

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
672-2**

Première édition
First edition
1980

**Spécification pour matériaux isolants
à base de céramique ou de verre**

Deuxième partie:
Méthodes d'essai

**Specification for ceramic and glass
insulating materials**

Part 2:
Methods of test



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 672-2: 1980

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications 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.

Validité de la présente publication

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 la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement (Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI)*.

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. 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.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

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 to be found at the following IEC sources:

- IEC web site*
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates (On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary (IEV)*.

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
672-2**

Première édition
First edition
1980

**Spécification pour matériaux isolants
à base de céramique ou de verre**

**Deuxième partie:
Méthodes d'essai**

**Specification for ceramic and glass
insulating materials**

**Part 2:
Methods of test**

© CEI 1980 Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

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

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

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



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

R

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

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
INTRODUCTION	6
Articles	
1. Domaine d'application	6
2. Remarques générales sur les essais	6
3. Porosité à la fuchsine (absorption liquide)	10
4. Masse volumique brute — Porosité apparente	12
5. Résistance à la flexion	14
6. Module d'élasticité	18
7. Coefficient moyen de dilatation linéaire	20
8. Chaleur spécifique	20
9. Conductibilité thermique	22
10. Tenue au choc thermique	22
11. Température de transformation (valable uniquement pour le verre)	24
12. Rigidité diélectrique	26
13. Tension de tenue	30
14. Permittivité relative, coefficient de température de permittivité et facteur de dissipation	32
15. Résistivité transversale	32
FIGURES	36

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
INTRODUCTION	7
Clause	
1. Scope	7
2. General notes on tests	7
3. Fuchsine porosity (liquid absorption)	11
4. Bulk density and open (apparent) porosity	13
5. Flexural strength	15
6. Modulus of elasticity	19
7. Mean coefficient of linear expansion	21
8. Specific heat capacity	21
9. Thermal conductivity	23
10. Resistance to thermal shock	23
11. Transformation temperature (for glass only)	25
12. Electric strength	27
13. Withstand voltage	31
14. Relative permittivity, temperature coefficient of permittivity and dissipation factor	33
15. Volume resistivity	33
FIGURES	36

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**SPÉCIFICATION POUR MATÉRIAUX ISOLANTS
À BASE DE CÉRAMIQUE OU DE VERRE**

Deuxième partie : Méthodes d'essai

PRÉAMBULE

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

PREFACE

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

Un premier projet fut discuté lors de la réunion tenue à Stockholm en 1977. A la suite de cette réunion, un projet, document 15C(Bureau Central)87, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en janvier 1979.

Les Comités nationaux des pays ci-après se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Afrique du Sud (République d')	Italie
Allemagne	Japon
Autriche	Norvège
Belgique	Pologne
Canada	Suisse
Chine	Tchécoslovaquie
Danemark	Turquie
Egypte	Union des Républiques
France	Socialistes Soviétiques

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme :

- Publications n°s 93: Méthodes pour la mesure de la résistivité transversale et de la résistivité superficielle des matériaux isolants électriques solides.
- 212: Conditions normales à observer avant et pendant les essais de matériaux isolants électriques solides.
- 243: Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides aux fréquences industrielles.
- 250: Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises).
- 345: Méthode d'essai pour la résistance d'isolement et la résistivité transversale des matériaux isolants à des températures élevées.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SPECIFICATION FOR CERAMIC AND GLASS
INSULATING MATERIALS**

Part 2: Methods of test

FOREWORD

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

PREFACE

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

A first draft was discussed at the meeting held in Stockholm in 1977. As a result of this meeting, a draft, Document 15C(Central Office)87, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in January 1979.

The National Committees of the following countries voted explicitly in favour of publication:

Austria	Italy
Belgium	Japan
Canada	Norway
China	Poland
Czechoslovakia	South Africa (Republic of)
Denmark	Switzerland
Egypt	Turkey
France	Union of Soviet
Germany	Socialist Republics

Other IEC publications quoted in this standard:

- Publications Nos. 93: Methods of Test for Volume Resistivity and Surface Resistivity of Solid Electrical Insulating Materials.
- 212: Standard Conditions for Use Prior to and During the Testing of Solid Electrical Insulating Materials.
- 243: Recommended Methods of Test for Electric Strength of Solid Insulating Materials at Power Frequencies.
- 250: Recommended Methods for the Determination of the Permittivity and Dielectric Dissipation Factor of Electrical Insulating Materials at Power, Audio and Radio Frequencies including Metre Wavelengths.
- 345: Method of Test for Electrical Resistance and Resistivity of Insulating Materials at Elevated Temperatures.

SPÉCIFICATION POUR MATÉRIAUX ISOLANTS À BASE DE CÉRAMIQUE OU DE VERRE

Deuxième partie : Méthodes d'essai

INTRODUCTION

La présente norme fait partie d'une série traitant des matériaux isolants à base de céramique ou de verre.

Cette série comprendra les trois parties suivantes :

1. Définitions et classifications.
2. Méthodes d'essai.
3. Matériaux particuliers.

1. Domaine d'application

La présente norme est applicable à des matériaux à base de céramique, de verre ou de verre-céramique utilisés à des fins d'isolement électrique.

Cette deuxième partie de la norme spécifie des méthodes d'essai. Elles sont destinées à fournir des résultats qui soient représentatifs du matériau dans lequel les éprouvettes d'essai sont prises ; les limitations imposées par la méthode utilisée pour les former et les conditionner sont également étudiées.

2. Remarques générales sur les essais

2.1 Eprouvettes d'essai

La présente norme a pour but de déterminer les caractéristiques du matériau dans lequel les éprouvettes d'essai sont prises dans des conditions identiques et en nombre suffisant. Il faut toutefois souligner que les résultats obtenus à partir des éprouvettes subissent l'influence de la méthode utilisée pour les former, méthode qui doit autant que possible être celle qui sert à la fabrication des pièces de production.

La méthode retenue pour conditionner les éprouvettes d'essai doit être spécifiée.

Toutes les valeurs numériques déterminées suivant ces méthodes d'essai ne s'appliquent qu'aux éprouvettes prescrites pour les essais. Elles ne peuvent être appliquées aux éprouvettes et aux produits céramiques présentant d'autres formes ou dimensions ou provenant d'autres types d'exécution.

Le nombre minimal d'éprouvettes utilisé pour chaque essai est indiqué dans le tableau I, ci-après, ainsi que dans les paragraphes correspondant aux diverses méthodes d'essai.

Notes sur les éprouvettes d'essai en verre trempé

L'état de précontrainte thermique du verre dépend des facteurs suivants :

- dilatation thermique au-dessous et au-dessus de la plage de transformation ;
- relation viscosité/température ;

— diffusibilité thermique = $\frac{\text{conductivité thermique}}{\text{chaleur spécifique} \times \text{densité brute}}$;

SPECIFICATION FOR CERAMIC AND GLASS INSULATING MATERIALS

Part 2: Methods of test

INTRODUCTION

This standard is one of a series which deals with ceramic and glass insulating materials.

The series will consist of three parts:

1. Definitions and classifications.
2. Methods of test.
3. Individual materials.

1. Scope

This standard is applicable to ceramic, glass and glass-ceramic materials to be used for electrical insulation purposes.

This Part 2 of the standard specifies methods of test. It is intended to provide results typical of the material from which the test specimens are processed; the limitations imposed by the method of forming and processing are also discussed.

2. General notes on tests

2.1 Test specimens

This standard is intended to define the characteristics of the material from which the test specimens are processed under identical conditions and in sufficient numbers. It is emphasized however that results from the specimens are affected by the method of forming and this should as far as possible be the method used in the manufacture of production parts.

The method for processing the test specimens shall be specified.

All numerical values determined according to these test methods apply only to the test specimens prescribed. They cannot be extended to test specimens and ceramic products of other shapes and dimensions or of other types of manufacture.

The minimum number of test specimens for each test is stated in the following Table I and in the relevant sub-clauses for the different test methods.

