

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Dielectric and resistive properties of solid insulating materials –
Part 3-4: Determination of resistive properties (DC methods) – Volume
resistance and volume resistivity at elevated temperatures**

**Propriétés diélectriques et résistives des matériaux isolants solides –
Partie 3-4: Détermination des propriétés résistives (méthodes en courant
continu) – Résistance transversale et résistivité transversale aux températures
élevées**



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2019 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

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

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

About the IEC

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

About IEC publications

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

IEC publications search - webstore.iec.ch/advsearchform

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 It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

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

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

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

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary on electrotechnology, containing more than 22 000 terminological entries in English and French, with equivalent terms in 16 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

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

A propos de l'IEC

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

A propos des publications IEC

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

Recherche de publications IEC -

webstore.iec.ch/advsearchform

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

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

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

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

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

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire d'électrotechnologie en ligne au monde, avec plus de 22 000 articles terminologiques en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 16 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

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

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Dielectric and resistive properties of solid insulating materials –
Part 3-4: Determination of resistive properties (DC methods) – Volume
resistance and volume resistivity at elevated temperatures**

**Propriétés diélectriques et résistives des matériaux isolants solides –
Partie 3-4: Détermination des propriétés résistives (méthodes en courant
continu) – Résistance transversale et résistivité transversale aux températures
élevées**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 17.220.99; 29.035.01

ISBN 978-2-8322-6688-5

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

CONTENTS

FOREWORD.....	3
1 Scope.....	5
2 Normative references	5
3 Terms and definitions	5
4 Significance.....	6
5 Method of test	6
5.1 General.....	6
5.2 Power supply and test voltages.....	6
5.3 Equipment	6
5.3.1 Specimens and electrodes.....	6
5.3.2 Heating chamber	7
5.3.3 Measuring leads	7
5.3.4 Temperature control	7
5.3.5 Special precautions during measurements.....	8
5.4 Calibration	8
6 Procedure.....	8
6.1 Continuously increasing temperature (method A).....	8
6.2 Increasing the temperature by steps (method B).....	8
6.3 Precautions to be taken	9
6.4 Calculation of volume resistivity	9
7 Report	9
Annex A (informative) Principle of test apparatus.....	11
Bibliography.....	14
Figure A.1 – Circuit diagram of test apparatus	11
Figure A.2 – Structure diagram of test apparatus	12
Figure A.3 – Pictures of test apparatus	13

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**DIELECTRIC AND RESISTIVE PROPERTIES OF SOLID
INSULATING MATERIALS –****Part 3-4: Determination of resistive properties (DC methods) –
Volume resistance and volume resistivity at elevated temperatures**

FOREWORD

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

International Standard IEC 62631-3-4 has been prepared by IEC technical committee 112: Evaluation and qualification of electrical insulating materials and systems.

This edition of IEC 62631-3-4 cancels and replaces IEC 60345 "Method of test for electrical resistance and resistivity of insulating materials at elevated temperatures", published in 1971. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to IEC 60345:

- a) The revised standard becomes part of the series IEC 62631-3-x. Title of the standard is changed and adapted to the series as Part 3-4.
- b) Clauses 2 "Normative references", 3 "Terms and definitions", and 4 "Significance" are added.

- c) Subclauses 5.2 "Power supply, Voltage", 5.3.1.2 "Number of test specimens" and 5.3.1.3 "Conditioning and pre-treatment of test specimens" are added.
- d) In 5.3.5 "Special precautions during measurements", errors analysis in the measurement of current are modified, and aligned with IEC 62631-3-1.
- e) In 6.2 "Increasing the temperature by steps (method B)", the method for more than one specimen is removed.
- f) The standard atmospheric conditions for testing and conditioning, especially the temperature, are replaced according to IEC 60212.
- g) The circuit diagram of test apparatus is modified, and the structure diagram and pictures of test apparatus are added in Annex A.
- h) The orders of part clauses are adjusted.

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

CDV	Report on voting
112/406/CDV	112/445/RVC

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

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

A list of all parts in the IEC 62631 series, published under the general title *Dielectric and resistive properties of solid insulating materials*, can be found on the IEC website.

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

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

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

DIELECTRIC AND RESISTIVE PROPERTIES OF SOLID INSULATING MATERIALS –

Part 3-4: Determination of resistive properties (DC methods) – Volume resistance and volume resistivity at elevated temperatures

1 Scope

This part of IEC 62631 covers procedures for the determination of insulation resistance and volume resistivity of insulating materials by applying DC-voltage and temperatures up to 800 °C. The typical application materials include high temperature mica plate and alumina ceramics.

2 Normative references

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

IEC 60212:2010, *Standard conditions for use prior to and during the testing of solid electrical insulating materials*

IEC 62631-3-1, *Dielectric and resistive properties of solid insulating materials – Part 3-1: Determination of resistive properties (DC methods) – Volume resistance and volume resistivity – General method*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

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

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

3.1

heating chamber

device which is used for supplying an elevated temperature to the specimen

3.2

volume resistance

part of the insulation resistance which is due to conduction through the volume

Note 1 to entry: Volume resistance is expressed in Ω .

3.3

volume resistivity

volume resistance of a material related to its volume

Note 1 to entry: Volume resistivity is expressed in Ωm .

Note 2 to entry: For insulating materials, the volume resistivity is usually determined by means of measuring electrodes arranged on a sheet of the material.

Note 3 to entry: According to IEC 60050-121: Electromagnetism, "conductivity" is defined as the "scalar or tensor quantity, the product of which by the electric field strength in a medium is equal to the electric current density" and "resistivity" as the "inverse of the conductivity when this inverse exists". Measured in this way, the volume resistivity is an average of the resistivity over possible heterogeneities in the volume incorporated in the measurement; it includes the effect of possible polarization phenomena at the electrodes.

