

SPÉCIFICATION
TECHNIQUE

TECHNICAL
SPECIFICATION

CEI
IEC

TS 61956

Première édition
First edition
1999-09

**Méthodes d'essai pour l'évaluation de
la formation des arborescences d'eau
dans les matériaux isolants**

**Methods of test for the evaluation of
water treeing in insulating materials**



Numéro de référence
Reference number
IEC/TS 61956:1999

Numéros des publications

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

Publications consolidées

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

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

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

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

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

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

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

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

Numbering

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

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

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

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

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

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

Terminology, graphical and letter symbols

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

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

* See web site address on title page.

SPÉCIFICATION
TECHNIQUE

TECHNICAL
SPECIFICATION

CEI
IEC

TS 61956

Première édition
First edition
1999-09

**Méthodes d'essai pour l'évaluation de
la formation des arborescences d'eau
dans les matériaux isolants**

**Methods of test for the evaluation of
water treeing in insulating materials**

© IEC 1999 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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

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

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

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



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

V

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

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
INTRODUCTION	8
Articles	
1 Généralités	10
1.1 Domaine d'application	10
1.2 Références normatives	10
1.3 Définitions	10
2 Méthode d'essai I (essai sur plaques)	12
2.1 Principe	12
2.2 Epruvettes	12
2.3 Appareillage d'essai	14
2.3.1 Cellule d'essai	14
2.3.2 Electrodes	14
2.3.3 Liquide d'essai	14
2.3.4 Ensemble support d'aiguilles/piston	14
2.4 Mode opératoire (essai de vieillissement)	16
2.4.1 Mode opératoire sous champ électrique uniforme (variante B)	16
2.4.2 Mode opératoire avec concentration de champ électrique (variante A)	16
2.5 Examen après vieillissement	16
2.5.1 Examen microscopique des arborescences de type nœud papillon (variante B)	16
2.5.2 Examen microscopique des arborescences ouvertes et nœud papillon (variante A)	18
2.6 Rapport d'essai	18
3 Méthode d'essai II (essai sur coupelle)	18
3.1 Objet et principe de l'essai	18
3.2 Epruvette d'essai	20
3.2.1 Homogénéisation	20
3.2.2 Fabrication	22
3.2.3 Montage des éléments préfabriqués	22
3.3 Appareillage d'essai	24
3.3.1 Installation électrique	24
3.3.2 Installation thermique	26
3.3.3 Liquide d'essai	26
3.3.4 Equipement pour l'essai jusqu'au claquage	26
3.4 Mode opératoire (essai de vieillissement)	26
3.5 Examen des épruvettes vieilles et non vieilles	28
3.5.1 Essai de claquage	28
3.5.2 Examen des arborescences d'eau	28
3.6 Rapport d'essai	30
Annexe A (informative) Résultats et discussion des essais interlaboratoires	32
Figures	46 – 58
Bibliographie	60

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
INTRODUCTION	9
Clause	
1 General.....	11
1.1 Scope	11
1.2 Normative references	11
1.3 Definitions.....	11
2 Test method I (plaque test).....	13
2.1 Principle.....	13
2.2 Test specimen	13
2.3 Test apparatus.....	15
2.3.1 Test cell	15
2.3.2 Electrodes	15
2.3.3 Test liquid	15
2.3.4 Needle holder – plunger assembly.....	15
2.4 Test procedure (ageing test)	17
2.4.1 Test procedure with uniform field stress (variant B).....	17
2.4.2 Test procedure with stress concentration (variant A)	17
2.5 Examination after ageing.....	17
2.5.1 Microscopic inspection regarding bow tie trees (variant B)	17
2.5.2 Microscopic inspection regarding vented and bow tie trees (variant A)	19
2.6 Test report	19
3 Test method II (cup test)	19
3.1 Object and principle of test.....	19
3.2 Test specimen	21
3.2.1 Homogenizing	21
3.2.2 Preshaping.....	23
3.2.3 Assembling all preshaped parts	23
3.3 Test apparatus.....	25
3.3.1 Electrical set-up	25
3.3.2 Thermal test set-up	27
3.3.3 Test liquid	27
3.3.4 Breakdown voltage test equipment	27
3.4 Test procedure (ageing test)	27
3.5 Examinations of unaged and aged test specimens.....	29
3.5.1 Breakdown tests.....	29
3.5.2 Water tree examinations.....	29
3.6 Test report	31
Annex A (informative) Results and discussion of round robin tests	33
Figures.....	47 – 59
Bibliography	61

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MÉTHODES D'ESSAI POUR L'ÉVALUATION DE LA FORMATION DES ARBORESCENCES D'EAU DANS LES MATÉRIAUX ISOLANTS

AVANT-PROPOS

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

La tâche principale des comités d'études de la CEI est l'élaboration des Normes internationales. Exceptionnellement, un comité d'études peut proposer la publication d'une spécification technique

- lorsqu'en dépit de maints efforts, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale, ou
- lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique ou quand, pour une raison quelconque, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat.

Les spécifications techniques font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales.

La CEI 61956 qui est une spécification technique, a été établie par le sous-comité 15E: Méthodes d'essais, du comité d'études 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Le texte de cette spécification technique est issu des documents suivants:

Projet d'enquête	Rapport de vote
15E/106/CDV	15E/123/RVC

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

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**METHODS OF TEST FOR THE EVALUATION OF WATER TREEING
IN INSULATING MATERIALS**

FOREWORD

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

The main task of IEC technical committees is to prepare International Standards. In exceptional circumstances, a technical committee may propose the publication of a technical specification when

- the required support cannot be obtained for the publication of an International Standard, despite repeated efforts, or
- the subject is still under technical development or where, for any other reason, there is the future but no immediate possibility of an agreement on an International Standard.

Technical specifications are subject to review within three years of publication to decide whether they can be transformed into International Standards.

IEC 61956, which is a technical specification, has been prepared by subcommittee 15E: Methods of test, of IEC technical committee 15: Insulating materials.

The text of this technical specification is based on the following documents:

Enquiry draft	Report on voting
15E/106/CDV	15E/123/RVC

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

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 3.

L'annexe A est donnée uniquement à titre d'information.

Le comité a décidé que cette publication reste valable jusqu'en 2005.

A cette date, selon décision préalable du comité, la publication sera

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC TS 61956:1999

Annex A is for information only.

The committee has decided that this publication remains valid until 2005.

At this date, in accordance with the committee's decision, the publication will be

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC TS 61956:1999

INTRODUCTION

Les arborescences d'eau constituent l'une des causes principales de vieillissement prématuré et de défaillance des câbles extrudés moyenne tension ne possédant pas de barrière d'étanchéité à l'eau. Outre les efforts technologiques continus effectués dans ce domaine, nous nous sommes efforcés jusqu'à présent de remédier à de telles défaillances grâce à des composés isolants améliorés, principalement à base de polyéthylène faible densité, réticulé chimiquement (XPPE). De là est né le besoin de méthodes d'essai sur matériaux appropriées, pour réaliser d'une part des essais de présélection significatifs afin d'évaluer la propension des matériaux à générer des arborescences d'eau, et pour réduire, d'autre part, le besoin de mettre en œuvre des essais sur câbles pour la comparaison et la présélection des matériaux.

Cependant, un essai sur matériau ne peut généralement pas simuler toutes les influences des paramètres de fabrication du système d'isolation du câble extrudé. Les essais sur câbles demeurent ainsi nécessaires pour l'évaluation finale des nouvelles compositions isolantes.

Le groupe de travail de la CIGRÉ «Matériaux isolants solides» a examiné les qualités des essais existants sur matériaux [3] à [8]*, en particulier leur aspect pratique et leur précision. Le groupe d'action «Essais d'arborescences d'eau sur matériaux» a été créé pour évaluer les méthodes d'essai de présélection [6], [7] et [8] basées sur différentes philosophies et pour préparer une proposition destinée à la CEI, servant de base à une méthode d'essai appropriée. Des experts dans le domaine des arborescences d'eau issus de laboratoires industriels et scientifiques du monde entier ont participé à ce travail [1] et [2]. Le rapport final du groupe d'action a été publié dans *Electra* [17]. Un résumé de ce rapport est fourni à l'annexe A.

Bien que trois variantes de l'essai aient été évaluées, améliorées et partiellement combinées, elles ne sont pas encore prêtes pour être publiées en tant que Norme internationale. Elles sont présentées dans la présente spécification technique pour les laboratoires qui souhaitent se forger une expérience dans ce domaine.

Dans la méthode I, on soumet des éprouvettes sous forme de plaques de fabrication aisée à une contrainte diélectrique alternative divergente (variante A) ou uniforme (variante B), tout en les immergeant dans un milieu humide. Une cellule d'essai nouvellement développée permet d'évaluer aussi bien les arborescences d'eau ouvertes (vt) générées en vis-à-vis d'empreintes (A) que celles de type nœud papillon (btt) observées au niveau des défauts internes de l'éprouvette (B) ou encore les deux simultanément.

Dans la méthode II, on fait vieillir dans un environnement humide et sous une contrainte électrique alternative uniforme des éprouvettes en forme de coupelle, constituées d'un matériau isolant pris en sandwich entre deux couches de matériau écran semiconducteur. Au-delà de l'examen microscopique des arborescences d'eau (vt et btt), cette méthode permet d'effectuer une évaluation par essai de rigidité diélectrique.

Ces deux méthodes sont complémentaires car elles permettent la comparaison de la tendance à générer des arborescences d'eau, qu'il s'agisse de l'isolation seule ou de la combinaison isolation/écran. Les résultats des essais interlaboratoires effectués selon ces méthodes par le groupe d'action de la CIGRÉ sont indiqués à l'annexe A.

* Les chiffres entre crochets renvoient à la bibliographie.

INTRODUCTION

Water treeing is one of the major causes of premature ageing and failure of extruded medium voltage cables which do not have water-impervious barriers. Besides technological efforts, it has been a challenge up to now to overcome such failures by improved insulating compounds, mainly on the basis of chemically crosslinked low density polyethylene (XLPE). Consequently, a need for suitable material test methods has arisen; primarily for a meaningful screening test to evaluate the water tree propensity of such materials, and thus reduce the need of cable testing to compare and preselect materials.

On the other hand, a material test generally cannot simulate all the influences of the manufacturing parameters on the extruded cable insulation system. Therefore, cable tests will still remain necessary for the final assessment of new insulating compounds.

The CIGRE Working Group "Solid insulating materials" considered the merits of existing material tests [3] to [8]* concerning their practicability and reliability. The Task Force on "Water tree testing of materials" was set up to evaluate pre-selected test methods [6], [7], [8] based on different philosophies and to prepare a proposal to the IEC as a basis for a test method. Experts in the field of water treeing, coming from industrial and scientific laboratories worldwide, participated in this work [1], [2]. A final report of the Task Group is published in *Electra* [17]. A summary of this report is given in annex A.

Although the evaluated three test variants, which were improved and partly combined, are not yet ready for international standardization, they are made available by this technical specification to enable interested laboratories to gain experience with them.

Method I subjects easily producible plaque type test specimens to a divergent (variant A) or a uniform (variant B) a.c. electric stress while immersed in a wet environment. A newly developed test cell allows to evaluate either vented water trees (vt) in front of indentations (A) or bow tie water trees (btt) at imperfections (B) within the test specimen, or both types simultaneously.

Method II ages cup-shaped test specimens, made of insulating material sandwiched between two layers of semiconducting screen material, under uniform a.c. electric stress while exposed to a wet environment. In addition to microscopic inspection of water trees (vt and btt), this method enables an evaluation by electrical breakdown tests.

The two methods are mutually complementary as they permit the relative assessment of water treeing propensity to be determined for either the insulation alone or for the insulation/screen combination. In annex A, results of round robin tests achieved with these methods by the CIGRE Task Force are reported.

* Figures in square brackets refer to the bibliography.

MÉTHODES D'ESSAI POUR L'ÉVALUATION DE LA FORMATION DES ARBORESCENCES D'EAU DANS LES MATÉRIAUX ISOLANTS

1 Généralités

1.1 Domaine d'application

La présente spécification technique décrit des méthodes d'essai permettant l'évaluation des compositions à base de polyéthylène (PE) et de polyéthylène réticulé (PRC) par rapport aux arborescences d'eau afin d'estimer leurs performances sous contrainte électrique alternative en présence d'eau. Deux méthodes sont décrites: la méthode I, permettant l'évaluation des matériaux isolants seuls, et la méthode II, celle de «sandwiches» comportant un matériau isolant en contact intime avec des écrans semiconducteurs.