Notes on toughened-glass test specimens

The thermal pre-stressed state of glass depends on the following factors:

- thermal expansion below and above transformation range;
- viscosity/temperature relation;
- thermal diffusivity = $\frac{\text{thermal conductivity}}{\text{specific heat capacity} \cdot \text{bulk density}}$;

TABEAU I
Caractéristiques et nombre d'éprouvettes

Article	Essai	Eprouvettes d'essai	
		Forme et dimensions (mm)	Nombre minimal
3	Porosité à la fuchsine	Céramiques: fragments	3
		Verres: pas d'essai	—
4	Masse volumique brute	Céramiques: fragments	3
	Porosité apparente	Verres: pas d'essai	—
5	Résistance à la flexion	Ronds de longueur: 120 ou 60 Section circulaire: $\varnothing 10$ Section circulaire aplatie: (voir figure 4, page 37) Section carrée: (voir figure 5, page 37)	5
6	Module d'élasticité	Comme pour la résistance à la flexion (article 5)	3
7	Coefficient moyen de dilatation linéaire	Ronds ou barres de dimensions appro- priées à l'appareillage utilisé	2
8	Chaleur spécifique	Suivant l'appareillage utilisé	2
9	Conductibilité thermique	Tubes ou plaques de dimensions adaptées à l'appareillage utilisé	2
10	Tenue au choc thermique	Comme pour la résistance à la flexion (article 5)	Méthode A: 5 pour chaque détermination de la résistance à la flexion Méthode B: 5
11	Température de transformation	Ronds de dimensions appropriées à l'appareillage utilisé	2
12	Rigidité diélectrique	Pièces circulaires $\varnothing 80$, épaisseur 2,5 ou suivant la figure 6, page 38	5
13	Tension de tenue	Pièces circulaires (voir figure 6)	5
14	Permittivité relative et facteur de dissipation	Pièces circulaires, suivant Publication 250 de la CEI	3
15	Résistivité volumique exprimée en température	Pièces circulaires, suivant Publication 345 de la CEI	2

TABLE I
Characteristics and number of test specimens

Clause	Tests	Test specimens	
		Shape and dimensions (mm)	Minimum number
3	Fuchsine porosity	Ceramics: fragments	3
		Glass: no test	—
4	Bulk density Open (apparent) porosity	Ceramics: fragments	3
		Glass: no test	—
5	Flexural strength	Rods with length: 120 or 60 Cross-section circular: $\varnothing 10$ Cross-section flattened circular: (See Figure 4, page 37) Cross-section square bars: (See Figure 5, page 37)	5
6	Modulus of elasticity	As for flexural strength (Clause 5)	3
7	Mean coefficient of linear expansion	Rods or bars with dimensions appropriate to the apparatus used	2
8	Specific heat capacity	Depending on apparatus used	2
9	Thermal conductivity	Cylinders or plates with dimensions adapted to the apparatus used	2
10	Resistance to thermal shock	As for flexural strength (Clause 5)	Method A: 5 for each determination of flexural strength Method B: 5
11	Transformation temperature	Rods of dimensions appropriate to the apparatus used	2
12	Electric strength	Disks $\varnothing 80$, thickness 2.5 or disks as in Figure 6, page 38	5
13	Withstand voltage	Disks (see Figure 6)	5
14	Relative permittivity and dissipation factor	Disks, according to IEC Publication 250	3
15	Volume resistivity in terms of temperature	Disks, according to IEC Publication 345	2

- propriétés d'élasticité;
- température de début de refroidissement;
- coefficient de transfert calorifique;
- épaisseur et forme du produit en verre.

Etant donné l'influence du dernier facteur cité, des éprouvettes prises dans un même verre, mais qui présentent des formes et des épaisseurs différentes, ont des caractéristiques de trempe différentes bien qu'elles soient trempées dans des conditions identiques.

Il est par conséquent impossible de définir une éprouvette d'essai spéciale qui représenterait les propriétés de produits trempés ayant d'autres formes et épaisseurs. Par suite, les propriétés physiques des produits en verre à trempe thermique servant à mettre en évidence les particularités correspondant à un état de trempe ne peuvent se déterminer que sur le produit proprement dit et il est recommandé d'adopter cette procédure chaque fois qu'il est possible. Cela s'applique particulièrement aux propriétés telles que la résistance à la flexion, la tenue au choc thermique, la résistivité volumique et le facteur de dissipation.

2.2 *Présentation des résultats*

Le rapport d'essai doit comporter les points suivants:

- a) l'identification du matériau;
- b) la date de l'essai;
- c) le type d'essai effectué;
- d) le conditionnement des éprouvettes d'essai, leur forme, leurs dimensions et le nombre d'éprouvettes ayant subi l'essai;
- e) la valeur médiane retenue comme résultat.

3. Porosité à la fuchsine (absorption liquide)

Cet essai n'est pas applicable aux matériaux à base de verre, à l'exception du verre fritté.

3.1 *Appareillage d'essai*

Tout appareillage approprié peut être utilisé.

3.2 *Eprouvettes d'essai*

Utiliser des fragments de céramique. La portion non émaillée des éprouvettes d'essai ne doit pas être inférieure à 75% de leur surface totale.

3.3 *Méthode d'essai*

Les fragments de céramique sont immergés dans une solution alcoolique de fuchsine à 1% (1 g de fuchsine pour 100 g de méthanol), cette solution étant maintenue sous une pression minimale de 15 MPa pendant une durée telle que le produit de la pression exprimée en mégapascals par le temps exprimé en heures ne soit pas inférieur à 180.

Une fois retirés de la solution, les fragments sont lavés à l'eau, séchés et concassés.

3.4 *Expression des résultats*

Les surfaces fraîchement concassées doivent être examinées à l'œil nu en recherchant les signes de pénétration de la teinture. Elles ne doivent présenter aucune trace de pénétration. La pénétration

- elastic properties;
- starting temperature of cooling;
- heat transfer coefficient;
- thickness and form of glass product.

As a result of the last factor, specimens from the same glass but of different shape and thickness have different tempering levels although they are tempered under the same conditions.

Consequently it is impossible to have a special test specimen which represents properties of toughened products of other shapes and thicknesses. Therefore physical properties of thermally tempered glass products which show corresponding dependence on the tempering state can be determined only on the product itself, and it is recommended that this procedure be adopted whenever possible. This applies especially to properties such as flexural strength, resistance to thermal shock, volume resistivity and dissipation factor.

2.2 *Presentation of results*

The test report shall include the following:

- a) identification of the material;
- b) date of test;
- c) the test performed;
- d) the preparation, shape and dimensions of the test specimens and the number tested;
- e) the central value as result.

3. **Fuchsine porosity (liquid absorption)**

This test is not applicable to glass materials with the exception of sintered glass.

3.1 *Test apparatus*

Any suitable apparatus may be used.

3.2 *Test specimens*

Fragments of ceramics shall be used. The unglazed area of test specimens shall be not less than 75% of the total area.

3.3 *Method of test*

The fragments of ceramic shall be immersed in a 1 % solution of fuchsine in alcohol (1 g of fuchsine per 100 g of methylated spirits), the solution being maintained at a pressure of at least 15 MPa for a period such that the product of pressure in megapascals and the time expressed in hours, shall be not less than 180.

The fragments shall be taken from the solution, washed in water, dried and broken.

3.4 *Expression of results*

The freshly fractured surfaces shall be examined using normal vision for any sign of penetration of the dyestuff. The surfaces shall show no penetration. Penetration of dye into small cracks produced

éventuelle de teinture dans les petites brisures produites au moment de la préparation initiale des fragments n'est pas retenue. L'essai doit être effectué sur un minimum de trois éprouvettes d'essai.

4. Masse volumique brute — Porosité apparente

4.1 Appareillage d'essai

Cet essai nécessite l'emploi de l'appareillage suivant:

- une balance hydrostatique (balance convenant à la détermination de la masse d'une éprouvette suspendue dans un liquide);
- une enceinte étanche (cloche ou dessiccateur) reliée à une pompe à vide appropriée;
- une étuve pour sécher les éprouvettes d'essai.