4 Significance

Some types of insulating materials are used under high temperatures up to 800 °C, such as mica plate and alumina ceramics, when mica plate is used for supporting aluminum electrolytic tank and alumina ceramics are used for high temperature crucibles or resistance furnace tubes.

For these purposes, it is generally desirable to have the insulation resistance as high as possible. Volume resistance and volume resistivity can be used as an aid in the choice of an insulating material for a specific application. The change in resistivity with temperature may be great and shall be known when designing for operation conditions.

5 Method of test

5.1 General

This method describes specific types of materials used at elevated temperatures; the typical upper temperature limit is 800 °C. Different types of electrodes can be used, depending on the specific measurement or product demands.

NOTE Thickness changes due to the high temperature can affect the measurement results.

5.2 Power supply and test voltages

A source of very steady DC voltage is required. This can be provided either by batteries or by rectified and stabilized power supply. The degree of stability required is such that the change in current due to any change in voltage is negligible compared with the current to be measured. Commonly specified test voltages to be applied to the complete specimen are 10 V, 100 V, 500 V, 1 000 V. If not otherwise stipulated, a voltage of 500 V shall be used.

5.3 Equipment

5.3.1 Specimens and electrodes

5.3.1.1 Preparation of specimens and electrodes

For insulation resistance measurements, the specimens shall be of any suitable size and shape and shall have electrodes already attached. When volume resistivity is measured, guarded electrodes are suggested. The preferred dimensions of test specimens shall be those given in the test procedures of IEC 62631-3-1. The specimen electrodes shall consist of fired-on conducting paint or a conducting coating evaporated or sprayed onto the specimen surfaces. Platinum is a suitable electrode material.

If other types of metal, such as silver or gold are used, make sure that they will not migrate into the sample or oxidize at test temperature.

The specimens shall be mounted securely among electrode backing plates within the heating chamber. These backing plates and their respective leads shall be made of a metal which is mechanically stable and resistive to oxidation. High-heat-resistant alloys such as stainless steel may also be utilized. The backing plates shall be of sufficient thickness to prevent warping and to provide heat equalization between the specimens and the electrode backing plates.

For mica plate and aluminium oxide specimen, a plate sample is recommended.

5.3.1.2 Number of test specimens

The number of specimens to be tested shall be determined by the relevant product standards. If no such data is available, at least three specimens shall be tested.

5.3.1.3 Conditioning and pre-treatment of test specimen

Conditioning and any other pre-treatment of the test specimen shall be done according to the relevant product standard. If no product standards exist, conditioning shall be done according to IEC 60212 standard conditions for use prior to and during the testing of solid electrical insulating materials.

5.3.2 Heating chamber

For heating the specimen, a suitable electric oven can normally be utilized up to 500 °C; a resistance furnace shall be used if the testing temperature reaches 800 °C. The construction shall be such that the specimen is subjected to a uniform temperature throughout its total volume with temperature fluctuations as small as possible. The atmospheric conditions for testing and conditioning shall be in accordance with IEC 60212. The samples shall be tested during the heat preservation period.

An adequate muffle should be provided to shield the specimen from direct radiation by the heating elements. This muffle may be made of a ceramic such as aluminum oxide or equivalent. A grounded metallic shield of stainless steel or equivalent metal shall also be provided within the oven. The shield shall act as a guard to prevent leakage currents between the heating circuit and the measuring circuit.

In the case of very high resistance specimens, it may be necessary to disconnect the heating element to prevent interference during the measurement.

A typical structure of heating chamber is shown in Annex A. Alternatively, the tests may be performed in an inert atmosphere.

5.3.3 Measuring leads

Insulated measuring leads shall be brought into the furnace through high-resistance ceramic insulators located in a cool zone and adequately guarded so as to prevent leakage current from affecting the test results.

NOTE Alternatively, the leads can be passed through holes in the top or in the wall of the furnace which is earthed. If stiff leads are used, they can be supported externally so as not to touch anything but their supports. The supports will be relatively cool and thus can be made of any rigid insulating material.

5.3.4 Temperature control

The temperature control mode of the heating chamber shall be set by program. A means of temperature control shall be provided which can maintain temperature tolerances according to IEC 60212 standard conditions for use prior to and during the testing of solid electrical insulating materials. The use of two thermocouples is recommended, one in the chamber for control and a second for the direct measurement of the specimen temperature.

The temperature of the specimen shall be measured using a thermocouple mounted as close as possible to the specimen without causing electrical interaction with the measurement of resistance. For example, the thermocouple may be inserted directly into a hole extending almost to the surface of the backing plate adjacent to the specimen. The hole can be drilled from the opposite face of the plate perpendicular to the surface of the specimen or from the side of the plate parallel to the specimen surface. If the thermocouple is mounted within the electrode backing plate, the leads and the temperature-indicating instrument shall be

adequately insulated or the thermocouple shall be disconnected or removed when measurements are made.

5.3.5 Special precautions during measurements

Errors in the measurement of current may result from the fact that the current-measuring device is shunted by the resistance between the guarded terminal and the guard system. To ensure satisfactory operation of the equipment, a measurement should be made with the lead from the voltage source to the specimen disconnected. Under this condition, the equipment should indicate infinite resistance within its sensitivity. If suitable standards of known values are available, they may be used to test the operation of the equipment.

If the material insulating the leads into the oven is subjected to heat, the insulation resistance of the lead insulation may become low enough to affect the measurements. The leakage resistance shall be determined by a separate measurement at each temperature. Thermocouple potentials between dissimilar metals, when they are used in leads and electrode holders, can cause measurement errors. A measurement of current with the supply voltage replaced by a short circuit, will indicate the magnitude of this thermocouple effect.

