

**NORME  
INTERNATIONALE  
INTERNATIONAL  
STANDARD**

**CEI  
IEC**

**60455-2**

Deuxième édition  
Second edition  
1998-12

---

---

**Composés réactifs à base de résines  
utilisés comme isolants électriques –**

**Partie 2:  
Méthodes d'essai**

**Resin based reactive compounds  
used for electrical insulation –**

**Part 2:  
Methods of test**



Numéro de référence  
Reference number  
CEI/IEC 60455-2:1998

## Numéros des publications

Depuis le 1er 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**

**60455-2**

Deuxième édition  
Second edition  
1998-12

---

---

**Composés réactifs à base de résines  
utilisés comme isolants électriques –**

**Partie 2:  
Méthodes d'essai**

**Resin based reactive compounds  
used for electrical insulation –**

**Part 2:  
Methods of test**

© IEC 1998 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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

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

International Electrotechnical Commission  
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembe Geneva, Switzerland  
e-mail: [inmail@iec.ch](mailto:inmail@iec.ch) IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale  
International Electrotechnical Commission  
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX  
PRICE CODE

**T**

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

## SOMMAIRE

|                                                                                                           | Pages |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| AVANT-PROPOS .....                                                                                        | 6     |
| INTRODUCTION .....                                                                                        | 8     |
| <br>                                                                                                      |       |
| Pages                                                                                                     |       |
| 1 Domaine d'application .....                                                                             | 10    |
| 2 Références normatives.....                                                                              | 10    |
| 3 Définitions.....                                                                                        | 16    |
| 4 Observations générales sur les méthodes d'essai.....                                                    | 18    |
| 5 Méthodes d'essai pour les composés réactifs et leurs composants.....                                    | 18    |
| 5.1 Point éclair (1, 2 et 3).....                                                                         | 18    |
| 5.2 Masse volumique (1, 2 et 3) .....                                                                     | 18    |
| 5.3 Viscosité (1, 2 et 3) .....                                                                           | 20    |
| 5.4 Durée de vie de stockage (1, 2 et 3) .....                                                            | 20    |
| 5.5 Température de ramollissement (1 et 2) .....                                                          | 20    |
| 5.6 Teneur en cendres (1 et 2).....                                                                       | 20    |
| 5.7 Teneur en charge (1 et 2).....                                                                        | 20    |
| 5.8 Teneur en chlore.....                                                                                 | 20    |
| 5.8.1 Teneur en chlore totale des polyesters insaturés et des résines<br>époxydes (1 et 2) .....          | 20    |
| 5.8.2 Teneur en chlore inorganique des résines époxydes et des esters<br>de glycidyl (1) .....            | 20    |
| 5.8.3 Teneur en chlore facilement saponifiable des résines époxydes<br>et des matériaux connexes (1)..... | 20    |
| 5.9 Equivalent époxyde des résines époxydes (1).....                                                      | 22    |
| 5.10 Teneur en eau (Méthode de Karl Fischer) (1 et 2).....                                                | 22    |
| 5.11 Indice d'hydroxyle .....                                                                             | 22    |
| 5.11.1 Résines polyesters (1).....                                                                        | 22    |
| 5.11.2 Résines autres que le polyester (1).....                                                           | 22    |
| 5.12 Indice d'acide des résines polyester (1) .....                                                       | 22    |
| 5.13 Nombre de doubles liaisons des polyesters insaturés et des résines<br>acryliques (1) .....           | 22    |
| 5.14 Teneur en acide et anhydride d'acide des durcisseurs anhydride d'acide (2) .....                     | 22    |
| 5.15 Teneur en amine (2).....                                                                             | 22    |
| 5.16 Durée de vie en pot (3).....                                                                         | 22    |
| 5.17 Temps de gélification .....                                                                          | 22    |
| 5.17.1 Composés à base de polyester insaturé (3) .....                                                    | 22    |
| 5.17.2 Composés à base de résine phénolique (3) .....                                                     | 24    |
| 5.17.3 Autres composés (3) .....                                                                          | 24    |
| 5.18 Montée exothermique de température .....                                                             | 24    |
| 5.18.1 Composés à base de polyester insaturé (3) .....                                                    | 24    |
| 5.18.2 Composés autres que ceux à base de polyester insaturé (3).....                                     | 24    |
| 5.19 Retrait total en volume des époxydes et des composés à base de polyester<br>insaturé (3) .....       | 24    |

## CONTENTS

|                                                                                              | Page |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| FOREWORD .....                                                                               | 7    |
| INTRODUCTION .....                                                                           | 9    |
| Clause                                                                                       |      |
| 1 Scope .....                                                                                | 11   |
| 2 Normative references .....                                                                 | 11   |
| 3 Definitions .....                                                                          | 17   |
| 4 General notes on methods of test .....                                                     | 19   |
| 5 Methods of test for reactive compounds and their components .....                          | 19   |
| 5.1 Flash point (1, 2 and 3) .....                                                           | 19   |
| 5.2 Density (1, 2 and 3) .....                                                               | 19   |
| 5.3 Viscosity (1, 2 and 3) .....                                                             | 21   |
| 5.4 Shelf life (1, 2 and 3) .....                                                            | 21   |
| 5.5 Softening temperature (1 and 2) .....                                                    | 21   |
| 5.6 Ash content (1 and 2) .....                                                              | 21   |
| 5.7 Filler content (1 and 2) .....                                                           | 21   |
| 5.8 Chlorine content .....                                                                   | 21   |
| 5.8.1 Total chlorine content of unsaturated polyesters and epoxide resins (1 and 2) .....    | 21   |
| 5.8.2 Inorganic chlorine content of epoxide resins and glycidyl esters (1) .....             | 21   |
| 5.8.3 Easily saponifiable chlorine content of epoxide resins and related materials (1) ..... | 21   |
| 5.9 Epoxide equivalent of epoxide resins (1) .....                                           | 23   |
| 5.10 Water content (Karl Fischer method) (1 and 2) .....                                     | 23   |
| 5.11 Hydroxyl value .....                                                                    | 23   |
| 5.11.1 Polyester resins (1) .....                                                            | 23   |
| 5.11.2 Resins other than polyester (1) .....                                                 | 23   |
| 5.12 Acid value of polyester resins (1) .....                                                | 23   |
| 5.13 Amount of double bonds of unsaturated polyester and acrylate resins (1) .....           | 23   |
| 5.14 Acid and acid-anhydride content of acid-anhydride hardeners (2) .....                   | 23   |
| 5.15 Amine value (2) .....                                                                   | 23   |
| 5.16 Pot life (3) .....                                                                      | 23   |
| 5.17 Gel time .....                                                                          | 23   |
| 5.17.1 Unsaturated polyester based compounds (3) .....                                       | 23   |
| 5.17.2 Phenolic resin based compounds (3) .....                                              | 25   |
| 5.17.3 Other compounds (3) .....                                                             | 25   |
| 5.18 Exothermic temperature rise .....                                                       | 25   |
| 5.18.1 Unsaturated polyester based compounds (3) .....                                       | 25   |
| 5.18.2 Compounds other than unsaturated polyester based (3) .....                            | 25   |
| 5.19 Total volume shrinkage of epoxide and unsaturated polyester based compounds (3) .....   | 25   |

