

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60554-2

Deuxième édition
Second edition
2001-11

Papiers cellulosiques à usages électriques –

**Partie 2:
Méthodes d'essai**

Cellulosic papers for electrical purposes –

**Part 2:
Methods of test**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60554-2:2001

Numérotation des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000. Ainsi, la CEI 34-1 devient la CEI 60034-1.

Editions consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Informations supplémentaires sur les publications de la CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique. Des renseignements relatifs à cette publication, y compris sa validité, sont disponibles dans le Catalogue des publications de la CEI (voir ci-dessous) en plus des nouvelles éditions, amendements et corrigenda. Des informations sur les sujets à l'étude et l'avancement des travaux entrepris par le comité d'études qui a élaboré cette publication, ainsi que la liste des publications parues, sont également disponibles par l'intermédiaire de:

- **Site web de la CEI** (www.iec.ch)
- **Catalogue des publications de la CEI**

Le catalogue en ligne sur le site web de la CEI (www.iec.ch/catlg-f.htm) vous permet de faire des recherches en utilisant de nombreux critères, comprenant des recherches textuelles, par comité d'études ou date de publication. Des informations en ligne sont également disponibles sur les nouvelles publications, les publications remplacées ou retirées, ainsi que sur les corrigenda.

- **IEC Just Published**

Ce résumé des dernières publications parues (www.iec.ch/JP.htm) est aussi disponible par courrier électronique. Veuillez prendre contact avec le Service client (voir ci-dessous) pour plus d'informations.

- **Service clients**

Si vous avez des questions au sujet de cette publication ou avez besoin de renseignements supplémentaires, prenez contact avec le Service clients:

Email: custserv@iec.ch
Tél: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

Publication numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series. For example, IEC 34-1 is now referred to as IEC 60034-1.

Consolidated editions

The IEC is now publishing consolidated versions of its publications. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Further information on IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology. Information relating to this publication, including its validity, is available in the IEC Catalogue of publications (see below) in addition to new editions, amendments and corrigenda. Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is also available from the following:

- **IEC Web Site** (www.iec.ch)
- **Catalogue of IEC publications**

The on-line catalogue on the IEC web site (www.iec.ch/catlg-e.htm) enables you to search by a variety of criteria including text searches, technical committees and date of publication. On-line information is also available on recently issued publications, withdrawn and replaced publications, as well as corrigenda.

- **IEC Just Published**

This summary of recently issued publications (www.iec.ch/JP.htm) is also available by email. Please contact the Customer Service Centre (see below) for further information.

- **Customer Service Centre**

If you have any questions regarding this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre:

Email: custserv@iec.ch
Tel: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60554-2

Deuxième édition
Second edition
2001-11

Papiers cellulosiques à usages électriques –

**Partie 2:
Méthodes d'essai**

Cellulosic papers for electrical purposes –

**Part 2:
Methods of test**

© IEC 2001 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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

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

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembeé Geneva, Switzerland
e-mail: inmail@iec.ch IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

V

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	8
INTRODUCTION	10
1 Domaine d'application	12
2 Références normatives	12
3 Définitions	14
4 Remarques générales sur les essais	14
5 Epaisseur	16
5.1 Détermination de l'épaisseur des feuilles de papier unitaires (ISO 534)	16
5.2 Détermination de l'épaisseur moyenne du papier	16
6 Grammage du papier (masse par mètre carré, poids de base ou substance)	16
7 Masse volumique apparente	18
8 Résistance à la traction et allongement	18
9 Résistance interne au déchirement	18
10 Résistance au déchirement des bords	20
10.1 Appareil d'essai	20
10.2 Eprouvettes	20
10.3 Mode opératoire	20
10.4 Résultats	22
11 Résistance à l'éclatement	22
12 Résistance au pliage	22
12.1 Appareil d'essai	22
12.2 Eprouvettes	22
12.3 Mode opératoire	22
12.4 Résultats	22
13 Teneur en humidité	22
14 Teneur en cendres	24
15 Conductivité de l'extrait aqueux	24
15.1 Appareil d'essai	24
15.2 Mode opératoire	24
15.3 Résultats	26
16 pH de l'extrait aqueux	26
16.1 Appareil d'essai	26
16.2 Mode opératoire	26
16.3 Résultats	26
17 Teneur en chlorure de l'extrait aqueux	28
17.1 Méthode 1	28
17.2 Méthode 2	30
18 Teneur en sulfate	32

CONTENTS

FOREWORD.....	9
INTRODUCTION.....	11
1 Scope.....	13
2 Normative references.....	13
3 Definitions	15
4 General notes on tests.....	15
5 Thickness.....	17
5.1 Determination of the thickness of single sheets of paper (ISO 534)	17
5.2 Determination of mean thickness of paper	17
6 Substance (mass per square metre, basic weight or grammage)	17
7 Apparent density.....	19
8 Tensile strength and elongation	19
9 Internal tearing resistance.....	19
10 Edge-tearing resistance	21
10.1 Test apparatus	21
10.2 Test pieces.....	21
10.3 Procedure.....	21
10.4 Results.....	23
11 Bursting strength	23
12 Folding endurance	23
12.1 Test apparatus	23
12.2 Test pieces.....	23
12.3 Procedure.....	23
12.4 Results.....	23
13 Moisture content	23
14 Ash content	25
15 Conductivity of aqueous extract	25
15.1 Test apparatus	25
15.2 Procedure.....	25
15.3 Results.....	27
16 pH of aqueous extract.....	27
16.1 Test apparatus	27
16.2 Procedure.....	27
16.3 Results.....	27
17 Chloride content of aqueous extract.....	29
17.1 Method 1	29
17.2 Method 2	31
18 Sulphate content.....	33

19	Conductivité de l'extrait organique.....	32
19.1	Appareil d'essai	32
19.2	Mode opératoire	34
19.3	Résultats	34
20	Détermination de la teneur en sodium et en potassium; méthode spectrométrique d'absorption atomique de la flamme	36
21	Perméabilité à l'air	36
21.1	Appareil d'essai	36
21.2	Eprouvettes	38
21.3	Mode opératoire	38
21.4	Résultats	38
22	Taux d'absorption d'eau (méchage).....	38
22.1	Principe	38
22.2	Réactif.....	38
22.3	Appareillage	38
22.4	Conditionnement	40
22.5	Eprouvettes	40
22.6	Procédure.....	40
22.7	Résultats	42
22.8	Rapport d'essai.....	42
23	Absorption d'huile (méthode de Cobb modifiée).....	42
23.1	Appareil d'essai	42
23.2	Eprouvettes	44
23.3	Mode opératoire	44
23.4	Résultats	44
24	Rigidité diélectrique	46
24.1	Appareil d'essai	46
24.2	Eprouvettes	46
24.3	Mode opératoire	46
24.4	Résultats	46
24.5	Méthode d'essai utilisant une tension continue	46
25	Facteur de dissipation et permittivité des papiers imprégnés et non imprégnés.....	50
25.1	Appareil d'essai	50
25.2	Eprouvettes	52
25.3	Mode opératoire	52
25.4	Résultats	54
26	Voies conductrices.....	54
26.1	Méthode 1	54
26.2	Méthode 2	56
27	Stabilité thermique.....	60
27.1	Résistance interne au déchirement	60
27.2	Résistance à l'éclatement	60
27.3	Degré de polymérisation	60

19	Conductivity of organic extract	33
19.1	Test apparatus	33
19.2	Procedure.....	35
19.3	Results	35
20	Determination of sodium and potassium content; flame atomic absorption spectrometric method.....	37
21	Air permeability	37
21.1	Test apparatus	37
21.2	Test pieces.....	39
21.3	Procedure.....	39
21.4	Results	39
22	Rate of water absorption (wicking)	39
22.1	Principle	39
22.2	Reagent	39
22.3	Apparatus.....	39
22.4	Conditioning	41
22.5	Test pieces.....	41
22.6	Procedure.....	41
22.7	Results	43
22.8	Test report.....	43
23	Oil absorption (modified Cobb method)	43
23.1	Test apparatus	43
23.2	Test pieces.....	45
23.3	Procedure.....	45
23.4	Results	45
24	Electric strength.....	47
24.1	Test apparatus	47
24.2	Test pieces.....	47
24.3	Procedure.....	47
24.4	Results	47
24.5	Test method using d.c. voltage	47
25	Dissipation factor and permittivity of unimpregnated paper	51
25.1	Test apparatus	51
25.2	Test pieces.....	53
25.3	Procedure.....	53
25.4	Results	55
26	Conducting paths.....	55
26.1	Method 1	55
26.2	Method 2	57
27	Heat stability.....	61
27.1	Internal tearing resistance.....	61
27.2	Bursting strength	61
27.3	Degree of polymerization	61

Figure 1 – Etrier de déchirement des bords	62
Figure 2a – Vue d'ensemble	64
Figure 2b – Détails (modifications requises pour réaliser l'indicateur de Cobb).....	64
Figure 2 – Appareil d'essai pour l'absorptivité d'huile	64
Figure 3 – Disposition schématique de l'appareil d'essai pour les particules conductrices	66
Figure 4 – Appareil d'essai	66
Figure 5 – Appareillage pour l'absorption d'eau.....	68

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60554-2:2001

Figure 1 – Edge tear stirrup	63
Figure 2a – Overview	65
Figure 2b – Details (modifications required to Cobb absorbency tester)	65
Figure 2 – Test apparatus for oil absorbency	65
Figure 3 – Diagrammatic arrangement of test apparatus for conducting particles	67
Figure 4 – Test apparatus	67
Figure 5 – Water absorbency apparatus	69

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60554-2:2001

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

PAPIERS CELLULOSIQUES À USAGES ÉLECTRIQUES –

Partie 2: Méthodes d'essai

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Électrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI 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, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. 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 la CEI, participent également aux travaux. La CEI 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 la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, spécifications techniques, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ses normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60554-2 a été établie par le sous-comité 15C: Spécifications, du comité d'études 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition publiée en 1977, l'amendement 1 (1982), l'amendement 2 (1984) et l'amendement 3 (1995) et constitue une révision technique.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
15C/1264/FDIS	15C/1311/RVD

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

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les normes futures de cette série porteront dorénavant le nouveau titre général cité ci-dessus. Le titre des normes existant déjà dans cette série sera mis à jour lors d'une prochaine édition.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant 2006. A cette date, la publication sera

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

CELLULOSIC PAPERS FOR ELECTRICAL PURPOSES –

Part 2: Methods of test

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the 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, the IEC publishes International Standards. 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. The 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 the 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 National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical specifications, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60554-2 has been prepared by subcommittee 15C: Specifications, of IEC technical committee 15: Insulating materials.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 1977, amendment 1 (1982), amendment 2 (1984), and amendment 3 (1995) and constitutes a technical revision.

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

FDIS	Report on voting
15C/1264/FDIS	15C/1311/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 3.

Future standards in this series will carry the new general title as cited above. Titles of existing standards in this series will be updated at the time of the next revision.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until 2006. At this date, the publication will be

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

INTRODUCTION

La CEI 60554 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général: *Papiers cellulosiques à usages électriques*.

- Partie 1: Définitions et conditions générales
- Partie 2: Méthodes d'essai
- Partie 3: Spécifications pour matériaux particuliers

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60554-2:2001

INTRODUCTION

IEC 60554 consists of the following parts, under the general title: *Cellulosic papers for electrical purposes*.

- Part 1: Definition and general requirements
- Part 2: Methods of test
- Part 3: Specifications for individual materials

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60554-2:2001

PAPIERS CELLULOSIQUES À USAGES ÉLECTRIQUES –

Partie 2: Méthodes d'essai

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 60554 s'applique aux papiers cellulosiques à usages électriques. Elle spécifie les méthodes d'essai à utiliser pour déterminer si les papiers cellulosiques à usages diélectriques satisfont aux exigences imposées dans les feuilles particulières de la CEI 60554-3.

A plusieurs reprises, la présente norme se réfère aux normes ISO et donne un bref aperçu de la méthode utilisée. Il est entendu que cet aperçu ne remplit d'autre objet que celui de servir de point de repère et que seule la norme ISO proprement dite contient tous les détails nécessaires.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de la CEI 60554. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de la CEI 60554 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

CEI 60216: *Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques*

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

CEI 60247:1978, *Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants*

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

CEI 60296:1982, *Spécification des huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillage de connexion*

CEI 60450:1974, *Mesure du degré de polymérisation moyen viscosimétrique de papiers neufs et vieillis à usage électrique*

CEI 60554-3, *Papiers cellulosiques à usages électriques – Partie 3: Spécifications pour matériaux particuliers*

ISO 287:1985, *Papier et carton – Détermination de l'humidité – Méthode par séchage à l'étuve*

ISO 534:1988, *Papier et carton – Détermination de l'épaisseur et de la masse volumique des feuilles uniques ou des feuilles en liasses*

CELLULOSIC PAPERS FOR ELECTRICAL PURPOSES –

Part 2: Methods of test

1 Scope

This part of IEC 60554 applies to cellulosic papers for electrical purposes. It specifies the methods of test to be used in testing cellulosic papers for electrical purposes to meet the requirements prescribed in the specification sheet of IEC 60554-3.

In this standard, reference is made in several places to ISO standards accompanied by a short description of the method used. It is to be understood that this short description is meant for identification purposes only and that all details should be taken from the ISO standard itself.