4.2 Eprouvettes d'essai

Les éprouvettes d'essai se composent d'au moins trois fragments de masse totale entre 50 g et 80 g. Les paillettes susceptibles de se détacher durant la suite des manipulations sont à éliminer et la poussière éventuelle doit être soigneusement enlevée par brossage sous un jet d'eau.

4.3 Méthodes d'essai

Méthode A — Essai sous vide

Sécher l'éprouvette d'essai dans une étuve maintenue à la température de 115 ± 5 °C jusqu'à obtenir une masse constante m_o . Procéder ensuite au mouillage sous vide de l'éprouvette comme suit:

Mettre l'éprouvette d'essai dans un récipient approprié à l'intérieur d'une enceinte à vide munie d'une admission de liquide, d'un raccord de pompage et d'un dispositif de mesure de la pression (vide). Fermer l'enceinte et la vider jusqu'à une pression de $2 \text{ à } 3 \times 10^3$ Pa que l'on maintient pendant 5 min. Faire pénétrer dans le récipient contenant l'éprouvette de l'eau distillée fraîchement bouillie à environ 23 ± 2 °C jusqu'à recouvrir l'éprouvette d'essai et continuer le pompage pendant 5 min de plus. Cette durée écoulée, faire la rentrée d'air dans l'enceinte et retirer l'éprouvette d'essai. La faire ensuite bouillir dans de l'eau distillée pendant 30 min. Pour les porosités faibles (1 %), il est recommandé de laisser les éprouvettes d'essai séjourner dans l'eau distillée pendant au moins 6 h.

Méthode B — Essai à l'ébullition

Ayant déterminé la masse de l'éprouvette d'essai sèche, la mettre dans un récipient muni d'une grille de laiton à mailles larges placée à 1 cm du fond du récipient. Recouvrir d'eau distillée et porter à ébullition pendant 30 min, puis laisser refroidir à température ambiante.

Quelle que soit la méthode utilisée, peser chaque éprouvette alors qu'elle est suspendue dans l'eau distillée à environ 23 °C (m_w). Essuyer légèrement chaque éprouvette avec un chiffon humide pour enlever uniquement l'eau présente en surface et peser à nouveau à l'air (m_h).

4.4 Expression des résultats

La masse volumique brute (ρ_a) et la porosité apparente (P_a) sont données par les formules suivantes:

$$\rho_a = \frac{m_o \cdot \rho_w}{m_h - m_w} \quad P_a = \frac{m_h - m_o}{m_h - m_w} 100$$

when initially preparing fragments shall not be taken into consideration. The test shall be made on at least three test specimens.

4. Bulk density and open (apparent) porosity

4.1 Test apparatus

This test needs the following apparatus:

- a hydrostatic balance (a balance suitable for determining the weight of a specimen suspended in a liquid);
- a gas-tight vessel (bell-jar or desiccator) connected to a suitable vacuum pump;
- an oven for drying test specimens.

4.2 Test specimens

The test specimens shall consist of at least three fragments of total mass between 50 g and 80 g. Chips liable to become detached during further handling should be eliminated and any dust should be carefully removed by brushing under a water jet.

4.3 Methods of test

Method A — Vacuum test

Dry the test specimen in an oven heated to a temperature of 115 ± 5 °C up to constant mass m_o . Then carry out soaking of the test specimen in a vacuum as follows:

Place the test specimen in a suitable container inside a vacuum vessel which is provided with a means for admitting liquid, a connection to a suitable vacuum pump and a means of measuring pressure (vacuum). Close the vessel and evacuate it to a pressure of 2 to 3×10^3 Pa and maintain this for 5 min. Admit freshly boiled distilled water at about 23 ± 2 °C to the specimen container until the test specimen is covered, and continue evacuation for a further 5 min. After this period admit air to the vessel and remove the test specimen. Boil it in distilled water for 30 min. For low porosity (1%) it is recommended that test specimens should be left to stand in distilled water for not less than 6 h.

Method B — Boiling test

After determining the mass of the dry test specimen, place it in a vessel on a wide-mesh brass netting located 1 cm from the bottom. Cover with distilled water, bring to the boil for 30 min and allow to cool to ambient temperature.

Whichever method is used, weigh each specimen when suspended in distilled water at about 23 °C (m_w). Wipe each specimen lightly with a damp cloth to remove surface water only and reweigh in air (m_h).

4.4 Expression of results

The bulk density (ρ_a) and open (apparent) porosity (P_a) are given by the following formulae:

$$\rho_a = \frac{m_o \cdot \rho_w}{m_h - m_w} \quad P_a = \frac{m_h - m_o}{m_h - m_w} 100$$

où:

ρ_a = masse volumique brute, en grammes par centimètre cube

P_a = porosité apparente, en pour-cent

m_o = masse de l'éprouvette d'essai à sec, en grammes

m_w = masse de l'éprouvette saturée d'eau et immergée, en grammes

m_h = masse de l'éprouvette saturée d'eau mesurée dans l'air, en grammes

ρ_w = masse volumique de l'eau à la température de l'essai, en grammes par centimètre cube

L'essai doit être effectué sur trois éprouvettes d'essai au moins.

5. Résistance à la flexion

5.1 Appareillage d'essai

Méthode A — Flexion en trois points

La machine utilisée pour l'essai comporte deux supports fixes sur lesquels l'éprouvette d'essai est placée et une barre mobile qui applique la charge de flexion au milieu de l'écartement des deux supports. Les surfaces de support et d'application de la charge ont des rayons de 5 mm; elles doivent être maintenues polies pour réduire la friction aux points de contact.

La barre mobile qui applique la charge se déplace perpendiculairement à l'axe de l'éprouvette d'essai comme l'indique la figure 2, page 36. La distance d'écartement des supports dépend de la taille de l'éprouvette d'essai.

Méthode B — Flexion en quatre points

La machine utilisée pour l'essai comporte deux supports comme dans la méthode A; la charge est appliquée perpendiculairement à l'axe de l'éprouvette d'essai au moyen de deux barres mobiles placées symétriquement entre les supports fixes. Les surfaces de support et d'application de la charge ont des rayons de 5 mm; elles doivent être maintenues polies pour réduire la friction aux points de contact. Formes, cotes et positions sont définies à la figure 3, page 36. La charge de flexion appliquée à l'éprouvette d'essai est répartie également entre les deux barres mobiles de charge.

Notes 1. — La méthode A est généralement utilisée pour les céramiques. Pour le verre, utiliser impérativement la méthode B. Il est à noter que les résultats obtenus par l'une et l'autre méthode ne sont pas comparables.

2. — Dans le cas des verres, la résistance à la rupture est fortement conditionnée par l'état de surface. Une surface abrasée diminue la résistance à la rupture. Pour les essais, on procède toujours sur des éprouvettes dont la surface a été identiquement abrasée par la chute de sable (quantité, débit et hauteur de chute précisés).

5.2 Eprouvettes d'essai

Ronds cylindriques pour les matériaux céramiques fabriqués par extrusion ou par pression isostatique et pour le verre recuit ayant les cotes nominales suivantes:

— Diamètre 10 mm, longueur 120 mm ou diamètre 5 mm, longueur 60 mm.

— Ecartement des supports: $l = 100$ mm ou 50 mm, respectivement.

Pour les éprouvettes d'essai en verre, la méthode de fabrication doit être notée avec le traitement de surface adopté; les éprouvettes d'essai doivent être rendues exemptes de tensions internes avec un procédé approprié de recuit.

Ronds de section circulaire aplatie pour les matériaux céramiques fabriqués sous pression avec les cotes indiquées à la figure 4, page 37.

where:

ρ_a = bulk density, in grams per cubic centimetre

P_a = open (apparent) porosity, in per cent

m_o = mass of the dry test specimen, in grams

m_w = mass of the soaked test specimen immersed in water, in grams

m_h = mass of the soaked test specimen in air, in grams

ρ_w = density of water at the test temperature, in grams per cubic centimetre

The test shall be made on at least three test specimens.