5.4 Calibration

The equipment shall be calibrated in the magnitude of the volume resistance measured at room temperature.

NOTE Calibration resistors in the range up to 100 TΩ are commercially available.

6 Procedure

6.1 Continuously increasing temperature (method A)

This method is suitable for obtaining quickly an approximate relationship between resistance and temperature of a single specimen over a wide temperature range. The method is suitable only with materials for which the effects of dielectric absorption can be neglected, or for obtaining comparative results for similar materials. The specimen shall be mounted tightly between the electrode backing plates, but not so tightly that the specimen is distorted while being heated. The specified voltage shall be applied to the test specimen and the temperature shall be increased at a rate depending on the thickness of the material and not higher than 5 K/min. A sufficient number of resistance measurements shall be made, as the temperature is increased, so as to define adequately the relationship between resistance and temperature.

6.2 Increasing the temperature by steps (method B)

This method is suitable for obtaining the relationship between resistance and temperature of a single specimen more accurately than the one which is possible with continuously increasing temperature. It is useful also with specimens for which dielectric absorption is a problem.

The test specimen shall be mounted tightly between the electrode backing plates but not so tightly that the specimen is distorted while being heated. The temperature of the test specimen shall be increased from room temperature to the desired test temperature and subsequently from each test temperature step to the next.

NOTE 1 The test chamber is controlled in such a manner that the temperature of the electrode backing plate does not exceed the desired test temperature. Usually the temperature step is kept long enough to ensure the sample temperature meets the requirements in the high temperature range. If a temperature overshoot occurs, it will take some time to wait for the sample end temperature to meet the final test temperature.

When the temperature of the electrode backing plate is within the desired test temperature according to Table 2 of IEC 60212:2010, the voltage specified in the material specification shall be applied to the specimen for 1 min (or for other times as specified) and the resistance shall then be measured. When the measurement is completed, the voltage shall be removed

and the high voltage, measuring and guarded electrodes shall be connected to each other (short-circuited).

A sufficient number of test temperatures, but no less than five, shall be selected to define adequately the relationship between temperature and resistance over the desired range of temperatures. At the lower temperatures, the temperature increments should be relatively small, for example 10 K. As the test temperature is increased, the temperature increments should also be increased.

NOTE 2 The logarithm of resistance (or resistivity) is often plotted as a function of the reciprocal absolute temperature.

6.3 Precautions to be taken

When the current has not stabilized in the time specified for measurement, due to dielectric relaxation, it may be necessary to determine the resistance as a function of time so that the resistance value obtained at stabilization can be estimated.

When the resistance of the material being tested is relatively low, it may be necessary to make the measurements at a reduced voltage to avoid the effects of specimen heating.

For those materials in which polarization effects play a part, with concentration of ions at one or both electrodes, the results may be of doubtful value.

Unless the effect of thermal degradation is specially required, the specimen shall be kept at the test temperature only long enough to attain thermal equilibrium. The maximum permissible time of exposure to the test temperature should be determined by comparing values of resistance (one minute of electrification) measured periodically over a time, which are comparable to or longer than that expected in the tests (using an additional specimen).

After a series of tests at progressively higher temperatures, an additional measurement shall be made at the starting temperature to determine whether the exposure to the elevated temperatures has produced a permanent change in the specimens.

6.4 Calculation of volume resistivity

The volume resistivity shall be calculated from the following formula:

$$\rho = R_x \times A / h$$

where

ρ is the volume resistivity in Ωm ;

R_x is the volume resistance measured in Ω ;

A is the effective area of the electrode in m^2 ;

h is the thickness of the specimen in m .

7 Report

The report shall include the following:

- complete identification and description of the material tested, including source and manufacturer's code;
- shape and thickness of test specimens;
- type of electrodes and nature of the electrode backing plates;
- test voltage and time of electrification;

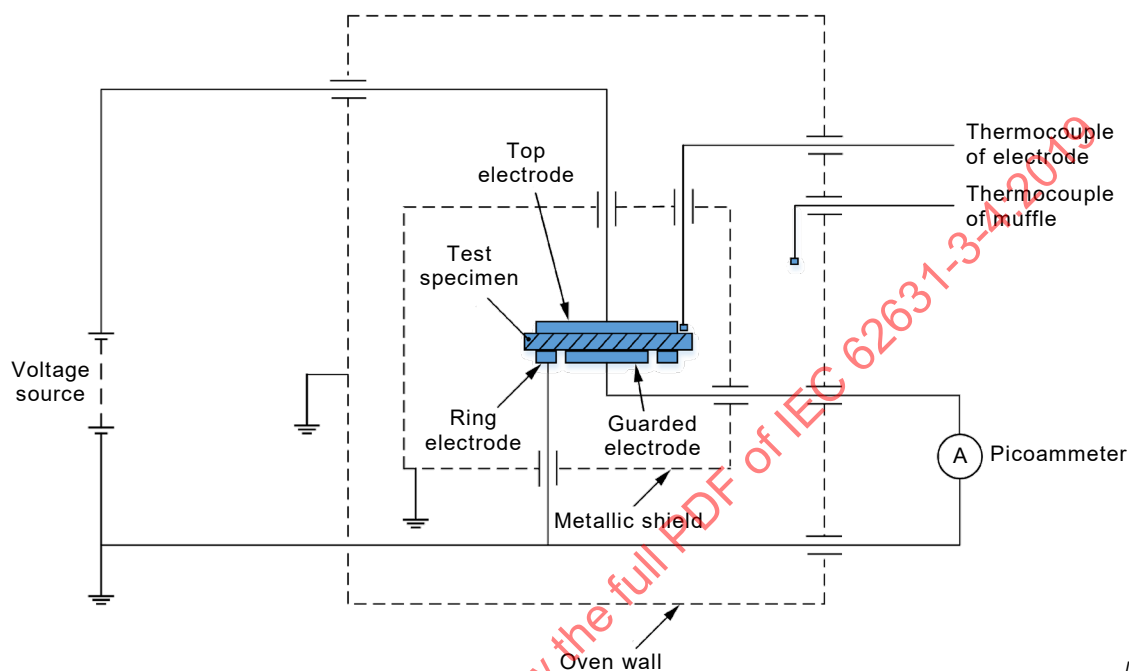
- accuracy of the instrument and calibration method, depending on the measured values of resistance, if necessary;
- curing conditions of the material and any pre-treatment;
- conditioning of samples and climatic conditions under test;
- description of test set-up and instrument used for the test;
- number of samples;
- each single value and the median of volume resistance and volume resistivity respectively at each temperature;
- the method of increasing the temperature, i.e. method A or B;
- date of test;
- any other important observations if applicable.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62631-3-4:2019

