This method is designed for PUR and EP resins. For UP resins gel time shall be used. If not otherwise specified, the test shall be carried out in the following way:

All components and equipment shall be at room temperature. The components of the resin are mixed according to the manufacturer's instructions. The mixing procedure shall not take more than 3 min. The time measurement starts after adding and mixing of the last component. After 10 min the first viscosity measurement is taken as the initial value. The measurement is repeated until the specified maximum viscosity is reached. The time between the initial value and the maximum value is reported as processing time.

5.7 Shelf life

The shelf life shall be determined by measurement of the change in a specified characteristic property after a certain storage time and temperature. Experience has shown that viscosity according to 5.3 and gel time according to 5.23 are appropriate characteristics. To assess shelf life, viscosity and/or gel time shall be determined according to 5.3 and/or 5.23 respectively, at a temperature and with an end-point as agreed upon between supplier and purchaser. Two measurements shall be made on both fresh material and on material stored for a time and at a temperature as agreed between supplier and purchaser. The two results of shelf life shall be reported, along with reference to the standards applied. The results shall contain the viscosity and/or the gel time before and after storing, the storing time and temperature and the test temperature.

5.8 Colour

The method given in ISO 6271 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of colour shall be reported along with reference to the standard applied.

5.9 Softening temperature

The method given in ISO 306 or ISO 4625 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of softening temperature shall be reported along with reference to the standard applied.

5.10 Ash content

The method given in ISO 3451-1, method A, shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the ash content shall be reported.

5.11 Filler content

To be agreed between supplier and purchaser.

5.12 Chlorine content

5.12.1 Total chlorine content of unsaturated polyesters and epoxide resins

The method given in ISO 4615 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the total chlorine content shall be reported.

5.12.2 Inorganic chlorine content of epoxide resins and glycidyl esters

The method given in ISO 4573 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the inorganic chlorine content shall be reported.

5.12.3 Easily saponifiable chlorine content of epoxide resins and related materials

The method given in ISO 4583 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the saponifiable chlorine content shall be reported.

5.13 Tendency of cristallisation

This method is applicable to epoxy resins only.

The method given in ISO 4895 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results shall be reported.

5.14 Epoxide equivalent of epoxide resins

The method given in ISO 3001 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the epoxide equivalent shall be reported.

5.15 Content of isocyanate

This method is applicable to polyurethane hardeners only.

The method given in ISO 14896 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results shall be reported.

5.16 Water content (Karl Fischer method)

The method given in IEC 60814 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the water content shall be reported.

5.17 Hydroxyl value

5.17.1 Polyester resins

The method given in ISO 2554 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the hydroxyl value shall be reported.

5.17.2 Resins other than polyester

To be agreed between supplier and purchaser.

5.18 Acid value of polyester resins

The method given in ISO 2114 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the acid value shall be reported.

5.19 Amount of double bonds of unsaturated polyester and acrylate resins

To be agreed between supplier and purchaser.

5.20 Acid and acid-anhydride content of acid-anhydride hardeners

The method given in ISO 2114 shall be used for acid content. The method given in ISO 7327 shall be used for anhydride content. Two measurements shall be made, and the two results of the acid value and/or anhydride content shall be reported.

5.21 Amine value

The method given in ISO 9702 shall be used if not otherwise agreed between supplier and purchaser.

5.22 Pot life

5.22.1 General

The time which a particular method requires to achieve a viscosity of 50 Pas is measured.

The viscosity can be determined in any viscosimeter.

5.22.2 Resinous compounds for cable accessories

5.22.2.1 Apparatus and materials

Equipment to be used:

- beaker in accordance with ISO 7056, polyethylene, polypropylene or glass with dimensions: 70 mm to 100 mm diameter and 70 mm to 130 mm high;
- environmental chamber;
- time measuring device;
- viscosimeter.

5.22.2.2 Preparation of the sample

The beaker shall be marked to a volume of (300 ± 25) ml.

The beaker and a standard manufacturer pack shall be stored in an environmental chamber for 24 h at the temperature specified with a tolerance of ${}^0_{-2}$ K.

5.22.2.3 Procedure

The components shall be removed from the environmental chamber and start mixing immediately according to the supplier's instructions. The time starts at the commencement of mixing the components.

Remove the beaker from the environmental chamber, and pour the mixed compound into the beaker up to the mark previously made.

5.22.2.4 Test report

The test report shall include the following information:

- the time from the start of mixing until a viscosity of 50 Pas is reached is determined. The pot life shall be rounded to the nearest of a second;
- the viscosimeter, test parameters and system used (e.g. spindle size, rotation speed etc.).

The viscosimeter with the system used shall be calibrated at 50 Pas.

5.23 Gel time

5.23.1 Unsaturated polyester based compounds

Gel time is the period of time after which the reactive compound reaches the gel state. The method given in ISO 2535 shall be used at a test temperature as agreed upon between supplier and purchaser. Two measurements shall be made, and the two results of the gel time shall be reported along with the test temperature.

5.23.2 Phenolic resin based compounds

The method given in ISO 9396 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the gel time shall be reported.

5.23.3 Other compounds

If applicable, the methods given in ISO 2535 or ISO 9696 or ISO 8987 shall be used.

5.24 Exothermic temperature rise

5.24.1 Unsaturated polyester based compounds

The method given in ISO 584 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the exothermic temperature rise shall be reported.

5.24.2 Resinous compounds for cable accessories

5.24.2.1 Apparatus and materials

Equipment to be used:

- beaker in accordance with ISO 7056, polyethylene, polypropylene or glass with dimensions: 70 mm to 100 mm diameter and 70 mm to 130 mm high;
- thermocouple made with twisted wires;
- temperature recorder;
- time measurement device.

5.24.2.2 Preparation of the sample: Test at 23 °C

The beaker shall be marked to a volume of (300 ± 25) ml. The beaker and a sufficient amount of resinous compound components (prepare 400 ml to 700 ml of the compound) shall be stored for 24 h at (23 ± 2) °C.

The components shall be mixed according to manufacturer's instructions. The time starts at the commencement of mixing the components.

The mixed components shall be poured into the beaker up to the mark previously made. The thermocouple shall be inserted vertically in the centre of the mixture to a depth of (25 ± 5) mm under the compound surface and held in position by a suitable device (e.g. ring-stand).

5.24.2.3 Procedure

The temperature increase shall be checked and the maximum temperature rise and the time to peak recorded. The test is finished after the highest temperature has been reached and the temperature starts to drop significantly.

NOTE For ease of testing, the temperature can be recorded as a curve.

5.24.2.4 Test report

The maximum temperature reached (rounded to the nearest °C) and the time to peak (rounded to the nearest min) shall be reported.

5.24.3 Other compounds

Method of test required, but not available.

5.25 Total volume shrinkage of epoxide and unsaturated polyester based compounds

The method given in ISO 3521 shall be used. Two measurements shall be made, and the two results of the total volume shrinkage shall be reported. The report shall contain the test temperature, the density of the compound at test temperature, and the density of the specimen made of the cured compound.

5.26 Curing in presence of water

5.26.1 General

This test applies only to polyurethane resinous compound for cable accessories. This test is to measure the gas evolution and the physical structure change when the polyurethane resinous compound cures in presence of water. Voids created by generation of gas in the resin may lead to electrical break down.

The density of the cured resin mentioned in the technical data sheet shall be $> 1,05 \text{ g/cm}^3$.

5.26.2 Apparatus and materials

Equipment to be used:

- 250 ml PE squirt bottle with screw-on squirt cap;
- funnel that meets the requirements of 5.26.3;
- tubing, inner diameter corresponding to squirt cap tube outer diameter;
- beaker or bucket;
- 100 ml graduated cylinder.

5.26.3 Pouring device

Use a funnel with a capability to fill the bottle within 30 s to 60 s at room temperature.

5.26.4 Procedure

The test apparatus shall be assembled as shown in Figure 1. The graduated cylinder shall be completely filled with water from the bucket. The squirt bottle shall then be screwed off from the squirt cap, marked with 2 marks at 100 ml and 200 ml respectively and filled up to the 100 ml mark with de-mineralized water.

The bucket, squirt bottle and resinous compound left in its original packaging shall be allowed to reach room temperature. The compound package shall be opened, the stopwatch started and the components mixed according to the manufacturer's instructions. The mixed compound is poured into the closed funnel. The funnel shall be emptied immediately into the squirt bottle until the water level reaches the 200 ml mark. Care shall be taken to pour in the centre of the bottle and avoid touching the inner bottle wall.

Within the next 30 s, screw the screw cap onto the squirt bottle until the connection is gastight, taking care not to deform the flexible tubing or squirt bottle. During the connection and subsequent curing the flexible tubing and squirt bottle shall not be deformed; if the tubing and/or the bottle become deformed, restart the test. The compound shall be allowed to cure for the pot life specified by the manufacturer. One hour after the pot life has elapsed, the volume of gas fill in the graduated cylinder shall be read. The water shall then be poured out of the squirt bottle. After hardening of the resin at room temperature for 24 h, the specimen shall be cut through the centre of the bottle and the physical structure examined for the presence of blisters or cracks in the compound.

5.26.5 Test report

The following parameters shall be measured and reported:

- gas volume;
- physical structure/presence of blisters or cracks or bubbles and/or inclusions;
- picture of the cut surface of the compound with scale.

5.27 Determination of the degree of curing

The reaction enthalpie of the uncured resin is determined by using DSC. An amount of 10 mg has been found adequate.

If not otherwise specified, about 10 g of resin is cured under conditions (temperature and time) as agreed between supplier and purchaser. The residual enthalpie is determined using a sample of about 10 mg.

The degree of curing is calculated as follows:

$$\text{Degree of curing in \%} = 100 - H_c \times 100 / H_u$$

where

H_c = enthalpie of cured resin

H_u = enthalpie of uncured resin

5.28 Curing in thick layer and emissions during curing

5.28.1 General

This test is designed for the examination of cured impregnating materials. Curing in thick layer is expressed by the condition after curing of the top side, bottom side and interior of the

specimen. The determination of emissions during the curing process is also part of this method.

5.28.2 Equipment

The following equipment shall be used:

- flat and smooth square pieces of aluminium foil, 0,1 mm to 0,15 mm in thickness and of (95 ± 1) mm side length;
- a former made of metal or any other suitable solid material, (25 ± 1) mm in thickness and (45 ± 1) mm square;
- an oven with forced air circulation and with a minimum rate of 8 fresh air changes per hour. The oven shall be of the type and design used for drying and/or curing specimens;
- a balance with an accuracy of 0,01 g.

5.28.3 Test specimen

A piece of aluminium foil shall be cleaned by adequate means and shall be folded around the former to produce a square mould of about 45 mm side length. The square mould shall be dried at (110 ± 5) °C for (10 ± 1) min, cooled down and stored in a desiccator.

The mass of the square mould shall be weighed to 0,01 g (m_1). A resin sample with a mass between 9,90 g and of 10,10 g shall be weighed to 0,01 g into the mould (m_2).

The specimen shall be cured at a temperature and for a time as agreed between supplier and purchaser. The specimen shall be cooled down to room temperature in a desiccator and the mass shall be taken to 0,01 g (m_3). Subsequently the aluminium foil is removed.

5.28.4 Procedure

5.28.4.1 Description of the specimen

The specimen shall be assessed by description of the conditions of its top side, bottom side and interior, expressed according to statements for visual appearance and for tackiness by the symbols given in the following Tables 1, 2 and 3:

Table 1 – Condition of the top side

Condition	Symbol
Smooth	S1
Wrinkled	S2

Table 2 – Condition of the bottom side

Condition	Symbol
Non-tacky	U1
Tacky	U2

Table 3 – Condition of the interior

Condition	Symbol
Rigid	I1.X
Horn-like machinable	I2.X
Leather-like	I3.X
Rubber-like	I4.X
Gel-like	I5.X
Liquid	I6.X

The specimen contains	X
No voids	1
Not more than five voids	2
More than five voids	3

For the condition of the interior a statement shall be added whether the interior is uniform or not uniform.

NOTE It can be necessary to cut the specimen, to bend the specimen with the fingers or to use a knife for describing the mechanical properties.

