

**NORME  
INTERNATIONALE  
INTERNATIONAL  
STANDARD**

**CEI  
IEC  
554-2**

Première édition  
First edition  
1977

---

---

**Spécification pour papiers cellulosiques  
à usages électriques**

**Deuxième partie:  
Méthodes d'essai**

**Specification for cellulosic papers  
for electrical purposes**

**Part 2:  
Methods of test**



Numéro de référence  
Reference number  
CEI/IEC 554-2: 1977

## 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 Internationale* (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  
554-2

Première édition  
First edition  
1977

---

---

**Spécification pour papiers cellulés  
à usages électriques**

**Deuxième partie:  
Méthodes d'essai**

**Specification for cellulosic papers  
for electrical purposes**

**Part 2:  
Methods of test**

© CEI 1977 Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

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

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

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



Commission Electrotechnique Internationale  
International Electrotechnical Commission  
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX  
PRICE CODE

U

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

Publication 554-2 de la CEI  
(Première édition - 1977)

Spécification pour papiers cellulosiques  
à usages électriques

Partie 2: Méthodes d'essai

IEC Publication 554-2  
(First edition - 1977)

Specification for cellulosic papers  
for electrical purposes

Part 2: Methods of test

## C O R R I G E N D U M 1

Page 32

### 21 Rigidité diélectrique

*Dans la première ligne, au lieu de*

Publication 243 de la CEI

*lire:*

CEI 243-1 (1988).

#### 21.1 Appareil d'essai

*Dans la première ligne, au lieu de*

l'article 5 de la Publication 243 de la CEI

*lire:*

l'article 7 de la CEI 243-1 (1988).

*Dans la deuxième ligne, au lieu de*

paragrapes 6.1.1 ou 6.1.3

*lire:*

4.1.1.1 ou du 4.1.2.

Page 34

#### 21.3 Mode opératoire

*Dans la première ligne, au lieu de*

paragraphe 7.1 de la Publication 243 de la CEI

*lire:*

9.1 de la CEI 243-1.

Page 33

### 21 Electric strength

*In the first line, instead of*

IEC Publication 243

*read:*

IEC 243-1 (1988).

#### 21.1 Test apparatus

*In the first line, instead of*

Clause 5 of IEC Publication 243

*read:*

Clause 7 of IEC 243-1 (1988).

*In the second line, instead of*

Sub-clauses 6.1.1 or 6.1.3

*read:*

4.1.1.1 or 4.1.2.

Page 35

#### 21.3 Procedure

*In the first line, instead of*

Sub-clause 7.1 of IEC Publication 243

*read:*

9.1 of IEC 243-1.

*Dans la deuxième ligne, au lieu de*

l'article 8

*lire:*

l'article 10.

21.4 *Résultats*

*Au lieu de*

l'article 11 de la Publication 243 de la CEI

*lire:*

l'article 12 de la CEI 243-1.

*In the second line, instead of*

Clause 8

*read:*

Clause 10.

21.4 *Results*

*Instead of*

Clause 11 of IEC Publication 243

*read:*

Clause 12 of IEC 243-1.

## SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE . . . . .	4
PRÉFACE . . . . .	4
INTRODUCTION ET DOMAINE D'APPLICATION . . . . .	6
Articles	
1. Remarques générales sur les essais . . . . .	6
2. Epaisseur . . . . .	6
3. Grammage (masse par mètre carré, substance du papier ou poids de base) . . . . .	8
4. Masse volumique apparente . . . . .	10
5. Résistance à la traction et à l'allongement . . . . .	10
6. Résistance interne au déchirement . . . . .	10
7. Résistance au déchirement des bords . . . . .	12
8. Résistance à l'éclatement . . . . .	14
9. Résistance au pliage . . . . .	14
10. Teneur en humidité . . . . .	14
11. Cendres . . . . .	16
12. Conductivité d'extrait aqueux . . . . .	16
13. pH de l'extrait aqueux . . . . .	18
14. Teneur en chlorure de l'extrait aqueux . . . . .	18
15. Teneur en sulfate . . . . .	24
16. Conductivité de l'extrait organique . . . . .	24
17. Facteur de dissipation de l'extrait organique . . . . .	26
18. Perméabilité à l'air . . . . .	26
19. Absorption d'eau et d'huile (méthode de Klemm) . . . . .	28
20. Absorption d'huile (méthode de Cobb modifiée) . . . . .	30
21. Rigidité diélectrique . . . . .	32
22. Facteur de dissipation et permittivité des papiers imprégnés et non imprégnés . . . . .	34
23. Voies conductrices . . . . .	38
24. Stabilité thermique . . . . .	46
FIGURES . . . . .	49

## CONTENTS

	Page
FOREWORD . . . . .	5
PREFACE . . . . .	5
INTRODUCTION AND SCOPE . . . . .	7
Clause	
1. General notes on tests . . . . .	7
2. Thickness . . . . .	7
3. Substance (mass per square metre, basic weight or grammage) . . . . .	9
4. Apparent density . . . . .	11
5. Tensile strength and elongation . . . . .	11
6. Internal tearing resistance . . . . .	11
7. Edge tearing resistance . . . . .	13
8. Bursting strength . . . . .	15
9. Folding endurance . . . . .	15
10. Moisture content . . . . .	15
11. Ash . . . . .	17
12. Conductivity of aqueous extract . . . . .	17
13. pH of aqueous extract . . . . .	19
14. Chloride content of aqueous extract . . . . .	19
15. Sulphate content . . . . .	25
16. Conductivity of organic extract . . . . .	25
17. Dissipation factor of organic extract . . . . .	27
18. Air permeability . . . . .	27
19. Water and oil absorption (Klemm method) . . . . .	29
20. Oil absorption (modified Cobb method) . . . . .	31
21. Electric strength . . . . .	33
22. Dissipation factor and permittivity of unimpregnated and impregnated paper. . . . .	35
23. Conducting paths . . . . .	39
24. Heat stability . . . . .	47
FIGURES . . . . .	49

KLEMM  
Click to view the full PDF of IEC 60584-2:1977



COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

SPÉCIFICATION POUR PAPIERS CELLULOSIQUES À USAGES ÉLECTRIQUES

Deuxième partie: Méthodes d'essai

PRÉAMBULE

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

PRÉFACE

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

Un premier projet fut discuté lors de la réunion tenue à Zurich en 1973. A la suite de cette réunion le projet, document 15C(Bureau Central)42, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en mars 1975.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Afrique du Sud (République d')	Norvège
Allemagne	Pays-Bas
Argentine	Pologne
Australie	Roumanie
Autriche	Royaume-Uni
Belgique	Suède
Danemark	Tchécoslovaquie
Israël	Turquie
Italie	Yougoslavie
Japon	

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme:

- Publications n°s 216: Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques.
- 243: Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides aux fréquences industrielles.
- 247: Cellules recommandées pour la mesure de la résistivité des liquides isolants et technique de nettoyage des cellules.
- 250: Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises).
- 296: Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs.
- 450: Mesure du degré de polymérisation moyen viscosimétrique de papiers neufs et vieillis à usage électrique.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SPECIFICATION FOR CELLULOSIC PAPERS FOR ELECTRICAL PURPOSES**

**Part 2: Methods of test**

FOREWORD

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

PREFACE

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

A first draft was discussed at the meeting held in Zurich in 1973. As a result of this meeting, the draft, Document 15C(Central Office)42, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in March 1975.

The following countries voted explicitly in favour of publication:

Argentina	Netherlands
Australia	Norway
Austria	Poland
Belgium	Romania
Czechoslovakia	South Africa (Republic of)
Denmark	Sweden
Germany	Turkey
Israel	United Kingdom
Italy	Yugoslavia
Japan	

*Other IEC publications quoted in this standard:*

- Publications Nos. 216: Guide for the Determination of Thermal Endurance Properties of Electrical Insulating Materials.  
243: Recommended Methods of Test for Electric Strength of Solid Insulating Materials at Power Frequencies.  
247: Recommended Test Cells for Measuring the Resistivity of Insulating Liquids and Methods of Cleaning the Cells.  
250: Recommended Methods for the Determination of the Permittivity and Dielectric Dissipation Factor of Electrical Insulating Materials at Power, Audio and Radio Frequencies Including Metre Wavelengths.  
296: Specification for New Insulating Oils for Transformers and Switchgear.  
450: Measurement of the Average Viscometric Degree of Polymerization of New and Aged Electrical Papers.

# SPÉCIFICATION POUR PAPIERS CELLULOSIQUES À USAGES ÉLECTRIQUES

## Deuxième partie: Méthodes d'essai

### INTRODUCTION ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme fait partie d'une série traitant des papiers celluloses isolants.

Cette série comportera trois parties:

Première partie: Définitions et conditions générales.

Deuxième partie: Méthodes d'essai.

Troisième partie: Spécifications pour matériaux particuliers.

Cette deuxième partie de la norme contient les méthodes d'essai à utiliser pour déterminer si les papiers celluloses à usages électriques satisfont aux exigences imposées dans les feuilles particulières de la troisième partie.

### 1. Remarques générales sur les essais

- 1.1 A plusieurs reprises, la présente norme se réfère aux publications ISO et donne un bref aperçu de la méthode utilisée. Il est entendu que cet aperçu ne remplit d'autre objet que celui de servir de point de repère et que seule la publication ISO proprement dite contient tous les détails nécessaires.
- 1.2 Dans la présente norme, on utilisera les définitions des termes « échantillon » et « éprouvettes » exposées dans la Recommandation ISO/R 186.

*Echantillon:* Un rectangle de papier ou de carton découpé selon des dimensions déterminées dans des feuilles issues d'unités sélectionnées.

*Eprouvette:* La quantité de papier ou de carton sur laquelle la détermination est effectuée conformément à la méthode d'essai. Elle peut être prélevée sur un échantillon ou, dans certains cas, être l'échantillon lui-même.
- 1.3 Sauf spécification contraire, l'échantillon, après avoir été découpé, sera conditionné pendant au moins 16 h dans une atmosphère de  $23 \pm 2$  °C et de  $50 \pm 5\%$  d'humidité relative. Les éprouvettes seront découpées et essayées dans cette atmosphère.

En cas de contestation, l'atmosphère de conditionnement sera de  $23 \pm 1$  °C et de  $50 \pm 2\%$  d'humidité relative et sera obtenue en partant du côté sec (après séchage à 70 °C jusqu'à une teneur en humidité inférieure à 4%).
- 1.4 Sauf spécification contraire, les échantillons seront au nombre de trois.

### 2. Epaisseur

L'épaisseur sera mesurée conformément à la méthode décrite dans la Recommandation ISO/R 534 ou, pour des feuilles minces, conformément à la Recommandation ISO/R 438, toujours avec les exceptions mentionnées ci-après.