Annex A (informative)

Principle of test apparatus

An example of a circuit diagram is shown in Figure A.1 for measuring the insulation resistance and volume resistivity of insulating materials at elevated temperatures.



IEC

Figure A.1 – Circuit diagram of test apparatus

A typical structure diagram of test apparatus is shown in Figure A.2.

Pictures of test apparatus are given in Figure A.3, which include the appearance of the furnace and Keithley 6517B Electrometer¹ in Figure A.3a), and the shielding box and corundum support inside the furnace in Figure A.3b). A spring attachment is used to ensure good contact between the sample and electrodes which is shown in Figure A.3c), and mica plate and aluminum oxide samples are shown in Figure A.3d).

¹ Keithley 6517B is an example of a suitable product available commercially. This information is given for the convenience of users of this document and does not constitute an endorsement by IEC of this product.

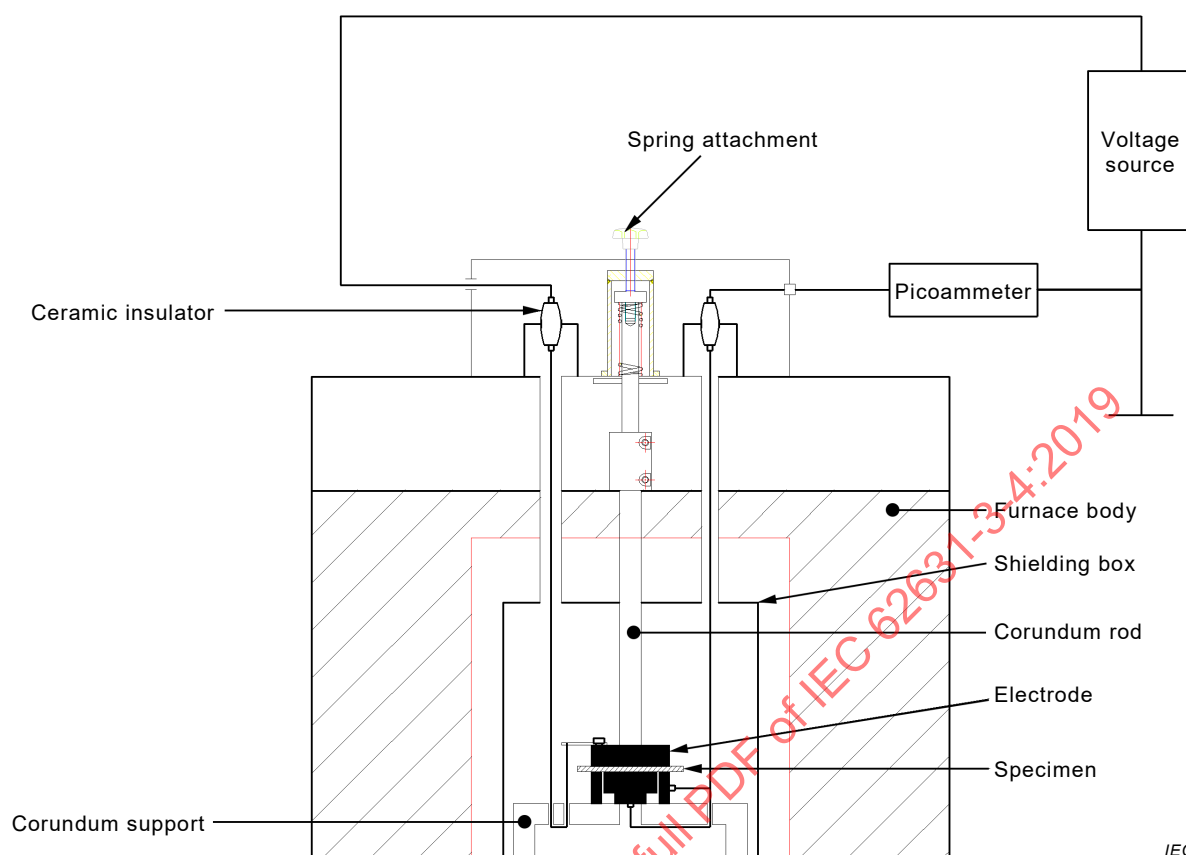
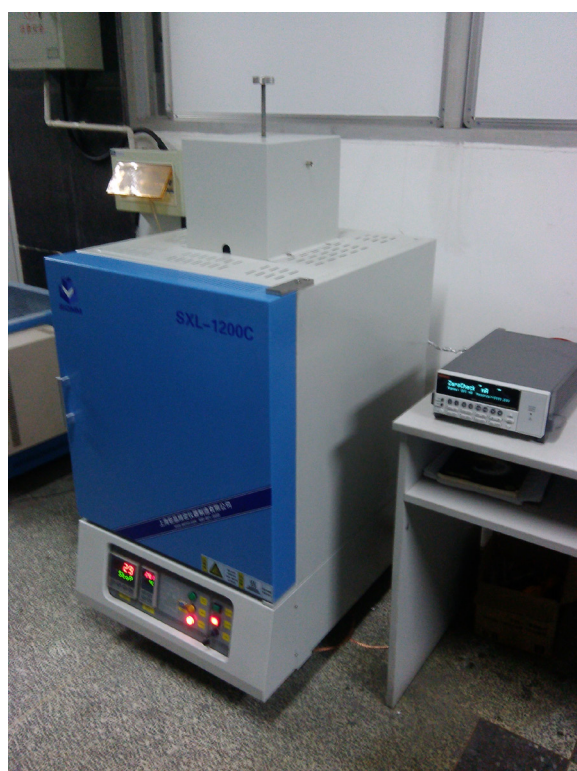
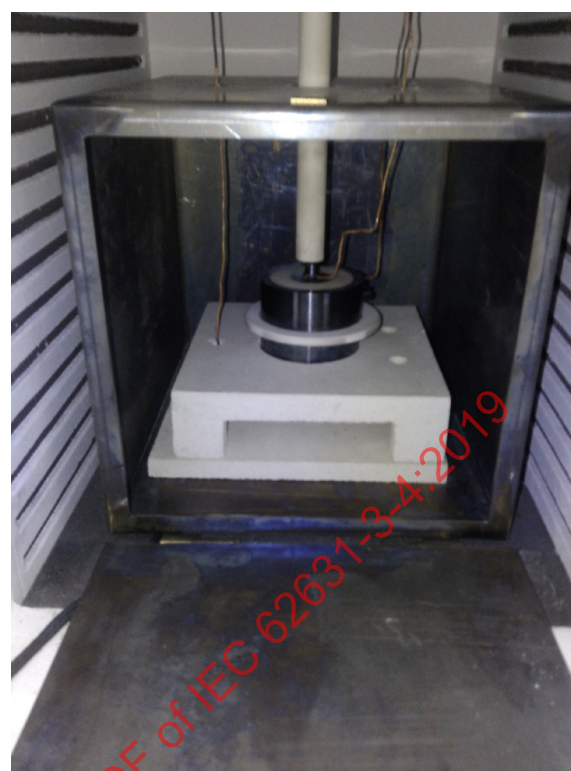