5.28.4.2 Emissions

The emissions shall be calculated by the following equation:

$$E = 100 - ((m_2 - (m_3 - m_1)) \times 100 / m_2)$$

where

m_1 = mass of the empty square mould

m_2 = mass of the uncured resin (without mass of the square mould)

m_3 = mass of the square mould with cured resin

6 Methods of test for cured reactive compounds

6.1 General

The cured compound is self-supporting and thus allows the preparation of rigid and flexible test specimens.

6.2 Test specimens

6.2.1 General

When the term "test specimen" is used it means solid parts of the cured material in a shape as required for the method of test concerned. In 6.2.2 to 6.2.4 such "test specimens" are referred to as "specimens".

6.2.2 Preparation of the reactive compound

The reactive compound shall be a homogeneous mixture of such portions of the components as specified by the supplier. Also drying, de-aerating, heating and other measures to treat the components and the compound shall comply with the instructions given by the supplier. When compounds contain fillers, the possibility of settlement needs to be taken into account.

6.2.3 Preparation of test specimens

Specimens shall be prepared under conditions as specified in the particular method of test in the relevant specification sheet of IEC 60455-3, or as agreed upon between supplier and purchaser. This includes the casting process with respect to temperature and vacuum, the curing conditions with respect to temperature, and time or temperature-time programme, the removal from the mould and annealing and cooling. Reactive compounds, which according to the instructions given by the supplier, cure at ambient temperature, generally reach the final state at ambient temperature only after days or weeks. To achieve a defined degree of cure in such conditions, the compounds shall be cured for 24 h at ambient temperature and immediately thereafter for 24 h at 80 °C, or as agreed between supplier and purchaser. Specimens shall be cast in the proper shape according to the dimensions given in the method of test, or shall be prepared from cast pieces. They shall be free of voids, bubbles, nicks and scratches. During machining, excessive heating of the machined surfaces shall be avoided by cooling, for instance with water.

NOTE Removal of the cured compound from the mould is facilitated by the use of release agents and moulds made of chromium-plated or other adequate material.

6.2.4 Type and number of test specimens

The type and number of specimens required for a particular method of test are specified in the method of test, in the relevant specification sheet of IEC 60455-3 or shall be agreed upon between supplier and purchaser.

6.3 Density

A method given in ISO 1183-1 shall be used. Two measurements shall be made. The kind of preparation and the dimensions of the specimen, the method used, and the two results of the density shall be reported.

6.4 Mechanical properties

6.4.1 Tensile properties

6.4.1.1 Rigid material

The method given in ISO 527 shall be used with a speed of testing to break the specimen within (60 ± 15) s. The type of specimen shall be selected from ISO 527. Five specimens shall be tested. The kind of preparation, the dimensions and the type of the specimen, the speed of testing, and the five results of the tensile properties shall be reported. As far as applicable, the report shall contain tensile stress at yield, at maximum load and at break, percentage elongation at yield and at break, and modulus of elasticity.

6.4.1.2 Flexible material

The method given in ISO 37 shall be used for a dumb-bell specimen. Five specimens shall be tested. The kind of preparation and the type of dumb-bell specimen, and the five results of the tensile properties shall be reported. The report shall contain tensile strength, percentage elongation at break, and modulus of elasticity.

6.4.2 Compressive properties

The method given in ISO 604 shall be used. Five specimens shall be tested. The kind of preparation and the dimensions of the specimen, the rate of deformation, and the five results of the compressive properties shall be reported. As far as applicable, the report shall contain compressive strength at maximum load, compressive yield stress, and percentage compressive strain at rupture.

6.4.3 Flexural properties

The method given in ISO 178 shall be used with a relative rate of movement of the loading nose and supports, so that the specimen ruptures or reaches the maximum load within (60 ± 15) s. Five specimens shall be tested. The kind of preparation and the dimensions of the specimen, the relative rate of movement, and the five results of the flexural properties shall be reported. As far as applicable, the report shall contain the flexural stress at rupture or at maximum load, the corresponding deflection, and the modulus of elasticity.

6.4.4 Impact strength

6.4.4.1 Unnotched specimens

The method given in ISO 179-1 or ISO 179-2 shall be used. Ten specimens shall be tested. The kind of preparation, the dimensions and the type of specimen, as well as the 10 results of the impact strength shall be reported.

6.4.4.2 Notched specimens

The method given in ISO 179-1 or ISO 179-2 shall be used with a notched specimen. Ten specimens shall be tested. The kind of preparation, the dimensions and type of specimen as well as the 10 results of the impact strength shall be reported.

6.4.5 Hardness

6.4.5.1 Rigid material

The method given in ISO 2039-1 (ball indentation method), or the method given in ISO 868 (Shore D hardness) shall be used. Five measurements shall be made on one or more specimens. The kind of preparation and the dimensions of the specimen, the test load applied, and the five results of the hardness shall be reported.

6.4.5.2 Flexible material

The method given in ISO 868 (preferably Shore A hardness) shall be used. Five measurements shall be made on one or more specimens. The kind of preparation, and the dimensions of the specimen, the type of durometer (A or D) used, and the five results of the indentation hardness shall be reported.

6.5 Thermal properties

6.5.1 Bond strength at elevated temperature

The twisted coil test, method A, or the helical coil test, method B, given in IEC 61033, shall be used. The test temperature shall be in accordance with the relevant specification sheet of IEC 60455-3, or shall be agreed upon between supplier and purchaser. Five specimens shall be tested. The method, the types of enamelled winding wire used as substrate, and the five results shall be reported.

6.5.2 Linear thermal expansion

The method given in ISO 11359-2 shall be used. The kind of preparation, the dimensions of the specimen and the result shall be reported.

6.5.3 Thermal conductivity

To be agreed between supplier and purchaser.

6.5.4 Glass transition

6.5.4.1 Glass transition temperature

One of the methods given in ISO 11357-2, ISO 11359-2 or ISO 11359-3 shall be used. Two measurements shall be made. The kind of preparation and, if applicable, the dimensions of the specimen, the method used (A: DSC or DTA, B1: TMA, expansion mode, or B2: TMA, penetration mode), and the two results of the glass transition temperature shall be reported.

6.5.4.2 Temperature of deflection under load

Method A or method B given in ISO 75 shall be used. Two specimens shall be tested. The kind of preparation and the dimensions of the specimen, the method used, and the two results of the temperature of deflection under load shall be reported.

NOTE The temperature of deflection under load is of the same nature as the glass transition temperature, but the methods given in ISO 75 do not allow temperatures below 40 °C to be determined. The methods according to 6.5.4.1 can preferably be applied.

6.5.5 Flammability

The methods A and B given in IEC 60695-11-10 shall be used. For each method five specimens shall be tested. Method B shall be applied only in the case where the result according to method A is worse than category V-2. The kind of preparation and the dimensions of the test specimen, as well as the result of flammability obtained with method B and, if applicable, with method A, shall be reported.

6.5.6 Thermal shock

To be agreed between supplier and purchaser.

6.5.7 Dry heat resistance of resins for cable accessories – Method of test

6.5.7.1 General

This test is used to determine the effect of extended exposure to dry heat on loss of mass and impact strength.

6.5.7.2 Specimen

Prepare the specimen from the same batch of resinous compound. The resinous compound shall be prepared and cured in accordance with the manufacturer's instructions.

- a) Loss of mass: a set of 3 test specimens shall be prepared with the dimensions of 80 mm × 40 mm × 5 mm and individually identified.
- b) Impact strength: a set of 5 test specimens shall be prepared in accordance with ISO 179.

6.5.7.3 Apparatus and materials

Equipment to be used:

- analytic balance with accuracy of ± 1 mg;
- forced air oven with temperature control;
- impact tester;
- desiccators.

6.5.7.4 Procedure

The test specimens, prepared in accordance with 6.5.7.2, shall be used as follows:

- The loss of mass specimen shall be marked individually. Take the mass by weighing it individually to the nearest of 1 mg (= mass m_1).
- All test specimens shall be placed in a forced air oven for 28 days at $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$. Any mechanical loading of the specimen or any direct contact between them shall be avoided. Only one type of resinous compound shall be tested at one time. At the end of the 28 days, the set of test specimen shall be removed from the forced air oven.
- The set of test specimen shall then be placed for 8 h in a desiccator and cooled to $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$.
- The loss of mass specimens shall be weighed individually to the nearest 1 mg (= mass m_2) immediately after removal from the desiccator.
- The impact strength shall be measured in accordance with ISO 179.

6.5.7.5 Assessment

The percent loss of mass shall be calculated for each individual sample, in accordance with the following equation:

$$M = ((m_1 - m_2) / m_1) \times 100$$

6.5.7.6 Test report

The test report shall include the following information:

- the average of percentage loss of mass;
- the average of the impact strength.

6.5.8 Wet heat resistance of resins for cable accessories

6.5.8.1 General

This test shall be carried out to the following requirements:

- a) the samples shall be prepared in accordance with the methods given in the relevant Part 3 sheet, to carry out the following tests: hardness, tensile and elongation, electric strength;
- b) final measurement of reference samples and treated samples shall be done the same day successively.

6.5.8.2 Test sequence

The test sequence shall be as follows:

- 1) Preparation of the test specimen from the same lot of resinous compound.
- 2) Immersion for 28 days at $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$ in water.
- 3) Drying for 48 h at $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ under vacuum.
- 4) Drying 24 h at 80°C with open ventilation slot.
- 5) Cooling in desiccator to $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ (8 h).
- 6) Test of specimens.

6.5.8.3 General

This test is used to determine the resistance to hydrolysis of resinous compounds exposed to the simultaneous influence of water and temperature. It determines any irreversible change in selected mechanical properties by means of a tensile test and of a hardness test, and electrical properties by means of dielectric strength.

6.5.8.4 Specimen

The resinous compound shall be prepared and cured in accordance with the manufacturer's instructions.

Mechanical test:

A set of 10 test specimens no. 1B shall be prepared in accordance with 6.4.1.2 and ISO 527-1, ISO 527-2 and ISO 527-3 from blister free plates of resinous compound of thickness of $(4 \pm 0,2)$ mm.

NOTE 1 For highly filled compound, specimens can be cast in a mould of adequate dimension for the test.

Electrical test:

A set of 5 test specimens shall be prepared in accordance with IEC 60093 for the electric strength tester.

NOTE 2 IEC 60093 will be replaced by IEC 62631 in the future. Users are encouraged to investigate the status of standardisation of IEC 62631 and the possibility of applying the standard. Members of ISO and IEC maintain registers of currently valid International Standards.

6.5.8.5 Apparatus and materials

Equipment to be used:

- hydrolysis vessel with a minimum capacity of 1 l for 5 test specimens each;
- forced air oven with temperature control;
- heating /vacuum cabinet;
- Shore hardness tester;
- tensile tester;
- volume resistivity tester;
- desiccator.

6.5.8.6 Procedure

The test specimens, shall be used as follows:

- A set of 5 mechanical test specimens shall be kept as reference samples. They shall be stored in the test room at standard atmosphere 23/50 in accordance with ISO 291.
- A set of 5 each of the mechanical test and of the electrical test specimens shall be immersed in water in the hydrolysis vessel for 28 days at 70 °C. The test specimens shall be placed in the hydrolysis vessel in such a manner that they are surrounded by water and immersed to a minimum water head of 10 mm. Any mechanical loading of the specimens or any direct contact between them shall be avoided. Only one type of resinous compound shall be tested at one time. The water conductivity shall be less than 500 $\mu\text{S/m}$ and its pH value shall be $7,0 \pm 0,5$. The hydrolysis vessel shall then be closed with a suitable cover and shall be placed in a heating cabinet at (70 ± 2) °C and kept at that temperature during the 28 days. At the end of the 28 days, the set of test specimens shall be removed from the heating cabinet and from the vessel.

The set of test specimens shall then be placed respectively in a separate heating/vacuum cabinet and dried for 48 h at (60 ± 2) °C under a $(1,5 \pm 0,2)$ kPa vacuum, in storage for 24 h at (80 ± 2) °C with an open ventilation slot, and then shall be cooled down to (23 ± 2) °C for 8 h in desiccators.

6.5.8.7 Conditioning and assessment

The test specimens shall be conditioned before the hardness, the tensile/elongation and the electric strength tests for 24 h in accordance with ISO 291 using an atmosphere 23/50. The mechanical test specimens (reference and wet aged) shall be subjected to hardness measurement, followed by tensile/elongation measurement.