2 Normative references

The following normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this part of IEC 60554. For dated references, subsequent amendments to, or revisions of, any of these publications do not apply. However, parties to agreements based on this part of IEC 60554 are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the normative documents indicated below. For undated references, the latest edition of the normative document referred to applies. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 60216: *Guide for the determination of thermal endurance properties of electrical insulating materials*

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

IEC 60247:1978, *Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity of insulating liquids*

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 60296:1982, *Specification for unused mineral insulating oils for transformers and switchgear*

IEC 60450:1974, *Measurement of the average viscometric degree of polymerization of new and aged electrical papers*

IEC 60554-3, *Cellulosic papers for electrical purposes – Part 3: Specifications for individual materials*

ISO 287:1985, *Paper and board – Determination of moisture content – Oven-drying method*

ISO 534:1988, *Paper and board – Determination of thickness and apparent bulk density or apparent sheet density*

ISO 535:1991, *Papier et carton – Détermination de l'absorption d'eau – Méthode de Cobb*

ISO 536:1995, *Papier et carton – Détermination du grammage*

ISO 1924-1:1992, *Papier et carton – Détermination des propriétés de traction – Partie 1: Méthode à vitesse constante d'application de la charge*

ISO 1924-2:1994, *Papier et carton – Détermination des propriétés de traction – Partie 2: Méthode à gradient d'allongement constant*

ISO 1974:1990, *Papier – Détermination de la résistance au déchirement (Méthode Elmendorf)*

ISO 2144:1997, *Papiers, cartons et pâtes – Détermination du résidu (cendres) après incinération à 900 degrés C*

ISO 2758:1983, *Papier – Détermination de la résistance à l'éclatement*

ISO 9964-3:1993, *Qualité de l'eau – Dosage du sodium et du potassium – Partie 3: Dosage du sodium et du potassium par spectrométrie d'émission de flamme*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de la CEI 60554, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1

échantillon

rectangle de papier découpé à des dimensions déterminées dans une feuille ou un rouleau issus d'unités sélectionnées

3.2

éprouvette

quantité de papier sur laquelle chaque détermination unitaire est effectuée conformément à la méthode d'essai. Cette éprouvette peut être prélevée sur un échantillon ou, dans certains cas, être l'échantillon lui-même

4 Remarques générales sur les essais

Sauf spécification contraire, l'échantillon, après avoir été découpé, doit être conditionné pendant au moins 16 h dans une atmosphère à $23\text{ °C} \pm 2\text{ K}$ et de $50\% \pm 5\%$ d'humidité relative. Les éprouvettes sont découpées dans l'échantillon et essayées dans cette atmosphère.

En cas de litige, l'atmosphère de conditionnement doit être de $23\text{ °C} \pm 1\text{ K}$ et de $50\% \pm 2\%$ d'humidité relative et le conditionnement doit être réalisé sur du papier sec (après séchage à 70 °C jusqu'à une teneur en humidité inférieure à 4 %).

Sauf spécification contraire, les échantillons doivent être au nombre de trois.

Sauf spécification contraire, la valeur médiane doit être prise comme résultat de la mesure et les valeurs extrêmes doivent être consignées.

ISO 535:1991, *Paper and board – Determination of water absorptiveness – Cobb method*

ISO 536:1995, *Paper and board – Determination of grammage*

ISO 1924-1:1992, *Paper and board – Determination of tensile properties – Part 1: Constant rate of loading method*

ISO 1924-2:1994, *Paper and board – Determination of tensile properties – Part 2: Constant rate of elongation method*

ISO 1974:1990, *Paper – Determination of tearing resistance (Elmendorf method)*

ISO 2144:1997, *Paper, board and pulps – Determination of residue (ash) on ignition at 900 degrees C*

ISO 2758:1983, *Paper – Determination of bursting strength*

ISO 9964-3:1993, *Water quality – Determination of sodium and potassium – Part 3: Determination of sodium and potassium by flame emission spectrometry*

3 Definitions

For the purpose of this part of IEC 60554, the following definitions apply.

3.1

specimen

rectangle of paper cut to given dimensions from a reel or a sheet drawn from selected units

3.2

test piece

quantity of paper on which each single determination is carried out in accordance with the method of test. It may be taken from a specimen; in some instances it may be the specimen itself

4 General notes on tests.

Unless otherwise specified, the specimen, after being cut, shall be conditioned for not less than 16 h in an atmosphere of $23\text{ °C} \pm 2\text{ K}$ and $50\% \pm 5\%$ relative humidity. Test pieces are cut from the specimen and tested in this atmosphere.

In case of dispute, the conditioning atmosphere shall be $23\text{ °C} \pm 1\text{ K}$ and $50\% \pm 2\%$ relative humidity and shall be approached from the dry side (after drying at 70 °C to a moisture content less than 4 %).

Unless otherwise specified, the number of specimens shall be three.

Unless otherwise specified, the central values of the measurements shall be taken as the result and the highest and lowest values shall be reported.

5 Épaisseur

L'épaisseur doit être mesurée conformément à la méthode décrite dans l'ISO 534, avec les exceptions mentionnées ci-après.

5.1 Détermination de l'épaisseur des feuilles de papier unitaires (ISO 534)

a) Principe

La méthode repose sur l'emploi d'un micromètre de précision à cadran pour la mesure de l'épaisseur d'une feuille unitaire sous charge statique.

La charge statique à appliquer doit correspondre à une pression de $100 \text{ kPa} \pm 10 \text{ kPa}$.

b) Exceptions

L'essai doit être effectué sur trois éprouvettes conditionnées. Une détermination est faite sur chacune des trois éprouvettes. Une détermination consiste en cinq mesures réalisées au quatre coins et au centre de l'éprouvette.

Les résultats sont exprimés en micromètres.

Lorsque des mesures sont effectuées sur toute la largeur pour établir la variation transversale d'épaisseur, les détails de ce mode opératoire seront indiqués dans la CEI 60554-3.

5.2 Détermination de l'épaisseur moyenne du papier

Principe

La méthode repose sur l'emploi d'un micromètre de précision à cadran pour la mesure d'un empilage composé de cinq feuilles au moins.

La charge statique à appliquer doit correspondre à une pression de $100 \text{ kPa} \pm 10 \text{ kPa}$.

L'essai doit être effectué sur trois éprouvettes conditionnées, chaque éprouvette étant composée de cinq feuilles au moins, de $250 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$, prélevées dans un même échantillon. Une détermination est faite sur chacune des trois éprouvettes. Une détermination consiste en cinq mesures réalisées au quatre coins et au centre de l'éprouvette.

Pour les matériaux étroits, lorsque la largeur est inférieure aux 250 mm imposés, les cinq mesures sur chaque empilage doivent être effectuées à des intervalles approximativement égaux sur une éprouvette de 400 mm de long.

Les résultats sont exprimés en micromètres pour l'épaisseur d'une feuille unitaire.

Lorsque des mesures sont effectuées sur toute la largeur pour établir la variation transversale d'épaisseur, les détails de ce mode opératoire seront indiqués dans la CEI 60554-3.

6 Grammage du papier (masse par mètre carré, poids de base ou substance)

Le grammage doit être mesuré selon la méthode décrite dans l'ISO 536, avec les exceptions suivantes:

- il n'est pas tenu compte des articles 5 et 6 de l'ISO 536;

5 Thickness

Thickness shall be measured in accordance with ISO 534 with the exceptions given below.

5.1 Determination of the thickness of single sheets of paper (ISO 534)

a) *Principle*

The method is based on the use of a precision dial micrometer to measure the thickness of a single sheet when a static load is applied.

The static load to be applied shall correspond to a pressure of $100 \text{ kPa} \pm 10 \text{ kPa}$.

b) *Exceptions*

The test shall be carried out on three conditioned test pieces, one determination being made on each of the three test pieces. One determination consists in five measurements, one at each corner and one in the centre of the test piece.

The results are given in microns.

Where thickness is determined across the width to establish the variation over the width, the details of this procedure will be found in IEC 60554-3.

5.2 Determination of mean thickness of paper

Principle

The method is based on the use of a precision dial micrometer to measure the thickness of a stack composed of a minimum of five sheets.

The static load to be applied shall correspond to a pressure of $100 \text{ kPa} \pm 10 \text{ kPa}$.

The test shall be carried out on three conditioned test pieces, each composed of a minimum of five sheets measuring $250 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$ taken from one single specimen, one determination being made on each of the three test pieces. One determination consists of five measurements, one at each corner and one in the centre of the test piece.

For narrow material where the width is less than the stipulated 250 mm , the five measurements on each stack shall be made at approximately equal intervals on a specimen measuring 400 mm in length.

The results are given in terms of the thickness of a single sheet in microns.

Where thickness is determined across the width to establish the variation over the width, the details of this procedure will be found in IEC 60554-3.

6 Substance (mass per square metre, basic weight or grammage)

Paper grammage shall be measured according to the method described in ISO 536 with the following exceptions:

- clauses 5 and 6 of ISO 536 are ignored;

- l'essai doit être effectué sur trois éprouvettes conditionnées, une détermination étant faite sur chacune des trois éprouvettes;
- la masse doit être déterminée, à 0,5 % près, sur des éprouvettes conditionnées d'au moins 500 cm².

Principe

La surface de chaque éprouvette et sa masse sont mesurées et la masse unitaire exprimée en grammes par mètre carré est calculée, toutes les mesures étant effectuées sur des éprouvettes conditionnées.

Lorsque des mesures sont effectuées sur toute la largeur pour établir la variation transversale du grammage, les détails de ce mode opératoire seront indiqués dans la CEI 60554-3.

7 Masse volumique apparente

L'épaisseur et le grammage sont déterminés sur chacune des trois éprouvettes comme cela est décrit aux articles 5 et 6. Pour chacune de ces éprouvettes, la masse volumique apparente est calculée. La masse volumique apparente est exprimée en grammes par centimètre cube.

8 Résistance à la traction et allongement

La résistance à la traction et l'allongement doivent être mesurés conformément à l'une des méthodes décrites dans l'ISO 1924, avec les exceptions suivantes (la méthode à utiliser doit être indiquée dans la CEI 60554-3):

- des mesures sont effectuées sur neuf éprouvettes coupées dans le sens machine et sur neuf autres coupées dans le sens transversal;
- la valeur médiane des mesures, dans chaque sens, est prise comme résultat; les valeurs maximale et minimale dans chaque sens sont consignées;
- les résultats pourront éventuellement être exprimés sous forme de longueur de rupture, en mètres, arrondis à la tranche de 100 m la plus proche.

Principe

Mesure de la force de traction nécessaire pour provoquer la rupture d'éprouvettes de 15 mm sur environ 250 mm, coupées dans les deux sens du papier, lorsque cette force est appliquée dans les conditions d'essai normalisées.

9 Résistance interne au déchirement

La résistance interne au déchirement doit être mesurée conformément à la méthode d'essai exposée dans l'ISO 1974. Un appareil de mesure de la résistance au déchirement simple doit être utilisé, avec les exceptions suivantes:

- des mesures sont effectuées sur neuf éprouvettes coupées dans le sens machine et sur neuf autres dans le sens transversal.

Principe

Éprouvettes rectangulaires comportant une seule entaille, laissant une longueur de 43 mm à déchirer. Mesure de l'énergie requise pour déchirer ces 43 mm.

- the test shall be carried out on three conditioned test pieces, one determination being made on each of the three test pieces;
- the mass is to be determined to an accuracy of 0,5 % on conditioned test pieces of not less than 500 cm².

Principle

The area of each test piece and its mass are measured and the mass per unit expressed in grams per square metre is calculated, all measurements being made on conditioned test pieces.

Where grammage is determined across the width to establish the variation over the width, the details of this procedure will be found in IEC 60554-3.

7 Apparent density

The thickness and grammage are determined on each of three test pieces in accordance with clauses 5 and 6. For each test piece the apparent density is calculated. The apparent density is expressed in grams per cubic centimetre.

8 Tensile strength and elongation

Tensile strength and elongation shall be measured according to one of the methods described in ISO 1924 with the following exceptions (the method to be used shall be indicated in IEC 60554-3):

- measurements are made on nine test pieces cut from the machine direction and on nine others cut from the cross direction;
- the central value of the measurements, in each direction, is taken as the result and the highest and the lowest values in each direction are reported;
- alternatively, the results can be expressed as the breaking length in metres rounded to the nearest 100 m.

Principle

Measurement of the tensile force required to cause failure of test pieces 15 mm by approximately 250 mm, cut from both directions of the paper, when applied under standard test conditions.

9 Internal tearing resistance

Internal tearing resistance shall be measured according to the method described in ISO 1974. The single-tear tester shall be used with the following exceptions:

- measurements are made on nine test pieces cut from the machine direction and nine others from the cross direction.

Principle

Rectangular test pieces having a single cut leaving 43 mm length to be torn. Measurement of the energy required to tear this.

10 Résistance au déchirement des bords

10.1 Appareil d'essai

On doit utiliser un étrier de déchirement des bords (voir figure 1), fixé à l'appareil d'essai de traction décrit dans l'ISO 1924. L'étrier de déchirement des bords est constitué par une mince plaque d'acier (A) formant un support vertical dont le bord repose sur les extrémités d'un bâti en fourche.

La mince soie métallique du bâti de l'étrier est fixée dans la mâchoire inférieure de l'appareil d'essai de traction, de telle sorte que la ligne médiane verticale de l'étrier coïncide avec la ligne imaginaire reliant les points centraux des mâchoires supérieure et inférieure. La plaque verticale peut être retirée du bâti de l'étrier; deux plaques d'épaisseur différente sont fournies en vue de l'essai de papiers de gammes d'épaisseurs différentes. L'une des plaques a une épaisseur de $1,25 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$, tandis que celle de l'autre est de $2,50 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$. Le bord de la plaque forme une entaille en V, peu profonde, dont les côtés sous-tendent un angle de $150^\circ \pm 1^\circ$. Les côtés de l'entaille en V sont de section semi-circulaire; ils doivent être parfaitement lisses et rectilignes.

10.2 Eprouvettes

Neuf épreuves doivent être coupées dans le sens machine et neuf autres dans le sens transversal du papier; elles doivent avoir de 15 mm à 25 mm de large et au moins 250 mm de long.

Les épreuves doivent être conditionnées conformément à l'article 4.

10.3 Mode opératoire

Fixer une plaque d'épaisseur convenable sur le bâti de l'étrier. On montera la plaque de $1,25 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ pour les papiers de 0,75 mm d'épaisseur maximale, et la plaque de $2,50 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ pour les papiers plus épais.

Fixer la soie mince de l'étrier dans la mâchoire inférieure (voir note) de l'appareil d'essai de résistance à la traction, de telle sorte que la ligne médiane verticale de l'étrier coïncide avec la ligne imaginaire reliant les points centraux des mâchoires supérieure et inférieure de l'appareil d'essai, et que les côtés de l'entaille en V soient disposés symétriquement par rapport à la ligne passant par ces points centraux.