Figure A.2 – Structure diagram of test apparatus



IEC

a) Furnace and picoammeter



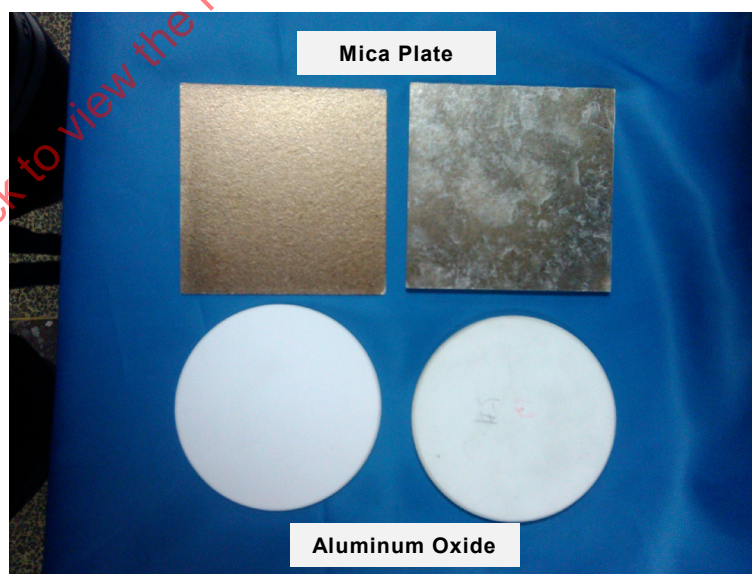
IEC

b) Shielding box and corundum support



IEC

c) Spring attachment and binding terminal



IEC

d) Samples

Figure A.3 – Pictures of test apparatus

Bibliography

IEC 60050-121, *International Electrotechnical Vocabulary – Part 121: Electromagnetism*
(available at <http://www.electropedia.org>)

IEC 62631-1, *Dielectric and resistive properties of solid insulating materials – Part 1: General*

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62631-3-4:2019

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62631-3-4:2019

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	17
1 Domaine d'application	19
2 Références normatives	19
3 Termes et définitions	19
4 Signification.....	20
5 Méthode d'essai	20
5.1 Généralités	20
5.2 Alimentation et tensions d'essai	20
5.3 Matériel	20
5.3.1 Éprouvettes et électrodes	20
5.3.2 Chambre de chauffe	21
5.3.3 Conducteurs de mesure.....	21
5.3.4 Régulation de température	22
5.3.5 Précautions particulières à prendre pendant les mesurages	22
5.4 Étalonnage	22
6 Procédure.....	22
6.1 Élévation continue de la température (méthode A).....	22
6.2 Élévation de la température par échelons (méthode B)	23
6.3 Précautions à prendre.....	23
6.4 Calcul de la résistivité transversale.....	24
7 Rapport	24
Annexe A (informative) Principe de l'appareillage d'essai.....	25
Bibliographie.....	28
Figure A.1 – Schéma des circuits de l'appareillage d'essai	25
Figure A.2 – Schéma structurel de l'appareillage d'essai.....	26
Figure A.3 – Images de l'appareillage d'essai	27

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**PROPRIÉTÉS DIÉLECTRIQUES ET RÉSISTIVES DES MATÉRIAUX
ISOLANTS SOLIDES –****Partie 3-4: Détermination des propriétés résistives (méthodes en courant continu) – Résistance transversale et résistivité transversale aux températures élevées****AVANT-PROPOS**

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

La Norme internationale IEC 62631-3-4 a été établie par le comité d'études 112 de l'IEC: Évaluation et qualification des systèmes et matériaux d'isolement électrique.