1.2 Références normatives

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

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

CEI 61072:1991, *Méthodes d'essais pour évaluer la résistance des matériaux isolants à la formation d'arborescences électriques*

1.3 Définitions

La formation des arborescences d'eau résulte d'un processus de dégradation [11], observé notamment dans le polyéthylène basse densité (PEBD) et le PRC sous contrainte alternative et dans des conditions humides, qui entraîne la formation de zones diélectriquement affaiblies que constituent les arborescences d'eau.

Les arborescences d'eau sont caractérisées par leur forme ressemblant à un arbre avec des dendrites hydrophiles (spécifiquement, elles apparaissent initialement sous forme de chaînes de cavités remplies d'eau qui constituent ultérieurement un ensemble de canaux microscopiques aux surfaces hydrophiles). Elles se développent typiquement en fonctionnement électrique sous conditions humides et peuvent atteindre des longueurs de l'ordre du millimètre après plusieurs années. On peut distinguer deux types d'arborescences d'eau:

- a) Une arborescence de type nœud papillon, comparable dans sa forme à un nœud papillon, est constituée de branches droites rayonnant dans des directions opposées à partir d'un point central. Les arborescences de type nœud papillon, contenues dans la masse de l'isolation, sont généralement orientées dans la direction du champ électrique.
- b) Une arborescence ouverte ressemble dans sa forme à un arbre dont le tronc atteint la surface de l'isolation ou de l'interface isolation/écran. Les branches sont généralement orientées dans la direction du champ électrique depuis la surface de l'isolation ou de l'interface.

METHODS OF TEST FOR THE EVALUATION OF WATER TREEING IN INSULATING MATERIALS

1 General

1.1 Scope

This technical specification describes methods of test for the evaluation of water treeing in polyethylene (PE) and crosslinked polyethylene (XLPE) compounds, as a means to assess their relative performance under alternating (a.c.) electric stress, in the presence of water. Two methods are described, method I covering the evaluation of insulating materials alone, and method II covering the evaluation of insulating sandwiches consisting of an insulating material in intimate contact with semiconducting screens.

1.2 Normative references

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

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

IEC 61072:1991, *Methods of test for evaluating the resistance of insulating materials against the initiation of electrical trees*

1.3 Definitions

Water treeing is a degradation process [11] as observed in low density polyethylene (LDPE) and XLPE under a.c. stress and moist conditions, which results in the formation of dielectrically weakened areas of so-called water trees.

Water trees are hydrophilic dendritic, tree-like features (specifically, they appear initially to be chains of water-filled cavities which later become bushes of microscopic channels with hydrophilic surfaces), which grow typically under wet and electrical operating conditions and may reach lengths of the order of 1 mm within several years. Two different types of water trees can be distinguished:

- a) Bow tie tree resembles a bow tie and consists of divergent straight branches radiating in opposite directions from a central point. The bow tie trees, contained within the bulk of the insulation, are generally lined up in the direction of the electric field.
- b) Vented tree resembles a tree whose trunk is vented to the surface of the insulation or the insulation/screen interface. The branches are generally oriented in the direction of the electric field, away from the insulation surface or the interface.

2 Méthode d'essai I (essai sur plaques)

2.1 Principe

Les essais sur plaques (variante A et variante B) ont pour but d'évaluer le développement d'arborescences d'eau dans les matériaux isolants à base de polyéthylène basse densité (PEBD) et de polyéthylène réticulé (PRC).

Les deux variantes d'essai utilisent des éprouvettes en forme de plaque et la même cellule d'essai. Les deux essais sont des essais de présélection destinés à différencier et à sélectionner les isolants par rapport à la formation des arborescences d'eau.

L'essai avec concentration des contraintes (variante A) est principalement destiné à évaluer le développement des arborescences ouvertes à partir de l'extrémité de protrusions de l'écran ou de pénétrations dans l'isolant à l'interface isolant/écran, simulées par des empreintes en forme d'aiguilles remplies d'eau. Une plaque avec un certain nombre d'empreintes identiques est soumise, dans une cellule d'essai selon 2.3.1, à un champ électrique en présence d'eau provoquant une concentration de champ électrique en ces points.

Par le biais de cet essai, la formation des arborescences de type nœud papillon peut également être évaluée dans la masse même de l'éprouvette, en se plaçant loin des zones de concentration de champ électrique.

L'essai sous champ électrique uniforme (variante B) est destiné à évaluer le développement des arborescences de type nœud papillon lorsqu'une plaque est mise en présence d'eau et simultanément soumise à un champ électrique uniforme dans une cellule d'essai telle que celle décrite en 2.3.1.

2.2 Eprouvettes

Les éprouvettes sous forme de lamelles circulaires de (35 ± 1) mm de diamètre peuvent être obtenues par découpe à l'aide d'un emporte-pièce, à partir d'une plaque de l'une des épaisseurs suivantes: $(4,0 \pm 0,1)$ mm, $(3,0 \pm 0,1)$ mm, $(2,0 \pm 0,1)$ mm. Il convient que la comparaison entre matériaux ne soit réalisée qu'à partir d'éprouvettes d'épaisseur identique.

Pour les essais concernant les arborescences ouvertes, les plaques peuvent être fabriquées par moulage de granulés à la presse. Pour les essais concernant les arborescences de type nœud papillon, il est recommandé d'homogénéiser la composition par extrusion, de façon à éviter la concentration d'additifs ou d'impuretés à la surface des granulés. Dans tous les cas de figure, il convient de prendre d'extrêmes précautions pour éviter la contamination des matériaux et, par voie de conséquence, celle des plaques et des lamelles.

Dans le cas de compositions à base de PRC (utilisant du peroxyde de dicumyle) les plaques sont préformées à la presse à environ 130 °C. Elles sont chauffées jusqu'à 180 °C, maintenues pendant 30 min à cette température et refroidies à 70 °C, l'ensemble du cycle étant réalisé sous pression. Les plaques sorties de la presse sont dégazées durant 72 h à (90 ± 2) °C pour l'élimination des résidus volatiles.

Dans le cas de matériaux à base de PEBD (sans agent de réticulation), les plaques sont aussi préformées à environ 130 °C dans la presse, puis chauffées jusqu'à environ 200 °C et refroidies, toujours sous pression, jusqu'à environ 70 °C.

L'expérience a montré que lorsque l'on moule des plaques avec des compositions à base de PE ou de PRC, une pression exercée d'au moins 5 N/mm² conduit à des résultats satisfaisants.

2 Test method I (plaque test)

2.1 Principle

The plaque tests (variant A and variant B) are intended to assess the development of water trees in low density polyethylene (LDPE) and crosslinked polyethylene (XLPE) based insulating materials.

Both test variants make use of plaque-shaped test specimens and of the same test cell. Both tests are screening tests to differentiate and to preselect insulating compounds with regard to water treeing.

The test with stress concentrations (variant A) is primarily intended to assess the development of vented trees from the tips of protrusions of the screen or intrusions in the insulation at the insulation/screen interface, simulated by needle-shaped and water-filled indentations. A plaque with a number of identical indentations is exposed simultaneously to water and to an electric field, producing electric field stress concentration at those points, within a test cell according to 2.3.1.

By means of this test, bow tie treeing can be additionally assessed within the bulk of the test specimen, away from the stress concentration areas.

The test with uniform field stress (variant B) is intended to assess the development of bow tie trees, when a plaque is exposed simultaneously to water and to a uniform electric field within a test cell described in 2.3.1.

2.2 Test specimen

Test specimens in the form of disc-shaped slabs with a diameter of (35 ± 1) mm can be achieved by punching them out from plaques of one of the following thicknesses: $(4,0 \pm 0,1)$ mm; $(3,0 \pm 0,1)$ mm; $(2,0 \pm 0,1)$ mm. Comparison between materials should be made at equal thicknesses only.

For vented tree testing, plaques may be manufactured from pellets by pressmolding. For bow tie tree testing, it is recommended to homogenize the compound by extrusion in order to avoid concentration of additives and impurities on the surface of the pellets. In every case extreme care should be taken to prevent contamination of the materials as well as of the resulting plaques and slabs.

In the case of XLPE based compounds (using dicumyl-peroxide) the plaques are preformed within the press frame at circa 130 °C. They are heated up to 180 °C, maintained for 30 min and cooled down, all under pressure, to circa 70 °C. The plaques taken out of the frame are annealed for 72 h at (90 ± 2) °C to evaporate the volatile by-products.

In the case of LDPE based materials (without crosslinking agent) the plaques are also preformed at circa 130 °C within the press frame, heated up to circa 200 °C and then cooled down, both under pressure, to circa 70 °C.

Experience shows that when making plaques from XLPE or PE based compounds, a press force of at least 5 N/mm² of plaque gives satisfactory results.

2.3 Appareillage d'essai

2.3.1 Cellule d'essai

La cellule d'essai [10], représentée à la figure 1, comprend:

- une coupelle en polyéthylène haute densité (PEHD) avec, dans son fond, une ouverture circulaire;
- une électrode de terre, incluant une base support en PEHD.
- six vis en nylon pour comprimer l'éprouvette entre la coupelle et l'électrode de terre;
- un couvercle en plastique transparent à travers lequel l'électrode haute tension est installée. Cette électrode doit être constituée d'un métal inoxydable, comme le palladium, le platine ou un métal équivalent.

Une illustration cotée de la cellule d'essai est représentée à la figure 2 (des constructions et des matériaux différents peuvent être utilisés à condition de préserver le principe de l'essai; il convient de prendre des précautions quant au choix des matériaux pour éviter la présence de contaminants solubles issus des matériaux de construction dans la solution d'essai).

2.3.2 Electrodes

La coupelle de la cellule d'essai contient une solution de NaCl (voir 2.3.3) devant constituer l'électrode haute tension. Il convient que l'électrode d'arrivée à immerger dans la solution de NaCl soit faite d'un métal noble comme le platine ou le palladium.

L'électrode de terre est une électrode circulaire en laiton ayant une surface supérieure plate, de 20 mm à 25 mm de diamètre, dont les bords sont arrondis selon la figure 1.

2.3.3 Liquide d'essai

La solution de NaCl (1,8 mmol/litre) est obtenue en dissolvant 0,1 g de NaCl dans 1 l d'eau distillée et désionisée.

Cette eau est préparée par distillation dans un appareil exempt de verre; elle passe ensuite au travers d'une colonne de désionisation à lit mélangé et est stockée dans un récipient hermétique en polyéthylène. L'eau doit être vérifiée avant utilisation; son pH doit être de $(7 \pm 0,1)$ et sa conductivité telle que $(\sigma \leq 100 \mu\text{S/m})$.

2.3.4 Ensemble support d'aiguilles/piston

L'ensemble support d'aiguilles/piston est représenté à la figure 3. Ce montage est utilisé spécialement pour l'essai sous concentration de champ électrique pour effectuer simultanément huit empreintes de pointe d'aiguille avec, en parallèle, deux rangées de quatre aiguilles situées au milieu de la face supérieure de l'éprouvette. Les huit pointes d'aiguille dépassent de $(0,5 \pm 0,05)$ mm de la surface du support d'aiguilles où elles sont fixées chacune par un ensemble de deux vis afin d'assurer un positionnement correct.

Conformément à la CEI 61072, les aiguilles doivent être en acier inoxydable et le rayon de courbure de la pointe des aiguilles doit être de $(4 \pm 1) \mu\text{m}$ avec un angle de 30° . Le diamètre préférentiel hors tout est de 0,7 mm à 1,0 mm ¹⁾.

Avant utilisation, les aiguilles doivent être nettoyées et séchées en prenant soin de ne pas endommager leur pointe. La forme et le rayon de courbure de la pointe de chaque aiguille doivent être vérifiés après nettoyage ainsi qu'avant et après montage sur le support. De grandes précautions doivent être prises pour s'assurer que les pointes des aiguilles sont exemptes de toute trace de corrosion.