The hardness test shall be carried out in accordance with ISO 868 on ends of the mechanical test specimens outside their clamping length and in the centre of their surfaces.

The tensile and elongation test shall be carried out in accordance with ISO 527, with a jaw speed of 50 mm/min up to Shore D hardness 70.

A jaw speed of 5 mm/min shall be applied if the Shore hardness is ≥ 70 .

The electrical test specimens shall be subjected to electric strength measurement in accordance with IEC 60093.

For mechanical tests the following arithmetic mean for each property shall be calculated:

E_1 : value on the reference test specimens;

E_2 : value on the aged test specimens.

The retained percentage of the values for these properties after the temperature/water exposure shall be calculated using the following equation:

$$E = (E_2 / E_1) \times 100$$

For the electric strength test, the arithmetic mean of the test specimens shall be calculated and compared to the values in IEC 60455-3-8:2013, Table 2.

6.5.8.8 Test report

The test report shall include the following information:

- retained percent of Shore hardness;
- retained percent of tensile strength;
- retained percent of elongation at break;
- value of dielectric strength.

6.5.9 Loss of mass

6.5.9.1 General

This method applies to resinous compounds for cable accessories.

6.5.9.2 Apparatus and materials

Equipment to be used:

- analytic balance with accuracy ± 1 mg;
- constant temperature oven with ventilation;
- desiccator with calcium dichloride as a drying agent.

6.5.9.3 Specimen

Three specimens with the dimension of 80 mm × 40 mm × 5 mm shall be conditioned for 24 h at standard atmosphere 23/50 in accordance with ISO 291 and individually identified.

6.5.9.4 Procedure

The three conditioned test specimens shall be weighed individually to the nearest 1 mg (= mass m_1) and stored for one week at $(120 \pm 2) ^\circ\text{C}$ in the vented oven. They shall then be cooled in a desiccator. Immediately after removal from the desiccator, the test specimens shall be weighed individually to the nearest 1 mg (= mass m_2).

6.5.9.5 Results

The percent loss of mass, M , shall be calculated for each individual sample, in accordance with the following equation:

$$M = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

The average value of the three measurements shall be reported.

6.5.10 Temperature index

NOTE The temperature index depends on the choice of test criterion and of the end-point criterion. Therefore, for one and the same material, results for the temperature index can vary by 80 K or more.

6.5.10.1 Procedure

The method given in IEC 60216 shall be used. The test and end-point criteria shall be in accordance with the relevant specification sheet of IEC 60455-3, or shall be agreed upon between supplier and purchaser. Two test criteria shall be used. For each test criterion at least three exposure temperatures shall be applied. The difference between two subsequent exposure temperatures shall not exceed 20 K. If the correlation coefficient is less than 0,95, one more set of specimens shall be tested at an exposure temperature different from the temperature originally chosen.

NOTE ISO 2578 is based on the principles laid down in IEC 60216. By deleting all information that is not required for planning and running a temperature index experiment and for calculation of results, ISO 2578 has become a practical short version as required for use in a laboratory.

6.5.10.2 Result

For each test criterion, the kind of preparation and the type and dimensions of the specimen, the number of specimens for each test, the exposure temperatures, and the results shall be reported along with reference to the standards applied. The results for each test set shall contain the specimen end-point times, the time to end-point for each exposure temperature, a graph showing the property values as a function of the logarithm of the times to end-point, the thermal endurance graph (first order regression line) on thermal endurance graph paper, the temperature index, and the correlation coefficient.

6.6 Chemical properties

6.6.1 Water absorption

Method 1 (water at 23 °C) and method 3 (boiling water) given in ISO 62 shall be used. For each method three specimens shall be tested. The kind of preparation and the dimensions of the specimen, and the three results of water absorption obtained with each of method 1 and method 3 shall be reported. One untreated specimen shall be kept for reference.

6.6.2 Effect of liquid chemicals

The method given in ISO 175 shall be used. Unless otherwise specified, the temperature of the test liquid shall be $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ and the immersion time shall be (168 ± 1) h (seven days). For each test liquid three specimens shall be tested. The kind of preparation and the dimensions of the specimen, the type of test liquid and the three results for each of the test liquids shall be reported. For each test liquid the result shall contain the change of appearance, dimensions and mass for each of the three specimens. One untreated specimen shall be kept for reference.

6.6.3 Resistance to mould growth

The method given in IEC 60068-2-10 shall be used. Three specimens according to 6.7.1.3 shall be tested, and the three results of resistance to mould growth shall be reported. One untreated specimen shall be kept for reference.

6.6.4 Water vapour permeability

To be agreed between supplier and purchaser.

6.7 Electrical properties

6.7.1 Effect of water immersion on volume resistivity

6.7.1.1 General

The method given in IEC 60093 shall be used. If IEC 60093 is not applicable for the material under test, then the following method may be used.

NOTE IEC 60093 will be replaced by IEC 62631 in the future. Users are encouraged to investigate the status of standardisation of IEC 62631 and the possibility of applying the standard. Members of ISO and IEC maintain registers of currently valid International Standards.

6.7.1.2 Equipment

The following equipment shall be used:

- any commercially available tera-ohmmeter with an accuracy of $\pm 10\%$;
- a metal cylinder to be used as voltage electrode (top electrode) of at least 60 mm diameter having a mass to provide a pressure on the specimen of about 0,015 MPa;
- two conducting rubber disks having the same diameter as the top electrode and of 3 mm to 5 mm thickness with a maximum resistance of 1 000 Ω , and with a Shore A hardness of 65 to 85;
- a metal cylinder having the same diameter as the top electrode and of about 70 mm height;
- (a bottom electrode).

6.7.1.3 Test specimen

The specimen shall be in the form of a disk or a square with a diameter or an edge length exceeding the diameter of the top electrode by at least 10 mm. The thickness shall not exceed 3 mm and the flat surfaces shall be in parallel. Three specimens shall be prepared.

NOTE The specimen can be cast between plates, with a wound piece of enamelled round winding wire used as a spacer.

6.7.1.4 Procedure

The test set-up shall consist of the specimen placed between the two metal cylinders with the rubber disks as intervening layers. For an example of the complete test arrangement, see Figure 1. The d.c. test voltage shall be adjusted to provide an electrical field strength of not

more than 1 000 V/mm. The specimen shall be tested before and after immersion in demineralized water. Unless otherwise specified, the temperature of the water shall be $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ and the time of immersion shall be (168 ± 1) h (seven days). After immersion in water the test set-up shall be made immediately after removing the specimen from the water and blotting it between filter papers to remove excessive water. The resistance measurement shall be taken (15 ± 1) min after the test set-up is made. The reading shall be taken (60 ± 5) s after electrification. In the case where, for example, the diameter of the top electrode is 60 mm, resistivity shall be calculated as:

$$\rho = (2,83 \cdot R)/d$$

where

ρ is the resistivity (Ωm);

d is the specimen thickness (mm);

R is the measured resistance (Ω).

For a different diameter D of the top electrode, replace the factor 2,83 by:

$2,83 D^2 / 3\,600$ with D in millimetres.

6.7.1.5 Result

Three specimens shall be tested and the kind of preparation, the diameter of the electrodes, the dimensions of the test specimen, the test voltage used, and the three results before and after immersion in water shall be reported, along with reference to the standard applied. The results shall contain volume resistance and volume resistivity.

6.7.2 Dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) and relative permittivity (ϵ_r)

6.7.2.1 General

The method given in IEC 60250 shall be used. If IEC 60250 is not applicable for the material under test, then the following method may be used.

NOTE IEC 60250 will be replaced by IEC 62631 in the future. Users are encouraged to investigate the status of standardisation of IEC 62631 and the possibility of applying the standard. Members of ISO and IEC maintain registers of currently valid International Standards.

6.7.2.2 Equipment

Any commercially available and adequate impedance-meter may be used, indicating the dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) and the relative permittivity (ϵ_r).

6.7.2.3 Test specimen

A test specimen in accordance with 6.7.1.3 shall be used.

6.7.2.4 Procedure

The top electrode shall have a diameter of at least 40 mm and may or may not be surrounded by a shield electrode. The bottom electrode shall have a diameter exceeding the diameter of the top electrode by at least 20 mm and shall be applied concentrically to the upper electrode. The electrodes shall be provided by brushing a conductive dispersion such as graphite or silver, or by applying a metal foil of a thickness of not more than 0,005 mm, made to adhere with a drop of oil, or by any other equally suitable procedure. Unless otherwise specified, the test shall be carried out at $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ with a sinusoidal test voltage at a frequency of 1 kHz. The connections to the specimen shall be in accordance with the instruction manual of the testing device.

6.7.2.5 Result

Two specimens shall be tested. The kind of preparation and the dimensions of the test specimen, the test temperature, the electrodes employed, the test voltage and frequency used, and the two results shall be reported along with reference to the standard applied. The report shall contain the dielectric dissipation factor and the relative permittivity.

6.7.3 Breakdown voltage and electric strength

6.7.3.1 General

Breakdown voltage shall be measured by using IEC 60243-1. If IEC 60243-1 is not applicable to the material under test, Clauses 4 and 6 may be amended as below.

6.7.3.2 Electrodes

The electrode arrangement shall be the ball-to-plate type. The high-voltage electrode shall consist of a polished steel ball with a radius of $(3 \pm 0,000\ 5)$ mm for rigid material, and $(10 \pm 0,000\ 5)$ mm for flexible material. Polished steel balls with a surface roughness of less than 0,001 mm as used in ball bearings (class III) are easily available and have been found adequate for the purpose. The earth electrode shall be a plate with a diameter of (75 ± 1) mm and with rounded edge of a radius of $(3 \pm 0,1)$ mm. For the complete test arrangement for flexible material, see Figure 2. In the case of rigid material, the upper electrode and the specimen shall be as shown in Figure 3.

NOTE 1 The ball-to-plate electrode arrangement gives, compared to a plate-to-plate set, a slightly increased field strength depending on the radius of the ball electrode and the thickness of the specimen.

EXAMPLE For a radius of 10 mm and a thickness of 0,1 mm, the increase in field strength compared to that of plate-to-plate arrangement is about 10 %.

NOTE 2 If a round cylindrical glass container of sufficient size is used to accommodate the test set-up and the fluid with the earth electrode at the bottom of it, such a container makes it possible to observe visually the process when the voltage is applied. It also permits the earth connection and the fluid supply through the bottom electrode, with a fluid overflow at the top of the container, see Figure 2. If an elevated test temperature is required, such an arrangement allows the fluid to be used for heating purposes.

6.7.3.3 Test specimen

6.7.3.3.1 General

The thickness of that part of the specimen which is subject to breakdown shall not exceed 1 mm. The thickness of any two of the specimens of one set shall not vary by more than 10 %.

NOTE It is generally found that the electric strength for cured reactive compounds with a glass transition temperature above 80 °C is from 50 kV/mm to 100 kV/mm and can be even more, for instance, for hot curing cycloaliphatic epoxide based compounds. Consequently, testing specimens of a thickness of significantly more than 1 mm and with an electrode arrangement of, for instance, 25/75 mm as specified in IEC 60243-1, can require voltage levels above 200 kV. This can lead to conditions where flashover or partial flashover with subsequent breakdown outside the electrode area cannot be avoided.

6.7.3.3.2 Rigid material

The specimen shall form a cylindrical rod of cast compound with a diameter of about 30 mm and with a length, in millimetres, twice the assumed numerical value of breakdown voltage in kilovolts. This rod shall contain a central lead wire with a steel ball attached to it at one end and apart from the other end completely embedded in the casting compound.

After the mould is removed, that end of the specimen which is close to the ball electrode shall be ground to the specified thickness, then polished and coated with a conductive layer, for instance a dispersion of graphite or silver, which serves as the earth electrode. During grinding the thickness shall be controlled by means of a permeameter type device calibrated

in thickness. For an example of the specimen set-up, see Figure 4. This set-up can be accommodated in a glass container as in Figure 2.

NOTE For casting, a glass tube can serve as a mould with the lead wire and the ball electrode properly centred by adequate means. A piece of welding wire of, for instance, 3 mm diameter can serve as a lead wire, with one end soldered to the ball electrode.