NOTE Si nécessaire, l'étrier pourra être fixé dans la mâchoire supérieure. Dans ce cas, l'appareil d'essai de résistance à la traction sera rééquilibré pour compenser la masse de l'étrier.

Placer la mâchoire inférieure de l'appareil de telle sorte que le bord inférieur de la mâchoire supérieure se trouve à 90 mm environ au-dessus la bordure supérieure de la plaque portant l'entaille en V.

Enfiler l'éprouvette dans l'étrier, sous la plaque, et réunir les deux extrémités en les fixant dans la mâchoire supérieure.

Cette opération aura pour effet de résorber la majeure partie du mou de l'éprouvette; il faut cependant prendre garde de ne pas exercer une force de déchirement. Dans la mesure du possible, les premières augmentations de la charge appliquée à l'éprouvette doivent être réalisées très doucement, afin d'éviter des contraintes anormales dues aux effets d'inertie.

Augmenter la charge pour que le déchirement se produise entre 5 s et 15 s; consigner cette charge, exprimée en newtons.

10 Edge-tearing resistance

10.1 Test apparatus

An edge-tear stirrup (see figure 1) shall be used, attached to the tensile testing apparatus as described in ISO 1924. The edge-tear stirrup consists of a thin steel plate (A) which forms a vertical plate supported on the edge by the ends of a stirrup-shaped frame.

The thin metal tang of the stirrup frame is fastened in the lower clamp of the tension testing machine, so that the vertical centre line of the stirrup coincides with the line connecting the midpoints of the upper and lower clamps. The vertical plate is removable from the stirrup frame and two plates of different thickness are supplied for use with papers of different thickness ranges. One plate has a thickness of $1,25 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ and one plate a thickness of $2,50 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$. The edge of the plate forms a shallow V-notch, the sides of which subtend an angle of $150^\circ \pm 1^\circ$. The sides of the V-notch are semicircular in cross-section and shall be smooth and straight.

10.2 Test pieces

Nine test pieces shall be cut in the machine direction and nine in the cross direction of the paper, 15 mm to 25 mm in width and not less than 250 mm in length.

The test pieces shall be conditioned according to clause 4.

10.3 Procedure

Attach a plate of the proper thickness to the stirrup frame. The plate with the thickness of $1,25 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ is to be used for papers of up to 0,75 mm in thickness and the plate with the thickness of $2,50 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ for thicker papers.

Fasten the thin tang of the stirrup in the lower clamp (see note) of the tension-testing machine so that the vertical centre line of the stirrup coincides with the line connecting the mid-points of the upper and lower clamps of the testing machine, and so that the sides of the V-notch are symmetrically located with the line through the mid-points of the clamps.

NOTE The stirrup may be fastened in the upper clamp, if desired. This procedure will require rebalancing the tension-testing machine to compensate for the mass of the stirrup.

Place the lower clamp of the machine so that the lower edge of the upper clamp is about 90 mm above the upper edge of the V-notched plate.

Thread the test piece through the stirrup, under the plate, and bring the two ends together and fasten them in the upper clamp.

In this operation, most of the slack in the test piece is taken up, but care shall be exercised not to apply a tearing force to the test piece. Make the application of the first increments of load to the test piece very slowly if possible, to minimize abnormal strains due to inertia effects.

Increase the load so that tearing starts in 5 s to 15 s and record this load in newtons.

10.4 Résultats

Consigner les valeurs médianes, exprimées en newtons, pour chacun des deux sens du papier, avec mention de l'épaisseur de la plaque utilisée, de la vitesse d'application de la charge, ainsi que celle de la largeur et de l'épaisseur des éprouvettes.

11 Résistance à l'éclatement

La résistance à l'éclatement doit être déterminée conformément à la méthode décrite dans l'ISO 2758, avec les exceptions suivantes:

- les éprouvettes doivent être conditionnées conformément à l'article 4.

Principe

Une éprouvette, mise en contact avec un diaphragme élastique circulaire, est rigidement fixée à la périphérie de celui-ci, tout en restant libre de se bomber avec lui. Un liquide hydraulique est pompé à vitesse constante, de manière à bomber le diaphragme, jusqu'à ce que l'éprouvette se rompe. La résistance à l'éclatement de l'éprouvette est la valeur maximale de la pression hydraulique appliquée.

12 Résistance au pliage

12.1 Appareil d'essai

Un appareil d'essai de pliage (type Schopper).

12.2 Eprouvettes

Neuf bandes de 15 mm de large, découpées dans le sens machine, et neuf autres bandes découpées dans le sens transversal.

12.3 Mode opératoire

Serrer l'éprouvette entre les deux mâchoires. Appliquer une tension de 5 N pour les éprouvettes ayant jusqu'à 0,03 mm d'épaisseur, ou une tension de 10 N pour les éprouvettes plus épaisses. Déterminer le nombre de doubles plis que peut supporter le papier, autour d'une plaque de 0,5 mm d'épaisseur et d'un rayon de courbure de 0,25 mm, à la vitesse de 100 à 200 doubles plis par minute.

12.4 Résultats

Consigner la valeur médiane de chaque série, jusqu'à deux chiffres significatifs, ainsi que les valeurs maximale et minimale.

13 Teneur en humidité

La teneur en humidité du papier, à l'état de réception, doit être mesurée conformément à la méthode décrite dans l'ISO 287 (méthode par séchage à l'étuve). Le résultat doit être exprimé en pourcentage d'humidité par rapport à la masse initiale. Trois éprouvettes doivent être prélevées conformément à l'ISO 287.

Principe

Peser l'éprouvette au moment de l'échantillonnage et, la peser de nouveau, après dessiccation jusqu'à masse constante, dans une étuve portée à une température comprise entre 102 °C et 105 °C.

10.4 Results

Report the central values for each of the two directions of the paper in newtons, mentioning the thickness of the plate used, the rate of loading and the width and thickness of the test pieces.

11 Bursting strength

The bursting strength shall be determined according to the method described in ISO 2758, with the following exceptions:

- the test pieces shall be conditioned in accordance with clause 4.

Principle

A test piece, placed in contact with a circular elastic diaphragm, is rigidly clamped at the periphery but free to bulge with the diaphragm. Hydraulic fluid is pumped at a constant rate, bulging the diaphragm until the test piece ruptures. The bursting strength of the test piece is the maximum value of the applied hydraulic pressure.

12 Folding endurance

12.1 Test apparatus

A folding tester (Schopper type).

12.2 Test pieces

Nine strips 15 mm wide, cut in the machine direction, and nine other strips cut in the cross direction.

12.3 Procedure

Clamp the specimen in both clamps. Apply a tension of 5 N for specimens of up to 0,03 mm in thickness and a tension of 10 N for thicker specimens. Determine the number of double folds which the paper withstands, applying a plate of 0,5 mm in thickness with a radius of curvature of 0,25 mm, at a speed of 100 to 200 double folds per minute.

12.4 Results

Report the central value of each series to two significant figures. The highest and lowest values shall also be reported.

13 Moisture content

The moisture content of the paper, as received, shall be measured according to the method described in ISO 287 (oven-drying method). The result shall be expressed as percentage moisture of the original mass. Three test specimens shall be taken according to ISO 287.

Principle

Weigh the test piece at the time of sampling and again after drying in an oven at 102 °C to 105 °C to constant mass.

14 Teneur en cendres

La quantité de résidu de papier subsistant après l'incinération doit être déterminée conformément à la méthode décrite dans l'ISO 2144.

Il doit être procédé à trois déterminations. Le résultat doit être exprimé en pourcentage de la masse séchée à l'étuve.

15 Conductivité de l'extrait aqueux

15.1 Appareil d'essai

- Une cellule de mesure de la conductivité dont la constante K est connue.
- Un appareil de mesure capable de mesurer une conductance ou une inductance, avec une indication minimale de $1 \mu\text{S}$ et une précision de 5 %, dans la gamme de fréquences comprise entre 50 Hz et 3000 Hz. En variante, la résistance pourra être mesurée avec la même précision.
- Des flacons coniques de 250 cm^3 , à large goulot, en verre résistant aux acides et aux alcalis, équipés de condenseurs à reflux.

15.2 Mode opératoire

La détermination doit être effectuée sur le matériau en l'état de réception. Il doit être procédé à trois extractions dont chacune doit faire l'objet d'une mesure. Un essai témoin doit être préalablement effectué sur de l'eau ayant bouilli pendant $60 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$ dans le flacon à utiliser. Si la conductivité de cette eau ne dépasse pas $200 \mu\text{S/m}$, le flacon pourra être utilisé. Si la conductivité dépasse cette valeur, on doit faire bouillir une nouvelle quantité d'eau dans ce même flacon. Si la conductivité mesurée après le second essai dépasse $200 \mu\text{S/m}$, il faudra alors utiliser un autre flacon.

L'essai sur le papier doit être effectué comme suit.

Découper un échantillon, pesant environ 20 g, en morceaux d'environ $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$. Peser 5 g de matière dans un flacon en verre de 250 cm^3 équipé d'un condenseur à reflux et ajouter 100 cm^3 environ d'une eau dont la conductivité ne dépasse pas $200 \mu\text{S/m}$. L'eau doit être maintenue en ébullition douce pendant $60 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$, puis laissée à refroidir dans le flacon jusqu'à la température ambiante. Il convient de prendre des précautions pour éviter l'absorption du dioxyde de carbone de l'air.

L'extrait est ensuite transvasé dans le récipient de mesure pour déterminer immédiatement la conductivité. Le récipient de mesure doit être rincé à deux reprises avec l'extrait. La mesure de la conductivité doit être effectuée sous une température de $23^\circ\text{C} \pm 0,5 \text{ K}$.

NOTE 1 L'extraction selon la méthode 1 de l'article 17 peut être admise en variante, mais on utilisera alors 5 g dans 100 cm^3 .

NOTE 2 Pendant le prélèvement, le stockage et les manipulations des échantillons et des éprouvettes, destinés à des essais de conductivité, de pH et de teneur en chlorure de l'extrait aqueux, il est absolument essentiel d'éviter que ces échantillons soient contaminés ni par l'atmosphère, surtout celle d'un laboratoire chimique, ni par la manipulation à mains nues.

14 Ash content

The amount of residue of paper left after incineration shall be determined according to the method described in ISO 2144.

Three determinations shall be made. The result shall be expressed as a percentage of the oven dry mass.

15 Conductivity of aqueous extract

15.1 Test apparatus

- A conductivity cell with known cell constant K .
- A conductance or inductance measuring instrument, capable of measuring conductance to a minimum reading of $1\ \mu\text{S}$ with an accuracy of 5 %, in the frequency range 50 Hz to 3 000 Hz. Alternatively, the resistance may be measured with the same accuracy.
- Wide-mouth $250\ \text{cm}^3$ conical flasks with reflux condensers in acid- and alkali-resistant glass.

15.2 Procedure

The determination is to be made on the material as received. One measurement shall be made on each of three extractions. First, a blank test shall be carried out on water which has been boiled for $60\ \text{min} \pm 5\ \text{min}$ in the flask to be used. If the conductivity of that water is not more than $200\ \mu\text{S/m}$, the flask may be used. If the conductivity is higher than this value, then the flask shall be boiled with a fresh portion of water. If the conductivity of the second test exceeds $200\ \mu\text{S/m}$, then another flask shall be used.

The test on the paper shall then be carried out as follows.

Cut a test specimen weighing approximately 20 g into pieces of about $10\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$. Weigh approximately 5 g into a $250\ \text{cm}^3$ glass flask with a reflux condenser and add approximately $100\ \text{cm}^3$ water having a conductivity of not more than $200\ \mu\text{S/m}$. The water shall be boiled gently for $60\ \text{min} \pm 5\ \text{min}$, and then cooled in the flask to room temperature. It is necessary to take precautions against the absorption of carbon dioxide from the air.

The extract is then decanted into the measuring vessel for the conductivity to be measured immediately. The measuring vessel shall be rinsed twice with the extract. The measurement of the conductivity shall be made at $23\ ^\circ\text{C} \pm 0,5\ \text{K}$.

NOTE 1 Extraction in accordance with method 1 of clause 17 is an acceptable alternative, but 5 g in $100\ \text{cm}^3$ is to be used.

NOTE 2 It is essential to ensure, during the taking, storing and manipulation of specimens and test portions intended for conductivity, pH and chloride content of aqueous extract tests, that they are not contaminated either by the atmosphere, particularly the atmosphere of a chemical laboratory, or by handling with bare hands.

15.3 Résultats

Calculer la conductivité de la solution extraite comme suit:

$$\gamma = K (G_1 - G_2)$$

où

γ est la conductivité de l'extrait, exprimée en microsiemens par mètre ($\mu\text{S/m}$);

K est la constante de la cellule, exprimée en m^{-1} ;

G_1 est la conductance de l'extrait, exprimée en microsiemens (μS);

G_2 est la conductance du témoin, exprimée en microsiemens (μS).

16 pH de l'extrait aqueux

16.1 Appareil d'essai

- Un pH-mètre avec des électrodes en verre et en calomel ayant une sensibilité minimale de 0,05 unité pH.
- Des flacons coniques de 250 cm^3 , à large goulot, en verre résistant aux acides et aux alcalis.

16.2 Mode opératoire

Il doit être procédé à trois extractions dont chacune fera l'objet d'une mesure.

Préparer un extrait comme cela est décrit en 15.2.

L'extrait ne doit être transvasé qu'au moment de l'utilisation, afin d'éviter une exposition inutile à l'air ambiant. Etalonner le pH-mètre à l'aide d'une solution témoin dont le pH doit être situé à ± 2 unités pH par rapport à celle de l'extrait. Retirer les électrodes de la solution témoin et les laver soigneusement en les rinçant à plusieurs reprises dans de l'eau distillée et une fois dans une petite quantité d'extrait.

Immerger les électrodes dans l'extrait non filtré et mesurer la valeur du pH de celui-ci à une température de $23^\circ\text{C} \pm 2\text{ K}$.

NOTE 1 Si l'extrait est destiné à être utilisé pour déterminer la conductivité, il convient que l'échantillon employé à cet effet soit prélevé sur l'extrait aqueux avant la détermination du pH. La raison est que le chlorure de potassium dégagé par l'électrode de calomel fausserait le résultat.

NOTE 2 Voir note 2 de 15.2.