¹⁾ Des aiguilles de ce type peuvent être obtenues auprès de Ogura Juwel Industry Co Ltd. 7-12 Omori Kita 5, Chome, Ota-ku, Tokyo 143, Japon.

2.3 Test apparatus

2.3.1 Test cell

The test cell [10], shown in figure 1, comprises:

- a cup, made of high density polyethylene (HDPE), with a circular opening at its bottom;
- a ground electrode assembly including a HDPE base support;
- six nylon screws to compress the test specimen between the cup and the ground electrode;
- a transparent plastic cover through which the high voltage lead is installed. This lead shall be made of a noble metal, such as palladium, platinum or other.

A dimensional drawing of the test cell is shown in figure 2 (different constructions and materials can be used, as long as the principle of the test is preserved; care should be taken in the choice of materials to avoid leaching of soluble contaminants from the material into the test solution).

2.3.2 Electrodes

The cup of the test cell is intended to contain a NaCl solution (see 2.3.3) which will constitute the high voltage electrode. The lead to be submerged in the NaCl solution should be made of a noble metal such as platinum or palladium.

The ground electrode is a circular brass electrode having a flat upper surface, 20 mm to 25 mm in diameter, with rounded edges according to figure 1.

2.3.3 Test liquid

The NaCl solution (1,8 mmol/litre) is obtained by dissolving 0,1 g of NaCl in 1 l of distilled and deionized water.

This kind of water is prepared by passing distilled water, made in a non-glass apparatus, through a mixed bed deionizing column and storing it in an airtight polyethylene container. The water shall be tested immediately prior to use for pH ($7,0 \pm 0,1$) and conductivity ($\sigma \leq 100 \mu\text{S/m}$).

2.3.4 Needle holder – plunger assembly

The needle holder – plunger assembly is shown in figure 3. It is used specially for the test with stress concentration to perform simultaneously eight needle tip indentations, two rows in parallel, four needles in each row, in the middle of the upper surface of the test specimen. The eight needle tips, protruding ($0,5 \pm 0,05$) mm from the needle holder surface are fixed each by two set screws to ensure their correct position.

The needles according to IEC 61072 shall be made of stainless steel and have a tip radius of (4 ± 1) μm and an included angle of 30° , the preferred overall diameter is 0,7 mm to 1,0 mm ¹⁾.

Prior to use, the needles shall be cleaned and dried, taking care not to damage the needle tip. Each needle shall be inspected for tip radius and shape after cleaning, before and after being fixed in the holder. Extreme care shall be exercised to ensure that the needle tips are free from corrosion products.

¹⁾ Such needles may be obtained by suppliers as Ogura Juwel Industry Co. Ltd. 7-12 Omori Kita 5, Chome, Ota-ku, Tokyo 143, Japan.

Les porte-aiguilles et les pistons sont assemblés comme indiqué ci-après (voir figure 3): le support d'aiguille est d'abord installé sur la plaque de montage en utilisant les vis de montage du porte-aiguilles. Ensuite, le porte-aiguilles est raccordé au piston à l'aide de la vis de connexion. Après avoir resserré la vis, le piston est soulevé afin de s'aligner sur la surface supérieure de la plaque de montage du porte-aiguilles. Tout espace entre la plaque de montage et le guide de la cellule supérieure peut être supprimé en ajustant le serrage de la vis. Un schéma détaillé du support d'aiguilles est indiqué à la figure 4.

2.4 Mode opératoire (essai de vieillissement)

2.4.1 Mode opératoire sous champ électrique uniforme (variante B)

L'éprouvette circulaire est fixée dans la cellule d'essai. Les six vis en Nylon sont resserrées uniformément en serrant progressivement et sans excès les vis diamétralement opposées.

La coupelle de la cellule d'essai est remplie aux trois quarts avec le liquide d'essai (voir 2.3.3) et fermée par le couvercle équipé de l'électrode haute tension. La partie inférieure de la cellule d'essai, y compris l'éprouvette, est immergée dans de l'huile silicone pour supprimer les décharges superficielles. L'électrode haute tension est reliée à la source de tension alternative (48 Hz à 62 Hz) et l'électrode de terre à la terre. Il convient que la valeur moyenne du champ électrique résultant soit de 5 kV eff./mm, par exemple 20 kV eff. pour une plaque de 4 mm d'épaisseur.

Les conditions de vieillissement préférentielles sont 240 h à température ambiante. D'autres valeurs de champ électrique, d'autres durées et températures de vieillissement sont possibles.

2.4.2 Mode opératoire avec concentration de champ électrique (variante A)

La coupelle de la cellule d'essai est préparée comme décrit en 2.4.1. Afin d'effectuer les empreintes dans la plaque, la cellule d'essai (sans couvercle), l'ensemble porte-aiguilles et piston, 10 ml de NaCl et un poids de 1 000 g sont placés dans une étuve préchauffée à 60 °C. Après 15 min, la solution de NaCl est versée dans la coupelle, le piston est placé dans le logement de la cellule après l'avoir mis en position définitive. Le piston est alors glissé avec précaution vers le bas jusqu'à ce que les pointes des aiguilles reposent sur la surface de l'éprouvette. Le poids est posé avec précaution sur la poignée du piston et l'étuve est refermée. Après 1 h, on retire le poids et l'on sort de l'étuve la cellule avec le piston. Le refroidissement jusqu'à la température ambiante dure approximativement 30 min. Après enlèvement du piston, on remplit la coupelle de la cellule d'essai aux trois quarts de la solution de NaCl. Les aiguilles sont alors immédiatement nettoyées à l'eau distillée, séchées par soufflage et conservées dans un endroit sec à l'abri de la corrosion.

La cellule d'essai est couverte, reliée à la haute tension et à la terre, et l'éprouvette est vieillie comme indiqué en 2.4.1.

2.5 Examen après vieillissement

2.5.1 Examen microscopique des arborescences de type nœud papillon (variante B)

A l'issue du vieillissement sous tension, l'éprouvette est soumise à un examen pour déterminer l'éventuelle présence d'arborescences. On découpe alors l'éprouvette au microtome en un certain nombre de lamelles perpendiculairement à la surface vieillie en présence d'eau, sur une longueur de 20 mm et une épaisseur de 0,1 mm à 0,2 mm; on examine alors 20 lamelles réparties uniformément. Toutes les lamelles sont alors teintées en utilisant les modes opératoires décrits en [13]. Les lamelles colorées sont examinées au microscope avec un grossissement optique de $\times 100$. Dans chaque lamelle, on mesure la longueur maximale des arborescences de type nœud papillon. Leur densité est déterminée en ne prenant en compte que celles dont la longueur dépasse 50 μm (les deux ailes comprises). Comme le nombre d'arborescences observées dans un matériau est élevé, on examine seulement 1/5 de la surface totale de chaque lamelle. La densité moyenne des arborescences excédant 50 μm en longueur pour toutes les lamelles examinées est alors calculée et consignée dans le rapport d'essai.

Needle holder and plunger are assembled as follows (see figure 3): first the needle holder is installed on the mounting plate using the needle holder mounting screws. Next, the assembled needle holder is connected to the plunger by means of the connecting screw. After having tightened the screw, the plunger is lifted up in order to line up the upper surface of the needle holder mounting plate with the bottom surface of the cell-top guide. Any gap between the mounting plate and the cell-top guide can be eliminated by adjusting the tightness of the screw. A detailed drawing of the needle holder is shown in figure 4.

2.4 Test procedure (ageing test)

2.4.1 Test procedure with uniform field stress (variant B)

The circular test specimen is fitted in the test cell. The six nylon screws are tightened evenly and gradually by working successively on diametrically opposite screws without using excessive torque.

The cup of the test cell is filled to three-quarters with the test liquid (see 2.3.3) and capped with the cover that contains the high voltage lead bushing. The lower part of the test cell, including the test specimen, is immersed in silicone oil to suppress surface discharges. The high voltage lead is connected with the a.c. voltage source (48 Hz to 62 Hz), the ground electrode to ground. The resulting average electric field stress should be 5 kV r.m.s./mm, for example 20 kV r.m.s. in case of a slab 4 mm thick.

The preferred ageing conditions are 240 h at room temperature. Other field stresses, ageing times and temperatures are possible.

2.4.2 Test procedure with stress concentration (variant A)

The cup of the test cell is prepared as in 2.4.1. To make the indentations into the slab, the test cell (without cover), the needle holder-plunger assembly, 10 ml of the NaCl solution and a 1 000 g weight are placed into an oven preheated to 60 °C. After 15 min, the NaCl solution is poured into the cup, the plunger assembly is placed in the recessed area of the cell after pulling the plunger to its final position. Now the plunger is caused to slide down gently until the needle tips rest on the surface of the test specimen. The weight is carefully placed on top of the plunger handle and the oven is closed. After 1 h, the weight is removed, and the cell with the plunger is taken out of the oven. Cooling to room temperature needs approximately 30 min. After removing the plunger assembly, the cup of the test cell is filled to three-quarters with NaCl solution. The needles are immediately cleaned in distilled water, blown dry and stored in a dry area to prevent corrosion.

The test cell is covered, connected to high voltage and to ground and the test specimen is aged as described in 2.4.1.

2.5 Examination after ageing

2.5.1 Microscopic inspection regarding bow tie trees (variant B)

At the completion of voltage ageing the test specimen is subjected to an examination for water trees. The test specimen is microtomed perpendicular to the water aged surface into a number of slices, 20 mm long and 0,1 mm to 0,2 mm thick; 20 evenly distributed slices are examined. All slices shall be dyed, using procedures described in [13]. The dyed slices are examined with an optical microscope at $\times 100$. The maximum length of the observed bow tie trees in each slice is measured. Their density is determined, taking into account only those larger than 50 μm (both wings included). As the number of trees observed in a material is high, only 1/5 of the total area of each slice is examined. The average density of trees exceeding 50 μm in length for all slices examined is calculated and noted in the test report.

2.5.2 Examen microscopique des arborescences ouvertes et nœud papillon (variante A)

En principe, l'examen est identique à celui pratiqué en 2.5.1. Pour l'examen des arborescences ouvertes, les éprouvettes sont découpées au microtome, en lamelles de 0,1 mm à 0,2 mm d'épaisseur, de telle façon qu'une rangée de quatre pointes soit incorporée dans une seule tranche. Les lamelles situées entre les rangées de pointes peuvent être utilisées pour l'examen des arborescences de type nœud papillon.

La longueur des arborescences ouvertes est déterminée avec le même microscope qu'en 2.5.1 au niveau de chaque empreinte. On mesure la distance entre ce point et la partie la plus éloignée de l'arborescence. On obtient alors une distribution de la longueur des arborescences (huit arborescences ouvertes par éprouvette). Dans le cas où l'extrémité de l'empreinte ne peut pas être identifiée, la longueur d'arborescence (spécialement les plus longues arborescences ouvertes) peut être obtenue approximativement en soustrayant la longueur de pénétration de l'aiguille de la distance totale entre la surface de l'échantillon et la partie la plus éloignée de l'arborescence.

2.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre:

- l'identification du matériau, le type et sa dénomination usuelle;
- le mode de préparation des éprouvettes essayées et le préconditionnement auquel elles ont été soumises;
- les valeurs nominale et mesurée de l'épaisseur de l'éprouvette;
- le nombre d'éprouvettes essayées par niveau de tension;
- le mode opératoire appliqué (sous champ électrique uniforme ou sous champ électrique divergent);
- les conditions de vieillissement (tension appliquée, durée et température);
- la longueur maximale des arborescences de type nœud papillon observées;
- la densité moyenne des arborescences de type nœud papillon dépassant 50 μm en longueur (mm^{-3});
- la longueur maximale des arborescences ouvertes;
- la longueur moyenne des arborescences ouvertes;
- toutes autres observations.

3 Méthode d'essai II (essai sur coupelle)

3.1 Objet et principe de l'essai

La méthode d'essai II a pour but de quantifier la propension d'un matériau isolant polymère à la formation des arborescences d'eau lorsqu'il est mis en contact direct avec des matériaux écran semiconducteurs, cela, afin de simuler la configuration réelle du système d'isolation des câbles d'énergie extrudés.