After testing, the cured compound is removed at the point of breakdown to allow measurement of the space between the polished surface and the ball electrode. The space shall be measured by means of a micrometer probe, and reported as thickness.

6.7.3.3.3 Flexible material

A specimen in accordance with 6.7.1.3 shall be used.

6.7.3.4 Procedure

The rate of increase of the voltage shall be not more than 500 V/s. Unless otherwise specified, the test temperature shall be $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$. The test shall be carried out with the specimen and the electrodes in a dielectric fluid, which is circulated and maintained at the specified test temperature. Unless otherwise specified, unused mineral insulating oil according to IEC 60296, or unused synthetic organic ester according to IEC 61099, shall be employed.

6.7.3.5 Result

Five specimens shall be tested. The type and method of preparation of the specimen and its dimensions, the test temperature, the radius of the ball electrode, the type of dielectric fluid used and the five results shall be reported, along with reference to the standards applied. The results shall contain the thickness of the specimen at the point of breakdown, the breakdown voltage and the electric strength.

6.7.4 Proof tracking index (PTI)

The method given in Clause 10 of IEC 60112:2003 shall be used. Three specimens shall be tested with a proof voltage as specified in the relevant specification sheet, or as agreed upon between supplier and purchaser. The kind of preparation and the dimensions of the specimen, as well as the three results of PTI, shall be reported. The results shall contain the proof voltage applied and the number of drops obtained.

6.7.5 Electrolytic corrosion

The visual method given in IEC 60426 shall be used. Three specimens shall be tested. The three results of electrolytic corrosion shall be reported.

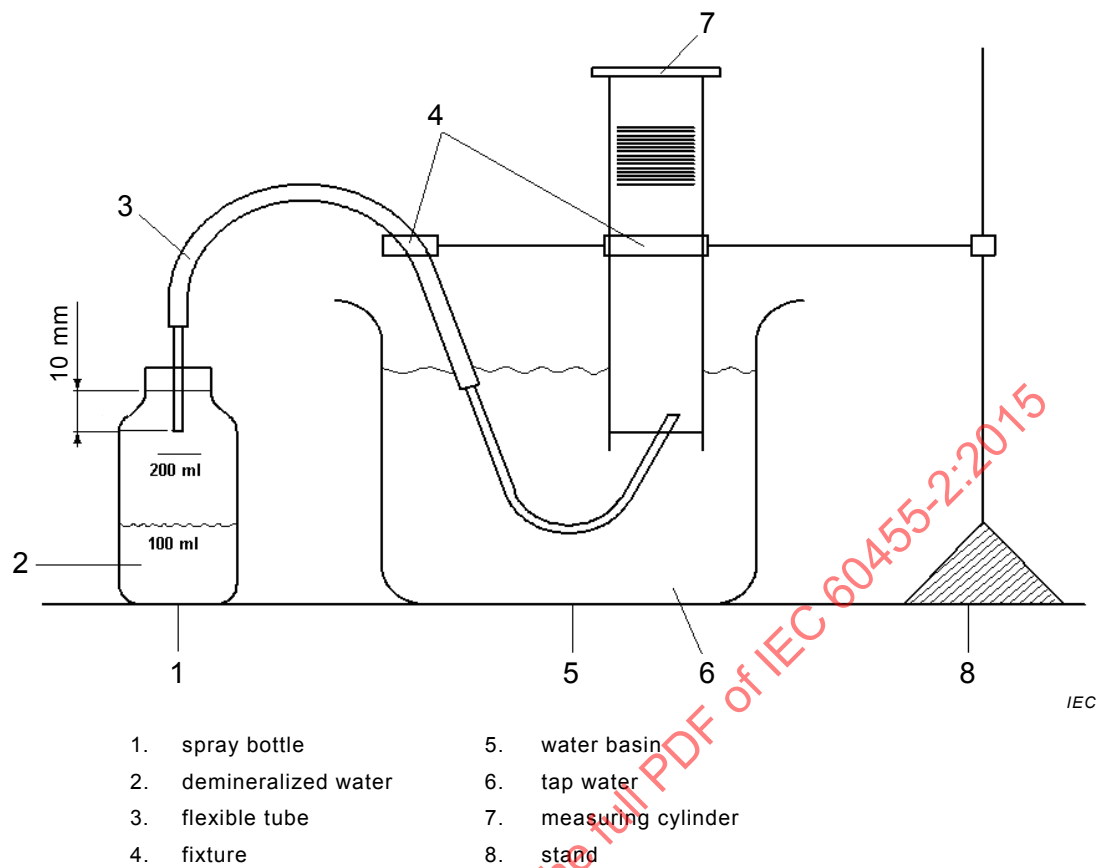


Figure 1 – Test apparatus for curing in presence of water test

Dimensions in millimetres

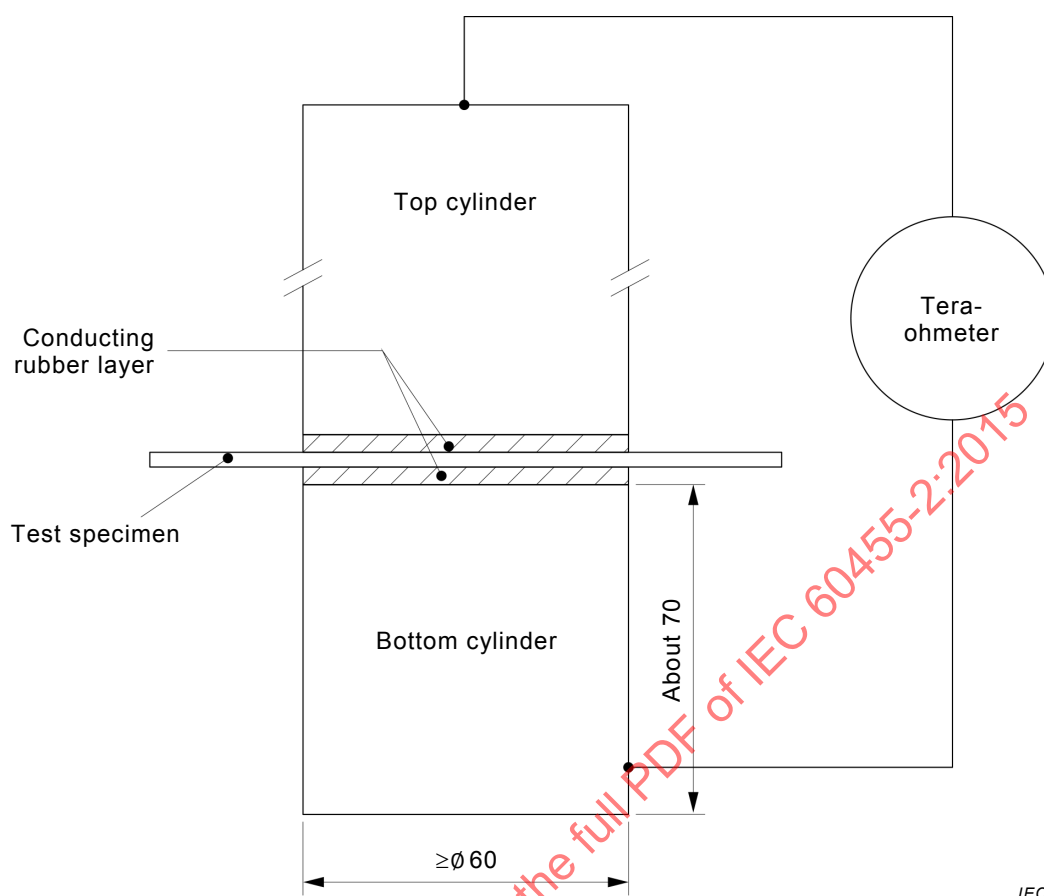


Figure 2 – Test set-up for volume resistivity

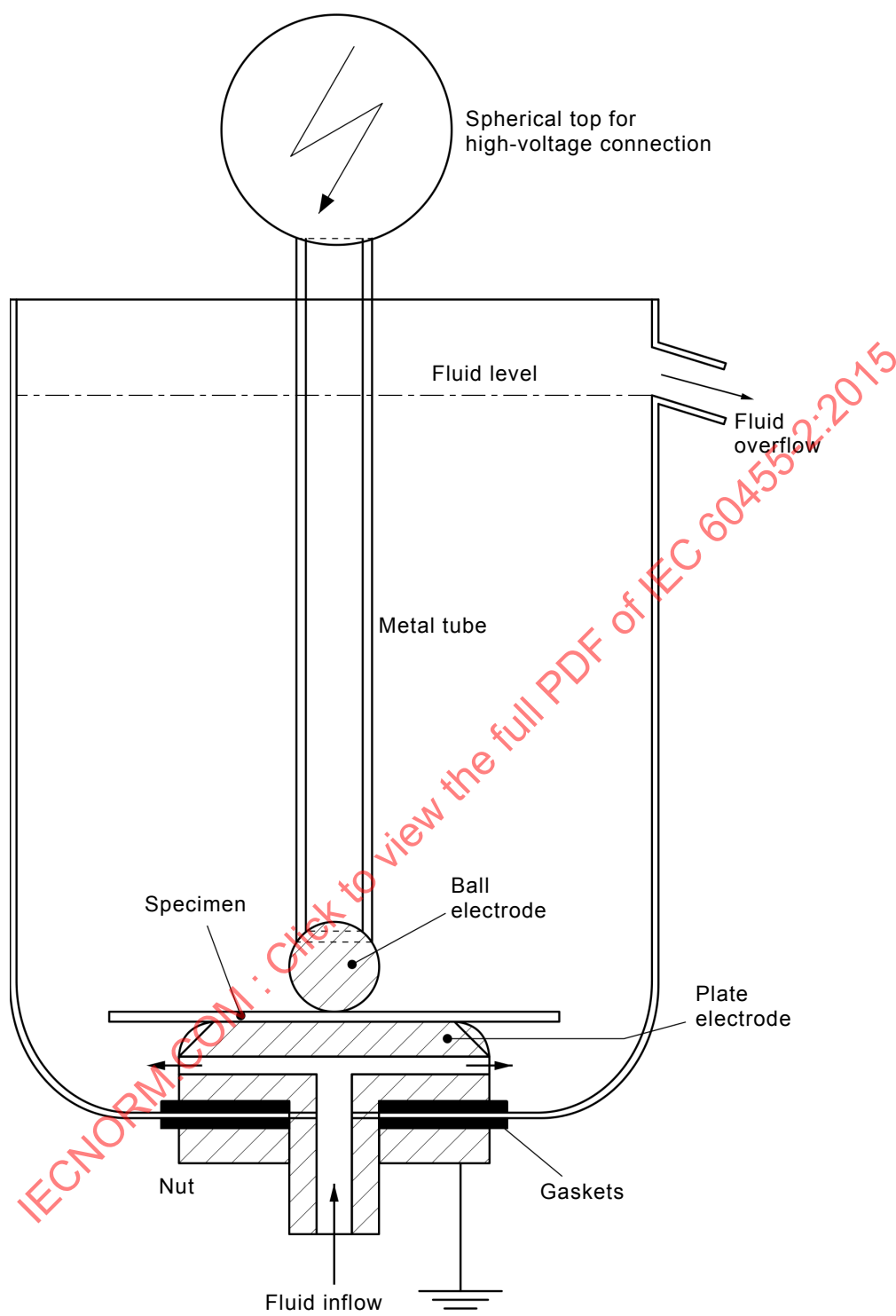


Figure 3 – Example of electrode arrangement for flexible cured compound

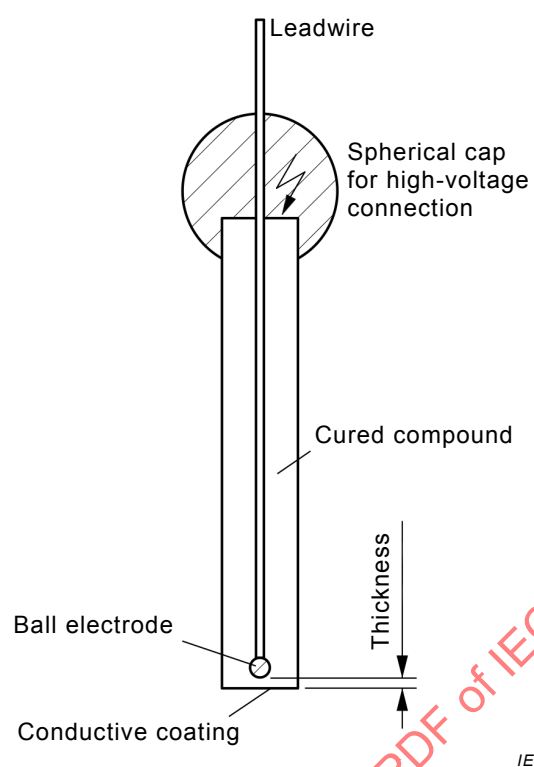


Figure 4 – Example of electrode arrangement for rigid cured compound

Annex A (informative)

Health and safety

The manufacturer shall make available on request the MSDS for each component, in order to enable the purchaser to transport, use and dispose of the components and their packaging in a safe manner, in relevant languages.