16.3 Résultats

Consigner la valeur médiane comme étant le résultat; les valeurs maximale et minimale sont consignées.

15.3 Results

Calculate the conductivity of the extract solution as follows:

$$\gamma = K (G_1 - G_2)$$

where

γ is the conductivity of extract solution, expressed in microsiemens per metre ($\mu\text{S/m}$);

K is the cell constant, expressed in m^{-1} ;

G_1 is the conductance of the extract solution, expressed in microsiemens (μS);

G_2 is the conductance of the blank test, expressed in microsiemens (μS).

16 pH of aqueous extract

16.1 Test apparatus

- A pH-meter with glass and calomel electrodes having a sensitivity of at least 0,05 pH units.
- Wide-mouth 250 cm^3 conical flasks in acid- and alkali-resistant glass.

16.2 Procedure

One measurement shall be made on each of three extractions.

Prepare an extract as described in 15.2.

The extract shall be decanted only for immediate use, avoiding unnecessary exposure to the atmosphere. Calibrate the pH-meter with a buffer solution having a pH value within ± 2 pH units of that of the extract. Remove the electrodes from the buffer solution and wash them well by rinsing several times in distilled water and once in a small quantity of extract.

Immerse the electrodes in the unfiltered extract and measure the pH value of the extract at $23\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ K}$.

NOTE 1 If the extract is to be used for the determination of conductivity, the sample for this determination should be drawn from the aqueous extract prior to the pH determination. This is because potassium chloride, which diffuses from the calomel electrode, would otherwise affect the result.

NOTE 2 See note 2 of 15.2.

16.3 Results

Report the central value as the result; the highest and lowest values are reported.

17 Teneur en chlorure de l'extrait aqueux

17.1 Méthode 1

17.1.1 Précautions

Tous les appareils utilisés au cours de cet essai doivent être rigoureusement propres. Il est suggéré de faire bouillir tous les flacons, les béchers et les entonnoirs dans de l'eau désionisée, après nettoyage normal et rinçage. Il convient de manipuler l'appareil à l'aide de pinces en acier inoxydable. De même, il convient que les pincettes et ciseaux utilisés pour la préparation des échantillons soient en acier inoxydable, et nettoyés de la même manière.

NOTE Voir également note 2 de 15.2.

17.1.2 Appareil d'essai

- Un appareil de mesure capable de mesurer une tension continue dans la gamme de 0 mV à 300 mV, avec une précision de 2 mV (par exemple un voltmètre électronique ou un potentiomètre tel qu'un pH-mètre).
- Un flacon en quartz ou en verre à haute résistance, à fond plat, d'une contenance de 600 cm³.
- Un bain de vapeur.
- Une balance de précision.
- Une seringue en verre à micromètre (pour la méthode 1 uniquement).
- Une microburette graduée en divisions de 0,01 cm³ (pour la méthode 2 uniquement).
- Un dispositif mélangeur magnétique.
- Des vases cylindriques de mesure, béchers, entonnoirs à filtre, tiges, aiguilles, etc.
- Du papier filtrant rapide.

17.1.3 Mode opératoire

Il est procédé à trois extractions dont chacune doit faire l'objet d'une mesure. Pour chaque extraction, le papier doit être coupé en bandes d'environ 50 mm × 10 mm. On doit introduire une masse de 20 g environ dans un flacon de 600 cm³ à fond plat et on y ajoute environ 300 cm³ d'eau distillée bouillante désionisée ou distillée répondant aux conditions de conductivité spécifiées à l'article 15.

Le mélange doit être conservé dans un bain de vapeur pendant 60 min ± 5 min; le goulot du flacon étant couvert d'un bécher simplement déposé sur le col.

La suspension doit être alors filtrée par succion à travers un papier filtrant préextrait, dans un entonnoir Buchner. Une tige à extrémité plate est utilisée pour comprimer l'amas de résidu de papier afin d'en exprimer autant d'extrait que possible.

Le volume de l'extrait est mesuré et l'amas résiduel est pesé (*W*).

L'extrait est alors transféré vers un flacon semblable au flacon d'extraction et évaporé jusqu'à l'état sec dans un bain-marie; la contamination est évitée par la présence d'un grand bécher (environ 250 cm³) suspendu tête en bas sur le flacon.

Après séchage complet, on ajoute environ 20 cm³ d'eau désionisée dans le flacon et le séchage est recommencé.

17 Chloride content of aqueous extract

17.1 Method 1

17.1.1 Precautions

All apparatus for use in this test shall be scrupulously clean. It is suggested that all flasks, beakers and funnels be boiled in de-ionized water after normal cleaning and rinsing. Handling of apparatus should be by stainless steel tongs. Similarly, forceps and scissors for sample preparation should be of stainless steel and kept clean in the same way.

NOTE See also note 2 of 15.2.

17.1.2 Test apparatus

- A measuring device capable of measuring a d.c. voltage in the range 0 mV to 300 mV with an accuracy of 2 mV (for example, an electronic voltmeter or potentiometer such as a pH-meter).
- A 600 cm³ flat-bottom high-grade resistance glass or quartz flask.
- A steam bath.
- An analytical balance.
- A glass micrometer syringe (method 1 only).
- A microburette graduated in 0,01 cm³ divisions (method 2 only).
- A magnetic stirring device.
- Measuring cylinders, beakers, filter funnels, rods and needles, etc.
- Fast-grade filter papers.

17.1.3 Procedure

One determination shall be made on each of three extractions. For each extraction, the paper shall be cut into strips approximately 50 mm × 10 mm. A mass of approximately 20 g shall be placed in a 600 cm³ flat-bottom flask and approximately 300 cm³ of boiling de-ionized or distilled water, fulfilling the conductivity requirements of clause 15, added.

The mixture shall be kept in a steam bath for 60 min ± 5 min, the mouth of the flask being covered by a loosely fitting beaker placed over the neck.

The suspension shall then be filtered using suction through a pre-extracted filter paper in a Buchner funnel. A flat-ended rod is used to compress the cake of paper residue in order to express as much extract as possible.

The volume of the extract shall be measured and the residual cake weighed (*W*).

The extract shall be returned to a flask similar to the extraction flask and evaporated to dryness in a hot-water bath; contamination is prevented by a large beaker (approximately 250 cm³) suspended inverted over the flask.

When completely dry, approximately 20 cm³ of de-ionized water shall be added to the flask and the drying repeated.

Le résidu extrait est dissous dans $5 \text{ cm}^3 \pm 1 \%$ de HNO_3 à 10 %, puis transféré dans un bécher de 100 cm^3 , et le flacon est lavé à deux reprises à l'aide de quantités de $5 \text{ cm}^3 \pm 1 \%$ d'acétone qui doivent être versées dans le bécher après lavage.

La teneur en chlorure de l'extrait est ensuite déterminée potentiométriquement à l'aide d'un agitateur magnétique, d'une électrode de référence en verre et d'un indicateur à fil d'argent, avec un dispositif de mesure tel qu'un pH-mètre.

L'agent titrant doit être 0,02 M de solution de AgNO_3 ajouté par quantités de $0,01 \text{ cm}^3$ à l'aide d'une seringue à micromètre, par l'intermédiaire d'une aiguille en verre versant goutte à goutte dans la cellule de titrage.

Titrer un témoin composé comme suit: $(340 - W) \text{ cm}^3$ d'eau après évaporation jusqu'à l'état sec, 5 cm^3 de HNO_3 à 10 % et 10 cm^3 d'acétone.

17.1.4 Résultats

La teneur en chlorure de la solution extraite doit être considérée comme étant la masse des ions chlorure, exprimée en 10^{-6} de la masse du papier, et doit être calculée comme suit:

$$\text{teneur en chlorure (10}^{-6}\text{)} = 35,46 \frac{(A - B) M}{D} \times \left(1 + \frac{W - D}{V} \right) \times 10^3$$

où

M est la molalité de la solution de AgNO_3 en moles par kilogramme (mol/kg);

D est la masse de papier séché en grammes (g);

A est le volume de solution de AgNO_3 utilisée pour titrer l'extrait en centimètres cubes (cm^3);

B est le volume de solution de AgNO_3 utilisée pour titrer le témoin en centimètres cubes (cm^3);

W est la masse de résidu de papier humide en grammes (g);

V est le volume de l'extrait en centimètres cubes (cm^3).

Le résultat est la valeur médiane des trois déterminations.

17.2 Méthode 2

17.2.1 Cette méthode s'écarte de la méthode 1 sur les points suivants:

- le traitement porte sur 4 g de papier dans 100 cm^3 au lieu de 20 g dans 300 cm^3 ;
- une ébullition intense est maintenue pendant $60 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$;
- le traitement de l'extrait s'effectue comme suit
 - a) filtrer ou transvaser la solution d'extrait refroidie et en peser $25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ dans un bécher haut et étroit de 200 cm^3 . Ajouter 125 cm^3 d'acétone et 15 gouttes d'acide nitrique à 1 %;
 - b) introduire un agitateur dans le bécher, puis placer celui-ci sur l'agitateur magnétique et régler la vitesse d'agitation de manière à ne pas rompre la surface du liquide;
 - c) immerger les électrodes dans le liquide et attendre la stabilisation de l'appareil de mesure avant de commencer le titrage;
 - d) à l'aide de la microburette, ajouter 0,0025 M de solution de AgNO_3 par quantités de $0,01 \text{ cm}^3$ et consigner le changement de potentiel, exprimé en millivolts, mV;
 - e) poursuivre le titrage jusqu'à atteindre le point de plus grand changement de potentiel ou jusqu'à un point fixe préalablement déterminé d'après une courbe potentiométrique;

The extracted residue shall be dissolved in $5 \text{ cm}^3 \pm 1 \%$ of 10% HNO_3 , transferred to a 100 cm^3 beaker and the flask twice washed out into the beaker with $5 \text{ cm}^3 \pm 1 \%$ of acetone.

The chloride content of the extract shall then be determined potentiometrically using a magnetic stirrer, a glass reference electrode and a silver-wire indicator with a measuring device, for example, a pH-meter.

The titrant shall be a solution of AgNO_3 of $0,02 \text{ M}$ added in quantities of $0,01 \text{ cm}^3$ from a micro-meter syringe through a glass needle dripping into the titration cell.

Titrate a reagent blank consisting of the following: $(340 - W) \text{ cm}^3$ of water evaporated to dryness, 5 cm^3 of 10% HNO_3 , and 10 cm^3 acetone.

17.1.4 Results

The chloride content of the extract solution shall be expressed as the mass of chloride ion, in 10^{-6} of the mass of the paper, and shall be calculated as follows:

$$\text{chloride content (10}^{-6}\text{)} = 35,46 \frac{(A - B) M}{D} \times \left(1 + \frac{W - D}{V} \right) \times 10^3$$

where

M is the molality of the AgNO_3 solution in moles per kilogramme (mol/kg);

D is the mass of the dried paper in grams (g);

A is the volume of AgNO_3 solution used to titrate the extract in cubic centimetres (cm^3);

B is the volume of AgNO_3 solution used to titrate the blank in cubic centimetres (cm^3);

W is the mass of wet paper residue in grams (g);

V is the volume of extract in cubic centimetres (cm^3).

The result is the central value of the three determinations.

17.2 Method 2

17.2.1 This method deviates from method 1 in the following details:

- four grams of paper are treated in 100 cm^3 of water instead of 20 g in 300 cm^3 ;
- vigorous boiling is carried out for $60 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$;
- treatment of the extract is as follows
 - a) filter or decant the cooled extract solution and weigh $25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ into a 200 cm^3 tall-form beaker. Add 125 cm^3 of acetone and 15 drops of 1% nitric acid;
 - b) place a stirring rod into the beaker, then place the beaker on the magnetic stirrer and adjust the stirring speed so that the surface of the liquid is not broken;
 - c) immerse the electrodes in the liquid and allow the meter to stabilize, then start titrating;
 - d) from the microburette, add $0,0025 \text{ M}$ AgNO_3 solution in $0,01 \text{ cm}^3$ increments and record the change of potential in millivolts, mV ;
 - e) titrate to an end-point that represents the point of the greatest change in potential, or to a fixed point that has been previously determined from a potentiometric curve;

- f) consigner le volume total de solution exprimé en cm^3 utilisé pour atteindre le point terminal;
- g) il convient d'effectuer les opérations de titrage deux fois pour chaque extrait, de vérifier que les résultats ne divergent pas de plus de $\pm 0,01 \text{ cm}^3$ et qu'un deuxième lot d'échantillons donne des résultats similaires à $\pm 5 \%$ sauf aux niveaux les plus bas. Pour ces niveaux (c'est-à-dire pour des valeurs inférieures à $2,0 \times 10^{-6}$) la différence peut être plus importante;
- h) procéder au titrage d'un témoin composé comme suit: $25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'eau, 125 cm^3 d'acétone et 15 gouttes de HNO_3 à 1 %.

17.2.2 Résultats

La teneur en chlorure de la solution extraite doit être exprimée comme étant la masse des ions chlorure exprimée en 10^{-6} de la masse du papier, et doit être calculée comme suit:

$$\text{teneur en chlorure (10}^{-6}\text{)} = 35,46 \frac{(A - B) M}{D} \times 4 \times 10^3$$

où

A est le volume de 0,0025 M de solution de AgNO_3 utilisée pour titrer l'extrait, en cm^3 ;

B est le volume de 0,0025 M de solution de AgNO_3 utilisée pour titrer le témoin, en cm^3 ;

M est la molalité de la solution de AgNO_3 ;

D est la masse de l'échantillon de papier après séchage au four, en g;

Le résultat est la valeur médiane des trois déterminations.

18 Teneur en sulfate

A l'étude.

19 Conductivité de l'extrait organique

Le but de cet essai est de déterminer la présence éventuelle de matières organiques ionisables dans les matériaux isolants. Leur présence est indiquée par l'accroissement de la conductivité de l'extrait organique (trichloréthylène) et l'on considère que l'essai est particulièrement important lorsqu'il est appliqué à des matériaux isolants destinés à être immergés dans des réfrigérants ou des imprégnants chlorés.

NOTE Pour les précautions à prendre, voir la note 2 de 15.2.