Afin de comparer différents isolants, les deux écrans sont constitués d'un matériau semi-conducteur connu servant de référence commune. D'autres matériaux écran peuvent également être utilisés pour examiner dans quelle mesure le développement d'arborescences d'eau varie en fonction des différentes combinaisons de matériaux isolants et écrans.

Lors des essais sur coupelle les éprouvettes sont exposées simultanément à l'humidité, à un champ électrique alternatif uniforme et constant et à un cycle de température déterminé. A la suite d'un processus de vieillissement prédéterminé les éprouvettes sont soumises à une tension alternative régulièrement croissante jusqu'au claquage. Prenant comme base les statistiques de Weibull, la rigidité diélectrique à 63,2 % est comparée à celle mesurée sur des éprouvettes similaires n'ayant pas été soumises au vieillissement (groupe de référence).

2.5.2 Microscopic inspection regarding vented and bow tie trees (variant A)

In principle, the inspection is analogous to that in 2.5.1. For vented tree examination, the test specimen is microtomed into 0,1 mm to 0,2 mm thick slices in such a way that a row of four tips is in one slice. The slices between the rows of tips can be used for bow tie tree observation.

The vented tree length is determined with the same microscope as in 2.5.1 at each indentation tip. The distance between this point and the foremost front of the tree is measured. A tree length distribution (eight vented trees per test specimen) is obtained. For the case that the indentation tip cannot be identified, the tree length (especially of longer vented trees) can be found approximately by subtracting the needle penetration length from the total distance between the surface of the test specimen and the foremost front of the tree.

2.6 Test report

The test report shall include:

- identification of the material, type, common name;
- method of preparing the test specimens and preconditioning to which they were subjected;
- the nominal and measured range of thickness of the test specimen;
- the number of test specimens tested at one voltage;
- the applied test method (uniform field stress or with stress concentration);
- the ageing conditions (applied voltage, time and temperature);
- the maximum length of the observed bow tie trees;
- the average density of bow tie tree density exceeding 50 μm in length (mm^{-3});
- the maximum length of the vented trees;
- the average length of the vented trees;
- any other observations.

3 Test method II (cup test)

3.1 Object and principle of test

Test method II aims at quantifying the propensity to water treeing of a polymeric insulating material tested in direct contact with semiconductive screen materials in order to simulate the circumstances of the insulation in extruded power cables.

In order to compare different insulating materials both screens are normally made of a well-known semiconductive material as a common reference. Different screen materials can also be used to examine how water tree growth depends on different combinations of insulating and screen materials.

In the test, cup-shaped test specimens are simultaneously exposed to humidity, a constant, uniform electric a.c. field and temperature cycling. After a predetermined ageing time, the test specimens are exposed to a steady increasing a.c. voltage until breakdown occurs. Based on Weibull statistics, the 63,2 % value of the electric breakdown strength is compared with that measured on similar test specimens that have not been exposed to ageing (reference group).

La diminution de la rigidité diélectrique sert alors de base de mesure de la vulnérabilité des matériaux en ce qui concerne la formation des arborescences d'eau. Pour l'obtention d'autres caractéristiques les éprouvettes sont alors découpées au microtome en fines lamelles destinées à des examens microscopiques.

Pour plus de détails voir aussi [15].

3.2 Eprouvette d'essai

La configuration de base des éprouvettes soumises à l'essai est représentée à la figure 5.

Puisque la rigidité diélectrique résiduelle après vieillissement est utilisée pour quantifier les effets du vieillissement, il convient que les éprouvettes en forme de coupelle aient une tension de claquage extérieure dépassant celle de la zone centrale plate de l'éprouvette (voir 3.3.4).

Le matériau isolant et ses écrans constituent le fond d'une coupelle remplie d'eau pendant la période de vieillissement. Afin d'assurer une forte humidité à travers la zone des éprouvettes soumise au champ électrique, l'écran inférieur est muni d'une protection en aluminium. Cette feuille d'aluminium empêche l'eau de s'infiltrer par l'écran inférieur. En régime stabilisé, le taux d'humidité reste alors constant à travers chacune des couches de l'éprouvette.

L'écran inférieur (de mise à la terre) est plat, alors que l'écran supérieur (haute tension) présente un profil de Rogowski à sa périphérie afin de s'assurer que le champ électrique, uniforme dans la partie plate de l'éprouvette, n'augmente pas le long de la circonférence.

Les éprouvettes sont fabriquées en trois étapes:

- a) homogénéisation des matériaux (extrusion);
- b) fabrication par moulage de la coupelle isolante et des plaques en matériau écran semi-conducteur;
- c) assemblage et moulage par compression.

D'extrêmes précautions doivent être prises lors de la manipulation aussi bien des matériaux que des pièces préfabriquées des éprouvettes d'essai, afin d'éviter toute contamination par infiltration dans les éprouvettes d'essai.

NOTE Toute trace de doigt sur n'importe quelle surface de l'éprouvette soumise à contrainte électrique faussera les résultats de l'essai.

Toute manipulation de matériaux et autres pièces doit se faire dans un environnement à air filtré. L'utilisation d'une hotte aspirante est recommandée pour cet usage. Cela doit s'appliquer à toutes les étapes de la préparation. Cependant, quand le montage est terminé, tous les éléments des éprouvettes soumis au champ électrique se trouvent recouverts de matériau écran. Par conséquent, les manipulations des éprouvettes d'essai avant et pendant les essais de vieillissement ne sont pas particulièrement critiques.

3.2.1 Homogénéisation

L'homogénéisation du matériau isolant est destinée à prévenir l'accélération du développement des arborescences d'eau au niveau des interfaces entre granules.

L'homogénéisation est effectuée dans une extrudeuse propre de laboratoire à des températures empêchant toute modification des matériaux (évitant par exemple la réticulation). Une extrudeuse produisant des rubans d'approximativement 60 mm de largeur avec une épaisseur d'approximativement 6 mm est un choix approprié.

Le matériau homogénéisé encore chaud doit être enveloppé dans une feuille d'aluminium propre immédiatement après l'extrusion. Le refroidissement à température ambiante se déroule alors naturellement sans procéder à un refroidissement forcé.

The reduction in breakdown strength is used as a primary measure of a material's vulnerability to water treeing. For further characterization, the test specimens are microtomed to thin slices for microscopic examinations.

See also [15] for further details.

3.2 Test specimen

The basic configuration of the test specimens is shown in figure 5.

As the residual breakdown strength after ageing is used to quantify the effect of ageing, the cup-shaped test specimens should have a flashover voltage exceeding that of the plane central area of the test specimen (see 3.3.4).

The insulation material and its screens form the bottom of a cup which is filled with water during the ageing. To ensure a high humidity throughout the stressed area of the test specimens the lower screen is provided with an aluminium backing. This aluminium foil prevents water from diffusing through the bottom (lower) screen. In steady state, the humidity content is then constant throughout each layer of the test specimen.

The lower (earthed) screen is flat, while the upper (high voltage) screen has a Rogowski profile at the edges to ensure that the uniform field in the flat part of the test specimen is not exceeded along the circumference.

The test specimens are produced in three stages:

- a) homogenizing of the materials (extrusion);
- b) preshaping of insulation cup and screen material plaques;
- c) assembling and press-moulding.

Extreme care shall be taken in handling of both the materials and the preshaped parts of the test specimens in order to prevent contamination from entering into the test specimens.

NOTE Fingerprints on any of the electrically stressed surfaces of the test specimen will spoil the test results.

All handling of materials and parts shall be done in an environment with filtered air. The use of a flow bench for this purpose is recommended. This applies to all stages of the production. However, when the assembling is finished the electrically stressed parts of the test specimens are all covered with screen materials. Therefore, the handling of the test specimens before and during the ageing tests is not particularly critical.

3.2.1 Homogenizing

The homogenizing of the insulation material is done in order to prevent accelerated water tree growth at granular interfaces.

The homogenizing is performed in a clean laboratory extruder at temperatures that ensure no changes take place in the materials (for instance crosslinking). A tape extruder that produces tapes of approximately 60 mm width and a thickness of approximately 6 mm is a suitable choice.

The hot homogenized material shall be wrapped in clean aluminium foil immediately after extrusion. Cooling to room temperature is done in the aluminium foil without any forced cooling.

La forme du matériau homogénéisé n'a pas grande importance. Cependant, une forme appropriée correspond à une plaque ronde de 60 mm de diamètre et de 6 mm d'épaisseur. Elle a alors approximativement les mêmes dimensions que la coupelle isolante préfabriquée. Des granules peuvent être ajoutés si nécessaire dans la partie haute de la coupelle.

3.2.2 Fabrication

Tous les éléments (matériau isolant et matériau écran) sont fabriqués à l'aide des outils représentés sur les figures 7 à 11. Ces outils doivent être en acier inoxydable durci. Toutes les surfaces des outils en contact avec les matériaux isolants ou écran doivent être particulièrement lisses. Avant utilisation des outils pour la fabrication, il convient de pulvériser un produit PTFE exempt de silicone et préalablement chauffé à 180 °C afin d'éliminer tout solvant contenu dans ce produit. Ensuite les outils sont essuyés avec un chiffon doux afin d'enlever la plupart des particules PTFE, à l'exception de celles situées au niveau des dépressions microscopiques existant à la surface des outils. Les outils peuvent alors être utilisés afin de fabriquer plusieurs lots sans réitérer le traitement PTFE. Si les mêmes outils ont été utilisés pour le montage et la réticulation des éprouvettes, on doit procéder à un nettoyage et à un polissage méticuleux avant le traitement PTFE.

NOTE Il faut éviter les traces de doigts. Les manipulations des parties préfabriquées survenant entre la fabrication et le montage s'avèrent particulièrement critiques.

Une presse hydraulique avec chauffage et refroidissement doit être utilisée.

La fabrication de la coupelle isolante et des matériaux écran est effectuée à une température au-dessous de la température de fusion du matériau. La fusion des matériaux doit être réalisée sans pression hydraulique appliquée, mais les plateaux de la presse hydraulique doivent être en contact avec les moules. Plusieurs éléments peuvent ainsi être fabriqués simultanément. L'expérience montre qu'une pression de 30 kN par élément est suffisante. Après 1 min à 2 min, les éprouvettes sont refroidies avec maintien de la pression puis sont retirées du moule.

En utilisant les outils représentés aux figures 7 à 9 et une cale de 2 mm d'épaisseur située entre le piston du moule principal et le plateau inférieur de la presse hydraulique, la coupelle isolante est fabriquée avec une épaisseur approximative de 0,9 mm.

Les matériaux écran sont fabriqués avec une épaisseur de $(0,5 \pm 0,05)$ mm à l'aide de l'outil représenté à la figure 10. Une feuille d'aluminium (par exemple de 0,2 mm d'épaisseur) est placée entre le côté supérieur du moule et le plateau de la presse. En ce qui concerne l'écran inférieur, la feuille est arasée avec une brosse acier afin d'assurer un bon contact avec le matériau écran. Au niveau de l'écran supérieur, la feuille d'aluminium est retirée après moulage et l'écran est coupé ou prélevé à l'emporte-pièce pour atteindre un diamètre de 50 mm.

Les éléments fabriqués doivent toujours être stockés dans des récipients fermés et propres. Tous les travaux doivent être réalisés dans un environnement propre à air filtré (voir 3.2).

3.2.3 Montage des éléments préfabriqués

Le montage s'effectue avec le même type de moules que pour la fabrication (voir figures 7 à 9). La partie inférieure du moule (le fond) et les éléments préfabriqués sont introduits dans le cylindre du moule principal. Afin de faciliter le démoulage, on enveloppe d'une fine feuille d'aluminium (0,06 mm à 0,08 mm d'épaisseur) la paroi extérieure de la coupelle préfabriquée avant de la placer dans le moule. Il convient ensuite de pulvériser du PTFE sur le piston et la partie inférieure du moule.

On place ensuite le moule sur le plateau inférieur de la presse hydraulique avec le piston vers le haut. On introduit une cale (de 60 mm de diamètre et 0,9 mm d'épaisseur) entre le piston et le plateau supérieur de la presse et l'on exerce une pression d'environ 20 kN par éprouvette assemblée. La température est augmentée progressivement pour atteindre la température de réticulation recommandée par les fabricants de matériau (par exemple 180 °C pour le polyéthylène avec du peroxyde de dicumyle).