| Articles                                                                                                    | Pages |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| 6 Méthodes d'essai des composés réactifs durcis.....                                                        | 24    |
| 6.1 Eprouvettes.....                                                                                        | 24    |
| 6.1.1 Préparation du composé réactif .....                                                                  | 24    |
| 6.1.2 Préparation des éprouvettes .....                                                                     | 24    |
| 6.1.3 Type et nombre d'éprouvettes .....                                                                    | 26    |
| 6.2 Masse volumique .....                                                                                   | 26    |
| 6.3 Propriétés mécaniques.....                                                                              | 26    |
| 6.3.1 Propriétés en traction .....                                                                          | 26    |
| 6.3.2 Propriétés en compression .....                                                                       | 26    |
| 6.3.3 Propriétés en flexion .....                                                                           | 28    |
| 6.3.4 Résistance au choc .....                                                                              | 28    |
| 6.3.5 Dureté.....                                                                                           | 28    |
| 6.4 Propriétés thermiques .....                                                                             | 28    |
| 6.4.1 Pouvoir agglomérant à température élevée.....                                                         | 28    |
| 6.4.2 Dilatation thermique linéaire .....                                                                   | 28    |
| 6.4.3 Conductivité thermique .....                                                                          | 28    |
| 6.4.4 Transition vitreuse.....                                                                              | 30    |
| 6.4.5 Inflammabilité.....                                                                                   | 30    |
| 6.4.6 Choc thermique .....                                                                                  | 30    |
| 6.4.7 Indice de température .....                                                                           | 30    |
| 6.5 Propriétés chimiques.....                                                                               | 32    |
| 6.5.1 Absorption d'eau .....                                                                                | 32    |
| 6.5.2 Effets des liquides chimiques .....                                                                   | 32    |
| 6.5.3 Résistance aux moisissures .....                                                                      | 32    |
| 6.5.4 Perméabilité à la vapeur d'eau.....                                                                   | 32    |
| 6.6 Propriétés électriques .....                                                                            | 32    |
| 6.6.1 Effet de l'immersion dans l'eau sur la résistivité transversale .....                                 | 32    |
| 6.6.2 Facteur de dissipation diélectrique ( $\tan \delta$ ) et permittivité relative ( $\epsilon_r$ ) ..... | 34    |
| 6.6.3 Tension de claquage et rigidité diélectrique .....                                                    | 36    |
| 6.6.4 Indice de tenue au cheminement (ITC) .....                                                            | 40    |
| 6.6.5 Corrosion électrolytique .....                                                                        | 40    |
| Figure 1 – Dispositif de montage pour la résistivité transversale.....                                      | 42    |
| Figure 2 – Exemple de disposition des électrodes pour les composés durcis et flexibles ..                   | 44    |
| Figure 3 – Exemple de disposition des électrodes pour les composés rigides et durcis.....                   | 46    |
| Annexe A – Bibliographie .....                                                                              | 48    |

| Clause                                                                                                | Page |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| 6 Methods of test for cured reactive compounds.....                                                   | 25   |
| 6.1 Test specimens.....                                                                               | 25   |
| 6.1.1 Preparation of the reactive compound.....                                                       | 25   |
| 6.1.2 Preparation of test specimens .....                                                             | 25   |
| 6.1.3 Type and number of test specimens .....                                                         | 27   |
| 6.2 Density .....                                                                                     | 27   |
| 6.3 Mechanical properties .....                                                                       | 27   |
| 6.3.1 Tensile properties.....                                                                         | 27   |
| 6.3.2 Compressive properties.....                                                                     | 27   |
| 6.3.3 Flexural properties .....                                                                       | 29   |
| 6.3.4 Impact strength .....                                                                           | 29   |
| 6.3.5 Hardness .....                                                                                  | 29   |
| 6.4 Thermal properties.....                                                                           | 29   |
| 6.4.1 Bond strength at elevated temperature .....                                                     | 29   |
| 6.4.2 Linear thermal expansion .....                                                                  | 29   |
| 6.4.3 Thermal conductivity .....                                                                      | 29   |
| 6.4.4 Glass transition .....                                                                          | 31   |
| 6.4.5 Flammability.....                                                                               | 31   |
| 6.4.6 Thermal shock .....                                                                             | 31   |
| 6.4.7 Temperature index .....                                                                         | 31   |
| 6.5 Chemical properties .....                                                                         | 33   |
| 6.5.1 Water absorption.....                                                                           | 33   |
| 6.5.2 Effect of liquid chemicals.....                                                                 | 33   |
| 6.5.3 Resistance to mould growth.....                                                                 | 33   |
| 6.5.4 Water vapour permeability.....                                                                  | 33   |
| 6.6 Electrical properties .....                                                                       | 33   |
| 6.6.1 Effect of water immersion on volume resistivity.....                                            | 33   |
| 6.6.2 Dielectric dissipation factor ( $\tan \delta$ ) and relative permittivity ( $\epsilon_r$ )..... | 35   |
| 6.6.3 Breakdown voltage and electric strength.....                                                    | 37   |
| 6.6.4 Proof tracking index (PTI).....                                                                 | 41   |
| 6.6.5 Electrolytic corrosion .....                                                                    | 41   |
| Figure 1 – Test set-up for volume resistivity .....                                                   | 43   |
| Figure 2 – Example of electrode arrangement for flexible cured compound.....                          | 45   |
| Figure 3 – Example of electrode arrangement for rigid cured compound.....                             | 47   |
| Annex A – Bibliography.....                                                                           | 49   |

# COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

## COMPOSÉS RÉACTIFS À BASE DE RÉSINES UTILISÉS COMME ISOLANTS ÉLECTRIQUES –

### Partie 2: Méthodes d'essai

#### AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ses normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60455-2 a été établie par le sous-comité 15C: Spécifications, du comité d'études 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 1977 et l'amendement 1 (1982). Cette édition constitue une révision technique.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

| FDIS              | Rapport de vote |
|-------------------|-----------------|
| 15C/893+1000/FDIS | 15C/1021/RVD    |

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

## INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**RESIN BASED REACTIVE COMPOUNDS USED  
FOR ELECTRICAL INSULATION –****Part 2: Methods of test****FOREWORD**

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60455-2 has been prepared by subcommittee 15C: Specifications, of IEC technical committee 15: Insulating materials.

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

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

| FDIS              | Report on voting |
|-------------------|------------------|
| 15C/893+1000/FDIS | 15C/1021/RVD     |

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

## INTRODUCTION

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

Cette série comprend trois parties:

- Partie 1: Définitions et prescriptions générales (CEI 60455-1)<sup>1)</sup>;
- Partie 2: Méthodes d'essai (CEI 60455-2);
- Partie 3: Spécifications pour matériaux particuliers (CEI 60455-3).

---

<sup>1)</sup> A publier.

## INTRODUCTION

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

The series consists of three parts:

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

---

<sup>1)</sup> To be published.

# COMPOSÉS RÉACTIFS À BASE DE RÉSINES UTILISÉS COMME ISOLANTS ÉLECTRIQUES –

## Partie 2: Méthodes d'essai

### 1 Domaine d'application

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

### 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de la CEI 60455. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de la CEI 60455 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

CEI 60050(212):1990, *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) – Chapitre 212: Isolants solides, liquides et gazeux*

CEI 60068-2-10:1988, *Essais d'environnement – Deuxième partie: Essais – Essai J et guide: Moisissures*

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

CEI 60112:1979, *Méthode pour déterminer les indices de résistance et de tenue au cheminement des matériaux isolants solides dans des conditions humides*

CEI 60216-1:1990, *Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques – Partie 1: Guide général relatif aux méthodes de vieillissement et à l'évaluation des résultats d'essai*

CEI 60216-2:1990, *Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques – Partie 2: Choix de critères d'essai*

CEI 60216-3-1:1990, *Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques – Partie 3 Instructions pour le calcul des caractéristiques d'endurance thermique – Section 1: Calculs basés sur les valeurs moyennes des résultats complets normalement distribués*

CEI 60216-3-2:1993, *Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques – Partie 3: Instructions pour le calcul des caractéristiques d'endurance thermique – Section 2: Calculs applicables aux résultats incomplets: résultats des essais d'épreuve de durée inférieure ou égale au temps médian pour atteindre le point limite (groupes d'essai égaux)*

## RESIN BASED REACTIVE COMPOUNDS USED FOR ELECTRICAL INSULATION –

### Part 2: Methods of test

#### 1 Scope

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

#### 2 Normative references

The following normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this part of IEC 60455. For dated references, subsequent amendments to, or revisions of, any of these publications do not apply. However, parties to agreements based on this part of IEC 60455 are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the normative documents indicated below. For undated references, the latest edition of the normative document referred to applies. Members of ISO and IEC maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 60050(212):1990, *International Electrotechnical Vocabulary (IEV) – Chapter 212: Insulating solids, liquids and gases*

IEC 60068-2-10:1988, *Environmental testing – Part 2: Tests. Test J and guidance: Mould growth*