La présente édition de l'IEC 62631-3-4 annule et remplace l'IEC 60345 "Méthode d'essai pour la résistance d'isolement et la résistivité transversale des matériaux isolants à des températures élevées", parue en 1971. Cette édition constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'IEC 60345:

- a) La norme révisée devient une partie de la série IEC 62631-3-x. Le titre de la norme a été modifié et adapté à la série en tant que Partie 3-4.

- b) L'Article 2 "Références normatives", l'Article 3 "Termes et définitions" et l'Article 4 "Signification" ont été ajoutés.
- c) Le Paragraphe 5.2 "Alimentation et tensions d'essai", le Paragraphe 5.3.1.2 "Nombre d'éprouvettes d'essai" et le Paragraphe 5.3.1.3 "Conditionnement et prétraitement de l'éprouvette d'essai" ont été ajoutés.
- d) En 5.3.5 "Précautions particulières à prendre pendant les mesurages", les erreurs d'analyse dans le mesurage du courant sont modifiées et alignées sur l'IEC 62631-3-1.
- e) En 6.2 "Élévation de la température par échelons (méthode B)", la méthode pour plusieurs éprouvettes a été retirée.
- f) Les conditions atmosphériques normales pour l'essai et le conditionnement (en particulier la température) ont été remplacées conformément à l'IEC 60212.
- g) Le schéma des circuits de l'appareillage d'essai a été modifié, et le schéma structurel et les images de l'appareillage d'essai ont été ajoutés à l'Annexe A.
- h) L'ordre des articles de la partie a été ajusté.

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

CDV	Rapport de vote
112/406/CDV	112/445/RVC

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

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

Une liste de toutes les parties de la série IEC 62631, publiées sous le titre général *Propriétés diélectriques et résistives des matériaux isolants solides*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

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

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

IMPORTANT – Le logo "colour inside" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

PROPRIÉTÉS DIÉLECTRIQUES ET RÉSISTIVES DES MATÉRIAUX ISOLANTS SOLIDES –

Partie 3-4: Détermination des propriétés résistives (méthodes en courant continu) – Résistance transversale et résistivité transversale aux températures élevées

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62631 couvre les procédures de détermination de la résistance d'isolement et de la résistivité transversale des matériaux isolants en appliquant une tension continue et des températures jusqu'à 800 °C. Les matériaux d'application classiques incluent les plaques de mica et les céramiques d'alumine haute température.

2 Références normatives

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

IEC 60212:2010, *Conditions normales à observer avant et pendant les essais de matériaux isolants électriques solides*

IEC 62631-3-1, *Propriétés diélectriques et résistives des matériaux isolants solides - Partie 3-1: Détermination des propriétés résistives (méthodes en courant continu) - Résistance transversale et résistivité transversale - Méthode générale*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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

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

3.1

chambre de chauffe

dispositif utilisé pour fournir une température élevée à l'éprouvette

3.2

résistance transversale

partie de la résistance d'isolement qui est due à la conduction à travers le volume

Note 1 à l'article: La résistance transversale s'exprime en Ω .

3.3

résistivité transversale

résistance transversale d'un matériau en fonction de son volume

Note 1 à l'article: La résistivité transversale s'exprime en Ω .

Note 2 à l'article: Pour les matériaux isolants, la résistivité transversale est généralement déterminée au moyen d'électrodes de mesure disposées sur une feuille du matériau.

Note 3 à l'article: Conformément à l'IEC 60050-121: Électromagnétisme, la "conductivité" est définie comme "la grandeur scalaire ou tensorielle dont le produit par le champ électrique dans un milieu est égal à la densité de courant électrique", et la "résistivité" est définie comme "l'inverse de la conductivité lorsque cet inverse existe". Mesurée ainsi, la résistivité transversale est une moyenne de la résistivité sur les hétérogénéités éventuelles dans le volume incluses dans le mesurage, et comprend l'effet d'éventuels phénomènes de polarisation au niveau des électrodes.

4 Signification

Certains types de matériaux isolants sont utilisés à hautes températures jusqu'à 800 °C, comme les plaques de mica et la céramique d'alumine, si une plaque de mica est utilisée pour soutenir la cuve rhéographique en aluminium et si des céramiques d'alumine sont utilisées pour des creusets à haute température ou des tubes de four à résistance.

À ces effets, il est en général souhaitable de disposer d'une résistance d'isolement aussi élevée que possible. La résistance transversale et la résistivité transversale peuvent être utilisées pour aider à choisir un matériau isolant pour une application particulière. La variation de résistivité avec la température peut être importante et doit être connue lors de la conception pour les conditions de fonctionnement.

5 Méthode d'essai

5.1 Généralités

Cette méthode décrit des types particuliers de matériaux utilisés à des températures élevées, la limite de température supérieure classique étant de 800 °C. Différents types d'électrodes peuvent être utilisés, en fonction du mesurage spécifique ou des demandes de produit.

NOTE Des variations d'épaisseur en raison de la température élevée peuvent avoir un impact sur les résultats de mesure.

5.2 Alimentation et tensions d'essai

Une source de tension continue très stable est exigée. Cela peut être obtenu à l'aide de batteries ou par une alimentation redressée et stabilisée. Le degré de stabilité exigé est tel que la variation de courant due à une variation de tension est négligeable comparée au courant à mesurer. Les tensions d'essai habituellement spécifiées et appliquées à l'ensemble de l'éprouvette sont de 10 V, 100 V, 500 V, 1 000 V. Si elles ne sont pas précisées, une tension de 500 V doit être utilisée.