5. Flexural strength

5.1 Test apparatus

Method A — Three-point bend

The test machine comprises two fixed supports on which the test specimen is laid and one loading bar to apply the flexural load midway between them. The loading and bearing surfaces shall have a radius of 5 mm and be maintained in a polished condition to minimize friction at the points of contact.

The loading bar which applies the load moves perpendicularly to the axis of the test specimen as shown in Figure 2, page 36. The distance between supports depends on the size of the test specimen.

Method B — Four-point bend

The test machine comprises two supports as in Method A; the load is applied perpendicular to the axis of the test specimen by means of two loading bars placed symmetrically between the fixed supports. The loading and bearing surfaces shall have a radius of 5 mm and be maintained in a polished condition to minimize friction at the points of contact. The shape, dimensions and positions are defined in Figure 3, page 36. The flexural load applied to the test specimen is distributed equally over the two moving loading bars.

Notes 1. — Method A is generally used for ceramics. Method B is to be used imperatively for glass. It should be noted that the results obtained by one or other method are not comparable.

2. — In the case of glasses, the resistance to fracture is strongly influenced by the state of the surface. An abraded surface reduces the fracture resistance. The test shall always be made on test specimens having surfaces identically abraded by falling sand (quantity, flow rate and height from which it falls to be specified).

5.2 Test specimens

Cylindrical rods for ceramic materials processed by extrusion or isostatic pressing and for annealed glass having the following nominal dimensions:

- Diameter 10 mm, length 120 mm or diameter 5 mm, length 60 mm.
- Distance between supports: $l = 100$ mm or 50 mm respectively.

For glass test specimens, the method of processing and subsequent surface treatment shall be stated; test specimens shall be rendered free from internal stresses by means of a suitable annealing process.

Flattened circular rods for ceramic materials processed by pressing with the dimensions as shown in Figure 4, page 37.

Barres de section carrée pour les matériaux céramiques fabriqués sous pression avec les cotes indiquées à la figure 5, page 37.

5.3 Méthode d'essai

On mesure les diamètres minimal et maximal des éprouvettes d'essai de section cylindrique au centre de l'éprouvette avec une précision de 0,02 mm. On prend la moyenne arithmétique de ces mesures.

Pour les ronds de section circulaire aplatie et les barres de section carrée, on mesure les épaisseurs et les largeurs au centre des éprouvettes avec une précision de 0,02 mm.

L'éprouvette d'essai est disposée symétriquement sur les supports fixes. Pour les éprouvettes fabriquées sous pression, la charge est appliquée dans le même sens que celui de la pression de fabrication (voir figure 4, page 37). Les deux barres mobiles sont placées sur l'éprouvette d'essai et la charge est appliquée graduellement en l'augmentant d'un gradient de 20 N/s à 50 N/s.

L'essai est effectué sur au moins dix éprouvettes d'essai et de préférence sur un nombre suffisant permettant le calcul d'une valeur du module de Weibull (m) à partir des résultats individuels qui devront tous être consignés.

5.4 Expression des résultats

La valeur R_f de tenue à la flexion est calculée à partir des formules suivantes:

Méthode A — Flexion en trois points

Pour des éprouvettes d'essai présentant:

- une section circulaire $R_f = \frac{8 \cdot F \cdot l}{\pi \cdot d^3}$
- une section circulaire aplatie $R_f = \frac{8 \cdot F \cdot l}{\pi \cdot b \cdot h^2}$
- une section pratiquement carrée $R_f = \frac{1,5 \cdot F \cdot l}{b \cdot h^2}$

Méthode B — Flexion en quatre points

Pour des éprouvettes d'essai présentant:

- une section circulaire $R_f = \frac{16 \cdot F \cdot a}{\pi \cdot d^3}$
- une section circulaire aplatie $R_f = \frac{16 \cdot F \cdot a}{\pi \cdot b \cdot h^2}$
- une section pratiquement carrée $R_f = \frac{3 \cdot F \cdot a}{b \cdot h^2}$

où:

R_f = tenue à la flexion, en newtons par millimètre carré

F = force totale, en newtons, appliquée à la rupture de l'éprouvette d'essai

l = écartement des supports, en millimètres

a = distance entre le support fixe et la barre mobile de charge la plus proche, en millimètres

d = diamètre de l'éprouvette d'essai, en millimètres

b = largeur de l'éprouvette d'essai, en millimètres

h = hauteur de l'éprouvette d'essai, en millimètres

Square cross-section bars for ceramic materials processed by pressing and having the dimensions as shown in Figure 5, page 37.

5.3 Method of test

For cylindrical rods, maximum and minimum diameters of the test specimens are measured at the centre with an accuracy of 0.02 mm. The arithmetic mean of the two readings is calculated.

For flattened circular rods and square cross-section bars, both width and depth dimensions of test specimens are measured to an accuracy of 0.02 mm at the centre.

The test specimen is placed symmetrically across the fixed supports. For pressed specimens, the load is applied in the same direction as the pressing load was applied (see Figure 4, page 37). The two moving bars are placed on the test specimen and the load is then increased steadily at a rate between 20 N/s and 50 N/s.

The test shall be made on at least ten test specimens and preferably on a number sufficient to allow calculation of a Weibull modulus (m) value from the individual results, which should all be reported.

5.4 Expression of results

The value R_f of the flexural strength is deduced from the following formulae:

Method A — Three-point bend

For test specimens of:

- circular cross-section $R_f = \frac{8 \cdot F \cdot l}{\pi \cdot d^3}$
- flattened circular cross-section $R_f = \frac{8 \cdot F \cdot l}{\pi \cdot b \cdot h^2}$
- nearly square cross-section $R_f = \frac{1.5 \cdot F \cdot l}{b \cdot h^2}$

Method B — Four-point bend

For test specimens of:

- circular cross-section $R_f = \frac{16 \cdot F \cdot a}{\pi \cdot d^3}$
- flattened circular cross-section $R_f = \frac{16 \cdot F \cdot a}{\pi \cdot b \cdot h^2}$
- nearly square cross-section $R_f = \frac{3 \cdot F \cdot a}{b \cdot h^2}$

where:

- R_f = flexural strength, in newtons per square millimetre
- F = total force applied on the test specimen at rupture, in newtons
- l = length between supports, in millimetres
- a = distance between a fixed support and adjacent moving loading bar, in millimetres
- d = diameter of the test specimen, in millimetres
- b = width of the test specimen, in millimetres
- h = height of the test specimen, in millimetres

6. Module d'élasticité

6.1 Appareillage d'essai

Toute machine d'essai de flexion répondant à la définition du paragraphe 5.1 munie d'un capteur pouvant mesurer de faibles déflexions avec une précision appropriée.

Note. — Avec certaines méthodes de mesure, les machines dont la rigidité est insuffisante peuvent influencer les résultats; il est essentiel de procéder à des essais pour déterminer les valeurs de correction nécessaires.

6.2 Eprouvettes d'essai

Se reporter au paragraphe 5.2.

6.3 Méthode d'essai

On essaie les épreuves en les plaçant dans la machine et en leur appliquant une force selon les indications du paragraphe 5.3. La déflexion maximale correspondant à une force donnée est consignée.

Note. — D'autres méthodes peuvent être utilisées après accord mutuel, par exemple les méthodes dynamiques qui font appel à la mesure d'une fréquence de résonance ultrasonique.

L'essai est effectué sur trois épreuves d'essai au moins.

6.4 Expression des résultats

Le module d'élasticité peut se calculer à partir de la mesure de la déflexion présentée par une épreuve d'essai sous charge de flexion au moyen des formules suivantes:

Méthode A — Flexion en trois points

$$E = \frac{F \cdot l^3}{48 \cdot f \cdot I}$$

Méthode B — Flexion en quatre points

Cas n° 1

En fonction de la déflexion maximale f de l'épreuve d'essai:

$$E = \frac{F \cdot a}{48 \cdot f \cdot I} (3l^2 - 4a^2)$$

Cas n° 2

En fonction de la déflexion moyenne f' de l'épreuve d'essai prise suivant la verticale passant par les barres mobiles de charge:

$$E = \frac{F \cdot a^2}{12 \cdot f' \cdot I} (3l - 4a)$$

où:

E = module d'élasticité, en newtons par millimètre carré

F = force totale, en newtons, qui charge l'épreuve d'essai

l = écartement entre les supports fixes, en millimètres

a = distance entre le support fixe et la barre mobile de charge la plus proche, en millimètres

f = déflexion maximale de l'épreuve d'essai, en millimètres

f' = déflexion moyenne de l'épreuve d'essai prise suivant la verticale passant par les barres mobiles de charge, en millimètres

I = moment d'inertie, en millimètres à la puissance quatre

— section circulaire:
$$I = \frac{\pi \cdot d^4}{64}$$

6. Modulus of elasticity

6.1 Test apparatus

Any flexural testing machine such as defined in Sub-clause 5.1 with a sensitive device capable of measuring small deflections with suitable accuracy.