# SPECIFICATION FOR CELLULOSIC PAPERS FOR ELECTRICAL PURPOSES

## Part 2: Methods of test

---

### INTRODUCTION AND SCOPE

This standard is one of a series which deals with insulating cellulosic papers.

The series will have three parts:

Part 1: Definitions and general requirements.

Part 2: Methods of test.

Part 3: Specifications for individual materials.

This Part 2 of the standard contains the test methods to be used in testing cellulosic papers for electrical purposes to meet the requirements prescribed in the specification sheets of Part 3.

### 1. General notes on tests

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

1.2 In this standard, the definitions of "specimen" and "test piece" as defined in ISO Recommendation R 186 are used.

*Specimen:* A rectangle of paper or board cut to given dimensions from sheets drawn from selected units.

*Test piece:* The quantity of paper or board on which the determination is carried out in accordance with the method of test. It may be taken from a specimen; in some instances it may be the specimen itself.

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

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

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

### 2. Thickness

Thickness shall be measured either in accordance with ISO Recommendation R 534 or, for thin papers, in accordance with ISO Recommendation R 438, in each case with the exceptions given below.

### 2.1 *Recommandation ISO/R 534: Détermination de l'épaisseur des feuilles simples de papier*

#### *Principe*

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

#### *Exceptions*

L'essai sera effectué sur trois éprouvettes conditionnées, une détermination étant faite sur chacune des trois éprouvettes.

La mention de l'écart dans le rapport est facultative.

La valeur retenue est la valeur médiane; on notera les deux autres valeurs. Les résultats sont exprimés en micromètres pour l'épaisseur d'une feuille simple.

Lorsque, pour établir la régularité de l'épaisseur sur toute la largeur, des mesures seront effectuées le long de celle-ci, les détails de ce mode opératoire seront indiqués dans la troisième partie.

### 2.2 *Recommandation ISO/R 438: Méthode de détermination de l'épaisseur moyenne et de l'indice de bouffant du papier*

#### *Principe*

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

#### *Exceptions*

L'essai sera effectué sur trois éprouvettes conditionnées, chaque éprouvette étant composée de cinq feuilles.

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

La valeur retenue est la valeur médiane, les deux autres valeurs étant consignées. Les résultats sont exprimés en micromètres pour l'épaisseur d'une feuille simple.

Lorsque, pour établir la régularité de l'épaisseur sur toute la largeur, des mesures seront effectuées le long de celle-ci, les détails de ce mode opératoire seront indiqués dans la troisième partie.

### 3. **Grammage (masse par mètre carré, substance du papier ou poids de base)**

Le grammage sera mesuré selon la méthode décrite dans la Norme ISO 536: Papier et carton — Détermination du grammage, avec les exceptions suivantes:

- Il n'est pas tenu compte des articles 5 et 6 de la Norme ISO 536.
- L'essai sera effectué sur trois éprouvettes conditionnées, une détermination étant faite sur chacune des trois éprouvettes.
- La masse sera déterminée, à 0,5% près, sur des éprouvettes conditionnées d'au moins 500 cm<sup>2</sup>.
- La valeur médiane est prise comme résultat, les deux autres valeurs étant consignées.

## 2.1 ISO Recommendation R 534: Determination of the thickness of single sheets of paper

### *Principle*

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

### *Exceptions*

The test shall be carried out on three conditioned test pieces, one determination being made on each of the three test pieces.

Reporting of the standard deviation is optional.

The central value is taken as the result, the two others are reported. The results are given in terms of the thickness of a single sheet in microns.

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

## 2.2 ISO Recommendation R 438: Method for the determination of the bulking thickness and bulk of paper

### *Principle*

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

### *Exceptions*

The test shall be carried out on three conditioned specimens, each composed of five sheets.

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

The central value is taken as the result, the two others being reported. The results are given in terms of the thickness of a single sheet in microns.

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

## 3. Substance (mass per square metre, basic weight or grammage)

Paper grammage shall be measured according to the method described in ISO Standard 536: Paper and board — Determination of grammage, with the following exceptions:

- Clauses 5 and 6 of ISO Standard 536 are ignored.
- The test shall be carried out on three conditioned test pieces, one determination is made on each of the three test pieces.
- The mass is to be determined to an accuracy of 0.5% on conditioned test pieces of not less than 500 cm<sup>2</sup>.
- The central value is taken as the result, the two others being reported.

### *Principe*

La surface des éprouvettes et leur masse sont mesurées et la masse par mètre carré est calculée, toutes les mesures étant effectuées sur des éprouvettes conditionnées.

Lorsque, pour établir la régularité du grammage sur toute la largeur, des mesures seront effectuées le long de celle-ci, les détails de ce mode opératoire seront indiqués dans la troisième partie.

## **4. Masse volumique apparente**

L'épaisseur et le grammage sont déterminés sur chacune des trois éprouvettes comme cela est décrit aux articles 2 et 3. Pour chacune de ces éprouvettes, la masse volumique apparente est calculée. La valeur médiane de ces trois masses volumiques est prise comme résultat, les deux autres valeurs étant consignées. La masse volumique apparente est exprimée en grammes par centimètre cube.

## **5. Résistance à la traction et à l'allongement**

La résistance à la traction et à l'allongement sera mesurée conformément à la méthode décrite dans la Norme ISO 1924: Papier et carton — Détermination de la résistance à la traction, avec les exceptions suivantes:

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

### *Principe*

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

## **6. Résistance interne au déchirement**

La résistance interne au déchirement sera mesurée conformément à la méthode d'essai exposée dans la Norme ISO 1974: Papier — Détermination de la résistance au déchirement. Un appareil de mesure de la résistance au déchirement simple sera utilisé, avec les exceptions suivantes:

- Neuf éprouvettes seront prélevées dans le sens machine et dans le sens transversal.
- La valeur médiane des éprouvettes, dans chaque sens, est prise comme résultat; les valeurs maximales et minimales dans chaque sens seront consignées.

### *Principe*

Éprouvettes rectangulaires comportant une seule entaille, laissant une longueur de 43 mm à déchirer; mesure de l'énergie requise.

*Principle*

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

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

**4. Apparent density**

The thickness and grammage are determined on each of three test pieces in accordance with Clauses 2 and 3. For each test piece the apparent density is calculated and the central value of these three densities taken as the result, the two others are reported. The apparent density is expressed in grams per cubic centimetre.

**5. Tensile strength and elongation**

Tensile strength and elongation shall be measured according to the method described in ISO Standard 1924: Paper and board — Determination of the tensile strength, with the following exceptions:

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

*Principle*

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

**6. Internal tearing resistance**

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

- Nine measurements are made on test pieces cut from both the machine direction and the cross direction.
- The central value of the test pieces, in each direction, is taken as the result and the highest and the lowest values in each direction are reported.

*Principle*

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

## 7. Résistance au déchirement des bords

### 7.1 Appareil d'essai

Un étrier de déchirement des bords (voir la figure 1, page 49), fixé à l'appareil d'essai de traction décrit à l'article 5, sera utilisé. L'étrier de déchirement des bords est constitué par une mince plaque d'acier (A) formant un support horizontal dont le bord repose sur les extrémités d'un bâti à fourche.

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

### 7.2 Epreuves

Les éprouvettes seront coupées dans le sens machine et dans le sens transversal du papier; au nombre de neuf, elles auront de 15 mm à 25 mm de large et au moins 250 mm de long.

Les éprouvettes seront conditionnées conformément au paragraphe 1.3.

### 7.3 Mode opératoire

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

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

*Note.* — Au besoin, l'étrier pourra être fixé dans la mâchoire supérieure. Dans ce cas, il faudra rééquilibrer l'appareil d'essai de résistance à la traction pour compenser la masse dans l'étrier.

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

Faire passer l'éprouvette dans l'étrier, sous la plaque, et réunir les deux extrémités pour les fixer dans la mâchoire supérieure.

Cela aura pour effet de résorber la majeure partie du mou de l'éprouvette; il faudra cependant prendre garde de ne pas exercer une force de déchirement. Dans la mesure du possible, les premières augmentations de la charge appliquée à l'éprouvette seront réalisées très doucement, afin d'éviter les contraintes anormales dues aux effets d'inertie. Augmenter la charge pour que le déchirement se produise entre 5 s et 15 s; consigner cette charge, exprimée en kilogrammes.

### 7.4 Résultats

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

## 7. Edge tearing resistance

### 7.1 Test apparatus

An edge tear stirrup (see Figure 1, page 49) shall be used, attached to the tensile testing apparatus as described in Clause 5. The edge tear stirrup consists of a thin steel plate (A) which forms a horizontal plate supported on edge by the ends of a stirrup-shaped frame.

The thin metal tang of the stirrup frame is fastened in the lower clamp of the tension testing machine, so that the vertical centre line of the stirrup coincides with the line connecting the midpoints of the upper and lower clamps. The horizontal plate is removable from the stirrup frame and two plates of different thickness are supplied for use with papers of different thickness ranges. One plate has a thickness of  $1.25 \pm 0.05$  mm and one plate a thickness of  $2.50 \pm 0.05$  mm. The edge of the plate forms a shallow V-notch, the sides of which subtend an angle of  $150 \pm 1^\circ$ . The sides of the V-notch are semicircular in cross-section and shall be smooth and straight.

### 7.2 Test pieces

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

The test pieces shall be conditioned according to Sub-clause 1.3.

### 7.3 Procedure

Attach a plate of the proper thickness to the stirrup frame. The plate with the thickness of  $1.25 \pm 0.05$  mm is to be used for papers of up to 0.75 mm in thickness and the plate with the thickness of  $2.50 \pm 0.05$  mm for thicker papers.

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

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

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

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

In this operation, most of the slack in the test piece is taken up, but care shall be exercised not to apply a tearing force to the test piece. Make the application of the first increments of load to the test piece very slowly if possible, to minimize abnormal strains due to inertia effects. Increase the load so that tearing starts in 5 s to 15 s and record this load in kilograms.

### 7.4 Results

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

## 8. Résistance à l'éclatement

La résistance à l'éclatement sera déterminée conformément à la méthode décrite dans la Norme ISO 2758: Papier — Détermination de la résistance à l'éclatement, avec les exceptions suivantes:

- Les éprouvettes seront conditionnées conformément au paragraphe 1.3.
- La valeur médiane sera prise comme résultat; les valeurs maximale et minimale seront consignées.

### *Principe*

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

## 9. Résistance au pliage

### 9.1 *Appareil d'essai*

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

### 9.2 *Éprouvettes*

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

### 9.3 *Mode opératoire*

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

### 9.4 *Résultats*

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

## 10. Teneur en humidité

La teneur en humidité du papier à l'état de réception sera mesurée conformément à la méthode décrite dans la Recommandation ISO/R 287: Papier — Méthode pour la détermination de l'humidité du papier (méthode par séchage à l'étuve). Le résultat sera exprimé en pourcentage d'humidité par rapport à la masse initiale. Trois éprouvettes seront prélevées sur la bobine conformément au paragraphe 6.2.3 de la Recommandation ISO/R 287. La valeur médiane obtenue sera considérée comme étant le résultat; les valeurs maximale et minimale seront consignées.