19.1 Appareil d'essai

On doit utiliser une cellule de mesure de conductivité conformément à la CEI 60247. L'instrument de mesure doit être un multi-mégohmmètre électronique adéquat fonctionnant sous une tension courant continu de 100 V maximum ou bien un galvanomètre, un voltmètre et une source de courant continu ne dépassant pas 100 V.

Le solvant est du trichloréthylène du type réactif de laboratoire, qui a été purifié en y incorporant par agitation environ 1 % en poids de terre à foulon ou d'un autre matériau approprié, par exemple un gel de silicone et par filtrage à travers un filtre en verre fritté. On peut utiliser un filtre dont le diamètre maximal des pores est compris entre $5 \mu\text{m}$ et $15 \mu\text{m}$.

NOTE La terre à foulon perd son efficacité si on lui laisse absorber de l'humidité; elle peut être séchée par chauffage en atmosphère propre à une température ne dépassant pas 120°C .

- f) record the total volume of solution, in cm^3 , used to reach the end-point;
- g) duplicate titrations should be run on each extract and should concord to $\pm 0,01 \text{ cm}^3$. Duplicate specimens should concord within $\pm 5 \%$ except at low levels where the differences may be greater, that is below $2,0 \times 10^{-6}$;
- h) titrate a reagent blank consisting of the following: $25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ of water, 125 cm^3 of acetone and 15 drops of 1% HNO_3 .

17.2.2 Results

The chloride content of the extract solution shall be expressed as the mass of chloride ion in 10^{-6} of the mass of the paper and shall be calculated as follows:

$$\text{chloride content (10}^{-6}\text{)} = 35,46 \frac{(A - B) M}{D} \times 4 \times 10^3$$

where

A is the volume of $0,0025 \text{ M AgNO}_3$ solution used to titrate the extract, in cm^3 ;

B is the volume of $0,0025 \text{ M AgNO}_3$ solution used to titrate the blank, in cm^3 ;

M is the molality of AgNO_3 solution;

D is the mass of the paper specimen after oven drying, in g;

The result is the central value of the three determinations.

18 Sulphate content

Under consideration.

19 Conductivity of organic extract

The purpose of this test is to determine whether or not ionizable organic materials are present in the insulating materials. Their presence is indicated by the increase in conductivity of the organic (trichloroethylene) extract, and the test is considered to have particular significance when applied to insulating materials which are to be immersed in chlorinated coolants or impregnants.

NOTE For precautions to be taken, see note 2 of 15.2.

19.1 Test apparatus

A conductivity cell according to IEC 60247 shall be used. The measuring instrument shall be a suitable electronic multimetre using no more than 100 V d.c. , or a galvanometer, a voltmeter and a d.c. voltage source of no more than 100 V .

The solvent is laboratory reagent grade trichloroethylene which has been purified by stirring in about 1% by weight of fuller's earth or another suitable material, for example silicon gel, and filtering through a sintered glass filter. A filter having a maximum pore diameter in the range $5 \mu\text{m}$ to $15 \mu\text{m}$ is suitable.

NOTE Fuller's earth becomes ineffective if allowed to absorb moisture and may be dried by heating in clean air at a temperature not exceeding 120°C .

Il est procédé à un essai témoin avant chaque extraction; si la conductivité résultante dépasse constamment $5 \times 10^{-4} \mu\text{S/m}$, il faut continuer à purifier le solvant jusqu'à ce que la conductivité reste en deçà de cette valeur.

Le trichloréthylène purifié est stable s'il est conservé dans l'obscurité ou dans un flacon de couleur brune; mais il est recommandé d'en vérifier la conductivité avant de l'utiliser pour une extraction.

Pendant l'extraction et la mesure, le solvant doit être protégé contre tout éclairage puissant, surtout contre les rayons directs du soleil; il doit être conservé dans l'obscurité.

19.2 Mode opératoire

Il doit être procédé à trois extractions dont chacune fera l'objet d'une mesure. L'extrait est préparé par traitement du matériau soumis à l'essai, comme décrit pour la conductivité de l'extrait aqueux en 15.2; les éprouvettes sont chauffées doucement à l'air libre pendant 2 h environ à une température de 80 °C à 100 °C, de manière à éliminer toute quantité notable d'eau absorbée. Le matériau est alors immédiatement transvasé dans un flacon approprié et recouvert de trichloréthylène purifié, dans la proportion de 1 g pour 10 cm³ de solvant. Celui-ci est doucement amené à ébullition pendant 1 h environ dans des conditions de reflux, en utilisant un appareil entièrement en verre construit avec des raccords en verre rodé.

Lorsque ce temps est écoulé, le flacon est soigneusement bouché et laissé une nuit dans l'obscurité. Il convient que toute perte de volume due à l'évaporation soit inférieure à 10 %.

Si elle n'est pas encore connue, la constante K de la cellule doit être déterminée à l'aide d'une solution aqueuse de conductivité connue, ou par la méthode de capacitance.

Avant le remplissage avec l'extrait de trichloréthylène, la cellule est lavée soigneusement avec de l'eau distillée (si elle a été utilisée la dernière fois avec un électrolyte aqueux); elle est ensuite séchée et nettoyée à plusieurs reprises avec du trichloréthylène purifié. La cellule est séchée avant le remplissage et le transvasement du liquide doit avoir lieu sous un courant d'air chaud afin d'éviter toute condensation d'humidité sous l'effet du refroidissement; il faut également éviter de diriger son haleine sur les électrodes.

La résistance de l'extrait est mesurée à une température de 15 °C à 25 °C, 1 min après l'application de la tension continue.

Si R est la résistance mesurée de l'extrait, exprimée en mégohms ($M\Omega$) et si K est la constante de la cellule (m^{-1}), alors la conductivité de l'extrait, exprimée en microsiemens par mètre ($\mu\text{S/m}$), sera

$$\frac{K}{R} - \text{conductivité du solvant, } \mu\text{S/m}$$

19.3 Résultats

La conductivité de l'extrait de matière est exprimée en microsiemens par mètre.

A blank test is carried out before each extraction and, if the resultant conductivity exceeds $5 \times 10^{-4} \mu\text{S/m}$, the solvent is further purified until the conductivity is not greater than this figure.

Purified trichloroethylene is stable if kept in the dark or in a brown bottle, but its conductivity should be checked before use for an extraction.

During extraction and measurement, the solvent should be shielded from strong light, especially direct sunlight; it shall be stored in the dark.

19.2 Procedure

One determination shall be made on each of three extractions. The extract is prepared by treating the material under test as described for conductivity of aqueous extract in 15.2 and the test pieces are gently heated in air for about 2 h at a temperature of 80 °C to 100 °C to remove any appreciable amount of absorbed water. The material is immediately transferred to a suitable flask and covered with purified trichloroethylene using a proportion of 1 g to 10 cm³ of solvent. The solvent is gently boiled for about 1 h under reflux conditions using an all-glass apparatus constructed with ground-glass joints.

At the end of this period, the flask is firmly stoppered and allowed to remain overnight in the dark. Any loss of volume through evaporation should be less than 10 %.

If not already known, the cell constant K is determined by means of an aqueous solution of known conductivity or by the capacitance method.

Before filling with the trichloroethylene extract, the cell is washed thoroughly with distilled water (if last used with an aqueous electrolyte), dried and cleaned several times with purified trichloroethylene. The cell is dried before filling and the transfer of the liquid from one vessel to another takes place in a stream of warm air to avoid the risk of moisture condensing resulting from cooling; it is necessary to avoid breathing on the electrodes.

The resistance of the extract is measured at a temperature of 15 °C to 25 °C, 1 min after the application of the d.c. voltage.

If R is the measured resistance of the extract, expressed in megohms ($M\Omega$), and K is the cell constant (m^{-1}), then the conductivity of the extract, expressed in microsiemens per metre ($\mu\text{S/m}$), is

$$\frac{K}{R} - \text{conductivity of the solvent, } \mu\text{S/m}$$

19.3 Results

The conductivity of the extract of the material is expressed in microsiemens per metre.

20 Détermination de la teneur en sodium et en potassium; méthode spectrométrique d'absorption atomique de la flamme

Cette méthode est utilisée pour la détermination de la teneur en sodium et en potassium dans les produits de haute pureté, par exemple dans les pâtes et les papiers électriques. Des éprouvettes de 10 g doivent être calcinées conformément à l'article 14 et les cendres dissoutes dans 10 cm³ d'acide chlorhydrique définie comme «acide chlorhydrique à 32 % pour analyses» ne contenant pas plus de 0,00001 % d'ions K⁺ et de 0,00005 % d'ions Na⁺ (à une concentration d'environ 6 mol/l de solution). La mesure spectrométrique doit être réalisée selon ISO 9964-3

21 Perméabilité à l'air

La perméabilité à l'air (π) du papier est définie par la formule suivante:

$$\pi = \frac{V}{A t p}$$

dans laquelle V est le volume d'air, exprimé en m³, passant à travers une feuille de papier d'une surface de A m², dans un temps t en s, sous une différence constante de pression d'air p en Pa. Pour les instruments qui sont utilisés pour mesurer les gammes moyennes de perméabilité à l'air, allant de 0,01 à 5 unités, une différence de pression d'environ 1 kPa est normalement utilisée.

Pour les papiers dont la perméabilité à l'air est inférieure, c'est-à-dire jusqu'à 0,0001 unité, on utilisera des instruments pouvant mesurer des différences de pression sur l'éprouvette jusqu'à 3,5 kPa, tandis que pour les papiers à grande perméabilité, allant jusqu'à 2×10^6 unités, comme les papiers électrolytiques, des différences de pression descendant jusqu'à 100 Pa peuvent être utilisées. Ces différences de pression pourront être spécifiées dans la CEI 60554-3, pour des qualités particulières de papier.

21.1 Appareil d'essai

L'appareil doit satisfaire aux prescriptions suivantes.

21.1.1 La précision des mesures doit être de ± 2 % pour le volume, de ± 1 % pour le temps et de ± 5 % pour le débit.

21.1.2 La différence de pression initiale sur l'éprouvette doit être connue à ± 2 % et ne doit pas changer de plus de 5 % au cours de la mesure.

21.1.3 L'éprouvette doit être serrée avec un joint étanche à l'air du côté pressurisé. Ce joint ne doit pas pouvoir se déformer au point que la surface d'essai de l'éprouvette soit modifiée de plus de 1 %.

21.1.4 La surface d'essai de l'éprouvette ne doit pas être inférieure à 6 cm². Une surface de 10 cm² est recommandée.

21.1.5 Si de l'eau est utilisée comme agent de déplacement, le flux d'air passant à travers l'éprouvette doit être orienté de manière à ne pas avoir été précédemment en contact avec l'eau.

20 Determination of sodium and potassium content; flame atomic absorption spectrometric method

This method is used for the determination of sodium and potassium in high-purity products, for instance, in electrical papers and pulps. Test pieces of 10 g of paper or pulp shall be ashed according to clause 14 and the ash dissolved in 10 cm³ of hydrochloric acid defined as "hydrochloric acid 32 % for analytical purposes" containing no more than 0,00001 % of K⁺ ions and 0,00005 % of Na⁺ ions (about 6 mol/l solution) The spectrometric measurement shall be carried out according to ISO 9964-3.

21 Air permeability

The air permeability (π) of paper is defined by the following formula:

$$\pi = \frac{V}{A t p}$$

in which V is a volume of air, expressed in m³ passing through a sheet of paper with an area of A m² within a time t in s under a constant air-pressure difference of p in Pa. For instruments which are used to measure the middle ranges of air permeability, ranging from 0,01 to 5 units, a pressure difference of approximately 1 kPa is normally used.

For papers with lower ranges of air permeability, down to 0,0001 units, instruments with pressure differences over the specimen of up to 3,5 kPa can be used, while for high-permeability papers, ranging up to 2×10^6 units, for example electrolytic papers, pressure difference down to 100 Pa can be used. These pressure differences may be specified in IEC 60554-3 for particular paper qualities.

21.1 Test apparatus

The apparatus shall comply with the following requirements.

21.1.1 The volume shall be measurable to an accuracy of ± 2 % and the time to within ± 1 % and the rate of flow to an accuracy of ± 5 %.

21.1.2 The initial pressure differential over the test piece shall be known to ± 2 % and shall not deviate by more than 5 % during the measurement.

21.1.3 The test piece shall be clamped with an airtight gasket on the pressurized side of the test piece. This gasket shall not deform to such an extent that the testing area of the test piece is changed by more than 1 %.

21.1.4 The testing area of the test piece shall be not smaller than 6 cm². An area of 10 cm² is recommended.

21.1.5 When water is used as a displacing medium, the air flow passing through the test piece shall be in such a direction as not to have been previously in contact with the water.

21.1.6 La vérification des fuites d'air doit être effectuée par serrage d'un matériau imperméable dur, par exemple une feuille métallique, dans l'appareil, à la place de l'éprouvette. Toute fuite doit être inférieure à 0,025 fois la perméabilité à l'air minimale, mesurable avec un instrument donné.

21.2 Epreuves

L'échantillon doit être conditionné conformément à l'article 4. Au moins cinq éprouvettes doivent être prélevées sur l'échantillon; leur format minimal doit être tel que l'éprouvette dépasse visiblement du bloc de serrage, dans toutes les directions, et la surface d'essai doit être celle définie en 21.1.4.

21.3 Mode opératoire

Les détails du mode opératoire dépendent de l'appareil utilisé; toutefois, les points suivants sont essentiels:

- a) étalonner, avec précision, la différence de pression à appliquer à l'éprouvette;
- b) assurer un mouvement régulier du cylindre ou du dispositif contrôlant le débit d'air, immédiatement avant et pendant les déterminations;
- c) s'assurer de l'absence de toute vibration susceptible d'affecter le déplacement d'air;
- d) s'assurer que l'éprouvette est serrée uniformément, sans aucune distorsion;
- e) s'assurer que l'appareil est posé sur un plan horizontal avant d'effectuer les mesures.

21.4 Résultats

Les résultats doivent être ramenés à une pression de 1 kPa, à l'aide de la formule énoncée à l'article 21. La valeur médiane de cinq mesures effectuées sur les éprouvettes est prise pour résultat. Les valeurs maximale et minimale sont consignées. Consigner la différence de pression nominale sur l'éprouvette.