Note. — Insufficient rigidity of the machine may influence results when certain methods of measurement are used and it is essential to carry out tests to determine what corrections are necessary.

6.2 Test specimens

See Sub-clause 5.2.

6.3 Method of test

The test specimens are measured, placed in the machine and the force applied as described in Sub-clause 5.3. For a given force the maximum corresponding deflection is recorded.

Note. — By mutual agreement other methods may be used, e.g. a dynamic method with ultrasonic resonance frequency measurement.

The test shall be made on at least three test specimens.

6.4 Expression of results

Modulus of elasticity may be deduced from measurement of the deflection of a flexion-loaded test specimen by the following formulae:

Method A — Three-point bend

$$E = \frac{F \cdot l^3}{48 \cdot f \cdot I}$$

Method B — Four-point bend

Case 1

As a function of the maximum deflection f of the test specimen:

$$E = \frac{F \cdot a}{48 \cdot f \cdot I} (3l^2 - 4a^2)$$

Case 2

As a function of the mean of deflection f' of the test specimen along the vertical line of the moving loading bars:

$$E = \frac{F \cdot a^2}{12 \cdot f' \cdot I} (3l - 4a)$$

where:

E = modulus of elasticity, in newtons per square millimetre

F = total force loading of the test specimen, in newtons

l = distance between fixed supports, in millimetres

a = distance between a fixed support and adjacent moving loading bar, in millimetres

f = maximum deflection of the test specimen, in millimetres

f' = mean deflection of the test specimen along the vertical line of moving loading bars, in millimetres

I = moment of inertia, in millimetres to the fourth

— for circular cross-section: $I = \frac{\pi \cdot d^4}{64}$

— section circulaire aplatie: $I = \frac{\pi \cdot b \cdot h^3}{64}$

— section pratiquement carrée: $I = \frac{b \cdot h^3}{12}$

où:

d = diamètre de l'éprouvette d'essai, en millimètres

b = largeur de l'éprouvette d'essai, en millimètres

h = hauteur de l'éprouvette d'essai, en millimètres

7. Coefficient moyen de dilatation linéaire

7.1 Appareillage d'essai

On peut utiliser tout appareil approprié, à méthode directe ou différentielle.

7.2 Eprouvettes d'essai

Ronds de dimensions appropriées à l'appareil utilisé.

7.3 Méthode d'essai

Le coefficient moyen de dilatation linéaire est mesuré pour les plages de température indiquées ci-dessous. Le gradient d'échauffement ne doit pas être supérieur à 5 K/min.

20 °C à 300 °C

20 °C à 600 °C

20 °C à 1 000 °C

} lorsque cela est approprié

20 °C à 100 °C plage pouvant être utilisée pour des cas spéciaux. Il convient d'utiliser un gradient d'échauffement plus faible pour cette plage de température et de commencer l'essai à partir d'une température inférieure à 20 °C.

L'essai est effectué sur deux éprouvettes d'essai au moins.

7.4 Expression des résultats

Les résultats sont arrondis au 0,1 · 10⁻⁶ K⁻¹ le plus proche.

Note. — La température maximale de chauffe des spécimens doit être inférieure ou égale à la température de début de déformation correspondant à une viscosité de 10¹² poises.

8. Chaleur spécifique

8.1 Appareillage d'essai

Tout calorimètre approprié peut être utilisé.

8.2 Eprouvettes d'essai

Elles dépendent de l'appareillage de mesure utilisé.

8.3 Méthode d'essai

La chaleur spécifique moyenne est mesurée dans la plage de température de 20 °C à 100 °C ou, pour les matériaux céramiques spéciaux pour températures élevées, dans la plage de 20 °C à 800 °C.

L'essai est effectué sur deux éprouvettes d'essai au moins.

— for flattened circular cross-section: $I = \frac{\pi \cdot b \cdot h^3}{64}$

— for nearly square cross-section: $I = \frac{b \cdot h^3}{12}$

where:

d = diameter of the test specimen, in millimetres

b = width of the test specimen, in millimetres

h = height of the test specimen, in millimetres

7. Mean coefficient of linear expansion

7.1 Test apparatus

Any suitable apparatus, either direct or differential method may be used.

7.2 Test specimens

Test specimens are rods of dimensions appropriate to the apparatus used.

7.3 Method of test

Mean coefficient of linear expansion is measured for the temperature ranges given below. The heating rate shall not be greater than 5 K/min.

20 °C to 300 °C

20 °C to 600 °C } when suitable

20 °C to 1 000 °C }

20 °C to 100 °C may be used in special cases. A lower heating rate should be used for this temperature range, and the test should be started from a temperature below 20 °C.

The test shall be made on at least two test specimens.

7.4 Expression of results

Results will be expressed rounded off to the nearest $0.1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Note. — The maximum temperature to which the test specimens are heated shall be less than or equal to the temperature for the onset of plasticity corresponding to a viscosity of 10^{12} poises.

8. Specific heat capacity

8.1 Test apparatus

Any suitable calorimeter may be used.

8.2 Test specimens

Depend on measuring apparatus used.

8.3 Method of test

Mean specific heat capacity is measured for the temperature range 20 °C to 100 °C or, in the case of special high-temperature ceramic materials, from 20 °C to 800 °C.

The test shall be made on at least two test specimens.

8.4 *Expression des résultats*

Les résultats sont exprimés en joules par kilogramme kelvin.

9. **Conductibilité thermique**

9.1 *Appareillage d'essai*

L'essai est effectué avec un appareil du commerce.

9.2 *Eprouvettes d'essai*

Conformes à l'appareillage d'essai utilisé.

9.3 *Méthode d'essai*

La conductibilité thermique moyenne est mesurée dans la plage de température de 20 °C à 100 °C ou, pour les matériaux céramiques spéciaux pour températures élevées, dans la plage de 20 °C à 800 °C.

L'essai est effectué sur deux éprouvettes d'essai au moins.

9.4 *Expression des résultats*

Les résultats sont exprimés en watts par mètre kelvin.

10. **Tenue au choc thermique**

10.1 *Appareillage d'essai*

Cet essai fait appel à l'appareillage suivant:

- une étuve à régulation automatique de dimensions suffisantes pour obtenir une température homogène pouvant atteindre 1 000 °C au maximum;
- un bain d'eau maintenu entre 10 °C et 20 °C de volume suffisant pour limiter l'échauffement, après immersion de l'éprouvette d'essai, à moins de 1 °C;
- l'un des appareils utilisés pour l'essai de résistance à la flexion du paragraphe 5.1 (méthode A seulement).

10.2 *Eprouvettes d'essai*

Ronds ou barres selon les indications du paragraphe 5.2.

10.3 *Méthodes d'essai*

Méthode A — Essai de diminution de la résistance à la flexion

Cinq éprouvettes d'essai au moins sont placées dans l'étuve et maintenues pendant 30 min:

- à une température supérieure de 100 K à la température de l'eau de refroidissement dans le cas des matériaux céramiques et en verre trempé;
- à une température supérieure de 35 K à la température de l'eau de refroidissement dans le cas du verre recuit.

Pour l'essai des matériaux connus pour avoir une haute résistance au choc thermique, il est permis d'appliquer une différence de température initiale de plus de 100 K.

8.4 *Expression of results*

Results will be expressed in joules per kilogram kelvin.