Further relevant information concerning health and safety linked to installation conditions shall be made available on request.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60455-2:2015

Bibliography

- [1] ISO 558:1980, *Conditioning and testing – Standard atmospheres – Definitions*
 - [2] ISO 2578:1993, *Plastics – Determination of time-temperature limits after prolonged exposure to heat*
-

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60455-2:2015

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	41
INTRODUCTION.....	43
1 Domaine d'application.....	44
2 Références normatives	44
3 Termes et définitions	47
4 Observations générales sur les méthodes d'essai	48
4.1 Préparation et conditionnement	48
4.2 Séquence d'essais	48
4.3 Rapport d'essai	48
5 Méthodes d'essai pour les composés réactifs et leurs composants.....	48
5.1 Point d'éclair	48
5.2 Masse volumique	49
5.3 Viscosité	49
5.4 Viscosité après stockage à une température élevée	49
5.5 Teneur des composés organiques volatils	49
5.6 Augmentation isothermique de la viscosité (temps de traitement)	50
5.7 Durée de vie de stockage	50
5.8 Couleur.....	50
5.9 Température de ramollissement.....	50
5.10 Teneur en cendres	50
5.11 Teneur en charge	50
5.12 Teneur en chlore	50
5.12.1 Teneur en chlore totale des polyesters insaturés et des résines époxydes	50
5.12.2 Teneur en chlore inorganique des résines époxydes et des esters glycidiques.....	51
5.12.3 Teneur en chlore facilement saponifiable des résines époxydes et des matériaux connexes	51
5.13 Tendance à la cristallisation	51
5.14 Equivalent époxyde des résines époxydes	51
5.15 Teneur en isocyanate	51
5.16 Teneur en eau (méthode de Karl Fischer)	51
5.17 Indice d'hydroxyle	51
5.17.1 Résines de polyester.....	51
5.17.2 Résines autres que le polyester.....	51
5.18 Indice d'acide des résines polyester	51
5.19 Nombre de doubles liaisons des polyesters insaturés et des résines acryliques	51
5.20 Teneur en acide et anhydride d'acide des durcisseurs anhydride d'acide	51
5.21 Teneur en amine	52
5.22 Durée de vie en pot.....	52
5.22.1 Généralités	52
5.22.2 Composés résineux pour accessoires de câbles	52
5.23 Temps de gélification	53
5.23.1 Composés à base de polyester insaturé	53
5.23.2 Composés à base de résine phénolique.....	53
5.23.3 Autres composés	53

5.24	Montée exothermique de température.....	53
5.24.1	Composés à base de polyester insaturé	53
5.24.2	Composés résineux pour accessoires de câbles	53
5.24.3	Autres composés	54
5.25	Retrait total en volume des époxydes et des composés à base de polyester insaturé	54
5.26	Durcissement en présence d'eau	54
5.26.1	Généralités	54
5.26.2	Equipements et matériels	54
5.26.3	Dispositif verseur	54
5.26.4	Procédure	54
5.26.5	Rapport d'essai	55
5.27	Détermination du degré de durcissement	55
5.28	Durcissement en couche épaisse et émissions pendant le durcissement	55
5.28.1	Généralités	55
5.28.2	Matériel	55
5.28.3	Eprouvette	56
5.28.4	Procédure	56
6	Méthodes d'essai des composés réactifs durcis	57
6.1	Généralités	57
6.2	Eprouvettes	57
6.2.1	Généralités	57
6.2.2	Préparation du composé réactif	57
6.2.3	Préparation des éprouvettes	57
6.2.4	Type et nombre d'éprouvettes	58
6.3	Masse volumique	58
6.4	Propriétés mécaniques	58
6.4.1	Propriétés en traction	58
6.4.2	Propriétés en compression	58
6.4.3	Propriétés en flexion	58
6.4.4	Résistance au choc	59
6.4.5	Dureté	59
6.5	Propriétés thermiques	59
6.5.1	Pouvoir agglomérant à température élevée	59
6.5.2	Dilatation thermique linéaire	59
6.5.3	Conductivité thermique	59
6.5.4	Transition vitreuse	59
6.5.5	Inflammabilité	60
6.5.6	Choc thermique	60
6.5.7	Résistance à la chaleur sèche des résines pour accessoires de câbles – Méthode d'essai	60
6.5.8	Résistance à la chaleur humide des résines pour accessoires de câbles	61
6.5.9	Perte de masse	63
6.5.10	Indice de température	64
6.6	Propriétés chimiques	64
6.6.1	Absorption d'eau	64
6.6.2	Effets des liquides chimiques	65
6.6.3	Résistance aux moisissures	65
6.6.4	Perméabilité à la vapeur d'eau	65

6.7	Propriétés électriques	65
6.7.1	Effet de l'immersion dans l'eau sur la résistivité transversale	65
6.7.2	Facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$) et permittivité relative (ϵ_r)	66
6.7.3	Tension de claquage et rigidité diélectrique	67
6.7.4	Indice de tenue au cheminement (ITC)	68
6.7.5	Corrosion électrolytique	68
Annexe A (informative) Santé et sécurité		73
Bibliographie		74
Figure 1 – Appareil d'essai pour le durcissement en présence d'essai d'eau		69
Figure 2 – Dispositif de montage pour la résistivité en volume		70
Figure 3 – Exemple de disposition des électrodes pour les composés durcis et flexibles		71
Figure 4 – Exemple de disposition des électrodes pour les composés rigides et durcis		72
Tableau 1 – Etat du côté supérieur		56
Tableau 2 – Etat du côté inférieur		56
Tableau 3 – Etat de l'intérieur		56

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60455-2:2015

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**COMPOSÉS RÉACTIFS A BASE DE RÉSINES
UTILISÉS COMME ISOLANTS ÉLECTRIQUES –****Partie 2: Méthodes d'essai****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 60455-2 a été établie par le comité d'études 15 de l'IEC: Matériaux isolants électriques solides.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition parue en 1998. Cette édition constitue une révision technique.

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

- a) Introduction des méthodes d'essai relatives à la norme IEC 60455-3-8;
- b) Des méthodes d'essai supplémentaires et mis à jour pour les résines.

La présente version bilingue (2016-01) correspond à la version anglaise monolingue publiée en 2015-06.

Le texte anglais de cette norme est issu des documents 15/751/FDIS et 15/757/RVD.

Le rapport de vote 15/757/RVD donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

La version française de cette norme n'a pas été soumise au vote.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 60455, publiées sous le titre général *Composés réactifs à base de résines utilisés comme isolants électriques*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication 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 à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60455-2:2015

INTRODUCTION

La présente partie de l'IEC 60455 appartient à une série traitant des résines exemptes de solvant à base de composés réactifs et de leurs constituants, utilisés dans l'isolation électrique.

Cette série comprend trois parties:

- Partie 1: Définitions et prescriptions générales (IEC 60455-1);
- Partie 2: Méthodes d'essai (IEC 60455-2);
- Partie 3: Spécifications pour matériaux particuliers (IEC 60455-3).

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60455-2:2015

COMPOSÉS RÉACTIFS A BASE DE RÉSINES UTILISÉS COMME ISOLANTS ÉLECTRIQUES –

Partie 2: Méthodes d'essai

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 60455 spécifie les méthodes d'essai à utiliser pour vérifier les composés réactifs à base de résines, leurs composants et les composés durcis, utilisés pour l'isolation électrique.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 (toutes les parties), *Vocabulaire Electrotechnique International* (disponible sous <http://www.electropedia.org>)

IEC 60068-2-10:2005, *Essais d'environnement – Partie 2-10: Essais – Essai J et guide: Moisissures*

IEC 60093:1980, *Méthodes pour la mesure de la résistivité transversale et de la résistivité superficielle des matériaux isolants électriques solides*

IEC 60112:2003, *Méthode de détermination des indices de résistance et de tenue au cheminement des matériaux isolants solides*

IEC 60216 (toutes les parties), *Matériaux isolants électriques – Propriétés d'endurance thermiques*

IEC 60243-1:1998, *Rigidité diélectrique des matériaux isolants – Méthodes d'essai – Partie 1: Essais aux fréquences industrielles*

IEC 60250:1969, *Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises)*

IEC 60296:2012, *Fluides pour applications électrotechniques – Huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillages de connexion*

IEC 60426:2007, *Matériaux isolants électriques – Détermination de la corrosion électrolytique en présence de matériaux isolants – Méthodes d'essais*

IEC 60455-1:1998, *Composés réactifs à base de résine utilisés comme isolants électriques – Partie 1: Définitions et prescriptions générales*

IEC 60455-3 (toutes les parties), *Composés réactifs à base de résine utilisés comme isolants électriques – Partie 3: Spécifications pour les matériaux particuliers*

IEC 60455-3-8:2013, *Composés réactifs à base de résines utilisés comme isolants électriques – Partie 3: spécifications pour matériaux particuliers – Feuille 8: résines pour accessoires de câble* -

IEC 60695-11-10:1999, *Essais relatifs aux risques du feu – Partie 11-10: Flammes d'essai – Méthodes d'essai horizontale et verticale à la flamme de 50 W*

IEC 60814:1997, *Isolants liquides – Cartons et papiers imprégnés d'huile – Détermination de la teneur en eau par titrage coulométrique de Karl Fischer automatique*

IEC 61033:1991, *Méthodes d'essai pour la détermination du pouvoir agglomérant des agents d'imprégnation sur fil émaillé*

IEC 61099:2010, *Liquides isolants – Spécifications relatives aux esters organiques de synthèse neufs destinés aux matériels électriques*

ISO 37:2011, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique – Détermination des caractéristiques de contrainte – déformation en traction*

ISO 62:2008, *Plastiques – Détermination de l'absorption d'eau*

ISO 75 (toutes les parties), *Plastiques et ébonite – Détermination de la température de fléchissement sous charge*

ISO 175:2010, *Plastiques – Détermination de l'action des agents chimiques liquides, y compris l'eau*

ISO 178:2010, *Plastiques – Détermination des caractéristiques de flexion des matières plastiques rigides*

ISO 179-1:2010, *Plastiques – Détermination de la résistance au choc Charpy – Partie 1: Essai de choc non instrumenté*

ISO 179-2:1997, *Plastiques – Détermination de la résistance au choc Charpy – Partie 2: Essai de choc instrumenté*

ISO 291, *Plastiques – Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*

ISO 306:2004, *Plastiques – Matériaux thermoplastiques – Détermination de la température de ramollissement Vicat (VST)*

ISO 527 (toutes les parties), *Plastiques – Détermination des propriétés en traction*

ISO 584:1982, *Plastiques – Résines de polyesters non saturés – Détermination conventionnelle de la réactivité à 80 degrés C (méthode conventionnelle)*

ISO 604:2002, *Plastiques – Détermination des propriétés en compression*

ISO 868:2003, *Plastiques et ébonite – Détermination de la dureté par pénétration au moyen d'un duromètre (dureté Shore)*

ISO 1183-1:2012, *Plastiques – Méthodes de détermination de la masse volumique des plastiques non alvéolaires – Partie 1: Méthode par immersion, méthode du pycnomètre en milieu liquide et méthode par titrage*

ISO 1513:2010, *Peintures et vernis – Examen et préparation des échantillons pour essais*

ISO 1523:2002, *Peintures, vernis, pétrole et produits assimilés – Détermination du point d'éclair – Méthode à l'équilibre en vase clos*