### *Principe*

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

## 8. Bursting strength

The bursting strength shall be determined according to the method described in ISO Standard 2758: Paper — Determination of bursting strength, with the following exceptions:

- The test pieces shall be conditioned in accordance with Sub-clause 1.3.
- The central value shall be taken as the result; the highest and lowest values shall be reported.

### *Principle*

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

## 9. Folding endurance

### 9.1 Test apparatus

A folding tester (Schopper type).

### 9.2 Test pieces

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

### 9.3 Procedure

Clamp the specimen in both clamps. Apply a tension of 5 N with specimens up to 0.03 mm in thickness and a tension of 10 N with thicker specimens. Determine the number of double folds which the paper withstands, applying a plate of 0.5 mm in thickness with a radius of curvature of 0.25 mm, at a speed of 100 to 200 double folds per minute.

### 9.4 Results

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

## 10. Moisture content

Moisture content of paper, as received, shall be measured according to the method described in ISO Recommendation R 287: Paper — Method for the determination of moisture content of paper (oven-drying method). The result should be expressed as percentage moisture of the original mass. Three test specimens shall be taken from the reel according to Sub-clause 6.2.3 of ISO Recommendation 287. The central value obtained is taken as the result; the highest and lowest values are reported.

### *Principle*

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

## 11. Cendres

La quantité de résidu de papier subsistant après l'incinération sera déterminée conformément à la méthode décrite dans la Norme ISO 2144: Papiers et cartons — Détermination des cendres.

Il sera procédé à trois déterminations. Le résultat sera exprimé en pourcentage de la masse séchée à l'étuve. Consigner la valeur médiane comme étant le résultat; les valeurs maximale et minimale seront consignées.

## 12. Conductivité d'extrait aqueux

### 12.1 Appareil d'essai

- Une cellule conductrice dont la constante  $K$  est connue.
- Un indicateur capable de mesurer la conductance ou l'admittance, avec une indication minimale de  $1 \mu\text{S}$  et à 5% près, dans la gamme de fréquences entre 50 Hz et 3 000 Hz. Eventuellement, la résistance pourra être mesurée avec la même précision.
- Des flacons coniques de  $250 \text{ cm}^3$ , à large goulot, en verre résistant aux acides et aux alcalis, équipés de condenseurs à reflux.

### 12.2 Mode opératoire

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

L'essai sur le papier sera effectué comme suit:

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

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

Notes 1. — L'extraction selon la méthode 1 de l'article 14 peut être admise en variante, mais il faudra alors utiliser 5 g dans  $100 \text{ cm}^3$ .

2. — Pendant la prise, le stockage et les manipulations d'échantillons et d'éprouvettes, destinés à des essais de conductivité de pH et de teneur en chlorure de l'extrait aqueux, il faut absolument éviter que ces échantillons soient contaminés par l'atmosphère, surtout par l'atmosphère du laboratoire chimique, ou par la manipulation à mains nues.

### 12.3 Résultats

Calculer la conductivité de la solution extraite comme suit:

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

où:

$\gamma$  = conductivité de la solution extraite, exprimée en microsiemens par mètre

$K$  = constante de la cellule, exprimée en  $\text{m}^{-1}$

## 11. Ash

The amount of residue of paper left after incineration shall be determined according to the method described in ISO Standard 2144: Paper and board — Determination of ash.

Three determinations shall be made. The result should be expressed as a percentage of the oven dry mass. Report the central value obtained as the result; the highest and lowest values are reported.

## 12. Conductivity of aqueous extract

### 12.1 Test apparatus

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

### 12.2 Procedure

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

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

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

The extract is then decanted into the measuring vessel for the conductivity to be measured immediately. The measuring vessel shall be rinsed twice with the extract. The measurement of the conductivity shall be made at  $23 \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Notes 1. — Extraction in accordance with Method 1 of Clause 14 is an acceptable alternative, but using 5 g in  $100 \text{ cm}^3$ .

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

### 12.3 Results

Calculate the conductivity of the extract solution as follows:

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

where:

$\gamma$  = conductivity of extract solution, expressed in microsiemens per metre

$K$  = cell constant, expressed in  $\text{m}^{-1}$

$G_1$  = conductance de la solution extraite, exprimée en microsiemens

$G_2$  = conductance de l'éprouvette témoin, exprimée en microsiemens

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

### 13. pH de l'extrait aqueux

#### 13.1 Appareil d'essai

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

#### 13.2 Mode opératoire

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

Préparer un extrait comme cela est décrit au paragraphe 12.2.

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

Immerger les électrodes dans l'extrait non filtré et mesurer la valeur pH de celui-ci à une température de  $23 \pm 2$  °C.

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

2. — Voir la note 2 du paragraphe 12.2.

#### 13.3 Résultats

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

### 14. Teneur en chlorure de l'extrait aqueux

#### Méthode 1

#### 14.1 Précautions

Tous les appareils utilisés au cours de cet essai devront être rigoureusement propres. Il est suggéré de faire bouillir tous les flacons, les béciers et les entonnoirs dans de l'eau désionisée, après nettoyage normal et rinçage. La manipulation de l'appareil doit s'effectuer à l'aide de pincettes en acier inoxydable. De même, pinces et ciseaux utilisés pour la préparation des échantillons seront en acier inoxydable, et nettoyés de la même manière.

*Note.* — Voir également la note 2 du paragraphe 12.2.

#### 14.2 Appareil d'essai

Un appareil capable de mesurer une tension continue dans la gamme de 0 à 300 mV, avec une précision de 2 mV (par exemple un voltmètre électronique ou un potentiomètre tel qu'un pH-mètre).

$G_1$  = conductance of extract solution, expressed in microsiemens

$G_2$  = conductance of blank, expressed in microsiemens

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

### 13. pH of aqueous extract

#### 13.1 Test apparatus

- A pH-meter with glass and calomel electrodes having a sensitivity of at least 0.05 pH units.
- Wide-mouth 250 cm<sup>3</sup> conical flasks in acid- and alkali-resistant glass.

#### 13.2 Procedure

One measurement shall be made on each of three extractions.

Prepare an extract as described in Sub-clause 12.2.

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

Immerse the electrodes in the unfiltered extract and measure the pH value of the extract at  $23 \pm 2$  °C.

- Notes 1.* — If the extract is to be used for the determination of conductivity, the sample for this determination should be drawn from the aqueous extract prior to the pH determination. This is because potassium chloride, which diffuses from the calomel electrode, would otherwise affect the result.
2. — See Note 2 of Sub-clause 12.2.

#### 13.3 Results

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

### 14. Chloride content of aqueous extract

#### Method 1

#### 14.1 Precautions

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

*Note.* — See also Note 2 of Sub-clause 12.2.

#### 14.2 Test apparatus

A measuring device capable of measuring a d.c. voltage in the range 0 to 300 mV with an accuracy of 2 mV (e.g. an electronic voltmeter or potentiometer such as a pH-meter).

Un flacon en quartz ou en verre à haute résistance, à fond plat, d'une contenance de 600 cm<sup>3</sup>.

Un bain de vapeur.

Une balance de précision.

Une seringue en verre à micromètre (pour la méthode 1 uniquement).

Une microburette graduée en divisions de 0,01 cm<sup>3</sup> (pour la méthode 2 uniquement).

Un dispositif mélangeur magnétique.

Vases cylindriques de mesure, béchers, entonnoirs à filtre, tiges, aiguilles, etc.

Papiers filtrants rapides.

### 14.3 Mode opératoire

Des déterminations seront effectuées sur trois extractions. Pour chacune de ces dernières, le papier sera coupé en bandes d'environ 50 mm × 10 mm. Une masse de 20 g environ sera introduite dans un flacon de 600 cm<sup>3</sup> à fond plat et on y ajoutera 300 cm<sup>3</sup> d'eau distillée bouillante désionisée ou distillée répondant aux conditions de conductivité spécifiées à l'article 12.

Le mélange sera conservé sur un bain de vapeur (bain-marie) pendant 60 min; le goulot du flacon sera couvert d'un bécher simplement déposé sur le col.

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

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

L'extrait est alors transféré vers un flacon semblable au flacon d'extraction et évaporé jusqu'à l'état sec dans un bain d'eau chaude; la contamination est évitée par la présence d'un grand bécher (environ 250 cm<sup>3</sup>) suspendu tête en bas sur le flacon.

Après séchage complet, on ajoute 20 cm<sup>3</sup> d'eau désionisée dans le flacon et le séchage est recommencé.

Le résidu extrait sera dissous dans 5 cm<sup>3</sup> de HNO<sub>3</sub> à 10%, puis transféré dans un bécher de 100 cm<sup>3</sup>, tandis que le flacon sera lavé par deux fois dans le bécher à l'aide de quantités de 5 cm<sup>3</sup> d'acétone.

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

L'agent titrant sera 0,02 M de solution de AgNO<sub>3</sub> ajouté par quantités de 0,01 cm<sup>3</sup> à l'aide d'une seringue à micromètre, par l'intermédiaire d'une aiguille en verre versant goutte à goutte dans la cellule de titrage.

Titrer un agent réactif témoin composé comme suit: (340 - *W*) cm<sup>3</sup> d'eau, 5 cm<sup>3</sup> de HNO<sub>3</sub> à 10% après évaporation jusqu'à l'état sec et 10 cm<sup>3</sup> d'acétone.

### 14.4 Résultats

La teneur en chlorure de la solution extraite sera considérée comme étant la masse de l'ion de chlorure, exprimée en ppM de la masse du papier, et sera calculée comme suit:

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

A 600 cm<sup>3</sup> flat-bottom high-grade resistance glass or quartz flask.

Steam bath.

Analytical balance.

Glass micrometer syringe (Method 1 only).

Microburette graduated in 0.01 cm<sup>3</sup> divisions (Method 2 only).

Magnetic stirring device.

Measuring cylinders, beakers, filter funnels, rods and needles, etc.

Fast-grade filter papers.

### 14.3 Procedure

One determination shall be made on each of three extractions. For each extraction, the paper shall be cut into strips approximately 50 mm × 10 mm. A mass of approximately 20 g shall be placed in a 600 cm<sup>3</sup> flat-bottom flask and 300 cm<sup>3</sup> of boiling de-ionized or distilled water added, which fulfils the conductivity requirements of Clause 12.

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

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

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

The extract shall be returned to a flask similar to the extraction flask and evaporated to dryness in a hot water bath; contamination is prevented by a large beaker (approximately 250 cm<sup>3</sup>) suspended inverted over the flask.

When completely dry, 20 cm<sup>3</sup> de-ionized water shall be added to the flask and the drying repeated.