22 Taux d'absorption d'eau (méchage)

22.1 Principe

Une bande de matériau à tester est suspendue verticalement, une extrémité étant immergée dans l'eau. La montée d'eau, due à la capillarité, dans un temps donné, constitue une mesure de l'absorptivité du matériau. L'essai est réalisé dans un récipient fermé pour être en atmosphère saturée à la température du laboratoire.

22.2 Réactif

22.2.1 Eau distillée ou désionisée

On ne doit utiliser de l'eau potable que si l'on peut démontrer que cela donne des résultats conformes à ceux obtenus avec de l'eau distillée ou désionisée. En cas de contestation on doit utiliser de l'eau distillée/désionisée.

22.3 Appareillage

- a) Un récipient transparent contenant l'eau, d'au moins 250 mm de profondeur.
- b) Un ensemble fait d'un couvercle et d'un porte-éprouvette, comportant deux dispositifs de réglage de distance d'au moins 200 mm de long.

NOTE Un appareil adapté est illustré à la figure 5. Il peut être construit à l'aide de matériaux tels que des feuilles acryliques transparentes de 6 mm. Les dispositifs de réglage de la distance sont pointus à l'extrémité inférieure et filetés pour permettre le réglage.

21.1.6 The air leakage shall be checked by clamping a hard impermeable material, for example a metal foil, in the apparatus in place of the test piece. Any leakage shall be less than 0,025 times the minimum air permeability measurable with a particular instrument.

21.2 Test pieces

The specimen shall be conditioned according to clause 4. Not less than five test pieces shall be cut from the test specimens; the minimum size of the test piece shall be such that the piece protrudes noticeably in all directions from the clamping unit and provides the testing area required in 21.1.4.

21.3 Procedure

The details of the procedure are dependent on the apparatus being used, but it is essential

- a) to calibrate accurately the pressure difference to be applied over the test piece;
- b) to ensure steady movement of the cylinder or device controlling the flow of air immediately before and during the time the determinations are being made;
- c) to ensure absence of vibration which could affect the air displacement;
- d) to ensure that the test piece is clamped uniformly without distortion;
- e) to ensure that the apparatus is on a level surface prior to making the measurements.

21.4 Results

The results shall be corrected to an air pressure of 1 kPa by the formula in clause 21. The central value obtained by testing five test pieces is taken as the result. The highest and lowest values are reported. Report the nominal pressure difference over the test piece.

22 Rate of water absorption (wicking)

22.1 Principle

A strip of the material to be tested is suspended vertically with one end immersed in water. The capillarity rise in a given time is a measure of the absorbency of the material. The test is carried out in an enclosed vessel to provide a moisture saturation at the laboratory temperature.

22.2 Reagent

22.2.1 Distilled or de-ionized water

Drinking water shall be used only if it can be shown to give results in agreement with those obtained with distilled or de-ionized water. In the event of dispute, distilled/de-ionized water shall be used.

22.3 Apparatus

- a) A transparent water container of at least 250 mm in depth.
- b) A combined lid and test-piece support, fitted with two adjustable distance pieces of at least 200 mm in length.

NOTE A suitable apparatus is shown in figure 5 and may be constructed from materials such as 6 mm clear acrylic sheets. The distance pieces are pointed at the lower end and threaded to permit adjustment.

- c) Un chronomètre pouvant mesurer des temps allant jusqu'à 15 min, à 1 s près.
- d) Un cathétomètre ou une règle rigide graduée d'au moins 300 mm de long, permettant une lecture avec une précision de 0,5 mm.
- e) Des goupilles ou des épingles pour fixer les éprouvettes au support.
- f) Des attaches type trombone.
- g) Un crayon.
- h) Une règle rigide.

22.4 Conditionnement

Conditionner les échantillons comme indiqué à l'article 4.

22.5 Eprouvettes

Couper, dans l'échantillon, 10 bandes de $15 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ de large et d'au moins 200 mm de long, dans le sens machine, et si nécessaire, dix autres bandes dans le sens transversal.

NOTE Dans les cas où une longueur d'essai minimale de 200 mm ne peut être obtenue, par exemple pour des échantillons de laboratoire faits main, on peut réaliser la longueur requise en fixant les éprouvettes sur un support inerte. Dans de tels cas, il convient de spécifier la longueur du support inerte et de l'indiquer dans le rapport d'essai.

Tracer un trait transversalement à l'éprouvette, à une distance de $15 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ d'une de ses extrémités. Attacher, à mi-distance entre le trait et l'extrémité de l'éprouvette, un poids adapté pour s'assurer que l'éprouvette pend verticalement (une attache du type trombone est considérée comme adaptée).

22.6 Procédure

Placer le récipient d'eau sur une surface plane horizontale, et ajouter de l'eau à $23 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ K}$ jusqu'à une hauteur de $50 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$. Maintenir la température à $23 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ K}$ pendant tout l'essai. Placer le couvercle sur le récipient et positionner les dispositifs de réglage de la distance de telle manière que leur pointe effleure la surface de l'eau.

Enlever le couvercle de l'appareil et le placer à plat sur le plan de travail, les dispositifs de réglage de distance étant horizontaux. Placer une règle rigide contre l'extrémité des pointes des dispositifs de réglage de distance, et positionner chaque éprouvette de façon que les traits de crayon coïncident avec l'arête de la règle. Fixer les éprouvettes au couvercle avec une épingle ou une goupille au travers l'un des trous disponibles. Il est pratique d'essayer cinq éprouvettes à la fois.

Quand toutes les éprouvettes sont fixées en position, remettre le couvercle sur le récipient d'eau de telle manière que les extrémités lestées des bandes soient immergées jusqu'aux traits de crayon tracés à 15 mm de l'extrémité et déclencher immédiatement le chronomètre.

Après $10 \text{ min} \pm 5 \text{ s}$ retirer le couvercle et les bandes, et étendre l'ensemble sur le plan de travail. Dans les 10 s suivant le retrait de l'eau, marquer d'un trait de crayon la limite supérieure de remontée de l'eau par capillarité sur les bandes. Si les traces sont irrégulières, estimer la position moyenne.

Mesurer la distance séparant les traits de crayon sur chaque bande à 0,5 mm près.

NOTE 1 Il peut être intéressant de faire varier la durée de l'essai, mais, dans ce cas, il convient que cette durée soit consignée dans le rapport.

NOTE 2 Les résultats peuvent être affectés par des éléments solubles contenus dans le papier ou le carton. Afin de réduire autant que possible cet effet, on peut changer l'eau pour chaque nouvelle série d'essais.

- c) A timer capable of indicating times up to 15 min to the nearest second.
- d) A cathetometer or ruler having a graduated straight-edge of at least 300 mm in length, capable of being read to the nearest 0,5 mm.
- e) Suitable pegs or pins for attaching test pieces to the test-piece support.
- f) Paper clips.
- g) A pencil.
- h) A straight-edge.

22.4 Conditioning

Condition samples according to clause 4.

22.5 Test pieces

Cut 10 strips $15 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ wide and at least 200 mm long from the specimen in the machine direction and, if required, a further ten strips in the cross-machine direction.

NOTE In cases where a minimum test length of 200 mm is not available, for example laboratory hand sheets, the required length may be made up by joining the test pieces to an inert carrier. In such cases, the length of the inert carrier should be specified and included in the test report.

Draw a pencil line across each test piece at a distance of $15 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ from one end. Midway between the line and the end of the paper, fix an appropriate weight to ensure that the test piece hangs vertically (a paper clip has been found to be suitable).

22.6 Procedure

Place the water container on a flat level surface and add water at $23 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ K}$ to a depth of $50 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$. Maintain the temperature at $23 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ K}$ throughout the test. Place the lid on the container and adjust the distance pieces so that the points just touch the water surface.

Remove the lid from the apparatus and lay it on the working surface with the distance pieces horizontal. Place a straight-edge across the tips of the points of the distance pieces and lay each test piece in position with its pencil line along the straight-edge. Fix the test piece to the lid by a pin or peg through one of the holes provided. It is convenient to test five test pieces at a time.

When all of the test pieces are fixed in position, replace the lid on the water container so that the weighted ends of the strips are immersed in water up to the 15 mm pencil line and immediately start the timer.

After $10 \text{ min} \pm 5 \text{ s}$ remove the lid with the strips and lay the assembly on the working surface. Within 10 s of removal from the water, draw pencil lines through the water fronts on the strips. If the front is uneven, estimate the average position.

Measure the distance between the pencil lines to the nearest 0,5 mm.

NOTE 1 It may be convenient to vary the time of test but in all such cases the time taken should be reported.

NOTE 2 The results may be affected by soluble elements in the paper or the board. In order to reduce this effect as much as possible, fresh water can be used for each new series of tests.

22.7 Résultats

Calculer la valeur moyenne des dix résultats pour chaque direction essayée.

Pour des absorptivités inférieures à 20 mm/10 min, exprimer les résultats arrondis au 0,5 mm le plus proche.

Pour des absorptivités égales ou supérieures à 20 mm/10 min, exprimer les résultats arrondis au 1 mm le plus proche.

Calculer l'écart type des résultats d'essai pour chaque direction essayée.

22.8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir une référence à la présente norme, ainsi que les informations suivantes:

- a) la longueur des bandes d'essai et du support inerte s'il est utilisé;
- b) la moyenne et l'écart type du taux d'absorption d'eau dans le sens machine;
- c) si nécessaire, la moyenne et l'écart type du taux d'absorption d'eau dans le sens transversal;
- d) toute modification par rapport à la présente méthode, y compris le temps d'immersion, ou tout autre élément ayant pu affecter les résultats.

23 Absorption d'huile (méthode de Cobb modifiée)

Dans cet essai, de l'huile est mise en contact avec un côté d'une liasse de papiers, sur une surface connue. Après un laps de temps déterminé, l'huile est ôtée, la feuille supérieure de la liasse est époncée et l'augmentation de masse de la liasse par absorption d'huile est établie par pesage direct. Cet essai est dérivé du test d'absorption d'eau exposé dans l'ISO 535.

23.1 Appareil d'essai

L'appareil utilisé pour cet essai est illustré à la figure 2a. Il se compose d'un cylindre métallique creux ayant une section intérieure de 100 cm² et une hauteur d'environ 50 mm. Le cylindre est fixé d'une manière étanche à une plaque de fond et est muni d'un couvercle constitué d'une feuille de caoutchouc résistant à l'huile (caoutchouc perbunan), d'une taille suffisante pour recouvrir le cylindre; cette feuille est collée sur une plaque métallique.

Le couvercle est équipé d'un dispositif permettant de l'arrimer sur la plaque de base. L'épaisseur de la paroi de ce cylindre importe peu, mais une épaisseur de 6 mm est pratique. Le coefficient IRH (Coefficient international de dureté du caoutchouc) du caoutchouc résistant à l'huile (caoutchouc perbunan) doit être d'au moins 65. Le bord supérieur du cylindre doit être usiné très lisse.

Il faut prévoir un dispositif pour fixer l'appareil sur le banc.

La figure 2b donne les indications nécessaires pour la modification de l'appareil d'essai d'absorption utilisé pour l'essai Cobb d'absorptivité d'eau, cité dans l'ISO 535.

22.7 Results

Calculate the mean value of the ten results for each direction tested.

For absorbencies less than 20 mm/10 min, express the results to the nearest 0,5 mm.

For absorbencies equal to, or greater than, 20 mm/10 min, express the results to the nearest 1 mm.

Calculate the standard deviation of the test results for each direction tested.

22.8 Test report

The test report shall include a reference to this standard together with the following information:

- a) lengths of test strips and, if used, inert carrier;
- b) mean and standard deviation of the machine direction water absorption rate;
- c) if required, the mean and standard deviation of the cross-machine direction water absorption rate;
- d) any departure from this method, including time of immersion or other circumstances that may have affected the result.

23 Oil absorption (modified Cobb method)

In this test, oil is applied to a known area of one side of a pack of papers. After a definite time interval the oil is evacuated, the top sheet of the pack is blotted and the increase in mass of the pack through absorption of the oil is determined by direct weighing. The test is derived from a test for water absorption given in ISO 535.

23.1 Test apparatus

The test apparatus for this test is shown in figure 2a, and consists of a hollow metal cylinder having an internal cross-sectional area of 100 cm² and a height of about 50 mm. The cylinder is sealed to a bottom plate and is provided with a cover plate consisting of a sheet of oil-resistant rubber of sufficient size to cover the cylinder and bonded to a metal plate.

The cover plate is provided with a means of clamping it into the base plate. The thickness of the wall of this cylinder is not important but can conveniently be about 6 mm. The IRH (International Rubber Hardness) of the oil-resistant rubber sheet shall be not less than 65. The top edge of the cylinder shall be machined smooth.

A fixture shall be provided which will secure the apparatus to the bench.

Figure 2b gives the requirements for converting the Cobb absorbency tester used for the Cobb test for water absorption given in ISO 535.

23.2 Epreuves

Une éprouvette se compose d'une liasse de feuilles de papier de dimensions 130 mm × 130 mm chacune; le nombre de feuilles doit être déterminé expérimentalement, mais il doit être toutefois supérieur d'au moins une unité au nombre de feuilles pénétrées par l'huile. Cinq éprouvettes sont requises pour chacune des deux séries d'essais, la première série s'effectue avec une face du papier d'une éprouvette en contact avec l'huile et la seconde série avec la face opposée du papier d'une autre éprouvette.

Lors de la constitution d'une liasse, il est impératif qu'aucune des feuilles ne soit retournée, c'est-à-dire que toutes les feuilles doivent avoir la même face tournée du même côté.

23.3 Mode opératoire

L'huile utilisée sera de la classe II, conformément à la CEI 60296; avant usage, il convient de la conserver dans un récipient hermétiquement fermé et de la maintenir à la température de conditionnement. Utiliser 100 cm³ d'huile pour chaque essai; toutefois, après le premier essai, il suffira de faire l'appoint pour obtenir le niveau d'huile requis.

Maintenir la cellule et l'huile à la température de conditionnement. Déterminer la masse de l'éprouvette.