ISO 1675:1985, *Plastiques – Résines liquides – Détermination de la masse volumique par la méthode du pycnomètre*

ISO 2039-1:1993, *Plastiques – Détermination de la dureté – Partie 1: Méthode de pénétration à la bille*

ISO 2114:1996, *Plastiques (résines de polyesters) et peintures et vernis (liants) – Détermination de l'indice d'acide partiel et de l'indice d'acide total*

ISO 2431:1993, *Peintures et vernis – Détermination du temps d'écoulement au moyen de coupes d'écoulement*

ISO 2535:1997, *Plastiques – Résines de polyesters non saturés – Mesurage de la durée de gélification à 25 degrés C*

ISO 2554:1997, *Plastiques – Résines de polyesters non saturés – Détermination de l'indice d'hydroxyle*

ISO 2555:1989, *Plastiques – Résines à l'état liquide ou en émulsions ou dispersions – Détermination de la viscosité apparente selon le procédé Brookfield*

ISO 2592:1973, *Produits pétroliers – Détermination des points d'éclair et de feu – Méthode Cleveland en vase ouvert*

ISO 3001:1997, *Plastiques – Compositions époxydiques – Détermination de l'équivalent époxyde*

ISO 3219:1993, *Plastiques – Polymères résines à l'état liquide en émulsion ou en dispersion – Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre rotatif à gradient de vitesse de cisaillement défini*

ISO 3451-1:1997, *Plastiques – Détermination du taux de cendres – Partie 1: Méthodes générales*

ISO 3521:1997, *Plastiques – Résines d'époxydes et de polyesters non saturés – Détermination du retrait global en volume*

ISO 3679:1983, *Peintures, vernis, produits pétroliers et assimilés – Détermination du point d'éclair – Méthode rapide à l'équilibre*

ISO 4573:1978, *Plastiques – Résines d'époxydes et esters glycidiques – Dosage du chlore inorganique*

ISO 4583:1998, *Plastiques – Résines d'époxydes et matières apparentées – Dosage du chlore facilement saponifiable*

ISO 4615:1979, *Plastiques – Résines de polyesters non saturés et époxydes – Détermination de la teneur totale en chlore*

ISO 4625:1980, *Liants pour peintures et vernis – Détermination du point de ramollissement – Méthode de l'anneau et de la bille*

ISO 4895, *Plastiques – Résines époxydes liquides – Détermination de la tendance à la cristallisation*

ISO 7056, *Matériel de laboratoire en plastique – Bêchers*

ISO 9396:1997, *Plastiques – Résines phénoliques – Détermination du temps de gélification des résols dans des conditions spécifiques sur appareils automatiques*

ISO 11357-2:1999, *Plastiques – Analyse calorimétrique différentielle (DSC) – Partie 2: Détermination de la température de transition vitreuse et de la hauteur de palier de transition vitreuse*

ISO 11359-2:1999, *Plastiques – Analyse thermomécanique (TMA) – Partie 2: Détermination du coefficient de dilatation thermique linéique et de la température de transition vitreuse*

ISO 11359-3:2002, *Plastiques – Analyse thermomécanique (TMA) – Partie 3: Détermination de la température de pénétration*

ISO 14896:2009, *Plastiques – Matières premières des polyuréthanes – Détermination de la teneur en isocyanate*

ISO 15528:2000, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis – Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'IEC 60455-1, de l'IEC 60050, ainsi que les suivants s'appliquent:

3.1

résistance transversale

partie de la résistance d'isolement due à la conduction au travers du volume et excluant le courant de surface

3.2

résistivité transversale

résistance transversale ramenée à l'unité de volume

3.3

facteur de dissipation diélectrique

$\tan \delta$

valeur numérique du rapport de la partie imaginaire sur la partie réelle de la permittivité complexe

3.4

permittivité relative

ϵ_r

rapport de la permittivité absolue sur la constante diélectrique

Note 1 à l'article: En pratique, dans l'industrie, il est courant d'utiliser le terme de permittivité en faisant référence à la permittivité relative.

4 Observations générales sur les méthodes d'essai

4.1 Préparation et conditionnement

Sauf spécification contraire dans la norme de spécifications correspondante ou dans la méthode d'essai, tous les essais doivent être réalisés dans des conditions atmosphériques de température comprises entre 21 °C et 29 °C et d'humidité relative comprise entre 45 % et 70 %. Avant de faire les mesures, l'échantillon ou l'éprouvette doit être préconditionné(e) dans ces conditions atmosphériques pendant un temps suffisant pour permettre à l'échantillon ou à l'éprouvette d'atteindre la stabilité. Pour prélever des échantillons au format liquide ou pâteux, l'ISO 15528 doit être appliquée. Pour préparer de tels échantillons, l'ISO 1513 doit être appliquée.

NOTE Pour les définitions des termes relatifs aux atmosphères normalisées, voir l'ISO 558. L'atmosphère d'essai telle que spécifiée ci-dessus ne satisfait à aucune des deux atmosphères spécifiées dans l'ISO 291, mais couvre les deux plages y compris leurs tolérances.

Normalement, toutes les exigences d'une méthode d'essai sont données dans la description, et les schémas sont conçus uniquement pour illustrer une disposition possible pour réaliser l'essai. Dans le cas où des antagonismes existent, entre la présente Norme et les feuilles de spécifications de la série IEC 60455-3, cette dernière doit prévaloir. Si une autre norme est évoquée comme méthode d'essai, la référence à cette norme doit être indiquée dans le rapport.

4.2 Séquence d'essais

Pour éviter tout effort inutile, les essais doivent être effectués sur les échantillons selon la séquence suivante:

- 1) essais sur les composants individuels avant mélange;
- 2) essais sur le composé réactif juste après le mélange (prêt à l'emploi);
- 3) essais sur le composé durci;
- 4) essais sur le composé durci après le prétraitement (thermique, humidité, eau, etc.).

Si l'échantillon soumis à essai échoue à l'essai, les essais suivants peuvent devenir obsolètes.

4.3 Rapport d'essai

Sauf spécification contraire, le rapport d'essai doit inclure les données suivantes:

- 1) désignation et identification de la résine;
- 2) numéro de lot ou autre identification;
- 3) confirmation du marquage et de l'étiquetage selon la fiche de données de sécurité (MSDS);
- 4) résultats de l'essai;
- 5) principaux paramètres d'essai, notamment le conditionnement et l'étalonnage, si applicable;
- 6) conditions de traitement utilisées pour le composé réactif;
- 7) copie de la fiche technique (TDS) et de la MSDS.

5 Méthodes d'essai pour les composés réactifs et leurs composants

5.1 Point d'éclair

Pour les températures de point éclair supérieures ou égales à 79 °C, la méthode donnée dans l'ISO 2592 doit être utilisée. Pour les températures de point éclair inférieures à 79 °C, la

méthode donnée dans l'ISO 1523 doit être utilisée, avec une coupe fermée quelconque, telle qu'elle est décrite dans l'Annexe A de l'ISO 1523:2002. L'ISO 1523 doit être lue conjointement avec l'ISO 3679. Deux mesures doivent être effectuées sur deux échantillons distincts et les deux résultats relatifs au point éclair doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées.

5.2 Masse volumique

La méthode donnée dans l'ISO 1675 doit être utilisée. Deux mesures doivent être faites et les deux résultats concernant la masse volumique doivent être consignés.

5.3 Viscosité

La viscosité doit être déterminée avec un dispositif adapté, à la température de $(23 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$, sauf spécification contraire. Si un dispositif de type rotatif est utilisé, il doit être conforme à l'ISO 2555 (de type Brookfield) ou à l'ISO 3219 (de type fonctionnant à un taux de cisaillement défini). Si on utilise un matériel de type à écoulement, la méthode d'essai et la coupe d'écoulement doivent être conformes à l'ISO 2431. Deux mesures doivent être faites et les deux résultats relatifs à la viscosité doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées.

5.4 Viscosité après stockage à une température élevée

Cette méthode ne s'applique pas aux systèmes monocomposant ou aux composants contenant des durcisseurs.

Sauf spécification contraire, un échantillon en quantité suffisante est stocké pendant $(20 \pm 0,5)$ h à une température de $(100 \pm 3) ^\circ\text{C}$ dans un récipient fermé. Après refroidissement à la température ambiante, la viscosité est mesurée d'après 5.3. L'augmentation de la viscosité est calculée à l'aide de l'équation suivante:

$$\text{Augmentation de la viscosité en \%} = (\eta_2 - \eta_1) \times 100 / \eta_1$$

où

η_1 = viscosité dynamique avant stockage

η_2 = viscosité dynamique après stockage

5.5 Teneur des composés organiques volatils

Cette méthode ne s'applique pas aux systèmes monocomposant ou aux composants contenant des durcisseurs. Sauf spécification contraire, l'essai doit être effectué de la manière suivante:

La masse d'un flacon à tare vide (environ 80 mm × 30 mm), est 0,001 g (m_1). Une masse de 0,4 g à 0,5 g de résine (m_2) est pesée à 0,001 g dans le flacon à tare (bien fermé pendant la pesée). Quelques gouttes de toluène sont ajoutées pour diluer la résine. Le liquide est dispersé au fond du flacon à tare avec une légère torsion.

Le flacon à tare ouvert est placé dans un four à ventilation forcée pendant au moins 2 h à $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Après refroidissement à température ambiante dans un dessiccateur, le poids du flacon à tare est de nouveau de 0,001 g (m_3).

$$\text{Composés organiques volatils} = 100 \times (m_2 - (m_3 - m_1)) / m_2.$$

5.6 Augmentation isothermique de la viscosité (temps de traitement)

Cette méthode est utilisée pour les résines PUR et EP. Pour les résines UP, le temps de gélification doit être utilisé. Sauf spécification contraire, l'essai doit être effectué de la manière suivante:

Tous les composants et équipements doivent être à température ambiante. Les composants de la résine sont mélangés d'après les instructions du fabricant. La procédure de mélange ne doit pas durer plus de 3 min. La mesure du temps démarre après ajout et mélange du dernier composant. Au bout de 10 min, la première mesure de viscosité est considérée comme valeur initiale. La mesure est répétée jusqu'à ce que la viscosité maximale spécifiée soit atteinte. Le temps entre la valeur initiale et la valeur maximale est consigné comme temps de traitement.

5.7 Durée de vie de stockage

La durée de vie de stockage doit être déterminée en mesurant les variations d'une propriété caractéristique spécifiée après un certain temps de stockage et pour une température donnée. L'expérience a montré que la viscosité indiquée conformément à 5.3, et le temps de gélification indiqué conformément à 5.23 sont des caractéristiques appropriées. Pour déterminer la durée de vie de stockage, on doit déterminer la viscosité et/ou le temps de gélification, conformément à 5.3 et/ou 5.23, respectivement, pour une température et un point limite, pour lesquels un accord existe entre fournisseur et acheteur. On doit faire deux mesures, chacune réalisée sur un matériau fraîchement préparé et sur un matériau stocké pendant une durée et à une température pour lesquelles fournisseur et acheteur ont passé un accord. Les deux résultats concernant la durée limite de stockage doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées. Les résultats doivent comprendre la viscosité et/ou le temps de gélification avant et après stockage, le temps et la température de stockage ainsi que la température d'essai.

5.8 Couleur

La méthode donnée dans l'ISO 6271 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats relatifs à la couleur doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées.

5.9 Température de ramollissement

La méthode d'essai donnée dans l'ISO 306 ou dans l'ISO 4625 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats relatifs à la température de ramollissement doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées.

5.10 Teneur en cendres

La méthode donnée dans l'ISO 3451-1, méthode A, doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats relatifs à la teneur en cendres doivent être consignés.

5.11 Teneur en charge

A définir entre fournisseur et acheteur.

5.12 Teneur en chlore

5.12.1 Teneur en chlore totale des polyesters insaturés et des résines époxydes

La méthode donnée dans l'ISO 4615 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats concernant la teneur en chlore totale doivent être consignés.

5.12.2 Teneur en chlore inorganique des résines époxydes et des esters glycidiques

La méthode donnée dans l'ISO 4573 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats concernant la teneur en chlore inorganique doivent être consignés.