The extract residue shall be dissolved in 5 cm<sup>3</sup> 10% HNO<sub>3</sub>, transferred to a 100 cm<sup>3</sup> beaker and the flask twice washed out into the beaker with 5 cm<sup>3</sup> quantities of acetone.

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

The titrant shall be a solution of AgNO<sub>3</sub> of 0.02 M added in 0.01 cm<sup>3</sup> quantities from a micrometer syringe through a glass needle dripping into the titration cell.

Titrate a reagent blank consisting of the following: (340 — *W*) cm<sup>3</sup> of water evaporated to dryness, 5 cm<sup>3</sup> of 10% HNO<sub>3</sub>, and 10 cm<sup>3</sup> acetone.

### 14.4 Results

The chloride content of the extract solution shall be expressed as the mass of chloride ion, in ppm of the mass of the paper, and shall be calculated as follows:

$$\text{chloride content (ppM)} = 35.46 \frac{(A - B) M}{D} \times \left( 1 + \frac{W - D}{V} \right) \times 10^3$$

où:

$M$  = molarité de la solution de  $\text{AgNO}_3$

$D$  = masse de papier séché (g)

$A$  = centimètres cubes de solution de  $\text{AgNO}_3$  utilisée pour titrer l'extrait

$B$  = centimètres cubes de solution de  $\text{AgNO}_3$  utilisée pour titrer le témoin

$W$  = masse de résidu de papier humide (g)

$V$  = volume extrait ( $\text{cm}^3$ )

Le résultat est la valeur médiane des trois déterminations.

### Méthode 2

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

— Le traitement porte sur 4 g de papier dans  $100 \text{ cm}^3$  d'eau, au lieu de 20 g dans  $300 \text{ cm}^3$ .

— Une forte ébullition est maintenue pendant  $60 \pm 5$  min.

— Le traitement de l'extrait s'effectue comme suit:

Filtrer ou décantier la solution d'extrait refroidie et peser  $25 \pm 0,1$  g dans un bécher haut et étroit de  $200 \text{ cm}^3$ . Ajouter  $125 \text{ cm}^3$  d'acétone et 15 gouttes d'acide nitrique à 1%.

Introduire un agitateur dans le bécher, puis placer celui-ci sur l'agitateur magnétique et régler la vitesse d'agitation de manière à ne pas rompre la surface du liquide.

Immerger les électrodes dans le liquide et attendre la stabilisation de l'appareil de mesure avant de commencer le titrage.

A l'aide de la microburette, ajouter la solution de  $0,0025 \text{ M AgNO}_3$  par quantités de  $0,01 \text{ cm}^3$  et consigner le changement de potentiel, exprimé en millivolts.

Poursuivre le titrage jusqu'à atteindre le point de plus grand changement de potentiel ou jusqu'à un point fixe préalablement déterminé d'après une courbe potentiométrique.

Consigner le nombre total de centimètres cubes utilisés pour atteindre le point terminal.

Les opérations de titrage seront faites deux fois pour chaque extrait et leurs résultats ne devront pas s'écarter des premiers de plus de  $0,01 \text{ cm}^3$ . La concordance des secondes éprouvettes sera respectée à 5% près, sauf si les niveaux sont plus bas, c'est-à-dire qu'en dessous de  $2,0 \text{ ppm}$  les différences peuvent être plus importantes.

Procéder au titrage d'un réactif témoin composé comme suit:  $25 \pm 0,1$  g d'eau,  $125 \text{ cm}^3$  d'acétone et 15 gouttes de  $\text{HNO}_3$  à 1%.

### 14.6 Résultats

La teneur en chlorure de la solution extraite sera exprimée comme étant la masse de l'ion chlorure en ppm de la masse du papier, et sera calculée comme suit:

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

où:

$A$  = centimètres cubes de  $0,0025 \text{ M}$  de solution de  $\text{AgNO}_3$  utilisée pour titrer l'extrait

$B$  = centimètres cubes de  $0,0025 \text{ M}$  de solution de  $\text{AgNO}_3$  utilisée pour titrer le témoin

$M$  = molarité de la solution de  $\text{AgNO}_3$

$D$  = masse de l'échantillon de papier (g) après séchage au four

Le résultat est la valeur médiane des trois déterminations.

where:

$M$  = molarity of the  $\text{AgNO}_3$  solution

$D$  = mass of the dried paper (g)

$A$  = cubic centimetres of  $\text{AgNO}_3$  solution used to titrate the extract

$B$  = cubic centimetres of  $\text{AgNO}_3$  solution used to titrate the blank

$W$  = mass of wet paper residue (g)

$V$  = volume of extract ( $\text{cm}^3$ )

The result is the central value of the three determinations.

### Method 2

14.5 This method deviates from Method 1 in the following details:

— Four grams of paper are treated in  $100 \text{ cm}^3$  of water instead of 20 g in  $300 \text{ cm}^3$ .

— Vigorous boiling is carried out for  $60 \pm 5$  min.

— Treatment of the extract is as follows:

Filter or decant the cooled extract solution and weigh  $25 \pm 0.1$  g into a  $200 \text{ cm}^3$  tall-form beaker. Add  $125 \text{ cm}^3$  of acetone and 15 drops of 1% nitric acid.

Place a stirring rod into the beaker, then place the beaker on the magnetic stirrer and adjust the stirring speed so that the surface of the liquid is not broken.

Immerse the electrodes in the liquid and allow the meter to stabilize, then start titrating.

From the microburette, add 0.0025 M  $\text{AgNO}_3$  solution in  $0.01 \text{ cm}^3$  increments and record the change of potential in millivolts.

Titrate to an end-point that represents the point of the greatest change in potential, or to a fixed point that has been previously determined from a potentiometric curve.

Record the total cubic centimetres used to reach the end-point.

Duplicate titrations should be run on each extract and should check to  $\pm 0.01 \text{ cm}^3$ . Duplicate specimens should check within  $\pm 5\%$  except at low levels where the differences may be greater, that is below 2.0 ppM

Titrate a reagent blank consisting of the following:  $25 \pm 0.1$  g of water,  $125 \text{ cm}^3$  of acetone and 15 drops of 1%  $\text{HNO}_3$ .

### 14.6 Results

The chloride content of the extract solution shall be expressed as the mass of chloride ion in ppM of the mass of the paper and shall be calculated as follows:

$$\text{chloride content (ppM)} = 35.46 \frac{(A - B) M}{D} \times 4 \times 10^3$$

where:

$A$  = cubic centimetres of 0.0025 M  $\text{AgNO}_3$  solution used to titrate the extract

$B$  = cubic centimetres of 0.0025 M  $\text{AgNO}_3$  solution used to titrate the blank

$M$  = molarity of  $\text{AgNO}_3$  solution

$D$  = mass of paper specimen (g) oven dry basis

The result is the central value of the three determinations.

## 15. Teneur en sulfate

A l'étude.

## 16. Conductivité de l'extrait organique

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

*Note.* — Pour les précautions à prendre, voir la note 2 du paragraphe 12.2.

### 16.1 Appareil d'essai

Une cellule conductrice, définie dans la Publication 247 de la C.E.I.: Cellules recommandées pour la mesure de la résistivité des liquides isolants et technique de nettoyage des cellules. L'instrument de mesure sera un multimégohmmètre électronique n'utilisant pas plus de 100 V en courant continu ou bien un galvanomètre sensible et un accumulateur.

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

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

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

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

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

### 16.2 Mode opératoire

Une détermination sera effectuée sur chacune des extractions qui seront au nombre de trois. L'extrait est préparé par traitement du matériau soumis à l'essai, comme décrit pour la conductivité de l'extrait aqueux du paragraphe 12.2; les éprouvettes sont chauffées doucement à l'air libre pendant 2 h environ sous une température de 80 °C à 100 °C, de manière à éliminer toute quantité notable d'eau absorbée. Le matériau est alors immédiatement transvasé dans un flacon approprié et recouvert de trichloréthylène purifié, dans la proportion de 1 g pour 10 cm<sup>3</sup> de solvant. Celui-ci est doucement amené à ébullition pendant 1 h environ sous des conditions de reflux, en utilisant un appareil entièrement en verre construit avec des raccords en verre rodé.

Lorsque ce temps est écoulé, le flacon est soigneusement bouché et laissé une nuit dans l'obscurité. Toute perte de volume due à l'évaporation devra être inférieure à 10%.

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

## 15. Sulphate content

Under consideration.

## 16. Conductivity of organic extract

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

*Note.* — For precautions to be taken, see Note 2 to Sub-clause 12.2.

### 16.1 Test apparatus

A conductivity cell according to IEC Publication 247, Recommended Test Cells for Measuring the Resistivity of Insulating Liquids and Methods of Cleaning the Cells. The measuring instrument shall be an electronic multimegohmmeter using not more than 100 V d.c. or a sensitive galvanometer and battery.

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

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

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

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

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

### 16.2 Procedure

One determination shall be made on each of three extractions. The extract is prepared by treating the material under test as described for conductivity of aqueous extract in Sub-clause 12.2 and the test pieces are gently heated in air for about 2 h at a temperature of 80 °C to 100 °C to remove any appreciable amount of absorbed water. The material is immediately transferred to a suitable flask and covered with purified trichloroethylene using a proportion of 1 g to 10  $\text{cm}^3$  of solvent. The solvent is gently boiled for about 1 h under reflux conditions using an all-glass apparatus constructed with ground-glass joints.

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

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

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

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

Si  $R$  est la résistance mesurée de l'extrait, exprimée en mégohms, et si  $K$  est la constante de cellule ( $m^{-1}$ ), alors la conductivité de l'extrait, exprimée en microsiemens par mètre, sera  $\frac{K}{R}$  — conductivité du solvant, exprimée en microsiemens par mètre.

### 16.3 Résultats

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

La valeur médiane des trois déterminations est considérée comme étant le résultat; les valeurs maximale et minimale sont consignées.

## 17. Facteur de dissipation de l'extrait organique

A l'étude.

## 18. Perméabilité à l'air

La perméabilité à l'air ( $\pi$ ) du papier est définie par la formule:

$$\pi = \frac{V}{A t p} \left[ \frac{\text{cm}^3}{\text{cm}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{kPa}} \right]$$

où  $V$  est le volume d'air, exprimé en centimètres cubes, passant à travers une feuille de papier d'une surface de  $A \text{ cm}^2$ , dans un temps de  $t$  secondes, sous une différence constante de pression atmosphérique de  $p \text{ kPa}$ . Pour les instruments qui sont utilisés pour mesurer les gammes moyennes de perméabilité à l'air, allant de 0,01 à 5 unités, une différence de pression d'environ 1 kPa (colonne d'eau de 98,1 mm) est normalement utilisée.