Remplir d'huile la cellule d'essai et placer l'éprouvette par-dessus, de telle sorte que l'huile soit au contact du côté «supérieur» du papier lorsque la cellule est retournée. Mettre le couvercle et visser fermement les écrous papillon.

Retourner la cellule et laisser l'huile imprégner le papier pendant 45 s; ensuite, retourner de nouveau la cellule dans sa position d'origine et la placer dans un support qui la fixe au banc, puis laisser reposer pendant 10 s.

Desserrer les écrous papillon et retirer l'éprouvette se trouvant entre le corps de la cellule et le couvercle, d'une manière lente et continue, en tirant la liasse de papier par deux coins. Il convient que la sortie du papier prenne 10 s; il est impératif de s'assurer que la surface inférieure de l'éprouvette reste bien en contact avec le bord antérieur de la cellule.

Eponger légèrement la feuille supérieure pour éliminer l'huile excédentaire et inspecter la surface pour s'assurer de l'efficacité de l'opération. Il ne faudra pas consacrer plus de 10 s à éponger la liasse.

Déterminer la masse de l'éprouvette imbibée d'huile et noter le nombre de feuilles qui ont été pénétrées par l'huile. Procéder de la même manière pour les cinq éprouvettes.

Reprendre ensuite le processus complet avec cinq nouvelles éprouvettes, cette fois avec la face opposée du papier en contact avec l'huile.

23.4 Résultats

Exprimer l'absorption d'huile comme étant l'augmentation de masse en grammes par mètre carré de la zone circulaire exposée à l'huile et noter la valeur médiane des cinq résultats pour chaque série d'essais. Tout résultat individuel différant de plus de 20 % de la valeur médiane doit être exclu des calculs. Si deux résultats présentent un tel écart, il doit être procédé à six essais supplémentaires.

Si les différences se répètent, il doit être tenu compte de la totalité des 11 résultats pour déterminer la valeur médiane et le rapport stipulera que l'absorption d'huile par le papier est variable.

23.2 Test pieces

A test piece comprises a pack of paper sheets each 130 mm × 130 mm; the number of sheets is to be determined experimentally and is to be at least one more than the number penetrated by the oil. Five test pieces are required for each of two series, the first series being carried out with one side of the paper on one test piece in contact with the oil and the second with the opposite side of the paper on another test piece.

When assembling a pack it is mandatory to ensure that none of the sheets is inverted, i.e. all the sheets shall have the same side uppermost.

23.3 Procedure

The oil used will be Class II, in accordance with IEC 60296 and should be stored prior to use in a sealed container maintained at the conditioning temperature. Use 100 cm³ of oil in each test, but after the first test it is sufficient to top the oil up to the required level.

Maintain the temperature of the cell and the oil at the conditioning temperature. Determine the mass of the test piece.

Fill the test cell with oil and place the test piece over it so that the oil contacts the "top" side of the paper when the cell is inverted. Insert the cover plate and screw the wing-nuts down tightly.

Invert the cell and allow the oil to soak into the paper for 45 s, then return the cell to its original position in a fixture which holds it to the bench and allow a draining time of 10 s.

Loosen the wing-nuts and withdraw the test piece from between the body of the cell and the cover plate slowly and continuously by pulling on two corners. Withdrawal should be completed in about 10 s and it is mandatory to ensure that the lower surface of the test piece remains in contact with the front edge of the cell.

Lightly blot the top sheet to remove surplus oil and examine it visually to ensure that this has been achieved. Complete the blotting in not more than 10 s.

Determine the mass of the oil-impregnated test piece and note the number of sheets penetrated. Test all five test pieces in this way.

Repeat the above procedure with five new test pieces with the opposite side of the paper in contact with the oil.

23.4 Results

Express the oil absorption as the increase in mass in grams per square metre of the circular area exposed to oil and give the central value of five results in each test series. A single divergent reading differing by more than 20 % from the central value shall be excluded from the calculation. If two such divergent readings are obtained, a further six tests shall be made.

If additional divergent readings occur, all 11 readings shall be included in determining the central value and the oil absorption of the paper shall be reported as variable.

Le plus bas des deux résultats obtenus au cours des essais réalisés sur les côtés opposés de la liasse d'échantillons sera pris comme valeur de l'absorption d'huile du papier.

24 Rigidité diélectrique

L'essai doit être effectué à l'air libre, conformément à la CEI 60243-1.

24.1 Appareil d'essai

L'appareil doit être conforme à l'article 7 de la CEI 60243-1. Les électrodes doivent être conformes aux prescriptions de 4.1.1.1 ou 4.1.2 de cette norme. La préférence est accordée aux électrodes de 25 mm/75 mm. Ce n'est qu'au cas où ces dernières ne pourraient pas être utilisées du fait de la largeur du matériau que l'on emploiera des électrodes plus petites. Les faces des électrodes doivent être parallèles et exemptes de piqûres ou autres défauts.

24.2 Eprouvettes

Toutes les éprouvettes doivent avoir une largeur suffisante pour éviter les contournements.

Le nombre requis d'essais pourra être effectué sur une seule épreuve. Si l'épreuve doit être formée de plus d'une épaisseur de papier, le nombre de couches superposées doit être indiqué dans la CEI 60554-3.

Si la température ou l'humidité régnant pendant l'essai diffèrent des conditions exprimées dans l'article 4, le traitement de l'épreuve doit être indiqué dans la CEI 60554-3.

24.3 Mode opératoire

La tension doit être appliquée conformément aux indications de 9.1 de la CEI 60243-1. Pour les critères de perforation, voir l'article 10 de cette norme.

Il doit être procédé à neuf essais.

24.4 Résultats

Le résultat doit être fonction de l'épaisseur mesurée. Le rapport doit être établi conformément à l'article 12 de la CEI 60243-1. La valeur médiane et la valeur minimale, exprimées en kilovolts par millimètre, doivent être consignées.

NOTE Pour les papiers spéciaux, la CEI 60554-3 fera éventuellement état d'une estimation statistique plus détaillée.

24.5 Méthode d'essai utilisant une tension continue

24.5.1 Considérations générales sur l'essai

La rigidité diélectrique doit être mesurée dans l'air, si possible conformément à la CEI 60243-1.

24.5.2 Electrodes

Deux électrodes cylindriques en acier inoxydable (ayant une surface de rugosité égale à 2,5 µm ou moins) sont utilisées. Leurs surfaces doivent être parallèles et exemptes de piqûres ou autres impuretés. Les arêtes doivent être arrondies suivant un rayon de 3,0 mm.

The oil absorption of the paper is the lower of the two results obtained from tests made on opposite sides of the sample pack.

24 Electric strength

The test shall be carried out in air in accordance with IEC 60243-1.

24.1 Test apparatus

The apparatus shall be in accordance with clause 7 of IEC 60243-1. The electrodes shall be in accordance with 4.1.1.1 or 4.1.2 of that standard. The preferred electrodes are the 25 mm/75 mm electrodes. The smaller electrodes shall be used only if the width of the material prevents the use of the large electrodes. The faces of the electrodes shall be parallel and free from pits or other imperfections.

24.2 Test pieces

All test pieces shall be sufficiently large to avoid flashover.

The required number of tests may be made on one test piece. Where more than one thickness is required to form the test piece, the number of superimposed layers shall be given in IEC 60554-3.

Where the temperature or humidity of the test differ from those in clause 4, the treatment of the test piece shall be given in IEC 60554-3.

24.3 Procedure

The application of voltage shall be in accordance with 9.1 of IEC 60243-1. For breakdown criteria, see clause 10 of that standard.

Nine tests shall be made.

24.4 Results

The result shall be based on the measured thickness. The report shall be in accordance with clause 12 of IEC 60243-1. The central value and the lowest value shall be reported in kilovolts per millimetre.

NOTE For special papers, a more elaborate statistical evaluation may be required in IEC 60554-3.

24.5 Test method using d.c. voltage

24.5.1 General notes on the test

The electric strength shall be measured in air, as far as possible according to IEC 60243-1.

24.5.2 Electrodes

Two cylindrical electrodes made from stainless steel (with a surface fineness of 2,5 μm or better) shall be used. The faces of the electrodes shall be parallel and free from pits or other impurities. The edges shall be removed to give a radius of 3,0 mm.

L'électrode supérieure doit avoir un diamètre de 25 mm et une hauteur de 25 mm. La contre-électrode inférieure doit avoir un diamètre de 75 mm et une hauteur de 15 mm environ et doit être disposée coaxialement, conformément à la figure 1a de la CEI 60243-1.

La contre-électrode reliée au potentiel de terre peut également être constituée d'un feuillard aluminium de 40 µm à 50 µm d'épaisseur.

24.5.3 Epreuves

Les éprouvettes doivent être assez grandes pour empêcher les contournements. On effectue les mesures en superposant deux couches de papier, sauf spécification contraire dans la CEI 60554-3.

Il est recommandé que les éprouvettes proviennent d'un même échantillon. Par exemple, une feuille de 40 cm × 40 cm est découpée dans le papier et divisée en deux éprouvettes à double couche de 20 cm × 20 cm.

24.5.4 Mode opératoire

Les éprouvettes doivent être suspendues ou empilées sans les comprimer en 20 couches au plus dans une étuve à circulation d'air. Elles sont séchées pendant 60 min à 105 °C ± 2,5 K et essayées dans la minute qui suit leur retrait de l'étuve. En cas de litige, l'essai doit être effectué à l'intérieur de l'étuve.

24.5.5 Nombre de mesures

Un minimum de neuf perforations est effectué. Si la limite de confiance inférieure de 95 % sur les résultats d'essai est prescrite, 20 perforations ou plus doivent être effectuées.

24.5.6 Méthode de mesure

L'inertie de l'appareil de mesure ne doit pas excéder 1 %.

La tension est augmentée à partir d'environ la moitié de la tension disruptive présumée, en 5 s à 10 s jusqu'à perforation. La valeur de perforation appropriée est déterminée par deux essais antérieurs.

Par exemple, pour des papiers d'épaisseur nominale inférieure ou égale à 25 µm, la tension est augmentée à raison de 200 V/s à 300 V/s jusqu'à perforation. Lors de la perforation, c'est-à-dire lorsque le courant de court-circuit a atteint 0,1 mA à 1,0 mA, il convient que le voltmètre continue à indiquer la tension disruptive.

NOTE Le courant de court-circuit est limité à une valeur comprise entre 0,1 mA et 1,0 mA (afin d'éviter d'endommager les électrodes) par insertion d'une résistance de protection en série avec l'éprouvette.

24.5.7 Evaluation

Le procès-verbal d'essai doit donner les informations suivantes:

- a) épaisseur du papier double couche;
- b) type et dimensions des électrodes;
- c) nombre de perforations;
- d) valeur médiane;

The upper electrode shall have a diameter of 25 mm and a height of 25 mm. The counter-electrode beneath shall have a diameter of 75 mm and be approximately 15 mm in height and shall be arranged coaxially, in accordance with figure 1a of IEC 60243-1.

The counter-electrode connected with earth potential could also consist of a plane sheet of 40 µm to 50 µm thick aluminium-foil.

24.5.3 Test pieces

The test pieces shall be large enough to prevent flashovers. Two layers of paper one upon the other are measured, except when otherwise specified in IEC 60554-3.

The test pieces should originate from one specimen. For example a sheet of 40 cm × 40 cm is taken from the paper and cut to two double-layered test pieces of 20 cm × 20 cm.

24.5.4 Test procedure

The test pieces shall be suspended or piled loosely in no more than 20 layers in a circulating air oven and shall be dried at $105\text{ °C} \pm 2,5\text{ K}$ for 60 min. They are tested within 1 min of removal from the oven. In case of dispute, the test shall be carried out inside the oven.

24.5.5 Number of measurements

A minimum of nine breakdowns is carried out. When the lower 95 % confidence limit on the test results is required, 20 breakdowns or more shall be made.

24.5.6 Measuring procedure

The lag of the measuring instrument should not exceed 1 %.

The tension is to be increased from about one-half of the expected breakdown voltage to breakdown in 5 s to 10 s. The appropriate breakdown value is found by two previous tests.

For example for papers with nominal thickness less or equal to 25 µm, the voltage is increased by 200 V/s to 300 V/s until breakdown. At breakdown, that is to say when the short-circuit current has reached 0,1 mA to 1,0 mA, the voltmeter should continue to indicate the breakdown voltage.

NOTE The short-circuit current is limited to 0,1 mA to 1,0 mA (in order to avoid damage to the electrodes) by insertion of a protective resistor in series with the test piece.

24.5.7 Evaluation

The report shall include the following:

- a) thickness of the double layer of paper;
- b) type and size of the electrodes;
- c) number of breakdowns;
- d) central value;

- e) valeurs minimale et maximale;
- f) rigidité diélectrique (MV/m = kV/mm) calculée d'après la valeur médiane divisée par l'épaisseur du papier double couche;

NOTE Lorsque la limite de confiance inférieure de 95 % est requise (≥ 20 mesures):

$\bar{x}$ est la valeur moyenne;

SD est l'écart type;

L_{LC} est la limite de confiance inférieure = $\bar{x} - (SD \times 1,64)$.

25 Facteur de dissipation et permittivité des papiers imprégnés et non imprégnés

25.1 Appareil d'essai

25.1.1 Un pont protégé, décrit dans la CEI 60250, ou un dispositif équivalent.

25.1.2 Un générateur de 50 Hz ou 60 Hz, ainsi qu'un détecteur à utiliser avec le pont, comme décrit dans la CEI 60250. Eventuellement, la tension pourra être fournie par le réseau à 50 Hz ou 60 Hz, par l'intermédiaire d'un transformateur et d'un autotransformateur à rapport variable. Une autre fréquence pourra être spécifiée.

25.1.3 Un ou plusieurs jeux d'électrodes protégées, conformément à la CEI 60250, construites en métal d'une grande conductivité thermique et insensibles aux distorsions provoquées par de nombreuses variations cycliques de la température. La surface doit pouvoir résister au ternissement.

Les dimensions des électrodes doivent être telles que la capacité à mesurer se situe dans la gamme permise par le pont. L'écart entre la garde et les électrodes protégées doit être aussi réduit que possible.

La surface des électrodes doit être plane, avec une tolérance de 0,125 μm et toujours maintenue en bon état.