5.12.3 Teneur en chlore facilement saponifiable des résines époxydes et des matériaux connexes

La méthode donnée dans l'ISO 4583 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats concernant la teneur en chlore saponifiable doivent être consignés.

5.13 Tendence à la cristallisation

Cette méthode s'applique uniquement aux résines époxydes.

La méthode donnée dans l'ISO 4895 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats doivent être consignés.

5.14 Equivalent époxyde des résines époxydes

La méthode donnée dans l'ISO 3001 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats concernant l'équivalent époxyde doivent être consignés.

5.15 Teneur en isocyanate

Cette méthode s'applique uniquement aux durcisseurs en polyuréthane.

La méthode donnée dans l'ISO 14896 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats doivent être consignés.

5.16 Teneur en eau (méthode de Karl Fischer)

La méthode donnée dans l'IEC 60814 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats concernant la teneur en eau doivent être consignés.

5.17 Indice d'hydroxyle

5.17.1 Résines de polyester

La méthode donnée dans l'ISO 2554 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats concernant la teneur en hydroxyle doivent être consignés.

5.17.2 Résines autres que le polyester

A définir entre fournisseur et acheteur.

5.18 Indice d'acide des résines polyester

La méthode donnée dans l'ISO 2114 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats concernant l'indice d'acide doivent être consignés.

5.19 Nombre de doubles liaisons des polyesters insaturés et des résines acryliques

A définir entre fournisseur et acheteur.

5.20 Teneur en acide et anhydride d'acide des durcisseurs anhydride d'acide

La méthode donnée dans l'ISO 2114 doit être utilisée pour la teneur en acide. La méthode donnée dans l'ISO 7327 doit être utilisée pour la teneur en anhydride. Deux mesures doivent

être réalisées et les deux résultats concernant l'indice d'acide et/ou la teneur en anhydride doivent être consignés.

5.21 Teneur en amine

La méthode donnée dans l'ISO 9702 doit être utilisée sauf convention contraire entre le fournisseur et l'acheteur.

5.22 Durée de vie en pot

5.22.1 Généralités

Le temps que nécessite un procédé particulier pour obtenir une viscosité de 50 Pas est mesuré.

La viscosité peut être déterminée dans tout viscosimètre.

5.22.2 Composés résineux pour accessoires de câbles

5.22.2.1 Equipements et matériels

Matériels à utiliser:

- bécher conformément à l'ISO 7056, polyéthylène, polypropylène ou verre de dimensions suivantes: 70 mm à 100 mm de diamètre et 70 mm à 130 mm de haut.
- chambre environnementale;
- chronomètre;
- viscosimètre.

5.22.2.2 Préparation de l'échantillon

Le bécher doit être marqué pour un volume de (300 ± 25) ml.

Le bécher, et un paquet normalisé du fabricant doit être stocké dans une chambre environnementale pendant 24 h à la température spécifiée avec une tolérance de ${}^0_{-2}$ K.

5.22.2.3 Procédure

Les composants doivent être retirés de la chambre environnementale et commencer le mélange immédiatement selon les instructions du fournisseur. Le temps démarre au début du mélange des composants.

Retirer le bécher de la chambre environnementale, et verser le produit mélangé dans le bécher jusqu'à la marque faite précédemment

5.22.2.4 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit inclure les informations suivantes:

- le temps entre le début du mélange et l'obtention d'une viscosité de 50 Pas est déterminé. La durée de vie en pot doit être arrondie à la seconde la plus proche;
- le viscosimètre, les paramètres d'essai et le système utilisé (par exemple la taille du mobile, la vitesse de rotation, etc.).

Le viscosimètre avec le système utilisé doit être étalonné à 50 Pas.

5.23 Temps de gélification

5.23.1 Composés à base de polyester insaturé

Le temps de gélification est la période de temps au bout de laquelle le composé réactif a atteint l'état de gélification. La méthode donnée dans l'ISO 2535 doit être utilisée pour une température d'essai ayant fait l'objet d'un accord entre fournisseur et acheteur. Deux mesures doivent être faites et les deux résultats concernant le temps de gélification doivent être consignés avec la température d'essai.

5.23.2 Composés à base de résine phénolique

La méthode donnée dans l'ISO 9396 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats concernant le temps de gélification doivent être consignés.

5.23.3 Autres composés

Si applicable, les méthodes indiquées dans la norme ISO 2535 ou ISO 9696 ou ISO 8987 doivent être utilisées.

5.24 Montée exothermique de température

5.24.1 Composés à base de polyester insaturé

La méthode donnée dans l'ISO 584 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats concernant la montée en température exothermique doivent être consignés.

5.24.2 Composés résineux pour accessoires de câbles

5.24.2.1 Equipements et matériels

Matériels à utiliser:

- béccher conformément à l'ISO 7056, polyéthylène, polypropylène ou verre de dimensions suivantes: 70 mm à 100 mm de diamètre et 70 mm à 130 mm de haut.
- thermocouple composé de fils torsadés,
- enregistreur de température.
- dispositif de mesure du temps.

5.24.2.2 Préparation de l'échantillon: Essai à 23 °C

Le béccher doit être marqué pour un volume de (300 ± 25) ml. Le béccher et une quantité suffisante de composés résineux (prépare 400 ml à 700 ml de composé) doivent être stockés pendant 24 h à (23 ± 2) °C.

Les composants doivent être mélangés selon les instructions du fabricant. Le temps commence au début du mélange des composants.

Les composants mélangés doivent être versés dans le béccher jusqu'au repère précédemment tracé. Le thermocouple doit être inséré verticalement au centre du mélange à une profondeur de (25 ± 5) mm sous la surface du composé et maintenu en position à l'aide d'un dispositif approprié (ex.: appareillage toroïdal).

5.24.2.3 Procédure

La montée en température doit être vérifiée et la montée en température maximale ainsi que le temps jusqu'à la crête sont enregistrés. L'essai est terminé après que la température maximale a été atteinte et la température commence à chuter significativement.

NOTE Pour faciliter les essais, la température peut être enregistrée sous forme de courbe.

5.24.2.4 Rapport d'essai

La température maximum atteinte (arrondie au °C le plus proche) et le temps jusqu'à la crête (arrondi à la minute la plus proche) doivent être consignés.

5.24.3 Autres composés

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

5.25 Retrait total en volume des époxydes et des composés à base de polyester insaturé

La méthode donnée dans l'ISO 3521 doit être utilisée. Deux mesures doivent être réalisées et les deux résultats concernant le retrait volumique total doivent être consignés. Le rapport doit comprendre la température d'essai, la masse volumique du composé à la température d'essai et la masse volumique de l'éprouvette réalisée dans le composé durci.

5.26 Durcissement en présence d'eau

5.26.1 Généralités

Le présent essai s'applique uniquement aux composés résineux en polyuréthane pour les accessoires de câbles. Il a pour but de mesurer l'évolution du gaz et la modification de la structure physique lorsque le composé résineux en polyuréthane durcit en présence d'eau. Les vides créés par la production de gaz dans la résine peuvent conduire à la rupture électrique.

La densité de la résine durcie mentionnée dans la fiche technique doit être de $> 1,05 \text{ g/cm}^3$.

5.26.2 Equipements et matériels

Matériels à utiliser:

- flacon souple PE de 250 ml avec bouchon à visser;
- entonnoir qui satisfait aux exigences de 5.26.3;
- tubage, diamètre intérieur correspondant au diamètre extérieur du tube avec bouchon;
- béccher ou seau;
- cylindre gradué 100 ml;

5.26.3 Dispositif verseur

Utiliser un entonnoir avec une capacité à remplir la bouteille dans les 30 s à 60 s à température ambiante

5.26.4 Procédure

L'appareil d'essai doit être assemblé comme indiqué dans la Figure 1. Le cylindre gradué doit être complètement rempli d'eau provenant du seau. Le flacon souple doit alors être dévissé du bouchon, marqué avec 2 repères à 100 ml et 200 ml respectivement et rempli d'eau déminéralisée jusqu'au repère 100 ml.

On doit attendre que le seau, le flacon souple et le composé résineux conservé dans son emballage d'origine atteignent la température ambiante. L'emballage du composé doit être ouvert, le chronomètre démarré et les composants mélangés d'après les instructions du fabricant. Le composé mélangé est versé dans l'entonnoir fermé. L'entonnoir doit être immédiatement vidé dans le flacon souple jusqu'à ce que le niveau d'eau atteigne le repère

200 ml. Il faut veiller à verser au centre du flacon et à éviter de toucher la paroi intérieure du flacon.

Au cours des 30 s qui suivent, visser le bouchon vissable sur le flacon souple jusqu'à ce que la connexion soit étanche au gaz, en veillant à ne pas déformer le tube flexible ou le flacon souple. Pendant la connexion et le durcissement ultérieur, le tube flexible et le flacon souple ne doivent pas être déformés; si le tube et/ou le flacon sont déformés, recommencer l'essai. On doit laisser le composé durcir pendant la durée de vie en pot spécifiée par le fabricant. Une heure après que la durée de vie en pot soit écoulée, le volume de charge de gaz dans le cylindre gradué doit être relevé. L'eau doit alors être versée en dehors du flacon souple. Après durcissement de la résine à température ambiante pendant 24 h, l'éprouvette doit être découpée au centre du flacon et la structure physique examinée pour détecter la présence de boursouflures ou fissures dans le composé.

5.26.5 Rapport d'essai

Les paramètres suivants doivent être mesurés et consignés:

- volume de gaz;
- structure physique/présence de boursouflures ou de fissures ou de bulles et/ou d'inclusions;
- photo de la surface découpée du composé avec l'échelle.

5.27 Détermination du degré de durcissement

L'enthalpie de réaction de la résine non durcie est déterminée à l'aide de la méthode DSC. Une quantité de 10 mg a été considérée comme adéquate.

Sauf spécification contraire, environ 10 g de résine sont durcis dans les conditions (température et temps) convenues entre le fournisseur et l'acheteur. L'enthalpie de réaction est déterminée à l'aide d'un échantillon d'environ 10 mg.

Le degré de durcissement est calculé comme suit:

$$\text{Degré de durcissement en \%} = 100 - H_c \times 100 / H_u$$

où

H_c = enthalpie de la résine durcie

H_u = enthalpie de la résine non durcie

5.28 Durcissement en couche épaisse et émissions pendant le durcissement

5.28.1 Généralités

Cet essai est destiné à l'examen des matériaux d'imprégnation durcis. Le durcissement en couche épaisse est exprimé par l'état après durcissement du côté supérieur, du côté inférieur et de l'intérieur de l'éprouvette. La détermination des émissions pendant le processus de durcissement fait également partie de cette méthode.

5.28.2 Matériel

Le matériel suivant doit être utilisé:

- morceaux carrés plats et lisses de feuille d'aluminium, 0,1 mm à 0,15 mm d'épaisseur et de (95 ± 1) mm de largeur;
- un moule en métal ou autre matériau solide adapté, (25 ± 1) mm d'épaisseur et carré de (45 ± 1) mm;

- un four à ventilation forcée et avec un débit minimum de 8 renouvellements d'air par heure. Le four doit être de type et modèle utilisé pour le séchage et/ou le durcissement des éprouvettes;
- une balance d'une précision de 0,01 g.

5.28.3 Epreuve

Une feuille en aluminium doit être nettoyée de manière adéquate et doit être pliée autour du moule pour obtenir un moule carré d'environ 45 mm de côté. Le moule carré doit être durci à $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ pendant (10 ± 1) min, refroidi et stocké dans un dessiccateur.

La masse du moule carré doit être de 0,01 g (m_1). Un échantillon en résine avec une masse entre 9,90 g et 10,10 g doit être de 0,01 g dans le moule (m_2).

L'éprouvette doit être durcie à une température et pendant une durée donnée comme défini entre le fournisseur et l'acheteur. L'éprouvette doit être refroidie à la température ambiante dans un dessiccateur et la masse doit être de 0,01 g (m_3). La feuille d'aluminium est ensuite retirée.