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

IEC 60112:1979, *Method for determining the comparative and the proof tracking indices of solid insulating materials under moist conditions*

IEC 60216-1:1990, *Guide for the determination of thermal endurance properties of electrical insulating materials – Part 1: General guidelines for ageing procedures and evaluation of test results*

IEC 60216-2:1990, *Guide for the determination of thermal endurance properties of electrical insulating materials – Part 2: Choice of test criteria*

IEC 60216-3-1:1990, *Guide for the determination of thermal endurance properties of electrical insulating materials – Part 3: Instructions for calculating thermal endurance characteristics – Section 1: Calculations using mean values of normally distributed complete data*

IEC 60216-3-2:1993, *Guide for the determination of thermal endurance properties of electrical insulating materials – Part 3: Instructions for calculating thermal endurance characteristics – Section 2: Calculations for incomplete data: proof test results up to and including the median time to end-point (equal test groups)*

CEI 60216-4-1:1990, *Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques – Partie 4: Etuves de vieillissement – Section 1: Etuves à une seule chambre*

CEI 60216-5:1990, *Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques – Partie 5: Guide pour l'utilisation des caractéristiques d'endurance thermique*

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

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

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

CEI 60426:1973, *Méthodes d'essais pour la détermination de la corrosion électrolytique en présence de matériaux isolants*

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

CEI 60455-3 (toutes les parties), *Spécification relative aux composés résineux polymérisables sans solvant utilisés comme isolants électriques – Troisième partie: Spécifications pour les matériaux particuliers*

CEI 60707:1981, *Méthodes d'essai pour évaluer l'inflammabilité des matériaux isolants électriques solides soumis à une source d'allumage*

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

CEI 61006:1991, *Méthodes d'essai pour la détermination de la température de transition vitreuse des matériaux isolants électriques*

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

CEI 61099:1992, *Spécifications pour esters organiques de synthèse neufs à usages électriques*

ISO 37:1994, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique – Détermination des caractéristiques de contrainte – déformation en traction*

ISO 62:1980, *Plastique – Détermination de l'absorption d'eau*<sup>1)</sup>

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

ISO 175:1981, *Plastiques – Détermination de l'action des agents chimiques liquides y compris l'eau*

---

1) Révision à publier.

IEC/TR 60216-4-1:1990, *Guide for the determination of thermal endurance properties of electrical insulating materials – Part 4: Ageing ovens – Section 1: Single-chamber ovens*

IEC 60216-5:1998, *Guide for the determination of thermal endurance properties of electrical insulating materials – Part 5: Guidelines for application of thermal endurance characteristics*

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

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

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

IEC 60426:1973, *Test methods for determining electrolytic corrosion with insulating materials*

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

IEC 60455-3 (all parts), *Specification for solventless polymerisable resinous compounds used for electrical insulation – Part 3: Specifications for individual materials*

IEC 60707:1981, *Methods of test for the determination of the flammability of solid electrical insulating materials when exposed to an igniting source*

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

IEC 61006:1991, *Methods of test for the determination of the glass transition temperature of electrical insulating materials*

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

IEC 61099:1992, *Specifications for unused synthetic organic esters for electrical purposes*

ISO 37:1994, *Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of tensile stress-strain properties*

ISO 62:1980, *Plastics – Determination of water absorption*<sup>1)</sup>

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

ISO 175:1981, *Plastics – Determination of the effects of liquid chemicals, including water*

---

<sup>1)</sup> Revision to be published.

ISO 178:1993, *Plastiques – Détermination des caractéristiques de propriétés en flexion*

ISO 179:1993, *Plastiques – Détermination de la résistance au choc Charpy* <sup>1)</sup>

ISO 306:1987, *Plastiques – Matières thermoplastiques – Détermination de la température de ramollissement Vicat (VST)*

ISO 527 (toutes les parties), *Matières plastiques – Détermination des caractéristiques en traction*

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

ISO 604:1993, *Plastiques – Détermination des propriétés en compression*

ISO 868:1985, *Plastiques et ébonite – Détermination de la dureté par pénétration au moyen d'un duromètre (dureté Shore)*

ISO 1183:1987, *Plastiques – Méthodes pour déterminer la masse volumique et la densité relative des plastiques non alvéolaires*

ISO 1512:1991, *Peinture et vernis – Echantillonnage des produits sous forme liquide ou en pâte*

ISO 1513:1992, *Peintures et vernis – Examen et préparation des échantillons pour essais*

ISO 1523:1983, *Peintures, vernis, pétrole et produits assimilés – Détermination du point d'éclair – Méthode à l'équilibre en vase clos*

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

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

ISO 2114:1996, *Plastiques – Résines de polyesters non saturés – Détermination de l'indice d'acide partiel et de l'indice d'acide total*

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

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

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

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

ISO 2592:1973, *Produits pétroliers – Détermination des points éclair et de feu – Méthode Cleveland en vase ouvert* <sup>1)</sup>

---

<sup>1)</sup> Révision à publier.

ISO 178:1993, *Plastics – Determination of flexural properties*

ISO 179:1993, *Plastics – Determination of Charpy impact strength* <sup>1)</sup>

ISO 306:1994, *Plastics – Thermoplastic materials – Determination of Vicat softening temperature (VST)*

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

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

ISO 604:1993, *Plastics – Determination of compressive properties*

ISO 868:1985, *Plastics and ebonite – Determination of indentation hardness by means of a durometer (Shore hardness)*

ISO 1183:1987, *Plastics – Methods for determining the density and relative density of non-cellular plastics*

ISO 1512:1991, *Paints and varnishes – Sampling of products in liquid or paste form*

ISO 1513:1992, *Paints and varnishes – Examination and preparation of samples for testing*

ISO 1523:1983, *Paints, varnishes, petroleum and related products – Determination of flashpoint – Closed cup equilibrium method*

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

ISO 2039-1:1993, *Plastics – Determination of hardness – Part 1: Ball indentation method*

ISO 2114:1996, *Plastics – Unsaturated polyester resins – Determination of partial acid value and total acid value*

ISO 2431:1993, *Paints and varnishes – Determination of flow time by use of flow cups*

ISO 2535:1997, *Plastics – Unsaturated polyester resins – Measurement of gel time at 25 degrees C*

ISO 2554:1997, *Plastics – Unsaturated polyester resins – Determination of hydroxyl value*

ISO 2555:1989, *Plastics – Resins in the liquid state or as emulsions or dispersions – Determination of apparent viscosity by the Brookfield test method*

ISO 2592:1973, *Petroleum products – Determination of flash and fire points – Cleveland open cup method* <sup>1)</sup>

---

<sup>1)</sup> Revision to be published.

ISO 3001:1997, *Plastique – Composition époxyde – Détermination de l'équivalent époxyde*<sup>1)</sup>

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ISO 9702:1998, *Plastiques – Durcisseurs pour résines époxy – Détermination de la teneur en azote des groupes amine primaire, secondaire, tertiaire*

### 3 Définitions

Pour les besoins de cette partie de la CEI 60455, les définitions suivantes ainsi que celles de la CEI 60455-1 et de la CEI 60050(212) s'appliquent:

#### 3.1

##### **résistance transversale**

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

#### 3.2

##### **résistivité transversale**

résistance transversale ramenée à l'unité de volume

#### 3.3

##### **facteur de dissipation diélectrique ( $\tan \delta$ )**

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

---

<sup>1)</sup> Révision à publier.