Pour l'essai de papiers imprégnés de liquides, l'électrode inférieure doit être équipée d'une bordure d'environ 10 mm de haut, fixée sur le pourtour, pour retenir le liquide d'imprégnation.

Une pression globale de 20 kPa (à moins qu'une pression différente ne soit prescrite dans la CEI 60554-3) est exercée sur l'éprouvette par addition d'une masse à l'électrode supérieure.

Pour faciliter l'élimination de l'humidité de l'éprouvette lors de l'essai de papiers non imprégnés, il est permis de forer une série de trous traversant presque entièrement l'électrode supérieure, à partir du dessus et d'achever la perforation de la surface de l'électrode à l'aide d'un foret de 400 μm . Les trous ne doivent pas être obstrués par la masse ajoutée à l'électrode supérieure. Pour éviter les problèmes de nettoyage des électrodes percées, il est recommandé de ne pas les utiliser pour essayer les papiers imprégnés.

25.1.4 Un équipement de séchage sous vide se composant d'un récipient adéquat, équipé de moyens permettant de sortir les fils de mesure de la chambre, d'une jauge de pression et d'une pompe à vide capable d'entretenir une pression ne dépassant pas 2,7 Pa.

25.1.5 Matériel de chauffage permettant d'amener les électrodes et les éprouvettes à la température spécifiée.

- e) minimum and maximum value;
- f) electric strength (MV/m = kV/mm), calculated from the central value divided by the thickness of double-layered paper;

NOTE Where the lower 95 % confidence limit is required (≥ 20 measurements):

$\bar{x}$ is the mean value;

SD is the standard deviation;

L_{LC} is the lower confidence limit = $\bar{x} - (SD \times 1,64)$.

25 Dissipation factor and permittivity of unimpregnated paper

25.1 Test apparatus

25.1.1 A guarded bridge, as described in IEC 60250, or equivalent instruments.

25.1.2 A 50 Hz or 60 Hz generator and a detector for use with the bridge, as described in IEC 60250. Alternatively, voltage may be supplied from a 50 Hz or 60 Hz main-network, using a transformer and variable-ratio auto-transformer. Another frequency may be specified.

25.1.3 One or more sets of guarded electrodes, according to IEC 60250, constructed of a metal having high thermal conductivity and not subject to distortion with repeated temperature cycling. The surface shall be resistant to tarnishing.

The electrodes shall be of such dimensions that the capacitance to be measured will be within the range of the bridge. The gap between the guard and the guarded electrodes shall be as small as practicable.

The electrode surfaces shall be flat within $0,125 \mu\text{m}$ and shall be maintained in good condition.

For the testing of paper impregnated with liquid, the bottom electrode shall be fitted with a rim approximately 10 mm high round the edge to retain the impregnating liquid.

A total pressure of 20 kPa (unless another pressure is prescribed in IEC 60554-3) is exerted on the test piece by addition of mass to the upper electrode.

In order to facilitate removal of moisture from the specimen when testing unimpregnated paper, a series of holes may be drilled nearly through the upper electrode from the top side and completed through the electrode surface by means of a $400 \mu\text{m}$ drill. The holes shall not be obstructed by any mass added to the upper electrode. To avoid problems in cleaning, drilled electrodes are not recommended for testing impregnated papers.

25.1.4 Vacuum-drying equipment consisting of a suitable container, provided with means for bringing measuring leads out of the chamber, a gauge for measuring the pressure and a vacuum pump capable of maintaining a pressure less than 2,7 Pa.

25.1.5 Heating equipment that provides a means of heating the electrodes and specimens to the specified temperature.

25.1.6 Un thermocouple est scellé dans l'électrode protégée pour indiquer avec précision la température de l'éprouvette. Un thermomètre pourra être utilisé à condition que des mesures préalables aient démontré que cet appareil indique la température de l'éprouvette avec précision.

25.1.7 Un dispositif permettant l'introduction d'air parfaitement sec ou d'un gaz inerte dans la chambre à vide; par exemple une batterie d'appareils comprenant des dessiccateurs à l'acide sulfurique et au pentoxyde de phosphore ou à l'alumine activée.

25.1.8 S'il y a lieu: une huile d'imprégnation conforme aux exigences de la CEI 60296, sauf si un autre liquide d'imprégnation est spécifié. Le dégazage et le séchage de l'agent d'imprégnation requis sont réalisés en le faisant passer dans une colonne pleine de billes de verre, sous des conditions de température et de vide suffisantes pour réaliser le séchage et le dégazage sans éliminer les fractions plus légères de l'agent d'imprégnation.

25.2 Eprouvettes

Des couches de papier de dimensions supérieures d'au moins 3 mm au diamètre de l'électrode protégée.

25.3 Mode opératoire

On n'effectue qu'une seule mesure.

25.3.1 Dans un rouleau, découper des couches de papier en quantités suffisantes pour former un empilement d'au moins 100 μm d'épaisseur plus deux feuilles de protection, et confectionner des éprouvettes de format approprié. Les deux feuilles extérieures sont retirées à l'aide de pincettes, tandis que l'empilement restant est soigneusement centré entre les électrodes. La surface se trouvant sous les électrodes ne doit jamais être touchée avec les mains nues.

25.3.2 Faire chauffer l'éprouvette et les électrodes jusqu'à 115 °C, sauf spécification contraire, tout en faisant le vide dans la chambre. Maintenir la température à 115 °C $\pm$ 5 K et la pression de la chambre à une valeur inférieure à 2,7 Pa jusqu'à ce que l'éprouvette soit sèche. Il s'est avéré que le maintien de ces conditions pendant 16 h suffit, à condition que l'électrode supérieure ait été percée pour faciliter l'élimination de l'humidité; autrement, il faudra un séjour de 24 h ou davantage. On peut constater que l'éprouvette est sèche en mesurant la stabilité du facteur de dissipation.

25.3.3 Papier non imprégné

Arrêter le chauffage, laisser pénétrer de l'air sec dans la chambre à vide et mesurer le facteur de dissipation et la capacité pendant que l'éprouvette refroidit. Les mesures doivent être effectuées aux températures les plus voisines possible de 115 °C, 105 °C, 90 °C, 70 °C et 55 °C. Effectuer les mesures entre 1,2 kV/mm et 1,5 kV/mm.

25.3.4 Papier imprégné de liquide

Arrêter le chauffage, laisser pénétrer de l'air sec dans la chambre vide et mesurer le facteur de dissipation et la capacité à une température de 115 °C. Si le facteur de dissipation a la même valeur que lors d'un essai antérieur sur des éprouvettes similaires comme indiqué en 25.3.3, on refait le vide jusqu'à une pression plus élevée que celle de la vapeur de l'imprégnant, sous la température d'essai. Une quantité suffisante d'imprégnant dégazé est transvasée vers l'électrode inférieure afin que l'éprouvette de papier puisse être totalement immergée dans l'imprégnant. Le vide est rompu après 10 min et on procède aux mesures du facteur de dissipation et de la capacité aux températures les plus proches possible de 115 °C, 105 °C, 90 °C, 70 °C et 55 °C. Effectuer les mesures entre 1,2 kV/mm et 1,5 kV/mm.

NOTE 1 Après l'essai, il est bon de vérifier si l'huile d'imprégnation n'a pas été contaminée.

NOTE 2 Cette méthode ne convient pas pour les liquides à grande permittivité.

25.1.6 A thermocouple is embedded in the guarded electrode to indicate accurately the temperature of the test piece. A thermometer may be used if measurements show that it accurately indicates the temperature of the test piece.

25.1.7 Equipment to provide a means of introducing thoroughly dried air or a dry inert gas into the vacuum chamber, for example, a train including sulphuric acid and phosphorus pentoxide or activated alumina drying apparatus.

25.1.8 When applicable: impregnating oil in accordance with IEC 60296, unless another impregnating liquid is specified. Degassing and drying of required impregnant are achieved by passing it down through a column of glass beads at a temperature and vacuum sufficient to achieve drying and degassing without removal of its lighter fractions.

25.2 Test pieces

Layers of paper at least 3 mm wider than the diameter of the guarded electrode.

25.3 Procedure

One measurement only shall be made.

25.3.1 Cut from a roll sufficient layers to provide a stack of not less than 100 μm thickness plus two protecting sheets and prepare a test piece of the appropriate size. The two outer sheets are removed with tweezers and the remaining pad is carefully centred between the electrodes. The actual area under the electrodes shall never be touched with bare hands.

25.3.2 Heat the specimen and electrodes to 115 °C, unless otherwise specified, simultaneously evacuating the chamber. Maintain 115 °C $\pm$ 5 K and a chamber pressure of less than 2,7 Pa until the test piece is dry. It has been found that 16 h at these conditions is sufficient if the upper electrode is drilled to facilitate the removal of moisture, otherwise 24 h or more may be required. The test piece can be shown to be dry by steady-state measurements of dissipation factor.

25.3.3 Unimpregnated paper

Switch off the heater, break the vacuum with dry air and measure the dissipation factor and capacitance while the specimen is cooling. The measurements are made at temperatures as close as possible to 115 °C, 105 °C, 90 °C, 70 °C and 55 °C. Make the measurements between 1,2 kV/mm and 1,5 kV/mm.

25.3.4 Papers impregnated with a liquid

Switch off the heater, break the vacuum with dry air and measure the dissipation factor and capacitance at a temperature of 115 °C. Provided the dissipation factor is similar to the value obtained on an earlier test on similar test pieces conducted as in 25.3.3, the chamber is re-evacuated to a pressure higher than the vapour pressure of the impregnant at the test temperature. Sufficient degassed impregnant is transferred to the bottom electrode to allow the paper test piece to be fully immersed in the impregnant. The vacuum is broken after 10 min and measurement of dissipation factor and capacitance are made at temperatures as close as possible to 115 °C, 105 °C, 90 °C, 70 °C and 55 °C. Make the measurements between 1,2 kV/mm and 1,5 kV/mm.

NOTE 1 It is good practice to verify after the test that the impregnating oil is not contaminated.

NOTE 2 This method is unsuitable for liquids of high permittivity.

25.4 Résultats

Le rapport doit inclure les éléments suivants:

- a) courbe du facteur de dissipation en fonction de la température;
- b) épaisseur de l'éprouvette;
- c) permittivité calculée conformément à la CEI 60250;
- d) contrainte appliquée, exprimée en kilovolts par millimètre;
- e) nature du liquide d'imprégnation, s'il y a lieu.

26 Voies conductrices

Il existe deux méthodes; celle à utiliser doit être décrite dans la CEI 60554-3.

26.1 Méthode 1

Cette méthode convient particulièrement bien pour un contrôle à 100 %, lorsqu'on s'attend à ne découvrir que relativement peu de défauts.

26.1.1 Appareil d'essai

L'appareil d'essai est composé de deux électrodes constituées d'une plaque en fonte ou en un autre métal, polie par usinage, et d'un jeu de rouleaux pleins en laiton (voir figure 3).

La dimension de la plaque parallèle au sens de déplacement de l'éprouvette doit être d'au moins 150 mm; l'autre dimension de la plaque doit être au moins égale à la largeur de l'éprouvette.

La surface des rouleaux doit être usinée et polie pour en faire des cylindres parfaitement lisses. Après usinage, les dimensions des rouleaux de laiton doivent être les suivantes:

- diamètre: 38 mm;
- largeur de la face: 25 mm.

Les rouleaux doivent être montés en deux rangées parallèles au-dessus de la plaque électrode et disposés de telle façon que chacun d'eux puisse être relevé ou abaissé par rapport à la surface de la plaque, de manière que la génératrice d'un rouleau s'aligne automatiquement sur la surface de la plaque.

Les rouleaux et la plaque doivent être convenablement isolés les uns des autres. Les rouleaux doivent être équipés de telle sorte que la continuité de leur connexion électrique à la source d'alimentation soit assurée pendant la rotation. Les deux rangées de rouleaux doivent être montées avec les axes orientés de manière à former un angle de 90° par rapport au sens de déplacement de l'éprouvette. Les axes de chaque rangée de rouleaux doivent être écartés de 35 mm l'un de l'autre, et les deux rangées doivent être disposées de telle façon que les points médians des rouleaux d'une rangée soient en face des points médians des espaces de l'autre rangée, comme le montre la figure 3.

La force totale exercée par chaque rouleau sur la surface de l'éprouvette doit se situer entre 2450 N et 3150 N. Pour éviter d'endommager les électrodes, une résistance limitatrice pourra être utilisée.

25.4 Results

The report shall include the following:

- a) curve of dissipation factor as a function of temperature;
- b) thickness of the test piece;
- c) permittivity calculated in accordance with IEC 60250;
- d) applied stress, expressed in kilovolts per millimetre;
- e) nature of the impregnating liquid, when applicable.

26 Conducting paths

There are two methods available, the method to be used shall be prescribed in IEC 60554-3.

26.1 Method 1

This method is particularly appropriate for 100 % inspection, where comparatively few failures can be expected.

26.1.1 Test apparatus

The test apparatus is composed of two electrodes consisting of a smoothly machined cast-iron or other metal plate, and a set of smooth solid brass rollers (see figure 3).

The plate dimension parallel to the direction in which the test specimen is moved shall be at least 150 mm; the other dimension of the plate shall be at least as great as the width of the test specimen.

The surfaces of the rollers shall be machined and polished to smooth cylinders. The finished dimensions of the brass rollers shall be as follows:

- diameter: 38 mm;
- width of face: 25 mm.

The rollers shall be mounted in two parallel rows above the plate electrode and so arranged that each roller may be raised above or lowered onto the plate surface, automatically aligning the roller surfaces with the plate surface.

The rollers and plate shall be adequately insulated from each other. The rollers shall be mounted so that continuity of electrical connection between them and the potential source is ensured when they are rotating. The two rows of rollers shall be mounted with their axes 90° to the direction in which the test specimen is moved. The rollers in each row shall be spaced 35 mm apart on centre lines, and the two rows shall be so placed that the midpoints of the rollers in one row are opposite the midpoints of the spaces in the other row as shown in figure 3.

The total force exerted by each roller on the surface of the test specimen shall be not more than 3 150 N nor less than 2 450 N. A limiting resistance to avoid damage to the electrodes may be employed.