5.28.4 Procédure

5.28.4.1 Description de l'éprouvette

L'éprouvette doit être évaluée au moyen de la description de l'état de son côté supérieur, de son côté inférieur et de son intérieur, exprimé d'après les constats en termes d'aspect visuel et de tendance à coller par les symboles indiqués dans les Tableaux 1, 2 et 3 ci-après:

Tableau 1 – Etat du côté supérieur

Etat	Symbole
Lisse	S1
Ridé	S2

Tableau 2 – Etat du côté inférieur

Etat	Symbole
Non collant	U1
Collant	U2

Tableau 3 – Etat de l'intérieur

Etat	Symbole
Rigide	I1.X
Aspect corne usable	I2.X
Aspect cuir	I3.X
Aspect caoutchouc	I4.X
Aspect gel	I5.X
Liquide	I6.X

L'éprouvette contient	X
Pas de vide	1
Pas plus de 5 vides	2
Plus de 5 vides	3

Pour l'état de l'intérieur, une déclaration doit être ajoutée pour indiquer si l'intérieur est uniforme ou non uniforme.

NOTE Il est possible qu'il soit nécessaire de découper l'éprouvette, de la plier avec les doigts ou d'utiliser un couteau pour décrire les propriétés mécaniques.

5.28.4.2 Emissions

Les émissions doivent être calculées à l'aide de l'équation suivante:

$$E = 100 - ((m_2 - (m_3 - m_1)) \times 100 / m_2)$$

où

m_1 = masse du moule carré vide

m_2 = masse de la résine non durcie (sans la masse du moule carré)

m_3 = masse du moule carré avec résine durcie

6 Méthodes d'essai des composés réactifs durcis

6.1 Généralités

Les composés durcis sont de type autosupporté et par conséquent permettent la préparation d'éprouvettes rigides et flexibles.

6.2 Eprouvettes

6.2.1 Généralités

Si le terme "éprouvette d'essai" est utilisé, il signifie parties solides du matériau durci, mis en forme conformément à la méthode d'essai correspondante. Dans 6.2.2 à 6.2.4, ces "éprouvettes d'essai" sont désignées "éprouvettes".

6.2.2 Préparation du composé réactif

Le composé réactif doit être un mélange homogène de certaines quantités de composants, conformément aux instructions du fournisseur. De même le séchage, le dégazage, le chauffage et les autres mesures pour traiter les constituants, ainsi que le composé lui-même doivent satisfaire aux instructions données par le fournisseur. Si les composés contiennent des charges, il est nécessaire de prendre en compte la possibilité de sédimentation.

6.2.3 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes doivent être préparées dans les conditions spécifiées par la méthode d'essai particulière dans la feuille de spécifications correspondante de l'IEC 60455-3 ou conformément aux accords existant entre fournisseur et acheteur. Cela comprend le processus de moulage en ce qui concerne la température et le vide réalisé, les conditions de durcissement en ce qui concerne la température, la durée ou la programmation "température-temps", l'extraction du moule, ainsi que le recuit et le refroidissement. Les composés réactifs, qui conformément aux instructions données par le fournisseur, durcissent à la température ambiante, atteignent généralement le stade final à la température ambiante, uniquement après plusieurs jours ou plusieurs semaines. Pour réaliser dans de tels cas un degré défini de durcissement, de tels composés doivent être durcis pendant 24 h à la température ambiante et immédiatement après pendant 24 h à 80 °C, ou selon les accords passés entre fournisseur et acheteur. Les éprouvettes doivent être moulées dans la forme adaptée, conformément aux dimensions données dans la méthode d'essai, ou doivent être préparées à partir des pièces moulées. Elles doivent être exemptes de vide, de bulle, d'entaille et d'éraflure. Pendant l'usinage, on doit éviter le chauffage excessif des surfaces de découpe par refroidissement, par exemple avec de l'eau.

NOTE L'extraction des composés durcis du moule est facilitée en utilisant des agents de démoulage et des moules chromés ou réalisés dans d'autres matériaux adéquats.

6.2.4 Type et nombre d'éprouvettes

Le type et le nombre d'éprouvettes nécessaires à une méthode particulière d'essai sont spécifiés dans la méthode d'essai, dans la feuille de spécifications correspondante de l'IEC 60455-3 ou doivent faire l'objet d'un accord entre fournisseur et acheteur.

6.3 Masse volumique

La méthode donnée dans l'ISO 1183-1 doit être utilisée. Deux mesures doivent être effectuées. Le type de préparation, les dimensions de l'éprouvette, la méthode utilisée, ainsi que les deux résultats concernant la masse volumique doivent être consignés.

6.4 Propriétés mécaniques

6.4.1 Propriétés en traction

6.4.1.1 Matériau rigide

La méthode donnée dans l'ISO 527 doit être utilisée, avec une vitesse d'essai conduisant à la rupture de l'éprouvette dans les (60 ± 15) s. Le type d'éprouvette doit être choisi dans l'ISO 527. Cinq éprouvettes doivent être soumises à l'essai. Le mode de préparation, les dimensions et le type d'éprouvette, ainsi que la vitesse d'essai et les cinq résultats concernant les propriétés en traction doivent être consignés. Chaque fois que cela s'applique, le rapport doit comprendre la contrainte en traction au seuil d'écoulement, à la charge maximale et à la rupture, le pourcentage d'allongement au seuil d'écoulement et à la rupture, ainsi que le module d'élasticité.

6.4.1.2 Matériau flexible

La méthode donnée dans l'ISO 37 doit être utilisée pour des éprouvettes en forme d'haltères. Cinq éprouvettes doivent être soumises à l'essai. Le type de préparation et le type d'éprouvette en forme d'haltères, ainsi que les cinq résultats concernant les propriétés en traction doivent être consignés. Le rapport doit comprendre la force en traction, le pourcentage de l'allongement à la rupture, ainsi que le module d'élasticité.

6.4.2 Propriétés en compression

La méthode donnée dans l'ISO 604 doit être utilisée. Cinq éprouvettes doivent être soumises à l'essai. Le type de préparation, les dimensions des éprouvettes, la vitesse de déformation et les cinq résultats concernant les propriétés en compression doivent être consignés. Si cela s'applique, le rapport doit comprendre la contrainte en compression pour la charge maximale, la contrainte de compression au seuil d'écoulement et le pourcentage de déformation à la rupture.

6.4.3 Propriétés en flexion

La méthode donnée dans l'ISO 178 doit être utilisée avec une vitesse relative de la tête d'application de la charge et des supports, qui fait que l'éprouvette se rompt ou qu'elle atteint la charge maximale dans les (60 ± 15) s. Cinq éprouvettes doivent être soumises à l'essai. Le mode de préparation et les dimensions de l'éprouvette, ainsi que la vitesse relative du mouvement et les cinq résultats concernant les propriétés de flexion doivent être consignés. Quand cela s'applique, le rapport doit comprendre la contrainte de flexion à la rupture ou la charge maximale, la flèche correspondante et le module d'élasticité.

6.4.4 Résistance au choc

6.4.4.1 Eprouvettes non entaillées

La méthode donnée dans l'ISO 179-1 ou l'ISO 179-2 doit être utilisée. Dix éprouvettes doivent être soumises à essai. Le type de préparation, les dimensions et le type d'éprouvette ainsi que les 10 résultats concernant la résistance au choc doivent être consignés.

6.4.4.2 Eprouvettes entaillées

La méthode donnée dans l'ISO 179-1 ou l'ISO 179-2 doit être utilisée avec une éprouvette entaillée. Dix éprouvettes doivent être soumises à essai. Le type de préparation, les dimensions et le type d'éprouvette ainsi que les 10 résultats concernant la résistance au choc doivent être consignés.

6.4.5 Dureté

6.4.5.1 Matériau rigide

La méthode donnée dans l'ISO 2039-1 (méthode de la pénétration à la bille) ou la méthode donnée dans l'ISO 868 (dureté Shore de type D) doit être utilisée. Cinq mesures doivent être effectuées sur une ou plusieurs éprouvettes. Le type de préparation et les dimensions de l'éprouvette, ainsi que la charge d'essai appliquée et les cinq résultats concernant la dureté doivent être consignés.

6.4.5.2 Matériau flexible

La méthode donnée dans l'ISO 868 (de préférence dureté Shore de type A) doit être utilisée. Cinq mesures doivent être effectuées sur une ou plusieurs éprouvettes. Le type de préparation et les dimensions de l'éprouvette, ainsi que le type de duromètre (A ou D) utilisé et les cinq résultats concernant la dureté de pénétration doivent être consignés.

6.5 Propriétés thermiques

6.5.1 Pouvoir agglomérant à température élevée

L'essai à la bobine torsadée (méthode A) ou l'essai à la bobine hélicoïdale (méthode B) donné dans l'IEC 61033 doit être utilisé. La température d'essai doit être conforme à la feuille de spécifications correspondante de l'IEC 60455-3 ou doit faire l'objet d'un accord entre fournisseur et acheteur. Cinq éprouvettes doivent être soumises à l'essai. La méthode, le type de fil émaillé utilisé comme substrat et les cinq résultats doivent être consignés.

6.5.2 Dilatation thermique linéaire

La méthode donnée dans l'ISO 11359-2 doit être utilisée. Le type de préparation, les dimensions de l'éprouvette et le résultat doivent être consignés.

6.5.3 Conductivité thermique

A définir entre fournisseur et acheteur.

6.5.4 Transition vitreuse

6.5.4.1 Température de transition vitreuse

Une des méthodes données dans l'ISO 11357-2, l'ISO 11359-2 ou l'ISO 11359-3 doit être utilisée. Deux mesures doivent être effectuées. Le type de préparation, et si cela s'applique, les dimensions des éprouvettes, la méthode utilisée (A: DSC ou DTA, B1: TMA, mode dilatation, ou B2: TMA, mode pénétration), tout comme les deux résultats concernant les températures de transition vitreuse doivent être consignés.

6.5.4.2 Température de fléchissement sous charge

La méthode A ou B donnée dans l'ISO 75 doit être utilisée. Deux éprouvettes doivent être soumises à essai. Le type de préparation et les dimensions des éprouvettes ainsi que la méthode utilisée et les deux résultats concernant la température de fléchissement sous charge doivent être consignés.

NOTE La température de fléchissement sous charge est de même nature que la température de transition vitreuse, mais les méthodes données dans l'ISO 75 ne permettent pas de déterminer des températures inférieures à 40 °C. Les méthodes conformes à 6.5.4.1. peuvent de préférence être appliquées.

6.5.5 Inflammabilité

Les méthodes A et B données dans l'IEC 60695-11-10 doivent être utilisées. Pour chacune des méthodes, cinq éprouvettes doivent être soumises à essai. La méthode B doit être appliquée uniquement dans le cas où le résultat conformément à la méthode A est pire que la catégorie V-2. Le type de préparation et les dimensions de l'éprouvette, ainsi que le résultat d'inflammabilité obtenu avec la méthode B et, si applicable, avec la méthode A, doivent être consignés.

6.5.6 Choc thermique

A définir entre fournisseur et acheteur.

6.5.7 Résistance à la chaleur sèche des résines pour accessoires de câbles – Méthode d'essai

6.5.7.1 Généralités

Cet essai permet de déterminer l'effet d'une exposition prolongée à la chaleur sèche sur la perte de masse et de la résistance aux chocs.

6.5.7.2 Eprouvettes

Préparer l'éprouvette à partir du même lot de composé résineux. Le composé résineux doit être préparé et durci en conformité avec les instructions du fabricant.

- Perte de masse: un ensemble de 3 éprouvettes d'essai doit être préparé avec des dimensions de 80 mm × 40 mm × 5 mm et identifiés individuellement.
- résistance au choc: un ensemble de 5 éprouvettes d'essai doit être préparé conformément à la norme ISO 179.

6.5.7.3 Equipements et matériels

Matériels à utiliser:

- balance analytique d'une précision de ± 1 mg;
- four à ventilation forcée à régulation de température;
- dispositif d'essai de tenue aux chocs;
- dessiccateurs.

6.5.7.4 Procédure

Les éprouvettes d'essai, préparées conformément à 6.5.7.2, doivent être utilisées comme suit:

- La perte de l'éprouvette de masse doit être marquée individuellement. Prendre la masse en la pesant individuellement au plus proche de 1 mg (= masse m_1).
- Toutes les éprouvettes d'essai doivent être placées dans un four à ventilation forcée pendant 28 jours à (120 ± 2) °C. Tout chargement mécanique de l'éprouvette ou tout