9. Thermal conductivity

9.1 *Test apparatus*

The test shall be carried out by means of commercially available apparatus.

9.2 *Test specimens*

In accordance with test apparatus used.

9.3 *Method of test*

Mean thermal conductivity to be measured for the temperature range 20 °C to 100 °C or, in the case of special high-temperature ceramic materials, from 20 °C to 800 °C.

The test shall be made on at least two test specimens.

9.4 *Expression of results*

Results will be expressed in watts per metre kelvin.

10. Resistance to thermal shock

10.1 *Test apparatus*

This test calls for the following apparatus:

- an oven with automatic regulation of sufficient dimensions to obtain a homogeneous temperature and with a possible maximum temperature of 1 000 °C;
- a water-bath at 10 °C to 20 °C of sufficient capacity to limit the temperature rise to less than 1 °C after immersion of the test specimen;
- one of the kinds of apparatus for the flexural strength test described in Sub-clause 5.1 (for Method A only).

10.2 *Test specimens*

Rods or bars as indicated in Sub-clause 5.2.

10.3 *Methods of test*

Method A — Flexural strength degradation test

At least five test specimens are placed in the heating device and maintained for 30 min:

- at a temperature 100 K higher than the temperature of cooling water for toughened glass and ceramic materials;
- at a temperature 35 K higher than the temperature of cooling water for annealed glass.

When testing materials with expected high resistance to thermal shock it is permitted to apply an initial temperature difference exceeding 100 K.

Après échauffement, les éprouvettes d'essai sont immédiatement immergées complètement dans le bain d'eau maintenu entre 10 °C et 20 °C et placé sous l'étuve; elles y demeurent pendant 5 min.

Après immersion, les éprouvettes d'essai sont séchées pendant 2 h à 120 °C.

On détermine alors la résistance à la flexion selon les indications du paragraphe 5.3.

Après chaque cycle, la valeur de l'échauffement est augmentée de 50 K pour les céramiques et le verre trempé et de 20 K pour le verre recuit; il convient alors d'essayer un minimum de cinq éprouvettes.

On continue l'essai en augmentant l'échauffement à chaque cycle jusqu'au point où une diminution minimale du tiers de la résistance à la flexion est mise en évidence.

Méthode B — Essai visuel de fêlures (uniquement pour matériaux céramiques non poreux)

L'essai nécessite cinq éprouvettes au moins. Les éprouvettes d'essai sont placées dans l'étuve et maintenues à la température requise pendant 30 min. L'essai commence à la température que toutes les éprouvettes d'essai supportent de manière satisfaisante.

Après échauffement, les éprouvettes d'essai sont plongées dans un bain d'eau maintenu entre 10 °C et 20 °C pendant 5 min, puis examinées pour rechercher les fêlures avec une teinture; si aucune trace de fêlure n'apparaît à l'œil nu, les éprouvettes d'essai sont replacées dans l'étuve pour un nouveau cycle répété à une température supérieure de 10 K. On reprend le procédé pour déterminer la différence de température la plus faible pour laquelle deux ou plusieurs fêlures sont mises en évidence, ce qui indique la valeur de la résistance au choc thermique.

Si la résistance au choc thermique dépasse 200 K, la valeur d'échauffement est portée à 25 K.

10.4 Expression des résultats

Méthode A — Essai de diminution de la résistance à la flexion

La résistance au choc thermique est définie par la différence de température obtenue par interpolation pour laquelle la valeur de la résistance à la flexion est égale aux deux tiers de la résistance à la flexion des éprouvettes d'essai non traitées.

Méthode B — Essai visuel de fêlure

Le résultat est exprimé par la différence de température la plus faible pour laquelle deux ou plusieurs fêlures se produisent.

La résistance au choc thermique s'exprime en kelvins arrondis aux 10 K les plus proches.

11. Température de transformation (valable uniquement pour le verre)

11.1 Appareillage d'essai

Tout appareillage permettant d'obtenir le coefficient moyen de dilatation linéaire selon la définition du paragraphe 7.1.

11.2 Eprouvettes d'essai

Ronds de dimensions appropriées à l'appareillage utilisé. Avant d'effectuer l'essai, les éprouvettes doivent être recuites en les chauffant à environ 30 K au-dessus de la température T_g présumée et ensuite refroidies, avec un gradient de 1 K/min, à 100 K au-dessous de la température T_g (au-delà, le gradient de refroidissement n'est pas critique).

After heating, the test specimens are immediately and completely immersed in the water-bath at 10 °C to 20 °C, the water-bath is then placed beneath the heating device, and allowed to remain there for 5 min.

After immersion, the test specimens are dried out for 2 h at 120 °C.

The flexural strength is then determined in accordance with Sub-clause 5.3.

After each cycle, the temperature difference is raised by 50 K for toughened glass or ceramics or by 20 K for annealed glass; at least five specimens should be tested.

The test is continued, raising the temperature difference at each cycle until a reduction of at least one-third of the flexural strength is obtained.

Method B — Visual cracking test (for non-porous ceramic materials only)

The test requires at least five test specimens. The test specimens are placed in the oven and maintained at the required temperature for 30 min. The test is commenced at a temperature which will be satisfactorily withstood by all test specimens.

After heating, the test specimens are plunged into a water-bath at a temperature of 10 °C to 20 °C for 5 min and are then examined for cracks with the aid of a dye; if there are no signs of failure visible to the naked eye, the test specimens are replaced in the oven and the cycle is repeated at a temperature 10 K higher. Repeat this process and state the lowest temperature difference at which two or more failures occur as resistance to thermal shock.

When the resistance to thermal shock exceeds 200 K, the temperature increment is increased to 25 K.

10.4 Expression of results

Method A — Flexural strength degradation test

The temperature difference obtained by interpolation for which the value of flexural strength is equal to two-thirds that of the untreated test specimens shall define the resistance to thermal shock.

Method B — Visual cracking test

The result is expressed as the lowest temperature difference at which two or more failures occur.

Resistance to thermal shock is expressed in kelvins rounded off to the nearest 10 K.

11. Transformation temperature (for glass only)

11.1 Test apparatus

Any test apparatus for obtaining mean coefficient of linear expansion as defined in Sub-clause 7.1.

11.2 Test specimens

Test specimens are rods of dimensions appropriate to the apparatus used. Before testing, test specimens must be annealed by heating to a temperature about 30 K above the assumed T_g and afterwards cooled at a rate of 1 K/min to 100 K below the assumed T_g temperature (subsequent rate noncritical).

11.3 Méthode d'essai

L'éprouvette d'essai est chauffée avec un gradient de 5 ± 1 K/min, à partir d'une température inférieure ou égale à 300 °C, jusqu'au point où l'éprouvette commence à diminuer de longueur (voir figure 1, page 36). La dilatation thermique est enregistrée dans cette plage de températures. On trace la courbe de la dilatation en fonction de la température en portant des droites tangentes à la courbe en deçà et au-delà du point d'inflexion. Ces droites sont prolongées jusqu'à ce qu'elles se coupent en un point indiquant la température de transformation T_g .

L'essai est effectué sur deux éprouvettes d'essai au moins.

11.4 Expression des résultats

Le résultat s'exprime par la valeur de la température T_g en degrés Celsius, arrondie à 5 °C près.

12. Rigidité diélectrique

12.1 Appareillage d'essai

L'appareillage électrique servant aux essais répond aux prescriptions de la Publication 243 de la CEI: Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides aux fréquences industrielles.

12.2 Eprouvettes d'essai

Méthode A

Forme: disque.

Diamètre: 80 mm.

Épaisseur: $2,5 \pm 0,5$ mm.

Méthode B

Forme: disque, dont une face présentant une concavité hémisphérique (voir figure 6, page 38).

Diamètre: voir figure 6.

Épaisseur: la section de paroi servant à l'essai doit avoir $1,5 \pm 0,15$ mm d'épaisseur.

L'éprouvette d'essai devra comporter une couche conductrice sur la concavité hémisphérique et sur la face opposée, comme l'indique la figure 6.