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

### 18.1 Appareil d'essai

L'appareil doit satisfaire aux impératifs suivants:

18.1.1 La précision des mesures doit être de  $\pm 2\%$  pour le volume, de  $\pm 1\%$  pour le temps et de  $\pm 5\%$  pour le débit.

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

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

If  $R$  is the measured resistance of the extract, expressed in megohms, and  $K$  is the cell constant ( $\text{m}^{-1}$ ), then the conductivity of the extract, expressed in microsiemens per metre, shall be  $\frac{K}{R}$  — conductivity of the solvent, expressed in microsiemens per metre.

### 16.3 Results

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

The central value of three determinations is taken as the result; the highest and lowest values are reported.

### 17. Dissipation factor of organic extract

Under consideration.

### 18. Air permeability

The air permeability ( $\pi$ ) of paper is defined by the formula:

$$\pi = \frac{V}{A t p} \left[ \frac{\text{cm}^3}{\text{cm}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{kPa}} \right]$$

where  $V$  is a volume of air, expressed in cubic centimetres, passing through a sheet of paper with an area of  $A$   $\text{cm}^2$  within a time of  $t$  seconds under a constant air pressure difference of  $p$  kPa. For instruments which are used to measure the middle ranges of air permeability, ranging from 0.01 to 5 units, a pressure differential of approximately 1 kPa (98.1 mm water column pressure) is normally used.

For papers with lower ranges of air permeability, down to 0.0001 units, instruments with pressure differentials over the specimen of up to 3.5 kPa can be used, while for high permeability papers, ranging up to  $2 \times 10^6$  units, e.g. electrolytic papers, pressure differentials down to 100 Pa can be used. These pressure differentials may be specified, for particular paper qualities, in Part 3.

#### 18.1 Test apparatus

The apparatus shall comply with the following requirements:

- 18.1.1 The volume shall be measurable to an accuracy of  $\pm 2\%$  of the measured value and the time to within  $\pm 1\%$  of the measured value and the rate of flow to an accuracy of  $\pm 5\%$ .

- 18.1.2 La différence de pression initiale sur l'éprouvette doit être connue à  $\pm 2\%$  et ne doit pas s'écarter de plus de 5% au cours de la mesure.
- 18.1.3 L'éprouvette doit être serrée avec un joint étanche à l'air du côté de la pressurisation. Ce joint ne doit pas pouvoir se déformer au point que la surface d'essai de l'éprouvette soit modifiée de plus de 1%.
- 18.1.4 La surface d'essai de l'éprouvette ne doit pas être inférieure à 6 cm<sup>2</sup>. Une surface de 10 cm<sup>2</sup> est recommandée.
- 18.1.5 Si de l'eau est utilisée comme agent de déplacement, le flux d'air passant à travers l'éprouvette doit être orienté de manière à ne pas avoir été précédemment en contact avec l'eau.
- 18.1.6 La vérification des fuites d'air sera effectuée par serrage d'un matériau imperméable dur, par exemple une feuille métallique, dans l'appareil, à la place de l'éprouvette. Toute fuite devra être inférieure à 0,025 fois la perméabilité à l'air minimale, mesurable avec un instrument particulier.

## 18.2 *Eprouvettes*

La feuille échantillon sera conditionnée conformément au paragraphe 1.3. Au moins cinq éprouvettes seront prélevées sur l'échantillon; leur format minimal sera tel que l'échantillon dépasse visiblement du bloc de serrage, dans toutes les directions, et la surface d'essai devra être celle définie au paragraphe 18.1.4.

## 18.3 *Mode opératoire*

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

- 1) étalonner, avec précision, la différence de pression à appliquer à l'éprouvette;
- 2) assurer un mouvement régulier du cylindre ou du dispositif contrôlant le débit d'air, immédiatement avant et pendant les déterminations;
- 3) s'assurer de l'absence de toute vibration susceptible d'affecter le déplacement d'air;
- 4) faire en sorte que l'éprouvette soit serrée uniformément, sans distorsion aucune;
- 5) s'assurer que les mesures sont effectuées avec un appareil posé sur un plan parfaitement horizontal.

## 18.4 *Résultats*

Les résultats seront ramenés à une pression atmosphérique de 1 kPa, à l'aide de la formule énoncée à l'article 18. La valeur médiane de cinq mesures effectuées sur les éprouvettes est prise pour résultat. Les valeurs maximale et minimale seront consignées. Faire état de la différence de pression nominale sur l'éprouvette.

## 19. **Absorption d'eau et d'huile (méthode de Klemm)**

### 19.1 *Appareil d'essai*

Un récipient en forme de disque creux contenant de l'eau distillée ou de l'huile.

L'huile utilisée devra répondre aux exigences concernant l'huile minérale de la classe II, définies dans la Publication 296 de la CEI: Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs.

### 19.2 *Eprouvettes*

Découper dix éprouvettes de 25 mm de large et d'au moins 125 mm de long; cinq parallèlement au sens machine du papier et cinq parallèlement au sens transversal du papier.

18.1.2 The initial pressure differential over the test piece must be known to  $\pm 2\%$  and shall not deviate by more than 5% during the measurement.

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

18.1.4 The testing area of the test piece shall be not smaller than 6 cm<sup>2</sup>. An area of 10 cm<sup>2</sup> is recommended.

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

18.1.6 The air leakage shall be checked by clamping a hard impermeable material, e.g. a metal foil, in the apparatus in place of the test piece. Any leakage shall be less than 0.025 times the minimum air permeability measurable with a particular instrument.

## 18.2 *Test pieces*

The test specimen shall be conditioned according to Sub-clause 1.3. Not less than five test pieces shall be cut from the test specimen; the minimum size of the test piece shall be such that the piece protrudes noticeably in all directions from the clamping unit and provides the testing area required by Sub-clause 18.1.4.

## 18.3 *Procedure*

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

- 1) to calibrate accurately the pressure differential to be applied over the test piece;
- 2) to ensure steady movement of the cylinder or device controlling the flow of air immediately before and during the time the determinations are being made;
- 3) to ensure absence of vibration which could affect the air displacement;
- 4) to ensure that the test piece is clamped uniformly without distortion;
- 5) to ensure that the measurements are made with the apparatus on a level surface.

## 18.4 *Results*

The results shall be corrected to an air pressure of 1 kPa by the formula in Clause 18. The central value obtained by testing five test pieces is taken as the result. The highest and lowest values are reported. Report the nominal pressure differential over the test piece.

## 19. **Water and oil absorption (Klemm method)**

### 19.1 *Test apparatus*

A shallow dish containing distilled water or oil.

The oil used shall conform to the requirements of the mineral oil of Class II, as defined in IEC Publication 296, Specification for New Insulating Oils for Transformers and Switchgear.

### 19.2 *Test specimens*

Cut ten test specimens, 25 mm in width and at least 125 mm in length, five being cut parallel with the machine direction of the paper and five cut parallel with the cross direction of the paper.

### 19.3 *Mode opératoire*

Protéger l'appareil contre les courants d'air. Suspender les éprouvettes verticalement, avec une extrémité plongeant de 6 mm dans de l'eau distillée (ou de l'huile) sous température ambiante; après 10 min noter l'élévation de l'eau (ou de l'huile) dans l'éprouvette, au-dessus du niveau de l'eau (ou de l'huile) dans le récipient. Consigner la hauteur d'absorption au millimètre le plus proche, dans chaque sens.

### 19.4 *Résultats*

Consigner la valeur médiane de chacune des séries, exprimée en millimètres, comme étant l'absorption de l'eau (ou de l'huile) par le papier dans le sens machine et dans le sens transversal, ainsi que les valeurs maximale et minimale obtenues dans chaque série.

## 20. Absorption d'huile (méthode de Cobb modifiée)

Dans cet essai, l'huile est appliquée sur un côté d'une liasse de papiers, dont on connaît la surface. Après un laps de temps déterminé, l'huile est versée, la feuille supérieure est époncée et l'augmentation de poids par absorption d'huile est établie par pesage direct. Cet essai est dérivé du test d'absorption d'eau exposé dans la Norme ISO 535: Papier et carton — Détermination de l'absorption d'eau — Méthode de Cobb.

### 20.1 *Appareil d'essai*

L'appareil d'essai utilisé pour cet essai est illustré à la figure 2a, page 50. Il se compose d'un cylindre creux ayant une section intérieure de 100 cm<sup>2</sup> et une hauteur d'environ 50 mm. Le cylindre est fixé d'une manière étanche à une plaque de fond et est muni d'un couvercle constitué par une feuille de caoutchouc résistant à l'huile, d'une superficie suffisante pour recouvrir le cylindre; cette feuille est jointe à une plaque métallique.

Le couvercle est équipé de moyens de serrage sur la plaque de base. L'épaisseur de la paroi de ce cylindre importe peu, mais on peut dire qu'une épaisseur de 6 mm est pratique. Le coefficient IRH (Norme internationale de dureté du caoutchouc) du caoutchouc résistant à l'huile atteindra au moins 65. Le bord supérieur du cylindre doit être usiné très lisse.

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

La figure 2b, page 50, donne les indications nécessaires pour la conversion de l'appareil d'essai d'absorption utilisé pour l'essai de Cobb, en vue de l'essai d'absorption d'eau, cité dans la Norme ISO 535.

### 20.2 *Eprouvettes*

Une éprouvette se compose d'une liasse de feuilles de papier ayant chacune 130 mm × 130 mm; le nombre de feuilles sera déterminé expérimentalement, mais il sera toutefois supérieur d'au moins une unité au nombre de feuilles laissant pénétrer l'huile. Cinq éprouvettes sont requises pour chacune des deux séries d'essai; la première série s'effectue avec un côté en contact avec l'huile et la seconde série avec l'autre côté.

Lors de la constitution d'une liasse, il faut prendre garde à ce qu'aucune des feuilles ne soit retournée, c'est-à-dire que toutes les feuilles doivent être tournées du même côté.

### 20.3 *Mode opératoire*

L'huile utilisée sera de la classe II, conformément à la Publication 296 de la CEI; avant usage, elle devra être conservée dans un récipient hermétiquement fermé et maintenue à la température de conditionnement. Une quantité de 100 cm<sup>3</sup> d'huile sera utilisée pour chaque essai; toutefois, après le premier essai, il suffira de faire l'appoint pour obtenir le niveau d'huile requis.

### 19.3 Procedure

Protect the apparatus against draughts. Suspend the specimens vertically, with one end dipping 6 mm in distilled water (oil) at room temperature, and after 10 min note the rise of the water (oil) in the specimen above the level of the water (oil) in the container. Record the height of absorption to the nearest 1 mm for each direction.

### 19.4 Results

Report the central value, expressed in millimetres, of each series as the water (oil) absorption of the paper in the machine and cross directions respectively, as well as the highest and lowest values of each series.