ISO 3001:1997, *Plastics – Epoxide compounds – Determination of epoxide equivalent*<sup>1)</sup>

ISO 3219:1993, *Plastics – Polymers/resins in the liquid state or as emulsions or dispersions – Determination of viscosity using a rotational viscometer with defined shear rate*

ISO 3451-1:1997, *Plastics – Determination of ash – Part 1: General methods*

ISO 3521:1997, *Plastics – Unsaturated polyester and epoxy resins – Determination of overall volume shrinkage*

ISO 3679:1983, *Paints, varnishes, petroleum and related products – Determination of flashpoint – Rapid equilibrium method*

ISO 4573:1978, *Plastics – Epoxide resins and glycidyl esters – Determination of inorganic chlorine*

ISO 4583:1998, *Plastics – Epoxide resins and related materials – Determination of easily saponifiable chlorine*

ISO 4615:1979, *Plastics – Unsaturated polyesters and epoxide resins – Determination of total chlorine content*

ISO 4625:1980, *Binders for paints and varnishes – Determination of softening point – Ring-and-ball method*

ISO 7327:1994, *Plastics – Hardeners and accelerators for epoxide resins – Determination of free acid in acid anhydride*

ISO 9396:1997, *Plastics – Phenolic resins – Determination of the gel time at a given temperature using automatic apparatus*

ISO 9702:1998, *Plastics – Amine epoxide hardeners – Determination of primary, secondary and tertiary amine group nitrogen content*

### 3 Definitions

For the purpose of this part of IEC 60455, the following definitions, as well as the definitions of IEC 60455-1 and IEC 60050(212), apply:

#### 3.1

##### **volume resistance**

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

#### 3.2

##### **volume resistivity**

the volume resistance reduced to a cubical unit volume

#### 3.3

##### **dielectric dissipation factor ( $\tan \delta$ )**

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

---

<sup>1)</sup> Revision to be published.

### 3.4

#### **permittivité relative ( $\epsilon_r$ )**

rapport de la permittivité absolue sur la constante diélectrique

NOTE – En pratique, dans l'industrie, il est courant d'utiliser le terme de permittivité en faisant référence à la permittivité relative.

## **4 Observations générales sur les méthodes d'essai**

Sauf spécification contraire dans la norme de spécifications correspondante ou dans la méthode d'essai, tous les essais doivent être réalisés dans des conditions atmosphériques de température comprises entre 21 °C et 29 °C et d'humidité relative comprise entre 45 % et 70 %. Avant de faire les mesures, l'échantillon ou l'éprouvette doivent être préconditionnés dans ces conditions atmosphériques pendant un temps suffisant pour permettre à l'échantillon ou à l'éprouvette d'atteindre la stabilité. Pour prélever des échantillons dans du liquide ou dans une pâte, on doit appliquer l'ISO 1512. Pour préparer de tels échantillons en vue d'essai, on doit appliquer l'ISO 1513.

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

Normalement, toutes les exigences d'une méthode d'essai sont données dans la description, et les schémas sont conçus uniquement pour illustrer une disposition possible pour réaliser l'essai. Dans le cas où des antagonismes existent, entre la présente norme et les feuilles de spécifications de la CEI 60455-3, cette dernière prévaut.

Si une autre norme est évoquée comme méthode d'essai, la référence à cette norme doit être indiquée dans le rapport.

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

Les matériaux avant durcissement sont des résines (1), d'autres composants réactifs ou non (2) (par exemple des durcisseurs, accélérateurs, stabilisateurs, charges), et des composés réactifs prêts à l'emploi (3). Les numéros 1, 2 et/ou 3 indiquent l'application possible des méthodes d'essai décrites ci-dessous.

### **5.1 Point éclair (1, 2 et 3)**

Pour les températures de point éclair supérieures ou égales à 79 °C, la méthode donnée dans l'ISO 2592 doit être utilisée. Pour les températures de point éclair inférieures à 79 °C, la méthode donnée dans l'ISO 1523 doit être utilisée, avec une coupe fermée quelconque, telle qu'elle est décrite dans l'annexe A de cette norme. L'ISO 1523 doit être lue en liaison avec l'ISO 3679.

On doit faire deux mesures sur deux éprouvettes distinctes et les deux résultats relatifs au point éclair doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées.

### **5.2 Masse volumique (1, 2 et 3)**

On doit utiliser la méthode donnée dans l'ISO 1675. On doit faire deux mesures et les deux résultats concernant la masse volumique doivent être consignés.

### 3.4

#### **relative permittivity ( $\epsilon_r$ )**

ratio of the absolute permittivity to the electric constant

NOTE – In practical engineering, it is usual to employ the term 'permittivity' when referring to relative permittivity.

## **4 General notes on methods of test**

Unless otherwise specified in the relevant specification standard or in the method of test, all tests shall be carried out at atmospheric conditions in a temperature range of between 21 °C and 29 °C and a relative humidity range of between 45 % and 70 %. Before measurements are made, the sample or test specimen shall be pre-conditioned under these atmospheric conditions for a time sufficient to allow the sample or the test specimen to reach stability. For taking samples in liquid or paste form, ISO 1512 shall be applied. For preparation of such samples for testing, ISO 1513 shall be applied.

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

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

When another standard is invoked for a test method, reference to that standard shall be included in the report.

## **5 Methods of test for reactive compounds and their components**

The materials before curing are resins (1), other reactive or non-reactive components (2) (for instance hardener, accelerator, stabilizer, filler), and the ready-to-use reactive compound (3). The numbers 1, 2 and/or 3 indicate the possible application of the methods of test described below.

### **5.1 Flash point (1, 2 and 3)**

For flash point temperatures of 79 °C and above, the method given in ISO 2592 shall be used. For flash point temperatures below 79 °C, the method given in ISO 1523 shall be used with any of the closed-cup apparatus as described in annex A of that standard. ISO 1523 shall be read in conjunction with ISO 3679.

Two measurements shall be made on two separate samples, and the two results of flash point shall be reported along with reference to the standards applied.

### **5.2 Density (1, 2 and 3)**

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

### 5.3 Viscosité (1, 2 et 3)

La viscosité doit être déterminée avec un dispositif adapté, à la température de  $(23 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ . Si un dispositif de type rotatif est utilisé, il doit être conforme à l'ISO 2555 (de type Brookfield) ou à l'ISO 3219 (de type fonctionnant à un taux de cisaillement défini). Si on utilise un matériel de type à écoulement, la méthode d'essai et la coupe d'écoulement doivent être conformes à l'ISO 2431.

Deux mesures doivent être faites et les deux résultats relatifs à la viscosité doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées.

### 5.4 Durée de vie de stockage (1, 2 et 3)

La durée de vie de stockage doit être déterminée en mesurant les variations d'une propriété caractéristique spécifiée après un certain temps de stockage et pour une température donnée. L'expérience a montré que la viscosité indiquée conformément à 5.3, et le temps de gélification indiqué conformément à 5.17 sont des caractéristiques appropriées. Pour déterminer la durée de vie de stockage, on doit déterminer la viscosité et/ou le temps de gélification, conformément à 5.3 et/ou 5.17, respectivement pour une température et un point limite, pour lesquels un accord existe entre fournisseur et acheteur. On doit faire deux mesures, chacune réalisée sur un matériau fraîchement préparé et sur un matériau stocké pendant une durée et à une température pour lesquelles fournisseur et acheteur ont passé un accord. Les deux résultats concernant la durée de vie de stockage doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées. Les résultats doivent comprendre la viscosité et/ou le temps de gélification avant et après stockage, le temps et la température de stockage ainsi que la température d'essai.

### 5.5 Température de ramollissement (1 et 2)

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

### 5.6 Teneur en cendres (1 et 2)

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

### 5.7 Teneur en charge (1 et 2)

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

### 5.8 Teneur en chlore

#### 5.8.1 Teneur en chlore totale des polyesters insaturés et des résines époxydes (1 et 2)

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

#### 5.8.2 Teneur en chlore inorganique des résines époxydes et des esters de glycidyl (1)

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

#### 5.8.3 Teneur en chlore facilement saponifiable des résines époxydes et des matériaux connexes (1)

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

### 5.3 Viscosity (1, 2 and 3)

The viscosity shall be determined with a suitable device at  $(23 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ . If a rotating type of device is used, it shall be in accordance with ISO 2555 (Brookfield type) or with ISO 3219 (a type working at defined shear rate). If an efflux type of equipment is used, the method of test and the flow cup shall be in accordance with ISO 2431.

Two measurements shall be made, and the two results of viscosity shall be reported, along with reference to the standards applied.