12.3 Méthode d'essai

Avant d'effectuer les essais, les éprouvettes sont séchées pendant 2 h à 120 °C, puis refroidies sous dessiccateur. Les essais sont effectués à une température comprise entre 15 °C et 35 °C.

Épaisseur des éprouvettes d'essai

Méthode A

L'épaisseur est mesurée à 0,02 mm près, aussi près que possible du point de perforation.

Méthode B

L'épaisseur est mesurée à 0,02 mm près, à l'endroit le plus mince entre la concavité et la face opposée.

11.3 *Method of test*

The test specimen is heated at a rate of 5 ± 1 K/min from a temperature of 300 °C or lower up to the temperature at which the test specimen begins to decrease in length (see Figure 1, page 36). The thermal expansion is recorded over this temperature range. A graph is drawn of expansion against temperature and straight lines are fitted to the graph above and below the inflection point. The lines are then extrapolated until they cross and the crossing point indicates the transformation temperature T_g .

The test shall be made on at least two test specimens.

11.4 *Expression of results*

Results shall be expressed as T_g temperature in degrees Celsius rounded off to 5 °C.

12. **Electric strength**

12.1 *Test apparatus*

Electrical apparatus used for testing is to meet the requirements of IEC Publication 243: Recommended Methods of Test for Electric Strength of Solid Insulating Materials at Power Frequencies.

12.2 *Test specimens*

Method A

Shape: disk.

Diameter: 80 mm.

Thickness: 2.5 ± 0.5 mm.

Method B

Shape: disk, one face of which includes a hemispherical recess (see Figure 6, page 38).

Diameter: see Figure 6.

Thickness: the wall under test shall be 1.5 ± 0.15 mm thick.

There should be a conductive layer on the hemispherical surface and on the opposite side of the test specimen as shown in Figure 6.

12.3 *Methods of test*

Before testing, the test specimens shall be dried for 2 h at 120 °C and then cooled in a desiccator. The test shall be carried out at a temperature between 15 °C and 35 °C.

Thickness of test specimens

Method A

Measured with an accuracy of 0.02 mm and as close as possible to the puncture point.

Method B

Measured with an accuracy of 0.02 mm at the smallest thickness between the hemispherical recess and the opposite side.

Electrodes

Méthode A

Sphères d'acier ou de laiton de 20 mm de diamètre. L'éprouvette d'essai est maintenue entre les deux électrodes avec une force de 2 N à 4 N (voir figure 7, page 39).

Méthode B

Soit une sphère de 20 mm de diamètre et une plaque de 50 mm à 70 mm de diamètre, soit une sphère de 10 mm de diamètre et une plaque de 25 mm de diamètre pour l'essai d'éprouvettes de petites dimensions.

Milieu d'immersion

L'ensemble formé par les électrodes et l'éprouvette d'essai est immergé dans un milieu diélectrique dont la résistivité est suffisante pour effectuer l'essai de manière appropriée. De manière générale, la valeur de la résistivité du milieu sera comprise dans les plages suivantes:

pour les céramiques: 10^{10} à 10^{12} Ω cm;

pour les verres: 10^6 à 10^8 Ω cm,

et devra être indiquée dans l'expression des résultats.

Mode opératoire

On applique rapidement une tension dont la valeur est à peu près la moitié de la valeur prévue pour la perforation; on augmente cette tension à un taux permettant à la perforation de se produire dans les 10 s à 20 s après le début de l'essai (voir la Publication 243 de la CEI).

Pour des essais en nombre, il est jugé satisfaisant que le temps moyen pour atteindre la perforation ait une valeur comprise entre les limites indiquées ci-dessus, même si certaines durées tombent hors de ces limites.

L'essai est effectué sur cinq éprouvettes d'essai au moins.

12.4 *Expression des résultats*

La valeur E de la rigidité diélectrique se calcule à partir des formules suivantes:

Méthode A

$$E = \frac{U}{d}$$

Méthode B

$$E = k \cdot U$$

où:

E = rigidité diélectrique exprimée, en kilovolts par millimètre

U = tension disruptive, en kilovolts

d = épaisseur de l'éprouvette d'essai, en millimètres

k = facteur de correction $\frac{\beta}{d}$, en mm^{-1}

β étant un coefficient dépendant de la non-uniformité du champ électrique

Le tableau II donne les valeurs du facteur de correction k pour différentes épaisseurs de l'éprouvette d'essai.

La nature et la résistivité du milieu d'immersion dans lequel l'essai est effectué doivent être indiquées dans le rapport d'essai.

Electrodes

Method A

Steel or brass spheres of diameter 20 mm. The test specimen is maintained between the two electrodes under a force of 2 N to 4 N (see Figure 7, page 39).

Method B

Either one sphere of 20 mm and one plate of 50 mm to 70 mm diameter, or one sphere of 10 mm and one plate of 25 mm diameter for test specimens of small dimensions.

Immersion medium

The electrode and test assembly is immersed in a dielectric medium of resistivity sufficient to enable the test to be performed satisfactorily. The resistivity of the medium will generally lie within the following ranges:

ceramics: 10^{10} to 10^{12} Ω cm;

glass: 10^6 to 10^8 Ω cm,

and shall be stated in the expression of results.

Test procedure

A voltage equal to about half the anticipated puncture voltage shall be quickly applied, then increased at a rate such that puncture occurs within 10 s to 20 s of the start of the test (see IEC Publication 243).

When a number of tests are made it is considered satisfactory if the average time to breakdown lies within the above limits, even though some of the times are outside these limits.

The test shall be made on at least five test specimens.

12.4 *Expression of results*

The value E of the electrical strength is deduced from the following formulae:

Method A

$$E = \frac{U}{d}$$

Method B

$$E = k \cdot U$$

where:

E = electrical strength, in kilovolts per millimetres

U = breakdown voltage, in kilovolts

d = thickness of the test specimen, in millimetres

k = correction factor = $\frac{\beta}{d}$, in mm^{-1}

β being a coefficient of electrical field non-uniformity

The values of the correction factor k for various values of the thickness of the test specimen are given in Table II.

The nature and resistivity of the ambient medium in which the test is performed shall be stated in the test report.

TABLEAU II

Valeurs du facteur de correction en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette

Epaisseur de l'éprouvette d'essai <i>d</i> (mm)	Facteur de correction <i>k</i> (mm ⁻¹) pour concavité de rayon <i>r</i>		Epaisseur de l'éprouvette d'essai <i>d</i> (mm)	Facteur de correction <i>k</i> (mm ⁻¹) pour concavité de rayon <i>r</i>	
	10 mm	5 mm		10 mm	5 mm
1,35	0,809	0,879	1,50	0,735	0,805
1,36	0,803	0,874	1,51	0,730	0,801
1,37	0,798	0,868	1,52	0,726	0,797
1,38	0,793	0,863	1,53	0,722	0,792
1,39	0,787	0,858	1,54	0,717	0,788
1,40	0,782	0,853	1,55	0,713	0,784
1,41	0,777	0,848	1,56	0,709	0,780
1,42	0,772	0,843	1,57	0,705	0,776
1,43	0,767	0,838	1,58	0,701	0,772
1,44	0,762	0,833	1,59	0,697	0,768
1,45	0,758	0,828	1,60	0,693	0,764
1,46	0,753	0,823	1,61	0,689	0,760
1,47	0,748	0,819	1,62	0,685	0,756
1,48	0,744	0,814	1,63	0,681	0,752
1,49	0,739	0,810	1,64	0,678	0,749
			1,65	0,674	0,745

Note. — La tension à la rupture dépend largement de la porosité du matériau au point de perforation. La porosité ainsi que d'autres éléments affectant la structure microscopique, et qui ont une influence sur les propriétés électriques, peuvent dépendre de la méthode de fabrication.

13. Tension de tenue

13.1 Appareillage d'essai

Défini au paragraphe 12.1.

13.2 Eprouvettes d'essai

Voir le paragraphe 12.2, méthode B.

13.3 Méthode d'essai

Avant d'effectuer les essais, les éprouvettes sont séchées à 120 °C, puis refroidies sous dessiccateur. Les essais sont effectués à une température comprise entre 15 °C et 35 °C.