## 20. Oil absorption (modified Cobb method)

In this test, oil is applied to a known area of one side of a pack of papers. After a definite time interval the oil is poured off, the top sheet is blotted and the increase in weight through absorption of the oil is determined by direct weighing. The test is derived from a test for water absorption given in ISO Standard 535: Paper and board — Determination of water absorption — Cobb method.

### 20.1 Test apparatus

The apparatus for this test is shown in Figure 2a, page 51, and consists of a hollow metal cylinder having an internal cross-sectional area of 100 cm<sup>2</sup> and a height of about 50 mm. The cylinder is sealed to a bottom plate and is provided with a cover plate consisting of a sheet of oil-resistant rubber of sufficient size to cover the cylinder and bonded to a metal plate.

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

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

Figure 2b, page 51, gives the requirements for converting the Cobb absorbency tester used for the Cobb test for water absorption given in ISO Standard 535.

### 20.2 Test pieces

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

Care should be taken when assembling a pack to ensure that none of the sheets is inverted, i.e. all the sheets should have the same side uppermost.

### 20.3 Procedure

The oil used will be Class II, in accordance with IEC Publication 296 and should be stored prior to use in a sealed container maintained at the conditioning temperature. Use 100 cm<sup>3</sup> of oil in each test, but after the first test it is sufficient to top the oil up to the required level.

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

Verser 100 cm<sup>3</sup> d'huile dans la cellule d'essai et placer l'éprouvette par-dessus, de telle sorte que l'huile touche le côté « supérieur » du papier lorsque la cellule est retournée. Introduire le couvercle et visser fermement les écrous à papillon.

Retourner la cellule et laisser l'huile pénétrer dans le papier pendant 45 s; ensuite, retourner de nouveau la cellule dans sa position originale et la placer dans un support fixé au banc, puis laisser reposer pendant 10 s.

Desserrer les écrous à papillon et retirer l'éprouvette se trouvant entre le corps de la cellule et le couvercle, d'une manière lente et continue, en tirant la liasse de papier par deux coins. La sortie du papier doit prendre environ 10 s; il faut s'assurer que la surface inférieure de l'éprouvette reste bien en contact avec le bord frontal de la cellule.

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

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

Prendre ensuite le processus complet, cette fois avec le côté opposé de l'éprouvette en contact avec l'huile.

#### 20.4 Résultats

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

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

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

### 21. Rigidité diélectrique

L'essai sera effectué à l'air libre, conformément à la Publication 243 de la CEI: Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides aux fréquences industrielles.

#### 21.1 Appareil d'essai

L'appareil devra être conforme à l'article 5 de la Publication 243 de la CEI. Les électrodes seront conformes aux prescriptions du paragraphe 6.1.1 ou du paragraphe 6.1.3 de cette publication. La préférence sera accordée aux électrodes de 25/75 mm. Ce n'est qu'au cas où ces dernières ne pourraient pas être utilisées du fait de la largeur du matériau que l'on emploiera des électrodes plus petites. Les faces des électrodes seront bien parallèles et exemptes de piqûres ou autres défauts.

#### 21.2 Eprouvettes

Toutes les éprouvettes auront une largeur suffisante pour éviter les contournements.

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

Pour 100 cm<sup>3</sup> of oil into the test cell and place the test piece over it so that the oil contacts the “top” side of the paper when the cell is inverted. Insert the cover plate and screw down the wing-nuts tightly.

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

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

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

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

Repeat the above procedure with the opposite side of the test piece in contact with the oil.

#### 20.4 Results

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

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

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

#### 21. Electric strength

The test shall be carried out in air in accordance with IEC Publication 243, Recommended Methods of Test for Electric Strength of Solid Insulating Materials at Power Frequencies.

##### 21.1 Test apparatus

The apparatus shall be in accordance with Clause 5 of IEC Publication 243. The electrodes shall be in accordance with Sub-clauses 6.1.1 or 6.1.3 of that publication. The preferred electrodes are the 25/75 mm electrodes. The smaller electrodes shall be used only if the width of the material prevents the use of the large electrodes. The faces of the electrodes shall be parallel and free from pits or other imperfections.

##### 21.2 Test pieces

All test pieces shall be sufficiently large to avoid flash-over.

Le nombre requis d'essais pourra être effectué sur une seule éprouvette. Si l'éprouvette doit être formée de plus d'une épaisseur de papier, le nombre de couches superposées sera indiqué dans la troisième partie.

Si la température ou l'humidité régnant pendant l'essai diffèrent des conditions exprimées au paragraphe 1.3, le traitement de l'éprouvette sera indiqué dans la troisième partie.

### 21.3 *Mode opératoire*

La tension sera appliquée conformément aux indications du paragraphe 7.1 de la Publication 243 de la CEI. Pour les critères de perforation, voir l'article 8 de cette publication.

Il sera procédé à neuf essais.

### 21.4 *Résultats*

Le résultat sera fonction de l'épaisseur mesurée. Le rapport sera établi conformément à l'article 11 de la Publication 243 de la CEI. La valeur médiane et la valeur minimale, exprimées en kilovolts par millimètre, seront consignées.

*Notes 1.* — Pour les papiers spéciaux, la troisième partie fera éventuellement état d'une estimation statistique plus détaillée.

*2.* — Un essai au courant continu et aux tensions de choc est à l'étude.

## 22. **Facteur de dissipation et permittivité des papiers imprégnés et non imprégnés**

### 22.1 *Appareil d'essai*

22.1.1 Un pont protégé, décrit dans la Publication 250 de la CEI: 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), ou un dispositif équivalent.

22.1.2 Un générateur de 50 Hz ou 60 Hz, ainsi qu'un détecteur à utiliser avec le pont, comme décrit dans la Publication 250 de la CEI. Eventuellement, la tension pourra être fournie par un réseau à 50 Hz ou 60 Hz, par l'intermédiaire d'un transformateur et d'un autotransformateur à rapport variable. Une autre fréquence pourra être spécifiée.

22.1.3 Un ou plusieurs jeux d'électrodes protégées, conformément à la Publication 250 de la CEI, construites en métal d'une grande conductivité thermique et insensibles aux distorsions provoquées par de nombreuses variations cycliques de la température. La surface doit pouvoir résister au ternissement.

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

La surface des électrodes sera plane, avec une tolérance de  $0,125 \mu\text{m}$  et toujours maintenue en bon état.

Pour l'essai de papiers imprégnés, l'électrode inférieure sera équipée d'une cuvette d'environ 10 mm de haut, fixée autour du bord, pour retenir le liquide d'imprégnation.

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

Pour faciliter l'élimination de l'humidité de l'éprouvette lors de l'essai des papiers non imprégnés, il est recommandé de forer une série de trous traversant presque entièrement l'électrode supérieure, à partir du

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

Where the temperature or humidity of the test differ from those of Sub-clause 1.3, the treatment of the test piece shall be given in Part 3.

### 21.3 Procedure

The application of voltage shall be in accordance with Sub-clause 7.1 of IEC Publication 243. Criterion of breakdown, see Clause 8 of that publication.

Nine tests shall be made.

### 21.4 Results

The result shall be based on the measured thickness. The report shall be in accordance with Clause 11 of IEC Publication 243. The central value and the lowest value shall be reported in kilovolts per millimetre.

*Notes 1.* — For special papers, a more elaborate statistical evaluation may be required in Part 3.

*2.* — Tests using d.c. and impulse voltages are under consideration

## 22. Dissipation factor and permittivity of unimpregnated and impregnated paper

### 22.1 Test apparatus

22.1.1 A guarded bridge, as described in IEC Publication 250, Recommended Methods for the Determination of the Permittivity and Dielectric Dissipation Factor of Electrical Insulating Materials at Power, Audio and Radio Frequencies Including Metre Wavelengths, or equivalent instrument.

22.1.2 A 50 Hz or 60 Hz generator and a detector for use with the bridge, as described in IEC Publication 250. Alternatively, voltage may be supplied from a 50 Hz or 60 Hz main-network, using a transformer and variable-ratio auto-transformer. Another frequency may be specified.

22.1.3 One or more sets of guarded electrodes, according to IEC Publication 250, constructed of a metal having high thermal conductivity and not subject to distortion with repeated temperature cycling. The surface should be resistant to tarnishing.

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

The electrode surfaces shall be flat within 0.125  $\mu\text{m}$  and shall be maintained in good condition.

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

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

In order to facilitate removal of moisture from the specimen when testing unimpregnated paper, a series of holes may be drilled nearly through the upper electrode from the top side and completed through the

dessus, et d'achever la perforation de la surface de l'électrode à l'aide d'un foret de 400  $\mu\text{m}$ . Les trous ne devront pas être obstrués par la masse ajoutée à l'électrode supérieure. Pour éviter les problèmes de nettoyage des électrodes percées, il est recommandé de ne pas les utiliser pour essayer les papiers imprégnés.

- 22.1.4 Equipement de séchage sous vide se composant d'un récipient adéquat, permettant de mener les conducteurs de mesure hors de la chambre, d'une jauge de pression et d'une pompe à vide capable d'entretenir une pression ne dépassant pas 2,7 Pa (0,02 torr).
- 22.1.5 Matériel de chauffage permettant d'amener les électrodes et les éprouvettes à la température spécifiée.
- 22.1.6 Un thermocouple enrobé dans l'électrode protégée pour indiquer avec précision la température de l'éprouvette. Un thermomètre pourra être utilisé à condition que des mesures préalables aient démontré que cet appareil indique la température de l'éprouvette avec précision.
- 22.1.7 Un dispositif permettant l'introduction d'air parfaitement sec ou d'un gaz inerte dans la chambre à vide; par exemple une batterie d'appareils comprenant des sècheuses à l'acide sulfurique et au pentoxyde de phosphore ou à l'alumine activée.
- 22.1.8 Eventuellement: une huile d'imprégnation conforme aux exigences de la Publication 296 de la CEI, sauf si un autre liquide d'imprégnation est spécifié. Le dégazage et le séchage de l'agent d'imprégnation sont réalisés en faisant passer celui-ci dans une colonne pleine de billes de verre, sous des conditions de température et de vide suffisantes pour réaliser le séchage et le dégazage sans éliminer les fractions plus légères de l'agent d'imprégnation.

## 22.2 Eprouvettes

Des couches de papier d'au moins 3 mm plus larges que le diamètre de l'électrode protégée.

## 22.3 Mode opératoire

On effectue une seule mesure.

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

22.3.2 Faire chauffer l'éprouvette et les électrodes jusqu'à 115 °C, sauf spécification contraire, tout en faisant le vide dans la chambre. Maintenir la température à  $115 \pm 5$  °C et la pression de la chambre à une valeur inférieure à 2,7 Pa (0,02 torr) jusqu'à ce que l'éprouvette soit sèche. Il s'est avéré que le maintien de ces conditions pendant 16 h suffit, à condition que l'électrode supérieure ait été percée pour faciliter l'élimination de l'humidité; autrement, il faudra un séjour de 24 h ou davantage. On peut constater que l'éprouvette est sèche en mesurant la stabilité du facteur de dissipation.