The shape of the homogenized material is not important. However, a suitable shape is a round tablet with diameter 60 mm, and thickness 6 mm. It has approximately the same mass as a preshaped insulation cup. Some added granules can be used for the top section of the cup if necessary.

3.2.2 Preshaping

All parts (insulation and screen materials) are preshaped by using the tools shown in figures 7 to 11. These tools shall be made of hardened stainless steel. All surfaces of the tools that are exposed to insulating or screen materials shall be well polished. Before the tools are used for preshaping they should be sprayed with a silicone-free PTFE spray and heated to 180 °C to remove all solvents in the spray. Thereafter, the tools are polished with a soft material to remove most of the PTFE, except in microscopic depressions in the tool surfaces. The tools can then be used to preshape several batches without repeating the PTFE treatment. If the same tools have been used for assembling and crosslinking of test specimens they shall be thoroughly cleaned and polished before the PTFE treatment.

NOTE Fingerprints must be avoided. Handling of the preshaped parts between preshaping and assembling is very critical.

A hydraulic press with heating and cooling shall be applied.

The preshaping of the insulation cup and the screen materials is done at a temperature in the lower range of the melting temperature of the actual material. Melting of materials shall be performed without any applied hydraulic pressure, but with the plates of the hydraulic press in contact with the moulds. Several test specimen parts can be preshaped simultaneously. Experience shows that a press force of 30 kN per test specimen part is sufficient. After 1 min to 2 min the test specimen parts are cooled with the pressure maintained and then removed from the mould.

The insulation cup is preshaped to a thickness of approximately 0,9 mm using the tools shown in figures 7 to 9 with a spacer plate with thickness 2 mm between the piston of the main mould and the lower press plate of the hydraulic press.

The screen materials are preshaped to a thickness of $(0,5 \pm 0,05)$ mm using the tool shown in figure 10. An aluminium foil (e.g. 0,2 mm thick) is placed between the upper side of the mould and the press plate. For the lower screen the aluminium foil is roughened with a steel brush to ensure good adherence to the screen material. For the upper screen the aluminium foil is removed after moulding and the screen is cut or punched to a diameter of 50 mm.

Preshaped parts shall always be stored in closed, clean containers. All work shall be done in clean, filtered air surroundings (see 3.2).

3.2.3 Assembling all preshaped parts

Assembly is carried out with the same type of moulds as used for preshaping (see figures 7 to 9). The bottom part of the mould and the preshaped parts are introduced into the cylinder of the main mould. To ease the mould release, the outer side-wall of the preshaped cup is wrapped in a thin (0,06 mm to 0,08 mm thick) aluminium foil before it is placed in the mould. The piston and the bottom part of the mould should be sprayed with a PTFE spray.

The mould is then placed on the bottom plate of the hydraulic press with the piston up. A spacer plate (diameter 60 mm and thickness 0,9 mm) is placed between the piston and the upper plate of the press, and a force of approximately 20 kN per assembled test specimen is applied. The temperature is then increased gradually to the crosslinking temperature recommended by the material manufacturer (e.g. 180 °C for polyethylene with dicumyl peroxide).

La pression exercée est alors ajustée à approximativement 30 kN par éprouvette. La température est ensuite maintenue pendant la période recommandée (par exemple 30 min pour du polyéthylène avec du peroxyde de dicumyle). Les éprouvettes sont alors refroidies tout en maintenant la pression puis sont retirées du moule.

Toutes les éprouvettes réalisées doivent être conditionnées dans une étuve à air ventilé à $(90 \pm 2) ^\circ\text{C}$ pendant 72 h, cela pour évacuer les contraintes mécaniques et enlever tout sous-produit volatile résultant de la procédure de fabrication.

La capacité individuelle des éprouvettes d'essai doit être mesurée après qu'elles aient été refroidies à température ambiante. Afin d'évaluer l'épaisseur minimale d'isolation, on coupe en lamelles une des éprouvettes essayées et on mesure ainsi son épaisseur minimale d'isolation (avec une précision de $\pm 0,01$ mm). Le facteur de conversion k entre la capacité C_x et l'épaisseur minimale de l'isolation $t_{\min}$ est le suivant:

$$k = \frac{t_{\min}}{C_x} \quad (\text{en mm/pF})$$

Les objets avec une épaisseur d'isolant minimale calculée située entre 0,65 mm et 0,75 mm sont acceptés pour essai.

Pour la présélection toutes les éprouvettes d'essai doivent être soumises préalablement à un essai de tenue sous tension alternative utilisant les appareillages décrits en 3.3.4. L'essai se déroule comme suit:

- augmentation du champ électrique jusqu'à 45 kV eff./mm en 30 s;
- maintien de la contrainte pendant 1 min;
- augmentation du champ électrique jusqu'à 50 kV eff./mm;
- maintien de cette contrainte de 50 kV eff./mm pendant 1 min;
- diminution du champ électrique jusqu'à zéro en 10 s.

Seules les éprouvettes qui réussissent cet essai de tenue sous tension alternative sont prêtes à être soumises à d'autres essais.

3.3 Appareillage d'essai

La description des appareillages est présentée dans cet article, qu'il s'agisse des éprouvettes pour essai, du dispositif de vieillissement ou des essais de montée jusqu'au claquage. L'essai de vieillissement doit être effectué sur au moins huit éprouvettes de chacun des matériaux à essayer.

3.3.1 Installation électrique

Les éprouvettes soumises à essai doivent être vieilles sous un champ électrique constant moyen de 15 kV eff./mm. Les électrodes en acier inoxydable à haute tension d'un diamètre de 6 mm doivent être introduites dans le couvercle en PE de chaque éprouvette essayée.

Toutes les électrodes doivent alors être interconnectées, et la tension est fournie par un transformateur relié à une unité de régulation pourvue d'un dispositif de disjonction rapide (en moins de trois périodes pour la fréquence industrielle) et d'un chronomètre pour mesurer la durée du vieillissement en cas de claquage pendant la période de vieillissement. Afin de limiter les dommages consécutifs à un claquage, il convient que le courant de court-circuit soit limité à quelques ampères.

The applied force is then adjusted to approximately 30 kN per test specimen. The temperature is then maintained for the recommended time (e.g. 30 min for polyethylene with dicumyl peroxide). The test specimens are then cooled with the pressure maintained and then removed from the mould.

All finished test specimens shall be conditioned in an air ventilated oven at $(90 \pm 2) ^\circ\text{C}$ for 72 h. This is done in order to relieve some of the built-in mechanical stress and to remove all volatile by-products from the manufacturing process.

When the test specimens have cooled down to ambient temperature, the capacitance of each individual test specimen shall be measured. To be able to estimate the minimum insulation thickness one of the test specimens has to be cut and sliced in order to measure the minimum insulation thickness (accuracy $\pm 0,01$ mm). The conversion factor k from capacitance C_x to minimum insulation thickness $t_{\min}$ is:

$$k = \frac{t_{\min}}{C_x} \quad (\text{in mm/pF})$$

Objects with minimum insulation thickness calculated to be between 0,65 and 0,75 mm are allowed for testing.

For preselection all test specimens shall be subjected to an a.c. withstand test using the arrangements described in 3.3.4. The test is carried out as follows:

- increase gradually the electric stress to 45 kV r.m.s./mm within 30 s;
- maintain this electric stress for 1 min;
- increase the electric stress to 50 kV r.m.s./mm;
- maintain 50 kV r.m.s./mm for 1 min;
- decrease gradually the electric stress to zero afterwards within 10 s.

Only test specimens that pass this a.c. withstand test are ready for further testing.

3.3 Test apparatus

Descriptions of the test equipment are made in this clause, with respect to the test specimens, ageing set-up and breakdown tests. The ageing test shall be performed on at least eight test specimens from each material to be tested.

3.3.1 Electrical set-up

The test specimens shall be aged at a continuous average electric stress of 15 kV r.m.s./mm. Stainless steel high voltage electrodes with a diameter of 6 mm shall be inserted in the PE cover of each test specimen.

All HV-electrodes shall be interconnected and the voltage provided by a transformer supplied from a regulating unit with a rapid disconnection circuit (within three cycles of the power frequency) and a time measuring device to measure the ageing time in case of breakdown during the ageing period. In order to limit the damage following a breakdown, the short circuit current should be limited to a few amperes.

3.3.2 Installation thermique

Pendant l'essai de vieillissement les éprouvettes essayées sont placées dans une étuve sur une plaque en cuivre. Un tube de cuivre de 10 mm de diamètre est serti ou soudé à la plaque et disposé de manière à ce que la distance entre tous les points de la plaque et le tube n'excède pas 50 mm. L'eau de refroidissement circule dans le tube pendant la période de refroidissement.

Pendant la période de chauffage, la circulation d'eau est interrompue et l'élément de chauffage de l'étuve est mis en service jusqu'à ce que la plaque de cuivre atteigne 90 °C. Cette température doit alors être maintenue à (90 ± 2) °C. A la fin de la période de chauffage, l'élément de chauffage est arrêté et la circulation d'eau est remise en service. La durée de chaque période de chauffage et de refroidissement doit être automatiquement contrôlée à l'aide d'un dispositif de temporisation.

3.3.3 Liquide d'essai

La solution NaCl (1,8 mmol/litre) est obtenue par la dissolution de 0,1 g de NaCl dans 1 l d'eau distillée et désionisée. Cette eau est préparée par distillation dans un appareil exempt de verre; elle passe ensuite au travers d'une colonne de désionisation à lit mélangé et est stockée dans un récipient hermétique en polyéthylène. L'eau doit être vérifiée avant utilisation; son pH doit être de $(7,0 \pm 0,1)$ et sa conductivité $(\sigma \leq 100 \mu\text{S/m})$. Cette eau est versée dans les éprouvettes en forme de coupelle. Il convient que le niveau du liquide d'essai soit maintenu de telle sorte que la distance entre sa surface et le couvercle n'excède pas 10 mm (voir la figure 11). Si nécessaire, on verse à travers un orifice de 2 mm de diamètre percé dans le couvercle de l'eau désionisée pour compenser une éventuelle évaporation d'eau (voir la figure 11). L'orifice doit être bouché pendant le processus de vieillissement.

3.3.4 Equipement pour l'essai jusqu'au claquage

Les essais de claquage sous tension alternative requièrent un transformateur haute tension à courant faible pourvu d'une unité de régulation qui assure une augmentation continue de la tension (avec une tension maximale d'au moins 100 kV eff.). L'unité de régulation doit également comporter un dispositif de disjonction rapide (en moins de trois périodes pour la fréquence industrielle) en cas de claquage.

Les essais de claquage doivent être effectués conformément à la CEI 60243-1 choisissant une vitesse de montée de 20 kV eff./min. Contrairement aux exigences de la CEI 60243-1, l'essai électrique est réalisé directement sur l'éprouvette en forme de coupelle.

La disposition des électrodes pendant l'essai de claquage doit être conçue pour réduire autant que possible le risque d'amorçage externe. Pour la même raison, l'éprouvette doit être immergée dans un liquide isolant (huile silicone) n'entraînant pas le gonflement des matériaux concernés ou d'un gaz avec une tension de claquage élevée, comme le SF₆ (il est à noter que l'on est susceptible de devoir composer avec d'éventuels imprévus liés à l'environnement).

La figure 12 représente un exemple de dispositif approprié.

3.4 Mode opératoire (essai de vieillissement)

Au moins 16 éprouvettes d'essai préalablement essayées conformément aux procédures décrites en 3.3 sont nécessaires pour cet essai. Les éprouvettes doivent être divisées en deux groupes, chacun d'entre eux comportant au moins huit éprouvettes:

- un groupe de référence avec au moins huit éprouvettes destinées à déterminer la tension initiale de claquage;
- un groupe de vieillissement avec au moins huit éprouvettes.

3.3.2 Thermal test set-up

During the ageing test, the test specimens are placed in an oven on a copper plate. A copper pipe 10 mm in diameter is welded or soldered to the underside of the copper plate and arranged so that all points on the plate have a distance to the pipe not exceeding 50 mm. Cooling water is circulated through the tube during the cooling period.