Les conditions d'essai, les électrodes et le milieu d'immersion doivent répondre aux prescriptions du paragraphe 12.3, méthode B.

L'essai est effectué sur cinq éprouvettes d'essai au moins, immergées dans un milieu diélectrique. La tension est portée à la valeur requise aussi vite que possible, valeur devant être atteinte avec précision sans surtension transitoire. La tension est maintenue à sa valeur pendant 1 min.

13.4 Expression des résultats

Pour chaque éprouvette d'essai, la tension de tenue pendant 1 min doit être indiquée en kilovolts et la nature du milieu d'immersion consignée. L'épaisseur mesurée doit être consignée en indiquant

TABLE II

Values of correction factor for various values of thickness of test specimen

Thickness of the test specimen <i>d</i> (mm)	Correction factor <i>k</i> (mm ⁻¹) for hemisphere radius <i>r</i>		Thickness of the test specimen <i>d</i> (mm)	Correction factor <i>k</i> (mm ⁻¹) for hemisphere radius <i>r</i>	
	10 mm	5 mm		10 mm	5 mm
1.35	0.809	0.879	1.50	0.735	0.805
1.36	0.803	0.874	1.51	0.730	0.801
1.37	0.798	0.868	1.52	0.726	0.797
1.38	0.793	0.863	1.53	0.722	0.792
1.39	0.787	0.858	1.54	0.717	0.788
1.40	0.782	0.853	1.55	0.713	0.784
1.41	0.777	0.848	1.56	0.709	0.780
1.42	0.722	0.843	1.57	0.705	0.776
1.43	0.767	0.838	1.58	0.701	0.772
1.44	0.762	0.833	1.59	0.697	0.768
1.45	0.758	0.828	1.60	0.693	0.764
1.46	0.753	0.823	1.61	0.689	0.760
1.47	0.748	0.819	1.62	0.685	0.756
1.48	0.744	0.814	1.63	0.681	0.752
1.49	0.739	0.810	1.64	0.678	0.749
			1.65	0.674	0.745

Note. — The voltage achieved at breakdown depends greatly on the porosity of the material at the point of puncture. The porosity and other microstructural features affecting electrical properties may depend on the method of manufacture.

13. Withstand voltage

13.1 Test apparatus

As defined in Sub-clause 12.1.

13.2 Test specimens

See Sub-clause 12.2, Method B.

13.3 Method of test

Before the test, test specimens shall be dried in an oven at 120 °C and then cooled in a desiccator. The test is carried out at a temperature between 15 °C and 35 °C.

The test conditions, electrodes, and immersion medium shall be as defined in Sub-clause 12.3, Method B.

The test shall be made on at least five test specimens immersed in a dielectric medium. The voltage shall be raised to the required value as rapidly as possible, consistent with its accurate attainment without any transient overvoltage. This voltage is then maintained for 1 min.

13.4 Expression of results

For every test specimen, the withstand voltage for 1 min shall be given in kilovolts, and the nature of the immersion medium recorded. The measured thickness shall be recorded and whether or

si l'éprouvette d'essai a supporté la tension spécifiée. La résistivité du milieu d'immersion devra être indiquée dans l'expression des résultats.

14. Permittivité relative, coefficient de température de permittivité et facteur de dissipation

14.1 Appareillage d'essai

Tout équipement de mesure conforme aux prescriptions de la Publication 250 de la CIE: Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises). Si cela est nécessaire, des longueurs d'onde centimétriques et millimétriques seront utilisées.

14.2 Eprouvettes d'essai et électrodes

La forme des éprouvettes d'essai et des électrodes qui leur sont appliquées doit suivre les prescriptions du paragraphe 4.1 de la Publication 250 de la CIE.

Il est préférable d'utiliser des éprouvettes d'essai en forme de disques, d'épaisseur comprise entre 1,5 mm et 5,0 mm.

14.3 Méthode d'essai

L'épaisseur des éprouvettes d'essai est mesurée avec une précision de 0,01 mm. Les électrodes sont ensuite fixées et l'ensemble est soumis au conditionnement requis. Les éprouvettes d'essai sont d'abord séchées à 120 °C pendant au moins 2 h, puis refroidies sous dessiccateur.

Immédiatement après les avoir retirées du dessiccateur, les éprouvettes d'essai sont placées en étuve ou en chambre froide pour les amener, au moyen d'air sec, à la température de l'essai à choisir parmi les valeurs indiquées dans le tableau I de la Publication 212 de la CIE: Conditions normales à observer avant et pendant les essais des matériaux isolants électriques solides.

Dans les 2 min au maximum qui suivent le conditionnement, on fait la mesure avec l'appareillage approprié suivant une méthode adéquate (zéro ou résonance), conformément à la Publication 250 de la CIE, sur trois éprouvettes d'essai au moins.

Les fréquences recommandées pour les essais sont les suivantes:

48 Hz à 62 Hz, 0,8 kHz à 2 kHz, 1 MHz

Note. — De faibles coefficients de température peuvent imposer l'emploi d'une technique de mesure spéciale; la méthode utilisée doit faire l'objet d'un accord entre fournisseur et acheteur. Si cela est nécessaire, des fréquences plus élevées seront utilisées.

14.4 Expression des résultats

Elle doit être conforme aux prescriptions des articles 7 et 8 de la Publication 250 de la CIE.

La valeur médiane sera calculée à partir des résultats obtenus avec chaque éprouvette d'essai.

Le coefficient de température de la permittivité doit être exprimé par un nombre ou par une courbe, si sa variation dans la plage de températures considérée a une influence.

15. Résistivité transversale

15.1 Appareillage d'essai

L'appareillage d'essai doit être conforme à la description de l'article 3 de la Publication 345 de la CIE: Méthode d'essai pour la résistance d'isolement et la résistivité transversale des matériaux isolants à des températures élevées.

not test specimen withstood the specified voltage. The resistivity of the immersion medium shall be stated on the expression of results.

14. Relative permittivity, temperature coefficient of permittivity and dissipation factor

14.1 Test apparatus

Any convenient measuring equipment chosen in accordance with IEC Publication 250: Recommended Methods for the Determination of the Permittivity and Dielectric Dissipation Factor of Electrical Insulating Materials at Power, Audio and Radio Frequencies including Metre Wavelengths. Where necessary, centimetre and millimetre wavelengths shall be used.

14.2 Test specimens and electrodes

Form of test specimens and electrodes applied to the test specimens should be in accordance with Sub-clause 4.1 of IEC Publication 250.

Disk-shaped test specimens of thickness 1.5 mm to 5.0 mm are preferable.

14.3 Method of test

The thickness of the test specimens is measured with an accuracy of 0.01 mm. Electrodes are then attached and the whole is subjected to the conditioning. The test specimens shall first be dried at 120 °C for at least 2 h and then cooled in a desiccator.

Immediately after removal from the desiccator, the test specimens are placed in an oven or cold chamber in which the air is dry to bring them to the temperature of measurement which shall be selected from those given in Table I of IEC Publication 212: Standard Conditions for Use Prior to and During the Testing of Solid Electrical Insulating Materials.

Within a maximum of 2 min after the end of conditioning, measurement is made by means of an adequate method (null or resonance) and by using appropriate equipment on at least three test specimens in accordance with IEC Publication 250.

Recommended test frequencies are as follows:

48 Hz to 62 Hz, 0.8 kHz to 2 kHz, 1 MHz

Note. — Where the temperature coefficient is small, special techniques may be required and the method shall be agreed between supplier and purchaser. Where necessary, higher frequencies shall be used.

14.4 Expression of results

In accordance with Clauses 7 and 8 of IEC Publication 250.

The central value shall be calculated from the results obtained for each test specimen.

The temperature coefficient of permittivity shall be expressed by a number or by a curve if its variation is significant over the temperature range considered.

15. Volume resistivity

15.1 Test apparatus

Testing equipment in accordance with that described in Clause 3 of IEC Publication 345: Method of Test for Electrical Resistance and Resistivity of Insulating Materials at Elevated Temperatures.