## 22.3.3 Papier non imprégné

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

electrode surface by means of a 400  $\mu\text{m}$  drill. The holes shall not be obstructed by any mass added to the upper electrode. To avoid problems in cleaning, drilled electrodes are not recommended for testing impregnated papers.

22.1.4 Vacuum-drying equipment consisting of a suitable container, provided with means for bringing measuring leads out of the chamber, a gauge for measuring the pressure and a vacuum pump capable of maintaining a pressure less than 2.7 Pa (0.02 torr).

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

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

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

22.1.8 When applicable: impregnating oil in accordance with IEC Publication 296, unless another impregnating liquid is specified. Degassing and drying of impregnant are achieved by passing the required impregnant down through a column of glass beads at a temperature and vacuum sufficient to achieve drying and degassing without removal of the lighter fractions of the impregnant.

## 22.2 Test pieces

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

## 22.3 Procedure

One measurement only shall be made.

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

22.3.2 Heat the specimen and electrodes to 115  $^{\circ}\text{C}$ , unless otherwise specified, simultaneously evacuating the chamber. Maintain  $115 \pm 5$   $^{\circ}\text{C}$  and a chamber pressure of less than 2.7 Pa (0.02 torr) until the test piece is dry. It has been found that 16 h at these conditions is sufficient if the upper electrode is drilled to facilitate the removal of moisture, otherwise 24 h or more may be required. The test piece can be shown to be dry by steady-state measurements of dissipation factor.

### 22.3.3 Unimpregnated paper

Switch off the heater, break the vacuum with dry air and measure the dissipation factor and capacitance while the specimen is cooling. The measurements are made at temperatures as close as possible to 115  $^{\circ}\text{C}$ , 105  $^{\circ}\text{C}$ , 90  $^{\circ}\text{C}$ , 70  $^{\circ}\text{C}$  and 55  $^{\circ}\text{C}$ . Make the measurements between 1.2 kV/mm and 1.5 kV/mm.

#### 22.3.4 Papier imprégné

Arrêter le chauffage, laisser pénétrer de l'air sec dans la chambre vide et mesurer le facteur de dissipation et la capacité sous une température de 115 °C. Si le facteur de dissipation a la même valeur que lors d'un essai antérieur sur des éprouvettes similaires dans le cadre du paragraphe 22.3.3, on refait le vide jusqu'à une pression plus élevée que celle de la vapeur de l'imprégnant, sous la température d'essai, et une quantité suffisante d'imprégnant dégazé est transvasée vers l'électrode inférieure afin que l'éprouvette de papier puisse être totalement immergée dans l'imprégnant. Le vide est rompu après 10 min et on procède aux mesures du facteur de dissipation et de la capacité aux températures les plus proches possible de 115 °C, 105 °C, 90 °C, 70 °C et 55 °C. Effectuer les mesures entre 1,2 kV/mm et 1,5 kV/mm.

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

2. — Cette méthode ne convient pas pour les liquides à grande permittivité, comme les askarels.

#### 22.4 Résultats

Le rapport comprendra les éléments suivants:

- courbe du facteur de dissipation en fonction de la température;
- épaisseur de l'éprouvette;
- permittivité calculée conformément à la Publication 250 de la CBI;
- contrainte appliquée, exprimée en kilovolts par millimètre;
- nature du liquide d'imprégnation, s'il y a lieu;

#### 23. Voies conductrices

Il existe trois méthodes; celle à utiliser sera décrite dans la troisième partie.

##### 23.1 Méthode 1

Cet essai convient particulièrement bien pour un contrôle total, lorsqu'on s'attend à ne découvrir que relativement peu de défauts.

##### 23.1.1 Appareil d'essai

*Electrodes.* Deux électrodes constituées par une plaque polie par usinage en fonte ou en un autre métal, et un jeu de rouleaux pleins en laiton (voir la figure 3, page 52).

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

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

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

Les rouleaux seront montés en deux rangées parallèles au-dessus de l'électrode à plaque et disposés de telle façon que chacun d'eux puisse être déplacé verticalement par rapport à la surface de la plaque, de manière que la génératrice d'un rouleau s'appuie automatiquement sur la surface de la plaque.

Les rouleaux et la plaque seront convenablement isolés les uns des autres. Les rouleaux seront placés de telle sorte que la continuité de la connexion électrique entre eux-mêmes et la source d'alimentation soit assurée pendant la rotation. Les deux rangées de rouleaux seront montées avec les axes orientés de manière à former un angle de 90° par rapport au sens de déplacement de l'éprouvette. Les rouleaux de chaque rangée

#### 22.3.4 Impregnated paper

Switch off the heater, break the vacuum with dry air and measure the dissipation factor and capacitance at a temperature of 115 °C. Provided the dissipation factor is similar to the value obtained on an earlier test on similar test pieces conducted as in Sub-clause 22.3.3, the chamber is re-evacuated to a pressure higher than the vapour pressure of the impregnant at the test temperature, and sufficient degassed impregnant is transferred to the bottom electrode to allow the paper test piece to be fully immersed in the impregnant. The vacuum is broken after 10 min and measurement of dissipation factor and capacitance are made at temperatures as close as possible to 115 °C, 105 °C, 90 °C, 70 °C and 55 °C. Make the measurements between 1.2 kV/mm and 1.5 kV/mm.

- Notes 1. — It is good practice to verify after the test that the impregnating oil is not contaminated.  
2. — This method is unsuitable for liquids of high permittivity, e.g. askarels.

#### 22.4 Results

The report shall include the following:

- curve of dissipation factor as a function of temperature;
- thickness of the test piece;
- permittivity calculated in accordance with IEC Publication 250;
- applied stress, expressed in kilovolts per millimetre;
- nature of the impregnating liquid, when applicable.

#### 23. Conducting paths

There are three methods available, the method to be used shall be prescribed in Part 3.

##### 23.1 Method 1

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

##### 23.1.1 Test apparatus

*Electrodes:* Two electrodes consisting of a smoothly machined cast-iron or other metal plate, and a set of smooth solid brass rollers (see Figure 3, page 52).

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

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

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

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

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

seront écartés de 35 mm par rapport aux lignes médianes, et les deux rangées seront disposées de telle façon que les points médians des rouleaux d'une rangée soient en face des points médians des espaces de l'autre rangée, comme le montre la figure 3, page 52.

La force totale exercée par chaque rouleau sur la surface de l'éprouvette se situera entre 2 450 N et 3 150 N. Pour éviter d'endommager les électrodes, une résistance chutrice pourra être appliquée.

#### 23.1.2 Tension

La tension sera de 2 V/ $\mu$ m eff. sauf spécification contraire dans la troisième partie.

#### 23.1.3 Eprouvette

L'éprouvette aura une largeur telle que ses bords dépassent d'au moins 25 mm le bord extérieur des rouleaux adjacents. La longueur de l'éprouvette sera de 7,5 m au minimum.

#### 23.1.4 Mode opératoire

Soulever les rouleaux, introduire l'extrémité de l'éprouvette dans l'ouverture et abaisser les rouleaux sur la surface du papier. Raccorder les électrodes à une source d'alimentation fournissant la tension correcte prescrite au paragraphe 23.1.2. Tirer l'éprouvette entre la plaque et les rouleaux à une vitesse comprise entre 10 m/min et 20 m/min. Compter le nombre de trous brûlés à travers l'éprouvette, chaque trou brûlé étant considéré comme une voie conductrice.

Au lieu de relever le nombre de trous brûlés, on peut pratiquer un comptage électronique.

#### 23.1.5 Calcul et expression des résultats

- a) *Calcul*: Calculer le nombre de voies conductrices par unité de surface, en divisant le nombre de défauts comptés par la surface totale examinée, exprimée en mètres carrés.
- b) *Rapport d'essai*: Le rapport mentionnera:
  - 1) le nombre de voies conductrices par mètre carré;
  - 2) la surface totale du papier soumis à l'essai.

#### 23.2 Méthode 2

Cette méthode repose sur le fait qu'une voie conductrice présente une résistance inférieure à 50 k $\Omega$ . L'appareil d'essai ne devra pas indiquer de voie conductrice si la résistance est supérieure à 60 k $\Omega$ .

##### 23.2.1 Appareil d'essai (voir la figure 4, page 52)

- a) *Electrodes*: Deux électrodes, dont l'une est constituée par une plaque métallique rodée et rectifiée à plat, tandis que l'autre est un rouleau cylindrique plein, en laiton ou en acier, rodé et muni d'un manche isolant. Les dimensions de la plaque doivent correspondre à celles des éprouvettes soumises à l'essai.

Les dimensions du rouleau sont les suivantes:

- diamètre: 50 mm;
- largeur maximale: 50 mm;
- pression exercée par le rouleau, y compris la poignée: de 0,1 à 0,25 N/mm de largeur du rouleau.

*Précision mécanique du rouleau et de la plaque*: Les résultats des essais effectués selon cette méthode sont fortement tributaires de la perfection mécanique des surfaces de la plaque et du rouleau, si les écarts par rapport à la forme prescrite dépassent de beaucoup 0,0025 mm. On estime qu'un écart de 0,025 mm

placed that the midpoints of the rollers in one row are opposite the midpoints of the spaces in the other row as shown in Figure 3, page 52.

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

#### 23.1.2 Voltage

The voltage shall be 2 V/ $\mu\text{m}$  r.m.s., unless otherwise specified in Part 3.

#### 23.1.3 Test specimen

The test specimen shall be one of such width that its edges extend at least 25 mm beyond the outer edge of the adjacent rollers. The test specimen shall be at least 7.5 m in length.

#### 23.1.4 Procedure

Raise the rollers, insert the end of the test specimen and lower the rollers onto the paper surface. Connect the electrodes with a potential source of the proper voltage prescribed in Sub-clause 23.1.2. Draw the specimen between the plate and rollers at a speed of 10 m/min to 20 m/min. Count the number of holes burned through the specimen, each burned hole being considered a conducting path.

Instead of counting the number of holes burned, electronic counting may be applied.

#### 23.1.5 Calculation and expression of results

- a) *Calculation:* Calculate the number of conducting paths per unit area by dividing the number of failures counted by the total area searched, expressed in square metres.
- b) *Test report:* The report should mention:
  - 1) the number of conducting paths per square metre;
  - 2) the total area of paper tested.

#### 23.2 Method 2

A conducting path in this method has a resistance lower than 50 k $\Omega$ . The apparatus shall not indicate a conducting path when the resistance is higher than 60 k $\Omega$ .

##### 23.2.1 Test apparatus (see Figure 4, page 52)

- a) *Electrodes:* Two electrodes, one of which consists of a ground metal plate trued up flat, and the other of a solid ground cylindrical brass or steel roller with an insulating handle. The dimensions of the plate should correspond to those of the specimens under test.