During the heating period the cooling water circulation is switched off and the heating element of the oven is switched on until the copper plate has reached 90 °C. This temperature shall then be maintained at (90 ± 2) °C. At the end of the heating period, the heating element is switched off and the circulation of cooling water started again. The length of the heating and cooling periods shall be automatically controlled by a timer device.

3.3.3 Test liquid

The NaCl solution (1,8 mmol/litre) is obtained by dissolving 0,1 g NaCl in 1 l of distilled and deionized water. This kind of water is prepared by passing distilled water, made in a non-glass apparatus, through a mixed bed deionizing column and storing it in an airtight polyethylene container. The water shall be tested immediately prior to use for pH ($7,0 \pm 0,1$) and conductivity ($\sigma \leq 100 \mu\text{S/m}$). It is poured into the cup-shaped test specimens. The level of the test liquid should be maintained so that the distance from its surface to the cover (see figure 11) does not exceed 10 mm. If necessary, to compensate for evaporation deionized water is added through a hole of 2 mm diameter drilled in the cover (see figure 11). The hole shall be closed during the ageing period.

3.3.4 Breakdown voltage test equipment

AC breakdown tests require a low current high voltage a.c. transformer with a regulating unit for continuously increasing voltage (maximum voltage at least 100 kV r.m.s.). The regulating unit shall also include a rapid (within three cycles of the power frequency) disconnection device in case of breakdown.

Breakdown tests of the test specimens shall be carried out according to IEC 60243-1 choosing a rate of rise of 20 kV r.m.s./min. As an exception to IEC 60243-1, the electric test is performed, on the cup-shaped test specimens directly.

The electrode arrangement during the breakdown test shall be designed to reduce as far as possible the risk of external breakdown. For the same reason, the test specimen shall be submerged in an insulating liquid not causing swelling of the materials involved (e.g. silicone oil) or a gas with a high breakdown strength, for example SF₆ (note that possible environmental hazards may have to be dealt with).

An example of a suitable arrangement is shown in figure 12.

3.4 Test procedure (ageing test)

At least 16 test specimens manufactured and tested according to the procedures described in 3.3 are required for this test. These test specimens shall be divided into two groups each consisting of at least eight test specimens:

- a) reference group, at least eight test specimens, to determine the initial breakdown strength;
- b) ageing group, at least eight test specimens.

Les éprouvettes du groupe de vieillissement doivent être remplies d'un liquide de vieillissement, les couvercles collés sur les coupelles et les électrodes à haute tension interconnectées.

Tension de vieillissement $(10,5 \pm 0,2)$ kV eff.
appliquée

Fréquence 50 Hz ou 60 Hz (± 2 Hz)

Température 8 h de refroidissement/16 h de chauffage. Température de l'eau de refroidissement: (20 ± 5) °C. Pendant les cinq dernières heures de la période de refroidissement, les éprouvettes d'essai doivent atteindre une température de (20 ± 5) °C. A l'issue de la période de refroidissement, on doit procéder à une phase de chauffage de 16 h à la température maximale spécifique au matériau concerné (dans le cas du XPLE, (90 ± 2) °C). Cette température doit être atteinte dans les 3 h qui suivent le début de la période de chauffage.

Durée du vieillissement 500 h

Dans le cas où une éprouvette d'essai claque pendant le vieillissement, il faut l'enlever du dispositif d'essai pendant la période froide et stable et l'examiner au regard de la formation des arborescences d'eau afin d'établir la cause probable de ce claquage. Un seul claquage de cet ordre est autorisé au cours du processus de vieillissement.

Après que la procédure de vieillissement ait été terminée, on doit procéder à la stabilisation des éprouvettes à une température ambiante avant d'en retirer le liquide de vieillissement. Après avoir retiré le liquide de vieillissement, les éprouvettes d'essais ne doivent pas être exposées à des températures élevées (dépassant 25 °C).

Après avoir retiré le liquide de vieillissement des éprouvettes, les essais de claquage doivent être achevés dans les 24 h.

3.5 Examen des éprouvettes vieilles et non vieilles

La rigidité diélectrique des éprouvettes vieilles et non vieilles est à établir. Pour les éprouvettes vieilles, la longueur des arborescences d'eau et leurs densités doivent également être déterminées.

3.5.1 Essai de claquage

Les essais de claquage sont effectués conformément à 3.3.4.

Afin de calculer la contrainte maximale dans l'isolant au moment du claquage, l'éprouvette doit être découpée au microtome à l'endroit du claquage. L'épaisseur minimale d'isolation est déterminée à l'aide d'un microscope optique de mesure avec une précision de $\pm 0,01$ mm.

3.5.2 Examen des arborescences d'eau

Un volume total d'au moins 250 mm³ doit être examiné au niveau des deux configurations d'arborescences de type nœud papillon et ouvertes. Ce volume doit correspondre aux lamelles découpées au microtome issues de toutes les éprouvettes essayées. L'examen doit être limité à la section plate des éprouvettes essayées (zone de champ électrique uniforme) (voir figure 6).

The test specimens of the ageing group shall be filled with ageing liquid, the covers glued on to the cups and the high voltage electrodes connected together.

Applied ageing voltage (10,5 ± 0,2) kV r.m.s.

Frequency 50 Hz or 60 Hz (±2 Hz)

Temperature 8 h cooling/16 h heating. Temperature of the cooling water: (20 ± 5) °C. During the last 5 h of the cooling period the test specimens shall have reached a temperature of (20 ± 5) °C. After the cooling period, a 16 h heating period to maximum rated temperature specified for the material (in case of XLPE (90 ± 2) °C) shall be applied. This temperature shall be reached within 3 h after the start of the heating period.

Duration of ageing 500 h

If a test specimen breaks down during ageing, it shall be removed from the test set-up during the stable cold period and examined with respect to water treeing in order to establish the probable cause of breakdown. Not more than one such breakdown during ageing is allowed.

After the ageing has been completed, the test specimens shall all be stabilized at room temperature before the ageing liquid is removed. After the removal of the liquid, the test specimens shall not be exposed to elevated temperatures (exceeding 25 °C).

The breakdown tests shall be finished within 24 h after the ageing liquid has been removed from the test specimens.

3.5 Examinations of unaged and aged test specimens

Breakdown strength both for unaged and aged test specimens has to be established. For the aged samples, water tree length and densities shall also be determined.

3.5.1 Breakdown tests

The breakdown tests shall be performed according to 3.3.4.

In order to calculate the maximum stress of the insulation at breakdown, the test specimen shall be microtomed at the site of breakdown. The minimum insulation thickness is determined in a measuring microscope to within ±0,01 mm.

3.5.2 Water tree examinations

A total volume of at least 250 mm³ shall be examined for both bow tie and vented water trees. This volume shall consist of microtomed slices from all test specimens. The examination shall be restricted to the flat section (the area of uniform electric field) of the test specimens (see figure 6).

En commençant à couper au microtome à partir du centre dans un plan perpendiculaire aux surfaces des électrodes, il convient que l'examen soit constitué:

- d'au moins 10 lamelles successives d'une épaisseur de 150 μm à 250 μm issues de deux éprouvettes essayées choisies au hasard;
- de deux lamelles d'une épaisseur de 150 μm à 250 μm prélevées sur chaque éprouvette restante.

Les arborescences d'eau doivent alors être examinées sur la partie plane de l'éprouvette. Toutes les lamelles doivent être teintées en utilisant les modes opératoires indiqués en [13].

Les valeurs suivantes doivent être enregistrées:

- l'arborescence la plus longue de type nœud papillon;
- l'arborescence ouverte la plus longue générée à partir de l'écran haute tension;
- l'arborescence ouverte la plus longue à partir de l'écran basse tension;
- la densité des arborescences de type nœud papillon dépassant 50 μm de longueur (mm^{-3});
- la densité des arborescences ouvertes à partir de l'écran haute tension dépassant 50 μm de longueur (mm^{-2});
- la densité des arborescences ouvertes à partir de l'écran basse tension dépassant 50 μm de longueur (mm^{-2}).

3.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre ce qui suit:

- la description du circuit d'essai utilisé, y compris le système de protection;
- les conditions de vieillissement;
- le nombre total d'éprouvettes essayées;
- tout claquage survenant pendant le vieillissement. Le cas échéant, indiquer la cause probable de la rupture diélectrique;
- la rigidité diélectrique du matériau avant et après le processus de vieillissement (valeur nominale à 63 % et paramètre de forme avec leurs intervalles de confiance à 95 %, conformément à la statistique de Weibull). Si des amorçages externes apparaissent sur des éprouvettes non vieilles, un traitement statistique doit être mis en place pour les essais avec suppression de ces valeurs d'amorçage. La méthode statistique utilisée pour cette évaluation doit être identifiée;
- le volume examiné au regard des arborescences d'eau;
- les plus longues arborescences d'eau observées (type nœud papillon, ouvertes depuis l'écran haute tension, ouvertes depuis l'écran basse tension);
- la densité des arborescences d'eau dépassant 50 μm de longueur;
- (facultatif) l'inspection locale de la zone de claquage vis-à-vis des arborescences d'eau;
- les principaux matériaux essayés (isolation, écrans);
- les matériaux annexes (électrodes, couvercles, eau, etc.).

Starting the microtoming from the centre in a plane perpendicular to the electrode surfaces, the examination should comprise:

- at least 10 sequential slices of 150 μm to 250 μm thickness from two randomly selected test specimens;
- two slices of 150 μm to 250 μm thickness of each of the remaining test specimens.

Water trees shall be examined in the flat section of the test specimen. All slices shall be dyed using procedures described in [13].

The following values shall be recorded:

- longest bow tie tree;
- longest vented tree from the high voltage screen;
- longest vented tree from the low voltage screen;
- density of bow tie trees exceeding 50 μm in length (mm^{-3});
- density of vented trees from the high voltage screen exceeding 50 μm in length (mm^{-2});
- density of vented trees from the low voltage screen exceeding 50 μm in length (mm^{-2}).

3.6 Test report

The test report shall include:

- the description of the test circuit used including the protective system;
- the ageing conditions;
- the total number of tested test specimens;
- any breakdown during ageing. If so, state the probable cause of breakdown;
- breakdown strength (63 % value and shape parameter with their 95 % confidence limits according to Weibull statistics) of the material before and after the ageing test. If flashover should occur on non-aged test specimens a statistical procedure for censored tests should be applied. The statistical method used for evaluation shall be identified;
- the volume inspected for water trees;
- the longest observed water trees (bow tie, vented HV-screen, vented LV-screen);
- densities of water trees exceeding 50 μm in length;
- (optional) local inspection of the breakdown site with respect to water trees;
- the main materials tested (insulation, screens);
- auxiliary materials (electrodes, covers, water, etc.).

Annexe A (informative)

Résultats et discussion des essais interlaboratoires

A.1 Objet des essais

Afin d'évaluer la reproductibilité et la possibilité d'atteindre des résultats comparables par l'intermédiaire de ces méthodes, trois essais interlaboratoires consécutifs ont été entrepris par plusieurs laboratoires dans le cadre du groupe d'action CIGRÉ [17]. Par l'intermédiaire de cette démarche, il fut décidé d'apporter des modifications afin d'uniformiser les paramètres et ainsi améliorer ces méthodes d'essai sélectionnées. Ces résultats, accomplis au regard de la dernière version des méthodes d'essai décrites aux articles ci-dessus, sont reportés ci-après.

A.2 Matériaux testés

Lors d'un premier essai interlaboratoire (RR 1), deux composés PRC (I et II) que l'on pouvait aisément différencier du point de vue du comportement face aux arborescences d'eau avec les méthodes I A, I B et II [2] ont été sélectionnés. Trois nouveaux composés PRC (III, IV et V) correspondant aux tout derniers développements ont été utilisés dans les deuxième et troisième phases d'essai (RR 2 respectivement 3) afin de comparer la capacité à distinguer un nouveau composé PRC amélioré:

- un matériau standard très propre (produit commercialisé) PRC III
- un matériau retardant les arborescences WTR (a) (produit expérimental) PRC IV
- un matériau retardant les arborescences WTR (b) (produit expérimental) PRC V

Afin d'éviter les variations possibles dues à des fabrications différentes d'éprouvettes, toutes les plaques requises pour l'application de la méthode I furent fabriquées dans le même laboratoire et les éprouvettes destinées à la méthode II furent fabriquées dans un autre laboratoire, familier de cette méthode. Les composés furent tous prélevés sur un lot particulier et furent soumis aux mêmes conditions de réticulation (30 min à 180 °C).