### 5.4 Shelf life (1, 2 and 3)

The shelf life shall be determined by measurement of the change in a specified characteristic property after a certain storage time and temperature. Experience has shown that viscosity according to 5.3 and gel time according to 5.17 are appropriate characteristics. To assess shelf life, viscosity and/or gel time shall be determined according to 5.3 and/or 5.17 respectively, at a temperature and with an end-point as agreed upon between supplier and purchaser. Two measurements shall be made on both fresh material and on material stored for a time and at a temperature as agreed between supplier and purchaser. The two results of shelf life shall be reported, along with reference to the standards applied. The results shall contain the viscosity and/or the gel time before and after storing, the storing time and temperature and the test temperature.

### 5.5 Softening temperature (1 and 2)

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

### 5.6 Ash content (1 and 2)

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

### 5.7 Filler content (1 and 2)

Method of test required, but not available.

### 5.8 Chlorine content

#### 5.8.1 Total chlorine content of unsaturated polyesters and epoxide resins (1 and 2)

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

#### 5.8.2 Inorganic chlorine content of epoxide resins and glycidyl esters (1)

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

#### 5.8.3 Easily saponifiable chlorine content of epoxide resins and related materials (1)

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

## **5.9 Equivalent époxyde des résines époxydes (1)**

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

## **5.10 Teneur en eau (méthode de Karl Fischer) (1 et 2)**

La méthode donnée dans la CEI 60814 doit être utilisée. Deux mesures doivent être faites et les deux résultats concernant la teneur en eau doivent être consignés.

## **5.11 Indice d'hydroxyle**

### **5.11.1 Résines polyesters (1)**

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

### **5.11.2 Résines autres que le polyester (1)**

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

## **5.12 Indice d'acide des résines polyester (1)**

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

## **5.13 Nombre de doubles liaisons des polyesters insaturés et des résines acryliques (1)**

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

## **5.14 Teneur en acide et anhydride d'acide des durcisseurs anhydride d'acide (2)**

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

## **5.15 Teneur en amine (2)**

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

## **5.16 Durée de vie en pot (3)**

On doit déterminer la durée de vie en pot en mesurant la variation d'une propriété caractéristique spécifiée après mélange. Pour établir la durée de vie en pot, on doit déterminer la viscosité et/ou le temps de gélification conformément à 5.3 et/ou 5.17, respectivement à une température et pour un point limite tels qu'ils ont fait l'objet d'un accord entre fournisseur et acheteur. On doit faire deux mesures, chacune sur un matériau fraîchement préparé et sur un matériau stocké après mélange pendant une durée et à une température pour lesquelles il existe un accord entre fournisseur et acheteur. Les deux résultats concernant la durée de vie en pot doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées. Le rapport doit comprendre la viscosité et/ou le temps de gélification avant et après stockage, le temps et la température de stockage ainsi que la température d'essai.

## **5.17 Temps de gélification**

### **5.17.1 Composés à base de polyester insaturé (3)**

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

## **5.9 Epoxide equivalent of epoxide resins (1)**

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

## **5.10 Water content (Karl Fischer method) (1 and 2)**

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

## **5.11 Hydroxyl value**

### **5.11.1 Polyester resins (1)**

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

### **5.11.2 Resins other than polyester (1)**

Method of test required, but not available.

## **5.12 Acid value of polyester resins (1)**

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

## **5.13 Amount of double bonds of unsaturated polyester and acrylate resins (1)**

Method of test required, but not available.

## **5.14 Acid and acid-anhydride content of acid-anhydride hardeners (2)**

Method of test required, but not available.

## **5.15 Amine value (2)**

Method of test required, but not available.

## **5.16 Pot life (3)**

Pot life shall be determined by measurement of the change in a specified characteristic property after mixing. To assess pot life, viscosity and/or gel time shall be determined according to 5.3 and/or 5.17 respectively, at a temperature and with an end-point as agreed upon between supplier and purchaser. Two measurements shall be made, both on freshly prepared material and on material stored after preparation for a time and at a temperature as agreed between supplier and purchaser. The two results of pot life shall be reported along with reference to the standards applied. The report shall contain the viscosity and/or the gel time before and after storing, the storing time and temperature and the test temperature.

## **5.17 Gel time**

### **5.17.1 Unsaturated polyester based compounds (3)**

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

### **5.17.2 Composés à base de résine phénolique (3)**

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

### **5.17.3 Autres composés (3)**

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

## **5.18 Montée exothermique de température**

### **5.18.1 Composés à base de polyester insaturé (3)**

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

### **5.18.2 Composés autres que ceux à base de polyester insaturé (3)**

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

## **5.19 Retrait total en volume des époxydes et des composés à base de polyester insaturé (3)**

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

## **6 Méthodes d'essai des composés réactifs durcis**

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

### **6.1 Eprouvettes**

Si le terme "éprouvette d'essai" est utilisé, il signifie: parties solides d'un matériau durci, mis en forme conformément à la méthode d'essai correspondante. Dans la suite du texte, de telles "éprouvettes d'essai" sont désignées par "éprouvettes".

#### **6.1.1 Préparation du composé réactif**

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

#### **6.1.2 Préparation des éprouvettes**

Les éprouvettes doivent être préparées dans les conditions spécifiées par la méthode d'essai particulière, dans la feuille de spécifications de la CEI 60455-3 ou conformément aux accords existant entre fournisseur et acheteur. Cela comprend le processus de moulage en ce qui concerne la température et le vide réalisé, les conditions de durcissement en ce qui concerne la température, la durée ou la programmation "température-temps", l'extraction du moule, ainsi que le recuit et le refroidissement.

### **5.17.2 Phenolic resin based compounds (3)**

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

### **5.17.3 Other compounds (3)**

Method of test required, but not available.

## **5.18 Exothermic temperature rise**

### **5.18.1 Unsaturated polyester based compounds (3)**

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

### **5.18.2 Compounds other than unsaturated polyester based (3)**

Method of test required, but not available.

### **5.19 Total volume shrinkage of epoxide and unsaturated polyester based compounds (3)**

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

## **6 Methods of test for cured reactive compounds**

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

### **6.1 Test specimens**

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

#### **6.1.1 Preparation of the reactive compound**

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

#### **6.1.2 Preparation of test specimens**

Specimens shall be prepared under conditions as specified in the particular method of test in the relevant specification sheet of IEC 60455-3, or as agreed upon between supplier and purchaser. This includes the casting process with respect to temperature and vacuum, the curing conditions with respect to temperature, and time or temperature-time programme, the removal from the mould and annealing and cooling.

Les composés réactifs, qui conformément aux instructions données par le fournisseur, durcissent à la température ambiante, atteignent généralement le stade final à la température ambiante, uniquement après plusieurs jours ou plusieurs semaines. Pour réaliser dans de tels cas un degré défini de durcissement, de tels composés doivent être durcis pendant 24 h à la température ambiante et immédiatement après pendant 24 h à 80 °C ou selon les accords passés entre fournisseur et acheteur.

Les éprouvettes doivent être moulées dans la forme adaptée, conformément aux dimensions données dans la méthode d'essai, ou doivent être préparées à partir des pièces moulées. Elles doivent être exemptes de vide, de bulle, d'entaille et d'éraflure. Pendant l'usinage on doit éviter le chauffage excessif des surfaces de découpe par refroidissement, par exemple avec de l'eau.

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

### 6.1.3 Type et nombre d'éprouvettes

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

## 6.2 Masse volumique

On doit utiliser la méthode A ou la méthode B, données dans l'ISO 1183. On doit faire deux mesures. Le type de préparation, les dimensions de l'éprouvette, la méthode utilisée, ainsi que les deux résultats concernant la masse volumique doivent être consignés.

## 6.3 Propriétés mécaniques

### 6.3.1 Propriétés en traction

#### 6.3.1.1 Matériau rigide

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

#### 6.3.1.2 Matériau flexible

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

### 6.3.2 Propriétés en compression

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

Reactive compounds, which according to the instructions given by the supplier, cure at ambient temperature, generally reach the final state at ambient temperature only after days or weeks. To achieve a defined degree of cure in such conditions, the compounds shall be cured for 24 h at ambient temperature and immediately thereafter for 24 h at 80 °C, or as agreed between supplier and purchaser.