5.3 Matériel

5.3.1 Éprouvettes et électrodes

5.3.1.1 Préparation des éprouvettes et des électrodes

Pour mesurer la résistance d'isolement, la taille et la forme des éprouvettes doivent être adaptées, et des électrodes doivent déjà être fixées. Si la résistivité transversale est mesurée, des électrodes gardées sont suggérées. Les dimensions préférentielles des éprouvettes d'essai doivent être celles données dans les procédures d'essai de l'IEC 62631-3-1. Les électrodes de l'éprouvette doivent être constituées par un vernis conducteur cuit ou par une couche conductrice appliquée par vaporisation ou par pulvérisation. Le platine est un matériau approprié pour l'électrode.

Si d'autres types de métaux (l'argent ou l'or, par exemple) sont utilisés, vérifier qu'ils ne migrent pas dans l'échantillon ni ne s'oxydent à la température d'essai.

Les éprouvettes doivent être montées entre les contre-électrodes à l'intérieur de la chambre de chauffe. Ces contre-électrodes et leurs amenées de courant respectives doivent être composées d'un métal stable d'un point de vue mécanique et résistant à l'oxydation. Des alliages résistant aux températures élevées (l'acier inoxydable, par exemple) peuvent également être utilisés. L'épaisseur des contre-électrodes doit être suffisante pour empêcher le gauchissement et pour assurer l'égalisation thermique entre les éprouvettes et les contre-électrodes.

Pour l'éprouvette de plaque de mica et d'oxyde d'aluminium, un échantillon de plaque est recommandé.

5.3.1.2 Nombre d'éprouvettes d'essai

Le nombre d'éprouvettes d'essai à soumettre à l'essai doit être déterminé par les normes de produit correspondantes. Si ces données ne sont pas disponibles, au moins trois éprouvettes doivent être soumises à l'essai.

5.3.1.3 Conditionnement et prétraitement de l'éprouvette d'essai

Le conditionnement et tout autre prétraitement de l'éprouvette d'essai doivent être réalisés conformément à la norme de produit correspondante. S'il n'existe aucune norme de produit, le conditionnement doit être réalisé selon les conditions de l'IEC 60212 à appliquer avant et pendant l'essai des matériaux isolants électriques solides.

5.3.2 Chambre de chauffe

Pour chauffer l'éprouvette, un four électrique adapté peut en principe être utilisé jusqu'à 500 °C. Un four à résistance doit être utilisé si la température d'essai atteint 800 °C. La construction doit permettre de soumettre l'éprouvette à l'essai à une température uniforme sur l'ensemble de son volume, avec des variations de température aussi faibles que possible. Les conditions atmosphériques pour l'essai et le conditionnement doivent être conformes à l'IEC 60212. Les échantillons doivent être soumis à l'essai pendant la période de préservation de chaleur.

Il convient de prévoir un moufle approprié pour protéger l'éprouvette contre les rayonnements directs des éléments chauffants. Ce moufle peut être en céramique (oxyde d'aluminium ou équivalent, par exemple). Un écran métallique mis à la terre en acier inoxydable ou métal équivalent doit également être prévu à l'intérieur du four. L'écran doit agir comme une protection afin d'éviter les courants de fuite entre le circuit de chauffage et le circuit de mesure.

Dans le cas des éprouvettes à résistance très élevée, il peut s'avérer nécessaire de déconnecter l'élément chauffant, afin de ne pas fausser les résultats.

Une structure classique de chambre de chauffe est présentée à l'Annexe A. En variante, les essais peuvent être réalisés en atmosphère inerte.

5.3.3 Conducteurs de mesure

Des conducteurs de mesure isolés doivent être placés dans le four au moyen de traversées en céramique haute résistance situées dans une zone froide, et être convenablement protégés de manière à éviter que le courant de fuite n'affecte les résultats d'essai.

NOTE En variante, les conducteurs peuvent passer par des trous en haut ou dans les parois du four mis à la terre. Si des conducteurs rigides sont utilisés, ils peuvent être soutenus à l'extérieur de manière à ne pas entrer en contact avec d'autres éléments que leur support. Les supports sont relativement froids et, de ce fait, peuvent être composés d'un matériau isolant rigide.

5.3.4 Régulation de température

Le mode de régulation de température de la chambre de chauffe doit être défini par le programme. Un moyen de régulation de température doit être prévu, lequel peut maintenir les tolérances de température dans les conditions de la norme IEC 60212 dans le cadre d'une utilisation avant et pendant les essais des matériaux isolants électriques solides. Il est recommandé d'utiliser deux thermocouples, l'un pour la régulation de la chambre et l'autre pour le mesurage direct de la température de l'éprouvette.

La température de l'éprouvette doit être mesurée à l'aide d'un thermocouple monté aussi près que possible de l'éprouvette, sans provoquer d'interaction électrique avec le mesurage de la résistance. Par exemple, le thermocouple peut être directement inséré dans un trou s'étendant sur pratiquement toute la surface de la contre-électrode adjacente à l'éprouvette. Le trou peut être percé à partir de la face opposée de la plaque perpendiculaire à la surface de l'éprouvette ou à partir du côté de la plaque parallèle à la surface de l'éprouvette. Si le thermocouple est monté à l'intérieur de la contre-électrode, les conducteurs et l'instrument indiquant la température doivent être correctement isolés ou le thermocouple doit être déconnecté ou retiré lors de la réalisation des mesurages.