A.3 Résultats des essais d'après la méthode I

A.3.1 Eprouvettes et conditions d'essai

Quatre laboratoires ont participé à une série d'essais (RR 3) utilisant la cellule d'essai de la méthode I ainsi que les matériaux précités. Une nouvelle fois, les plaques d'essai furent préparées par le même laboratoire en utilisant les procédures suivantes: les granules furent soigneusement lavés avec de l'eau à environ 60 °C ayant subi une double distillation et désionisation. Les granules furent séchés, après rinçage au méthanol, à la même température. Les plaques d'une épaisseur de $(4,0 \pm 0,1)$ mm furent préparées en moulant par compression les granules propres à environ 130 °C, puis en les chauffant à 180 °C pendant 30 min. Suivit un refroidissement à 70 °C sous pression, puis à température ambiante sous pression atmosphérique. Les plaques furent ensuite conditionnées à 90 °C pendant 72 h. Les éprouvettes d'essai sous forme de disques d'un diamètre de (35 ± 1) mm furent obtenues par découpe dans les plaques à l'aide d'un emporte-pièce.

L'essai de vieillissement fut conduit selon les conditions suivantes:

Tension	20 kV eff., 50 Hz ou 60 Hz
Eprouvette d'essai	4 mm d'épaisseur
Température	ambiante
Solution d'essai	eau distillée et désionisée ($<20 \mu\text{S/m}$) avec 0,01 % de NaCl = 1,8 mmole/l
Durée	240 h

Annex A (informative)

Results and discussion of round robin tests

A.1 Object of the tests

In order to investigate the reproducibility and the comparability of these methods, three consecutive round robin tests have been performed by a number of laboratories within the CIGRE Task Force [17]. During this process some modifications were agreed upon in order to unify parameters and to improve the test methods. Those results are reported here which were achieved with the last version of the test methods described in the clauses before.

A.2 Test materials

In a first round robin test (RR 1) two XLPE compounds (I and II) with well known differences in their water treeing behaviour had been selected and could be well distinguished with test methods I A, I B and II [2]. To compare the capability to discriminate between newer, improved XLPE compounds, in a second and in a third round of tests (RR 2 respectively 3) three XLPE compounds (III, IV and V) representing latest developments were used:

- super clean standard material (commercial product) XLPE III
- WTR material (a) (experimental product) XLPE IV
- WTR material (b) (experimental product) XLPE V

To avoid possible variations due to different test specimen manufacturing, all the required plaques for method I were made at one laboratory and the test specimens for method II were manufactured at another laboratory, familiar with this method. The compounds were all taken from one particular lot and were subjected to the same crosslinking conditions (30 min at 180 °C).

A.3 Results using method I

A.3.1 Test specimens and test conditions

Four laboratories participated in a round of tests (RR 3), using the method I test cell and the materials mentioned before. The test plaques were again prepared by the same laboratory using the following procedures: the pellets were carefully cleaned by washing in double distilled, deionized water at approximately 60 °C. The pellets were then dried after rinsing with methanol at the same temperature. The plaques, $(4,0 \pm 0,1)$ mm thick, were prepared by compression moulding the clean pellets at approximately 130 °C, followed by heating for 30 min at 180 °C. This was, in turn, followed by cooling to 70 °C under pressure, then to room temperature at atmospheric pressure. The plaques were then conditioned at 90 °C for 72 h. Test specimens in the form of disc-shaped slabs with a diameter of (35 ± 1) mm were achieved by punching them out from the plaques.

The ageing test was conducted according to the following conditions:

Voltage	20 kV r.m.s., 50 Hz or 60 Hz
Test sample	4 mm thick
Temperature	room
Test solution	distilled deionized water ($<20 \mu\text{S/m}$) with 0,01% NaCl = 1,8 mmole/l
Duration	240 h

A.3.2 Résultats des essais RR 3

Les résultats d'essai RR 3 sont résumés dans les tableaux ci-dessous:

Tableau A.1 – Longueurs des arborescences ouvertes en μm ; méthode I; RR 3

	Classification (réf. max.)	PRC III moyenne/max.	PRC IV moyenne/max.	PRC V moyenne/max.
Laboratoire 1	III > V > IV	150 $\pm$ 65/260	85 $\pm$ 16/115	105 $\pm$ 19/145
Laboratoire 3	III > V > IV	102 $\pm$ 38/160	68 $\pm$ 20/90	94 $\pm$ 12/120
Laboratoire 5	III > IV > V	138 $\pm$ 49/260	86 $\pm$ 14/110	58 $\pm$ 10/70
Laboratoire 8	III > IV > V	88 $\pm$ 15/120	65 $\pm$ 13/90	55 $\pm$ 12/80
Moyenne globale	III > IV ~ V	120/–	76/–	78/–

Conformément aux données du tableau A.1, le PRC III a montré la plus grande tendance au développement d'arborescences ouvertes dans les quatre laboratoires. Quant aux matériaux expérimentaux PRC IV et PRC V leurs performances étaient équivalentes. Comme la différence entre les valeurs moyennes de ces matériaux était inférieure à l'écart type des données, les participants étaient divisés de manière équivalente en ce qui concerne leur classement, deux laboratoires estimant que le PRC IV était meilleur que le PRC V et deux autres laboratoires ayant l'avis contraire (réf. max.). Le but de ces méthodes étant de fournir une évaluation, des considérations complémentaires telles que la tendance à développer des arborescences de type nœud papillon et autres propriétés doivent être prises en compte avant toute sélection ultime.

Une variante de RR 3 fut entreprise par trois laboratoires, en prolongeant la durée de vieillissement de 240 h à 500 h, tout en conservant inchangées toutes les autres conditions. Les résultats sont présentés dans le tableau A.2 ci-dessous.

Tableau A.2 – Longueurs des arborescences ouvertes en μm ; durée de l'essai 500 h; méthode I; RR 3

	Classification (réf. max.)	PRC III moyenne/max.	PRC IV moyenne/max.	PRC V moyenne/max.
Laboratoire 1a	III > IV > V	175 $\pm$ 28/245	165 $\pm$ 24/210	145 $\pm$ 18/175
Laboratoire 1b	III > V > IV	200 $\pm$ 23/255	110 $\pm$ 13/130	175 $\pm$ 15/195
Laboratoire 3	V > IV > III	60 $\pm$ 17/90	80 $\pm$ 24/120	115 $\pm$ 21/150
Laboratoire 5	III = IV > V	220 $\pm$ 52/300	220 $\pm$ 35/300	70 $\pm$ 12/90
Moyenne globale	III > IV > V	165/–	145/–	125/–

Un laboratoire obtint des résultats inverses, considérant le PRC III meilleur que le PRC IV, et le PRC IV meilleur que le PRC V. Cependant, des résultats raisonnables furent obtenus en faisant la moyenne des données fournies par les trois laboratoires. Comme la durée de vieillissement prolongée jusqu'à 500 h n'apportait pas d'avantages évidents, cette variante RR 3 fut abandonnée.

A.3.2 Test results of RR 3

The summarized results of the RR 3 tests are shown in the following tables:

Table A.1 – Vented tree lengths in μm ; method I; RR 3

	Ranking (ref. max.)	XLPE III mean/max.	XLPE IV mean/max.	XLPE V mean/max.
Laboratory 1	III > V > IV	150 $\pm$ 65/260	85 $\pm$ 16/115	105 $\pm$ 19/145
Laboratory 3	III > V > IV	102 $\pm$ 38/160	68 $\pm$ 20/90	94 $\pm$ 12/120
Laboratory 5	III > IV > V	138 $\pm$ 49/260	86 $\pm$ 14/110	58 $\pm$ 10/70
Laboratory 8	III > IV > V	88 $\pm$ 15/120	65 $\pm$ 13/90	55 $\pm$ 12/80
Overall mean	III > IV ~ V	120/–	76/–	78/–

According to the data in table A.1, XLPE III showed the highest propensity for vented water tree growth in all four laboratories. The experimental materials XLPE IV and V had overlapping performance. As the mean values of tree length for these materials were closer to each other than the standard deviation of the data, the participants were equally divided in rank ordering them, two showing IV to be better and two to be worse than V (ref. max.). As these methods are intended for screening purposes, additional considerations, such as the propensity to develop bow tie trees and other properties, need to be considered before an ultimate selection is made.

A variation of RR 3 was undertaken by three laboratories, extending the ageing time from 240 h to 500 h, while all other conditions were kept unchanged. The results are shown in table A.2.

**Table A.2 – Vented tree lengths in μm ;
test duration 500 h; method I; RR 3**

	Ranking (ref. max.)	XLPE III mean/max.	XLPE IV mean/max.	XLPE V mean/max.
Laboratory 1a	III > IV > V	175 $\pm$ 28/245	165 $\pm$ 24/210	145 $\pm$ 18/175
Laboratory 1b	III > V > IV	200 $\pm$ 23/255	110 $\pm$ 13/130	175 $\pm$ 15/195
Laboratory 3	V > IV > III	60 $\pm$ 17/90	80 $\pm$ 24/120	115 $\pm$ 21/150
Laboratory 5	III = IV > V	220 $\pm$ 52/300	220 $\pm$ 35/300	70 $\pm$ 12/90
Overall mean	III > IV > V	165/–	145/–	125/–

One laboratory found lopsided results, ranking XLPE III better than IV which, in turn, was ranked better than V. However, reasonable results, were obtained when the data provided by all three laboratories were averaged. Because the prolonged ageing time of 500 h did not bring clear advantages this variation of RR 3 was not dealt with further on.

Le tableau A.3 liste la longueur maximale et la densité des arborescences de type nœud papillon rapportées par les quatre laboratoires participant aux essais.

Tableau A.3 – Statistiques des arborescences de type nœud papillon (taille maximale en μm et densité en mm^{-3}); méthode I; RR 3

	Classification (réf. max.)	PRC III max./densité	PRC IV max./densité	PRC V max./densité
Laboratoire 1	III > IV > V	150/14 000	70/770	60/10
Laboratoire 3	-----	----/----	----/----	100/25
Laboratoire 5	III > IV > V	250/9 000	170/900	-----
Laboratoire 8	III > IV > V	210/8 000	80/300	Aucun
Moyenne globale	III > IV > V	~200/~10 000	~100/~650	~80/~15

Bien que les données obtenues ne soient pas complètes et que les valeurs absolues de densité s'étendent sur un large intervalle, le classement relatif des matériaux révèle clairement que le PRC V est le meilleur matériau et le PRC III le plus mauvais. En fait, les arborescences de type nœud papillon sont rarement observées dans le matériau PRC V, alors que la densité du matériau PRC IV est classée juste au-dessous du PRC III. Quant aux arborescences de type nœud papillon, on peut conclure que le matériau PRC V a de meilleures performances que le PRC IV, lui-même se comportant mieux que le PRC III. Cependant, en ce qui concerne les arborescences ouvertes, aucun avantage évident n'a pu être observé entre les PRC IV et PRC V. Les matériaux PRC IV et PRC V pourraient être légèrement meilleurs que le PRC III.

A.3.3 Discussion

La méthode I a permis de réduire les grandes divergences relevées entre RR 1 et 2 [17]. Bien que les classements obtenus dans chacun des laboratoires se soient révélés cohérents, certaines différences restent à élucider parmi les données enregistrées par les différents participants. Une discussion quant aux causes sous-jacentes à ces différences aidera à définir des actions correctives.