Specimens shall be cast in the proper shape according to the dimensions given in the method of test, or shall be prepared from cast pieces. They shall be free of voids, bubbles, nicks and scratches. During machining, excessive heating of the machined surfaces shall be avoided by cooling, for instance with water.

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

### **6.1.3 Type and number of test specimens**

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

## **6.2 Density**

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

## **6.3 Mechanical properties**

### **6.3.1 Tensile properties**

#### **6.3.1.1 Rigid material**

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

#### **6.3.1.2 Flexible material**

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

### **6.3.2 Compressive properties**

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

### 6.3.3 Propriétés en flexion

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

### 6.3.4 Résistance au choc

#### 6.3.4.1 Eprouvette non entaillée

La méthode donnée dans l'ISO 179 doit être utilisée. On doit essayer dix éprouvettes. Le type de préparation, les dimensions et le type d'éprouvette ainsi que les dix résultats concernant la résistance au choc doivent être consignés.

#### 6.3.4.2 Eprouvette entaillée

La méthode donnée dans l'ISO 179 doit être utilisée avec une éprouvette entaillée. On doit essayer dix éprouvettes. Le type de préparation, les dimensions et le type d'éprouvette ainsi que les dix résultats concernant la résistance au choc doivent être consignés.

### 6.3.5 Dureté

#### 6.3.5.1 Matériau rigide

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

#### 6.3.5.2 Matériau flexible

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

## 6.4 Propriétés thermiques

### 6.4.1 Pouvoir agglomérant à température élevée

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

### 6.4.2 Dilatation thermique linéaire

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

### 6.4.3 Conductivité thermique

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

### **6.3.3 Flexural properties**

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

### **6.3.4 Impact strength**

#### **6.3.4.1 Unnotched specimens**

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

#### **6.3.4.2 Notched specimens**

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

### **6.3.5 Hardness**

#### **6.3.5.1 Rigid material**

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

#### **6.3.5.2 Flexible material**

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

## **6.4 Thermal properties**

### **6.4.1 Bond strength at elevated temperature**

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

### **6.4.2 Linear thermal expansion**

Method of test required, but not available.

### **6.4.3 Thermal conductivity**

Method of test required, but not available.

## **6.4.4 Transition vitreuse**

### **6.4.4.1 Température de transition vitreuse**

Une des méthodes données dans la CEI 61006 doit être utilisée. On doit faire deux mesures. Le type de préparation, et si cela s'applique, les dimensions des éprouvettes, la méthode utilisée (A: DSC ou DTA, B1: TMA, mode dilatation, ou B2: TMA, mode pénétration), tout comme les deux résultats concernant les températures de transition vitreuse doivent être consignés.

### **6.4.4.2 Température de fléchissement sous charge**

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

NOTE – La température de fléchissement sous charge est de même nature que la température de transition vitreuse, mais les méthodes données dans l'ISO 75 ne permettent pas de déterminer des températures inférieures à 40 °C. Il est par conséquent recommandé d'appliquer de préférence les méthodes conformes à 6.4.4.1.

## **6.4.5 Inflammabilité**

Les méthodes FH et FV données dans la CEI 60707 doivent être utilisées. Pour chacune des méthodes on doit essayer cinq éprouvettes. La méthode FH doit s'appliquer uniquement au cas où les résultats donnés par la méthode FV sont plus mauvais que ceux de la catégorie FV 2. Le type de préparation et les dimensions des éprouvettes, ainsi que le résultat concernant l'inflammabilité, obtenus avec la méthode FV, et si cela s'applique, avec la méthode FH, doivent être consignés.

## **6.4.6 Choc thermique**

Méthode d'essai nécessaire mais pas encore disponible.

## **6.4.7 Indice de température**

NOTE – L'indice de température dépend du choix fait sur le critère d'essai et le point limite. Par conséquent pour un même matériau les résultats concernant l'indice de température peuvent varier de 80 K ou plus.

### **6.4.7.1 Procédure**

La méthode donnée dans la CEI 60216 doit être utilisée. Le critère d'essai et le critère de fin de vie doivent être conformes à la feuille de spécifications correspondant à la CEI 60455-3 ou doivent faire l'objet d'un accord entre fournisseur et acheteur. On doit utiliser les deux critères d'essai. Pour chaque critère d'essai, on doit appliquer au moins trois températures d'exposition. La différence entre deux températures d'exposition successives ne doit pas dépasser 20 K. Si le coefficient de corrélation est inférieur à 0,95, on doit essayer un ensemble d'éprouvettes supplémentaire pour une température d'exposition différente de celles choisies initialement.

NOTE – ISO 2578 est basée sur les principes indiqués dans la CEI 60216. En supprimant toutes les informations non nécessaires pour la planification et la conduite de l'expérimentation de l'indice de température, ainsi que pour le calcul des résultats, l'ISO 2578 est devenue un moyen pratique d'utilisation rapide, comme cela est demandé dans un laboratoire.

### **6.4.7.2 Résultat**

Pour chacun des critères d'essai, on doit consigner avec la référence aux normes utilisées, le type de préparation, le type d'éprouvette et leurs dimensions, ainsi que le nombre d'éprouvettes pour chaque essai, les températures d'exposition et les résultats. Les résultats de chaque essai doivent comprendre les temps de fin de vie des éprouvettes, le temps de fin

## **6.4.4 Glass transition**

### **6.4.4.1 Glass transition temperature**

One of the methods given in IEC 61006 shall be used. Two measurements shall be made. The kind of preparation and, if applicable, the dimensions of the specimen, the method used (A: DSC or DTA, B1: TMA, expansion mode, or B2: TMA, penetration mode), and the two results of glass transition temperature shall be reported.

### **6.4.4.2 Temperature of deflection under load**

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

NOTE – The temperature of deflection under load is of the same nature as the glass transition temperature, but the methods given in ISO 75 do not allow temperatures below 40 °C to be determined. It is therefore recommended to apply preferably the methods according to 6.4.4.1.

## **6.4.5 Flammability**

The methods FH and FV given in IEC 60707 shall be used. For each method five specimens shall be tested. Method FH shall be applied only in the case that the result according to method FV is worse than category FV 2. The kind of preparation and the dimensions of the test specimen, as well as the result of flammability obtained with method FV and, if applicable, with method FH, shall be reported.

## **6.4.6 Thermal shock**

Method of test required, but not available.

## **6.4.7 Temperature index**

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

### **6.4.7.1 Procedure**

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

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

### **6.4.7.2 Result**

For each test criterion, the kind of preparation and the type and dimensions of the specimen, the number of specimens for each test, the exposure temperatures, and the results shall be reported along with reference to the standards applied. The results for each test set shall contain the specimen end-point times, the time to end-point for each exposure temperature, a

de vie pour chaque température d'exposition, un graphique indiquant les valeurs de la propriété caractéristique en fonction du logarithme du temps de fin de vie, le graphique d'endurance thermique (ligne de régression du premier ordre) sur papier spécial, l'indice de température et le coefficient de corrélation.

## **6.5 Propriétés chimiques**

### **6.5.1 Absorption d'eau**

La méthode 1 (eau à 23 °C) et la méthode 3 (eau bouillante) données dans l'ISO 62 doivent être utilisées. Pour chacune des méthodes on doit essayer trois éprouvettes. Le type de préparation et les dimensions des éprouvettes, ainsi que les trois résultats concernant l'absorption d'eau obtenue pour chacune des deux méthodes 1 et 3 doivent être consignés. Une éprouvette non traitée doit être gardée en référence.

### **6.5.2 Effets des liquides chimiques**

La méthode donnée dans l'ISO 175 doit être utilisée. Sauf spécification contraire, la température du liquide d'essai doit être de  $(23 \pm 2)$  °C et la durée d'immersion doit être de  $(168 \pm 1)$  h (sept jours). Pour chaque solution d'essai on doit essayer trois éprouvettes. Le type de préparation et les dimensions de l'éprouvette, ainsi que le type du liquide d'essai et les trois résultats pour chaque liquide d'essai doivent être consignés. Pour chaque liquide d'essai, le résultat doit comprendre les modifications concernant l'apparence, les dimensions et la masse de chacune des trois éprouvettes. Une éprouvette non traitée doit être gardée en référence.