The dimensions of the roller are as follows:

- diameter: 50 mm;
- maximum width: 50 mm;
- pressure exerted by roller, including handle: 0.1 to 0.25 N/mm width of roller.

*Mechanical accuracy of roller and plate:* The results of tests made according to this method are greatly dependent upon the mechanical perfection of the surfaces of the plate and roller, if departures from the true form much exceed 0.0025 mm. A departure of 0.025 mm is considered a large error. Means for the

constitue une erreur considérable. Les moyens permettant d'atteindre un tel degré de précision, plus élevé que celui qui est généralement requis pour les appareils électriques, sont décrits ci-dessous.

Le rouleau peut être usiné et poli au tour ou bien, de préférence, rectifié très précisément aux dimensions requises. Le diamètre du rouleau peut se mesurer à l'aide d'un micromètre à cadran d'une sensibilité suffisante; à cet effet, le rouleau est placé sur une enclume plate (dépoluissée) et la mesure du diamètre s'effectue entre l'enclume et le point le plus élevé de la surface du rouleau, à l'aide d'un palpeur micrométrique, à petit rayon de courbure.

S'assurer que le diamètre ainsi mesuré ne diffère pas de plus de 0,0025 mm en plus ou en moins, sur toute la longueur du cylindre.

Veiller à ce que la plaque, de préférence moulée ou laminée d'une seule pièce, ait au moins 25 mm d'épaisseur. Si elle est constituée de plusieurs plaques plus minces assemblées par soudage, il faudra s'assurer que leur matière constitutive est bien identique, en vue d'éviter un gauchissement ultérieur par suite de différences de dilatation. Dans tous les cas, la plaque sera usinée sommairement en ce qui concerne le format et la planéité, puis elle sera recuite par chauffage prolongé (par exemple 24 h entre 200 °C et 300 °C) pour éviter toute déformation ultérieure. Elle est ensuite meulée à plat avec une précision de  $\pm 0,0025$  mm, cette opération pouvant facilement être effectuée à l'aide d'une rectifieuse de surface. Si l'on accorde suffisamment de soin au travail et si la machine permet d'obtenir la précision voulue, un polissage ultérieur sera inutile car la planéité importe davantage que le poli. Si toutefois un polissage est souhaité, il sera pratiqué conformément à la technique optique, car un polissage ordinaire porterait atteinte à la planéité obtenue par rectification. La planéité de la plaque se vérifie aisément en plaçant une lampe derrière le rouleau qui repose sur la plaque (dépoluissée) et en observant le trait de lumière entre le rouleau et la plaque.

*Note.* — Des plaques usinées, d'une surface de 0,4 m  $\times$  0,25 m, ont été utilisées.

- b) *Détecteur.* Un appareil de mesure raccordé à un compteur qui enregistre une impulsion lorsque la résistance est inférieure à la valeur prescrite. L'enregistrement devra être d'une unité par voie conductrice, dans le temps au cours duquel la tension est appliquée à la voie conductrice. L'instrument devra être capable de procéder à des comptages séparés si les voies conductrices sont distantes les unes des autres de 1 mm ou davantage, dans le sens de déplacement du rouleau.
- c) Une résistance de protection, la résistance totale du circuit sera de 50 k $\Omega$  au minimum.
- d) Une source de 110  $\pm$  10 V, normalement en courant continu.

Au besoin, le circuit pourra être raccordé à la terre en vue d'assurer une sécurité maximale.

### 23.2.2 *Eprouvettes*

- a) L'éprouvette devra être suffisamment large pour couvrir totalement la plaque; la feuille de papier est maintenue en place par des poids. Plusieurs éprouvettes peuvent être soumises aux essais.
- b) L'essai portera sur une surface d'au moins 1 m<sup>2</sup>.
- c) Lors des essais sur papier mince, il a été observé que la manipulation des éprouvettes nécessite le plus grand soin.

Elles ne doivent pas être touchées avec les doigts, ni être placées sur des surfaces autres que celles de la plaque, après avoir été prélevées sur les rouleaux de papier.

### 23.2.3 *Mode opératoire*

Fixer l'éprouvette sur la plaque, au moyen de poids déposés sur les extrémités, en s'assurant qu'elle est bien à plat. Raccorder la plaque à l'une des bornes de l'alimentation 110 V.

Raccorder le rouleau, le détecteur et la résistance, de sorte que la borne libre de cette dernière puisse être connectée à l'autre borne de la source d'alimentation 110 V. Faire passer le rouleau sur le papier, par zones de

attainment of this degree of accuracy, which is greater than that normally required in electrical instruments, are stated below.

The roller may be turned and polished in a lathe or, preferably, ground to size accurately. The diameter of the roller may be measured by a dial micrometer of suitable sensitivity, the roller being rested on a flat anvil (free from dust) and its diameter measured from the anvil to the highest point of the roller surface, using a rounded micrometer plunger of small radius of curvature.

Ensure that the diameter so measured does not vary by more than  $\pm 0.0025$  mm along the whole cylindrical length of the roller.

Ensure that the plate, preferably cast or rolled in one piece, is not less than 25 mm thick. If it is built up from thinner plates welded or sweated together, ensure that these plates are of identical material, to avoid warping by differential expansion. In either case, the plate is roughly machined to size and flatness, and then annealed by prolonged heating (say 24 h at 200 °C to 300 °C) to avoid subsequent warping. It is then ground flat to an accuracy of  $\pm 0.0025$  mm, which may conveniently be done upon a surface grinder. If this is carefully done on a sufficiently accurate machine, further polishing is unnecessary, the required property being flatness rather than polish. If polishing is desired, it is carried out in accordance with optical technique, since ordinary polishing will destroy the flatness obtained from grinding. The flatness of the plate may conveniently be checked by placing a lamp behind the roller, with the latter resting on the plate (free from dust), and observing the line of light between roller and plate.

*Note.* — Engineered surface plates 0.4 m  $\times$  0.25 m have been used.

- b) *Detector:* A measuring instrument feeding into a pulse counter which records a pulse whenever there is a resistance lower than prescribed. The recording shall be one unit per conducting path over the range of time for which the voltage is applied to the conducting path. The counting device shall be capable of making separate counts in the case of conducting paths which are 1 mm or more apart, in the direction of the movement of the roller.
- c) A protective resistor; the resistance of the total circuit shall be at least 50 k $\Omega$ .
- d) A source of 110  $\pm$  10 V, normally d.c.

Where desired, an earth connection to the circuit may be made to provide maximum safety.

### 23.2.2 Specimens

- a) The specimen shall be large enough to cover the plate completely, the sheet of paper being held in place by weights. Several specimens may be tested.
- b) An area of at least 1 m<sup>2</sup> shall be tested.
- c) It has been observed when testing thin papers that the specimens need to be handled with the greatest care.

They should not be touched with the hands, nor should they be placed on any surface other than that of the plate after being taken from the rolls.

### 23.2.3 Procedure

Fix the specimen to the plate, making sure it is flat, by means of weights placed at the ends. Connect the plate to one terminal of the 110 V supply.

Connect up the roller, the detector and the resistor, such that the free end of the resistor may be connected to the other terminal of the 110 V supply. Pass the roller over the paper in parallel strokes, taking care to avoid

surface parallèle, en prenant soin de ne pas passer deux fois au même endroit; la vitesse doit être adaptée aux possibilités du compteur. Ne pas appliquer de pression supplémentaire.

#### 23.2.4 Calcul et expression des résultats

- a) *Calcul*: Calculer le nombre de voies conductrices par mètre carré, en divisant le nombre de voies conductrices comptées par la surface totale examinée, exprimée en mètres carrés.
- b) *Rapport d'essai*: Le rapport mentionnera:
  - 1) le nombre de points conducteurs par mètre carré;
  - 2) la surface totale du papier soumis à l'essai.

### 23.3 Méthode 3

#### *Essai avec électrodes au mercure — Méthode Dubilier*

##### 23.3.1 Précautions

L'essai sera mené dans une atmosphère propre, de préférence dans une enceinte hermétiquement close, à l'exception d'une entrée d'air filtré.

Etant donné les probabilités de contamination, les six premiers tours du rouleau de papier à soumettre à l'essai seront jetés. Des précautions seront prises pour que le rouleau de papier ne soit pas contaminé par des particules en suspension dans l'air et qu'il n'entre pas en contact avec des surfaces poussiéreuses.

A température ambiante, le mercure dégage une quantité non négligeable de vapeurs toxiques. Il faudra donc prendre garde à ne pas renverser le liquide pendant les manipulations et à faire en sorte que le personnel ne soit pas inutilement exposé aux vapeurs de mercure. Les électrodes supérieures seront toujours couvertes et, à cet effet, un ruban adhésif sensible à la pression a déjà donné de bons résultats.

Après l'essai de passage entre les électrodes, le papier est contaminé par le mercure et il faut donc éviter d'entreposer les éprouvettes utilisées dans le local de travail. Il faudra également prendre des précautions pour la destruction des éprouvettes utilisées; celles-ci seront brûlées dans un incinérateur efficace doté d'un système d'évacuation portant les fumées à une hauteur suffisante.

*Note.* — Même si toutes ces précautions sont prises, les accidents ne sont pas exclus, avec éventuellement des effets nocifs pour la santé et pour l'environnement. En conséquence, cette méthode est uniquement destinée aux essais des papiers de condensateur pour lesquels il convient de déceler les points faibles ainsi que les particules conductrices. Si cet essai est effectué, il devra être placé sous la surveillance d'une personne responsable et bien au courant des dangers découlant de l'utilisation du mercure. Il faut absolument tenir compte de ces dangers avant d'introduire l'essai des électrodes au mercure dans une norme nationale ou dans une spécification nationale pour les papiers de condensateur. Si cet essai est effectivement adopté, la nécessité d'une surveillance appropriée sera explicitement spécifiée.

##### 23.3.2 Mode opératoire

Faire passer entre les électrodes au mercure supérieure et inférieure, de forme rectangulaire, une longueur de papier suffisante pour produire une zone d'essai de 1 m<sup>2</sup>, à une vitesse ne dépassant pas 50 mm/s (voir la figure 5, page 53).

Les électrodes ont 4,8 mm dans le sens de déplacement du papier et pas plus de 50 mm dans le sens transversal. Elles sont disposées de manière à couvrir la largeur du papier, sans chevauchement; elles sont alignées (haut et bas) avec une tolérance de 0,25 mm, tandis que leurs supports sont écartés de 0,05 mm au maximum.

Les électrodes sont raccordées à un circuit qui commande un compteur d'une capacité minimale de 25 unités par seconde, en présence de l'une des situations suivantes, durant au moins 10  $\mu$ s:

- 1) la résistance entre les électrodes tombe à 2 k $\Omega$ ;