5.3.5 Précautions particulières à prendre pendant les mesurages

Lors du mesurage du courant, des erreurs peuvent résulter du fait que le dispositif de mesure du courant est shunté par la résistance entre la borne gardée et le système de protection. Pour garantir le bon fonctionnement du matériel, il convient de procéder à un mesurage en débranchant le conducteur entre la source de tension et l'éprouvette. Dans cette condition, il convient que le matériel indique une résistance infinie dans les limites de sa sensibilité. Si des étalons appropriés de valeurs connues sont disponibles, ils peuvent être utilisés pour soumettre à l'essai le fonctionnement du matériel.

Si le matériau isolant les conducteurs dans le four est soumis à la chaleur, la résistance d'isolement de l'isolation du conducteur peut devenir suffisamment faible pour avoir un impact sur les mesurages. La résistance de fuite doit être déterminée par un mesurage séparé à chaque température. Les potentiels de thermocouple entre des métaux différents, s'ils sont utilisés dans des conducteurs et des pinces d'électrode, peuvent être à l'origine d'erreurs de mesure. Un mesurage du courant, la tension d'alimentation étant remplacée par un court-circuit, indique l'amplitude de cet effet de thermocouple.

5.4 Étalonnage

Le matériel doit être étalonné dans l'amplitude de la résistance transversale mesurée à la température ambiante.

NOTE Des résistances d'étalonnage atteignant 100 TΩ sont disponibles dans le commerce.

6 Procédure

6.1 Élévation continue de la température (méthode A)

Cette méthode permet d'obtenir rapidement une relation approximative entre la résistance et la température d'une seule éprouvette sur une large plage de températures. La méthode est uniquement pertinente avec des matériaux dont les effets de l'absorption diélectrique peuvent être négligés ou pour obtenir des résultats comparatifs pour des matériaux similaires. L'éprouvette doit être solidement montée entre les contre-électrodes, mais pas au point de la déformer lorsqu'elle est chauffée. La tension spécifiée doit être appliquée à l'éprouvette d'essai, et la température doit être augmentée à une vitesse qui dépend de l'épaisseur du matériau, mais pas à plus de 5 K/min. Un nombre suffisant de mesures de résistance doit être réalisé, au fur et à mesure de l'augmentation de la température, de manière à définir correctement la relation entre la résistance et la température.

6.2 Élévation de la température par échelons (méthode B)

Cette méthode permet de déterminer la relation entre la résistance et la température d'une seule éprouvette plus précisément que dans le cas de l'élévation continue de la température. Elle est également utile avec des éprouvettes dont l'absorption diélectrique pose problème.

L'éprouvette d'essai doit être solidement montée entre les contre-électrodes, mais pas au point de la déformer lorsqu'elle est chauffée. La température de l'éprouvette d'essai doit être augmentée depuis la température ambiante jusqu'à la température d'essai souhaitée, puis successivement de chaque échelon de température d'essai au suivant.

NOTE 1 La chambre d'essai est réglée de sorte que la température de la contre-électrode ne dépasse pas la température d'essai souhaitée. Habituellement, l'échelon de température est maintenu pendant une période suffisamment longue pour que la température de l'échantillon satisfasse aux exigences dans la plage de températures élevées. En cas de dépassement temporaire de température, un certain temps est nécessaire avant que la température finale de l'échantillon ne corresponde à la température d'essai définitive.

Lorsque la température de la contre-électrode est dans les limites de la température d'essai souhaitée selon le Tableau 2 de l'IEC 60212:2010, la tension indiquée dans la spécification du matériau doit être appliquée à l'éprouvette pendant 1 min (ou une autre durée, selon le cas), puis la résistance doit être mesurée. À l'issue du mesurage, la tension doit être retirée et les électrodes haute tension, les électrodes de mesure et les électrodes gardées doivent être connectées les unes aux autres (court-circuitées).

Un nombre suffisant de températures d'essai (mais pas moins de cinq) doit être choisi pour définir de manière appropriée la relation entre la température et la résistance sur la plage de températures souhaitée. À des températures inférieures, il convient que les échelons de température soient relativement petits (10 K, par exemple). Il convient que les échelons de température augmentent également au fur et à mesure de l'augmentation de la température.

NOTE 2 Le logarithme de la résistance (ou résistivité) est souvent tracé sous la forme d'une fonction de la température absolue réciproque.

6.3 Précautions à prendre

Si le courant ne s'est pas stabilisé au moment prévu du mesurage, en raison de la relaxation diélectrique, il peut s'avérer nécessaire de déterminer la résistance en fonction du temps de manière à pouvoir estimer la valeur de résistance obtenue au moment de la stabilisation.

Si la résistance du matériau soumis à l'essai est relativement faible, il peut s'avérer nécessaire de procéder aux mesurages à une tension réduite, afin d'éviter les effets dus à l'échauffement de l'éprouvette.

Pour les matériaux dont les effets de polarisation jouent un rôle, avec concentration d'ions au voisinage d'une électrode ou des deux électrodes, les résultats peuvent être douteux.

À moins que l'effet de la dégradation thermique ne soit particulièrement exigé, l'éprouvette doit être maintenue à la température d'essai suffisamment longtemps pour atteindre l'équilibre thermique. Il convient de déterminer le temps maximal admissible pendant lequel l'éprouvette est soumise à la température d'essai, en comparant les valeurs de la résistance (tension d'essai appliquée pendant une minute) mesurées périodiquement pendant une durée correspondant au temps probable d'essai ou dépassant ce temps (à l'aide d'une éprouvette supplémentaire).

Après une série d'essais à des températures progressivement plus élevées, un mesurage supplémentaire doit être réalisé à la température initiale, afin de déterminer si l'exposition à des températures élevées est à l'origine d'une modification permanente des éprouvettes.