### **6.5.3 Résistance aux moisissures**

La méthode donnée dans la CEI 60068-2-10 doit être utilisée. On doit essayer trois éprouvettes conformes à 6.6.1.2 et les trois résultats concernant la moisissure doivent être consignés. Une éprouvette non traitée doit être gardée comme référence.

### **6.5.4 Perméabilité à la vapeur d'eau**

Méthode nécessaire mais pas encore disponible.

## **6.6 Propriétés électriques**

### **6.6.1 Effet de l'immersion dans l'eau sur la résistivité transversale**

La méthode donnée dans la CEI 60093 doit être utilisée. Si la CEI 60093 n'est pas applicable pour le matériau en essai, alors la méthode suivante peut être utilisée.

#### **6.6.1.1 Matériel**

On doit utiliser le matériel suivant:

- n'importe quel téraohmmètre disponible dans le commerce et ayant une précision de  $\pm 10$  %;
- un cylindre métallique à utiliser comme électrode sous tension (électrode supérieure), d'au moins 60 mm de diamètre, dont la masse exerce une pression d'environ 0,015 MPa sur l'éprouvette;
- deux disques en caoutchouc conducteur, ayant le même diamètre que l'électrode supérieure et de 3 mm à 5 mm d'épaisseur, avec une résistance maximale de 1 000  $\Omega$  et avec une dureté Shore A comprise entre 65 et 85;
- un cylindre métallique ayant le même diamètre que l'électrode supérieure et environ 70 mm de hauteur (électrode inférieure).

graph showing the property values as a function of the logarithm of the times to end-point, the thermal endurance graph (first order regression line) on thermal endurance graph paper, the temperature index, and the correlation coefficient.

## **6.5 Chemical properties**

### **6.5.1 Water absorption**

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

### **6.5.2 Effect of liquid chemicals**

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

### **6.5.3 Resistance to mould growth**

The method given in IEC 60068-2-10 shall be used. Three specimens according to 6.6.1.2 below shall be tested, and the three results of resistance to mould growth shall be reported. One untreated specimen shall be kept for reference.

### **6.5.4 Water vapour permeability**

Method of test required, but not available.

## **6.6 Electrical properties**

### **6.6.1 Effect of water immersion on volume resistivity**

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

#### **6.6.1.1 Equipment**

The following equipment shall be used:

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

### 6.6.1.2 Epreuve

L'éprouvette doit avoir une forme ronde ou carrée, avec un diamètre ou un côté plus grand que le diamètre de l'électrode supérieure, d'au moins 10 mm. L'épaisseur ne doit pas dépasser 3 mm et les surfaces planes doivent être parallèles. On doit préparer trois éprouvettes.

NOTE – L'éprouvette peut être coulée entre les plateaux, en utilisant comme entretoise un enroulement de fils émaillés ronds.

### 6.6.1.3 Procédure

La préparation de l'essai doit consister en la mise en place de l'éprouvette entre deux cylindres métalliques munis de disques en caoutchouc de séparation. Voir la figure 1 comme exemple de dispositif complet d'essai. La tension d'essai en courant continu doit être réglée pour fournir un champ électrique de moins de 1000 V/mm. L'éprouvette doit être essayée avant et après immersion dans de l'eau déminéralisée. Sauf spécification contraire la température de l'eau doit être comprise entre  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  et le temps d'immersion doit être de  $(168 \pm 1)$  h (sept jours).

Après immersion dans l'eau, la préparation d'essai doit être réalisée immédiatement après avoir retiré l'éprouvette de l'eau et après l'avoir insérée entre des filtres en papier pour extraire l'excès d'eau. La mesure de la résistance doit être faite à  $(15 \pm 1)$  min après avoir réalisé la préparation. On doit faire la lecture  $(60 \pm 5)$  s après le branchement.

Dans le cas où, par exemple, le diamètre de l'électrode supérieure est de 60 mm, on doit calculer la résistivité avec la formule:

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

où

$\rho$  est la résistivité en ohmmètres ( $\Omega\text{m}$ );

$d$  est l'épaisseur de l'éprouvette en millimètres (mm);

$R$  est la résistance mesurée en ohms ( $\Omega$ ).

Pour un diamètre  $D$  différent de l'électrode supérieure, remplacer le facteur 2,83 par la formule:

$$2,83D^2 / 3\,600 \text{ avec } D \text{ en millimètres.}$$

### 6.6.1.4 Résultat

On doit essayer trois éprouvettes. Le type de préparation ainsi que le diamètre des électrodes, les dimensions des éprouvettes, la tension d'essai utilisée et les trois résultats avant et après l'immersion dans l'eau doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées. Les résultats doivent comprendre la résistance transversale et la résistivité transversale.

## 6.6.2 Facteur de dissipation diélectrique ( $\tan \delta$ ) et permittivité relative ( $\epsilon_r$ )

La méthode donnée dans la CEI 60250 doit être utilisée. Si la CEI 60250 n'est pas applicable pour le matériau en essai, alors la méthode suivante peut être utilisée.

### 6.6.2.1 Matériel

Il est possible d'utiliser n'importe quel impédancemètre adapté et disponible dans le commerce, indiquant le facteur de dissipation diélectrique ( $\tan \delta$ ) et la permittivité relative ( $\epsilon_r$ ).

### 6.6.1.2 Test specimen

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

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

### 6.6.1.3 Procedure

The test set-up shall consist of the specimen placed between the two metal cylinders with the rubber disks as intervening layers. For an example of the complete test arrangement see figure 1. The d.c. test voltage shall be adjusted to provide an electrical field strength of not more than 1 000 V/mm. The specimen shall be tested before and after immersion in demineralized water. Unless otherwise specified, the temperature of the water shall be  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  and the time of immersion shall be  $(168 \pm 1)$  h (seven days).

After immersion in water the test set-up shall be made immediately after removing the specimen from the water and blotting it between filter papers to remove excessive water. The resistance measurement shall be taken  $(15 \pm 1)$  min after the test set-up is made. The reading shall be taken  $(60 \pm 5)$  s after electrification.

In the case where, for example, the diameter of the top electrode is 60 mm, resistivity shall be calculated as:

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

where

$\rho$  is the resistivity ( $\Omega\text{m}$ );

$d$  is the specimen thickness (mm);

$R$  is the measured resistance ( $\Omega$ ).

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

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

### 6.6.1.4 Result

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

## 6.6.2 Dielectric dissipation factor ( $\tan \delta$ ) and relative permittivity ( $\epsilon_r$ )

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

### 6.6.2.1 Equipment

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

### 6.6.2.2 Eprouvette

On doit utiliser une éprouvette conforme à 6.6.1.2.

### 6.6.2.3 Procédure

L'électrode supérieure doit avoir un diamètre d'au moins 40 mm et peut ou non être entourée par une électrode de garde. L'électrode inférieure doit avoir un diamètre supérieur à celui de l'électrode supérieure d'au moins 20 mm et doit être appliquée de manière concentrique par rapport à l'électrode supérieure.

Les électrodes doivent être réalisées en appliquant à la brosse un matériau conducteur tel que le graphite ou l'argent, ou par application d'un film métallique ayant une épaisseur inférieure ou égale à 0,005 mm, à l'aide d'une goutte d'huile, ou de tout autre moyen dont le mode opératoire est également adapté.

Sauf spécification contraire, l'essai doit être réalisé à la température de  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  avec une tension d'essai sinusoïdale de fréquence 1 kHz. Les connexions avec l'éprouvette doivent être réalisées conformément aux instructions du guide d'utilisation du dispositif d'essai.

### 6.6.2.4 Résultat

On doit essayer deux éprouvettes. Le type de préparation et les dimensions de l'éprouvette, ainsi que la température d'essai, les électrodes utilisées, la tension et la fréquence d'essai utilisées, et les deux résultats doivent être consignés avec la référence à la norme appliquée. Les résultats doivent comprendre le facteur de dissipation diélectrique et la permittivité relative.

## 6.6.3 Tension de claquage et rigidité diélectrique

La tension de claquage doit être mesurée en utilisant la CEI 60243-1. Si la CEI 60243-1 ne s'applique pas au matériau en essai, les articles 4 et 6 peuvent être modifiés comme suit.

### 6.6.3.1 Electrodes

Le dispositif d'essai doit être constitué d'une électrode sphérique et d'une électrode plane. L'électrode haute tension doit consister en une bille d'acier poli, ayant un rayon de  $(3 \pm 0,0005)$  mm pour des matériaux rigides, et de  $(10 \pm 0,0005)$  mm pour des matériaux flexibles. Les billes en acier poli ayant une rugosité de surface de moins de 0,001 mm, tels que celles utilisées dans les roulements à billes (classe III), sont facilement disponibles et ont été considérées comme adaptées à cette utilisation. L'électrode de mise à la terre doit être un plateau de diamètre de  $(75 \pm 1)$  mm avec des bords arrondis ayant un rayon de  $(3 \pm 0,1)$  mm. Pour la disposition complète de l'essai dans le cas des matériaux souples voir la figure 2. Dans le cas de matériaux rigides, l'électrode supérieure et l'éprouvette seront comme indiqué à la figure 3.

NOTE 1 – La disposition des électrodes sphère-plan donne, en comparaison avec la disposition plateau-plateau, un champ électrique légèrement plus fort, dépendant du rayon de l'électrode sphérique et de l'épaisseur de l'éprouvette.

EXEMPLE – Pour un rayon de 10 mm et une épaisseur de 0,1 mm, l'augmentation du champ comparée à celle du dispositif plateau-plateau est d'environ 10 %.

NOTE 2 – Si, pour faciliter le montage d'essai et la circulation du fluide vers l'électrode de terre placée au fond, on utilise un récipient cylindrique en verre de taille suffisante, ce récipient permet de voir le processus quand on applique la tension. Il permet également de se relier à la terre et d'alimenter en fluide via l'électrode de fond, le trop-plein de fluide se situant au sommet du récipient, voir la figure 2. Si une température élevée d'essai est nécessaire, une telle disposition permet d'utiliser le fluide pour le chauffage.

### 6.6.2.2 Test specimen

A test specimen in accordance with 6.6.1.2 shall be used.

### 6.6.2.3 Procedure

The top electrode shall have a diameter of at least 40 mm and may or may not be surrounded by a shield electrode. The bottom electrode shall have a diameter exceeding the diameter of the top electrode by at least 20 mm and shall be applied concentrically to the upper electrode.

The electrodes shall be provided by brushing a conductive dispersion such as graphite or silver, or by applying a metal foil of a thickness of not more than 0,005 mm, made to adhere with a drop of oil, or by any other equally suitable procedure.

Unless otherwise specified, the test shall be carried out at  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  with a sinusoidal test voltage at a frequency of 1 kHz. The connections to the specimen shall be in accordance with the instruction manual of the testing device.

### 6.6.2.4 Result

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

## 6.6.3 Breakdown voltage and electric strength

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

### 6.6.3.1 Electrodes

The electrode arrangement shall be the ball-to-plate type. The high-voltage electrode shall consist of a polished steel ball with a radius of  $(3 \pm 0,0005)$  mm for rigid material, and  $(10 \pm 0,0005)$  mm for flexible material. Polished steel balls with a surface roughness of less than 0,001 mm as used in ball bearings (class III) are easily available and have been found adequate for the purpose. The earth electrode shall be a plate with a diameter of  $(75 \pm 1)$  mm and with rounded edge of a radius of  $(3 \pm 0,1)$  mm. For the complete test arrangement for flexible material, see figure 2. In the case of rigid material, the upper electrode and the specimen shall be as shown in figure 3.

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

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

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

### 6.6.3.2 Eprouvettes

L'épaisseur de cette partie de l'éprouvette soumise au claquage ne doit pas dépasser 1 mm. L'épaisseur de n'importe laquelle des deux éprouvettes d'un ensemble ne doit pas varier de plus de 10 %.

NOTE – On trouve généralement que la rigidité diélectrique pour les composés réactifs durcis ayant une température de transition vitreuse supérieure à 80 °C est de 50 kV/mm à 100 kV/mm, et qu'elle peut même être supérieure, par exemple pour des composés à base d'époxyde cycloaliphatique durcis à chaud. Par conséquent les éprouvettes d'essai ayant une épaisseur nettement supérieure à 1 mm et une disposition d'électrodes de 25/75 mm, par exemple comme spécifié dans la CEI 60243-1, peuvent nécessiter des niveaux de tension allant au-dessus de 200 kV. Cela peut conduire à des conditions pour lesquelles on ne peut pas éviter un amorçage total ou partiel, le claquage résultant se situant à l'extérieur des électrodes.

#### 6.6.3.2.1 Matériau rigide

L'éprouvette doit avoir la forme d'un barreau cylindrique, réalisée en composé coulé, ayant un diamètre d'environ 30 mm et une longueur en millimètres égale à deux fois la valeur numérique supposée de la tension de claquage exprimée en kilovolts. Ce barreau doit contenir un fil conducteur central, muni d'une bille d'acier attachée à une des extrémités, en dehors de l'autre extrémité complètement prise dans le composé coulé.

Après avoir enlevé le moule, cette extrémité de l'éprouvette, à proximité de la bille-électrode doit être usinée jusqu'à l'épaisseur spécifiée, puis polie et revêtue d'une couche conductrice, par exemple une dispersion de graphite ou d'argent, qui sert d'électrode de masse. Pendant l'usinage, l'épaisseur doit être contrôlée au moyen d'un mesureur d'épaisseur de revêtement. Comme exemple de montage d'éprouvette, voir figure 3. Ce montage peut être adapté dans un récipient en verre, comme indiqué à la figure 2.

NOTE – Pour la coulée, on peut se servir d'un tube en verre comme moule, avec le fil d'alimentation et la bille-électrode correctement centrés à l'aide de moyens adaptés. Un morceau de fil à souder de 3 mm de diamètre, par exemple, dont une extrémité est soudée à la bille-électrode peut servir de fil d'alimentation.

Après l'essai, le composé durci est enlevé à l'endroit du claquage pour permettre la mesure de l'espace compris entre la surface polie et la bille-électrode. L'espace doit être mesuré au moyen d'un micromètre et consigné comme étant l'épaisseur.

#### 6.6.3.2.2 Matériau flexible

Une éprouvette conforme à 6.6.1.2 doit être utilisée.

### 6.6.3.3 Procédure

La tension ne doit pas croître à plus de 500 V/s. Sauf spécification contraire, la température d'essai doit être de  $(23 \pm 2)$  °C. L'essai doit être réalisé avec l'éprouvette et les électrodes dans un fluide diélectrique circulant et maintenu à la température d'essai spécifiée. Sauf spécification contraire, on doit utiliser une huile isolante minérale neuve, conforme à la CEI 60296 ou une huile ester organique de synthèse neuve, conforme à la CEI 61099.

### 6.6.3.4 Résultat

On doit essayer cinq éprouvettes. Le type et le méthode de préparation d'éprouvette et ses dimensions, la température d'essai, le rayon de la bille-électrode, le type de fluide diélectrique utilisé, ainsi que les cinq résultats, doivent être consignés avec la référence aux normes utilisées. Le résultat doit comprendre l'épaisseur de l'éprouvette au point de claquage, la tension de claquage et la rigidité diélectrique.

### 6.6.3.2 Test specimen

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

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

#### 6.6.3.2.1 Rigid material

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

After the mould is removed, that end of the specimen which is close to the ball electrode, shall be ground to the specified thickness, then polished and coated with a conductive layer, for instance a dispersion of graphite or silver, which serves as the earth electrode. During grinding the thickness shall be controlled by means of a permeameter type device calibrated in thickness. For an example of the specimen set-up, see figure 3. This set-up can be accommodated in a glass container as in figure 2.

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

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

#### 6.6.3.2.2 Flexible material

A specimen in accordance with 6.6.1.2 shall be used.

#### 6.6.3.3 Procedure

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

#### 6.6.3.4 Result

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