Il existe deux causes majeures concernant la dispersion et l'incohérence des données rapportées: l'une se rapporte à l'essai lui-même, l'autre à la méthode d'évaluation et de comptage des arborescences. Il existe quatre causes distinctes possibles dans l'appareillage d'essai de la méthode I, qui produit des déviations dans les résultats obtenus par les différents participants. Elles sont toutes liées à l'introduction d'impuretés ioniques externes connues pour favoriser la formation des arborescences d'eau. Les quatre sources potentielles d'impuretés ioniques sont les suivantes:

- a) l'utilisation d'eau distillée pour préparer la solution NaCl ne suffit pas. Il est également nécessaire de désioniser cette eau et de contrôler ses propriétés en veillant à ce que sa conductivité soit maintenue à une valeur égale ou inférieure à $100 \mu\text{S/m}$;
- b) les pointes des aiguilles peuvent être corrodées facilement lorsqu'elles ne sont pas correctement nettoyées et stockées. Les procédures d'essai écrites stipulent un contrôle strict de la propreté de la pointe des aiguilles;
- c) le conducteur haute tension en contact avec la solution NaCl. Dans les dispositifs mis à disposition pour l'essai RR 2, le fil de platine qui devait être fourni fut omis par inadvertance. Résultat: un composant en laiton fut mis en contact avec la solution, introduisant ainsi la possibilité d'une oxydation. Sur certaines cellules, au niveau du conducteur haute tension, on a pu observer des produits de corrosion en quantité importante;
- d) la coupelle en PEHD dont est constitué le dispositif. Si la coupelle n'est pas soigneusement nettoyée, rincée et stockée, il est possible que des traces de NaCl soient transmises d'un essai à l'autre.

Table A.3 lists the maximum length and the density of bow tie trees reported by the four participating laboratories.

Table A.3 – Bow tie tree statistics (maximum size in μm and density mm^{-3}); method I; RR 3

	Ranking (ref. max.)	XLPE III max./density	XLPE IV max./density	XLPE V max./density
Laboratory 1	III > IV > V	150/14 000	70/770	60/10
Laboratory 3	-----	---/----	---/----	100/25
Laboratory 5	III > IV > V	250/9 000	170/900	-----
Laboratory 8	III > IV > V	210/8 000	80/300	None
Overall mean	III > IV > V	~200/~10 000	~100/~650	~80/~15

Although the data obtained are not complete and the absolute numbers for density show a broad range, the relative ranking of the materials reveals clearly that XLPE V is the best and III the worst. In fact, bow tie trees are seldom observed in XLPE V, while the density for IV is one order of magnitude less than for III. For bow tie trees, it can be concluded that XLPE V performs better than IV which, in turn, performs better than III. However, for vented trees no clear advantage was observed between XLPE IV and XLPE V. XLPE IV and XLPE V might be slightly better than XLPE III.

A.3.3 Discussion

Method I has reduced the large discrepancies noted in RR 1 and 2 [17]. Although the relative results obtained in any single laboratory have shown consistency, some differences remain to be resolved among the data reported by the various participants. A discussion of the causes underlying these differences will help in formulating curative actions.

Two major causes exist for the scatter and inconsistency in the data reported, one relates to the test itself and the other to the method of evaluating and counting trees. Four distinct possibilities exist in the method I test apparatus to produce deviations in the results obtained by the various participants. They are all connected with the introduction of extraneous ionic impurities which are known to promote water treeing. The four potential sources of ionic impurities are:

- the use of distilled water to make the NaCl solution is not sufficient; it is also necessary to deionize it and control its quality by ensuring that its conductivity is kept at or below $100 \mu\text{S/m}$;
- the needle tips can easily corrode when improperly cleaned and stored; the written test procedures require strict control of the needle tip cleanliness;
- the HV lead in contact with the NaCl solution; the cells furnished for the RR 2 test inadvertently omitted the platinum wire which was intended to be provided. As a result, a brass component was placed in contact with the solution introducing the possibility of corrosion activity; some cells were observed with significant corrosion products on the HV lead;
- the HDPE cup from which the test cell is made; if the cup is not properly cleaned, rinsed and stored, it is possible that traces of NaCl may be carried from one test to the next.

Cette évaluation repose sur des travaux complémentaires effectués par plusieurs laboratoires. Au cours de ces investigations [11], on a pu exactement contrôler les sources d'impuretés ioniques, comme énuméré ci-dessus. Les résultats indiquent qu'il est ainsi possible de réduire la longueur des arborescences ouvertes de même que la dispersion lors d'essais consécutifs. Ils montrent également que les matériaux PRC IV et PRC V sont si proches l'un de l'autre quant à leurs performances respectives que les laboratoires risquent facilement d'en inverser la classification. A la suite d'une autre série d'essais, effectuée par l'un des laboratoires participants utilisant les matériaux des essais RR III et des matériaux équivalents en provenance de sources locales, on a pu observer que la classification était exactement la même et la dispersion des données maintenue à un niveau raisonnablement bas [12].

La seconde source principale d'incohérence est liée aux laboratoires eux-mêmes, et peut être due à leurs méthodes de comptage des arborescences de type nœud papillon et de mesure des arborescences ouvertes. Bien que la procédure d'essai écrite puisse être encore améliorée en tenant compte de ce dernier aspect, il existe de sérieuses limitations que l'on ne peut surmonter qu'en faisant circuler la même éprouvette vieillie entre les différents laboratoires pour le comptage des arborescences. Ce problème est particulièrement aigu quand il s'agit de mesurer les arborescences dans le matériau PRC V qui, sous le microscope, laisse apparaître de nombreuses inclusions pouvant être confondues avec de petites arborescences de type nœud papillon.

D'autres problèmes ont été soulevés par diverses personnes, notamment au sujet de la reproductibilité des empreintes de pointe d'aiguille et la possibilité de créer ces empreintes sans générer de micro-fissures dans le matériau d'essai. Ces problèmes ont été systématiquement étudiés [12], et se sont révélés sans répercussion importante sur les résultats d'essais.

Lors du processus de vieillissement, la contrainte électrique relativement élevée aux pointes des électrodes en forme d'aiguille peut induire des effets auxquels les câbles ne sont pas soumis dans les conditions normales de service. De plus, il serait préférable de mesurer le rayon de courbure de la pointe, qui a un effet significatif sur la valeur du champ électrique, et représente un des facteurs majeurs déclenchant la formation et le développement des arborescences d'eau. Le rayon de courbure de la pointe pourrait varier d'un matériau à l'autre, ceux-ci possédant des caractéristiques mécaniques différentes.

Enfin, dans tout essai de vieillissement accéléré, il est important de s'assurer que les mécanismes responsables du vieillissement apparent sont identiques à ceux sur câbles en conditions normales de service. Un des mécanismes impliqué dans les câbles vieillissants en service est l'oxydation du matériau à l'emplacement des arborescences d'eau. En raison du temps de vieillissement très court autorisé dans chacune des trois méthodes décrites ci-dessus, il se peut que la durée ne soit pas suffisante pour qu'une oxydation significative apparaisse [11]. Une diminution de la contrainte électrique et une augmentation de la durée des essais devraient régler ce problème.

A.4 Résultats des essais d'après la méthode II

A.4.1 Conditions d'essai

En ce qui concerne la méthode II, les activités du groupe d'action peuvent être conclues avec l'essai interlaboratoire 2. Ces essais ont été effectués dans quatre laboratoires conformément aux instructions de l'article 3. Les conditions de vieillissement étaient les suivantes:

Contrainte de vieillissement	15 kV/mm (50 Hz ou 60 Hz)
Température de vieillissement	variations cycliques (8 h à la température de l'eau courante/ 16 h à 90 °C)
Durée de vieillissement	500 h

This assessment was supported by additional work performed by several laboratories. In one such investigation [11], the sources of ionic impurities, as listed previously, were strictly controlled. The results indicate that the absolute vented tree length as well as the scatter in consecutive tests can be reduced. It also shows conclusively that XLPE IV and V are so close to each other in performance that their rankings by different laboratories could easily be reversed. In another series of tests performed by one of the participating laboratories using the RR III materials and equivalent materials procured from domestic sources, the rankings were consistently the same and the scatter in the data was kept at a reasonably low level [12].

The second major source of inconsistency is related to individual laboratories and may be due to their methods of counting bow tie trees and measuring vented trees. Although the written test procedures could be further improved with respect to this aspect of the test, there are serious limitations that can be surmounted only by circulating the same aged test specimen to the various laboratories for tree counting. This problem is particularly compounded when measuring trees in XLPE V which, under the microscope, shows numerous discrete inclusions. These can easily be confounded with small bow tie trees.

Additional concerns were expressed by various individuals about the reproducibility of needle-tip imprints and the ability to create these imprints without producing microcracks in the test materials. These concerns were systematically addressed [12], however, they were found not to have any significant effect on the test results.

The relatively high electrical ageing stress at the tips of needle-shaped electrodes might induce effects which do not occur under cable service conditions. In addition, it would be preferable to measure the tip radius, which has a significant effect on the electrical stress, one of the main parameters in water tree initiation and growth. The tip radius could vary between materials which have different mechanical properties.

Finally in any accelerated ageing test, it is important to ensure that the mechanisms responsible for the apparent ageing are the same as those encountered in field aged cables. One of the mechanisms involved in service aged cables is oxidation of the material at the location of water trees. Owing to the very short ageing time allowed in all three methods described, there may not be enough time for significant oxidation to occur [11]. Decreasing the electrical stress and increasing the test duration should alleviate this concern.

A.4 Results using method II

A.4.1 Test conditions

Concerning method II the activities of the Task Force could be concluded with round robin 2. These tests were carried out in four laboratories, corresponding with the description in clause 3. The ageing conditions were the following:

Ageing stress	15 kV/mm (50 Hz or 60 Hz)
Ageing temperature	cyclic variations (8 h at tap water temperature/16 h at 90 °C)
Ageing time	500 h

Le refroidissement est assuré par une circulation d'eau froide dans le socle sur lequel sont posées toutes les éprouvettes. Pendant les essais interlaboratoires, chaque laboratoire a utilisé la température de l'eau courante comme température minimale de vieillissement.

A.4.2 Résultats des essais RR 2

Les résultats d'essai RR 2 sont résumés dans les tableaux suivants :

Tableau A.4 – Rigidité diélectrique résiduelle 50 % et écarts types en kV/mm; méthode II; RR 2

	Classification (réf. vieilli)	PRC III		PRC IV		PRC V	
		Neuf	Vieilli	Neuf	Vieilli	Neuf	Vieilli
Laboratoire 4	III = IV < V	$>83 \pm 12$	49 ± 7	$>113 \pm 15$	47 ± 7	$>92 \pm 24$	76 ± 13
Laboratoire 7	III = IV < V	$>81 \pm 22$	48 ± 5	$>100 \pm 14$	41 ± 9	$>91 \pm 15$	86 ± 8
Laboratoire 9	III = IV < V	98 ± 22	50 ± 7	$>120 \pm 13$	57 ± 6	$>110 \pm 25$	90 ± 10
Laboratoire 10	III = IV < V	$>99 \pm 49$	52 ± 12	136 ± 24	52 ± 8	$>110 \pm 36$	100 ± 15

NOTE Contournement sur une ou plusieurs éprouvettes du groupe.

Les résultats de rigidité diélectrique indiquent une différence très significative (niveau $<0,1$ %) entre le PRC V d'une part et le PRC III et le PRC IV d'autre part, dans tous les essais à une exception près. Les résultats du PRC V du laboratoire 4 atteignent seulement un niveau significatif ($1\% > \text{niveau} > 0,1\%$) si on les compare au PRC III du laboratoire 9.

En ce qui concerne le PRC III, on n'observe aucune différence significative entre les laboratoires. Par contre, pour le PRC IV, il existe des différences significatives entre les laboratoires. Les essais du laboratoire 7 par rapport à ceux du laboratoire 9 montrent une différence significative; ceux du laboratoire 9 par rapport au laboratoire 10 montrent une différence probable. En ce qui concerne le PRC V, le laboratoire 10 a obtenu de meilleurs résultats que les autres. Le laboratoire 7 montre les plus grandes divergences entre les PRC III et PRC IV.

Les arborescences de type nœud papillon entraînent une classification des matériaux différente si on les compare aux rigidités diélectriques résiduelles. Les laboratoires 4 et 7 classent les PRC III et IV de manière identique après les essais de claquage, alors que les arborescences de type nœud papillon induisent une classification des matériaux différente. Le laboratoire 9 n'a trouvé qu'une différence mineure entre les trois matériaux. Basé uniquement sur les longueurs d'arborescence type nœud papillon, le laboratoire 10 classe le PRC III et le PRC V meilleurs que le PRC IV.

Tableau A.5 – Longueurs des arborescences de type nœud papillon en μm ; méthode II; RR 2

	Classification (réf. max.)	PRC III moyenne/max.	PRC IV moyenne/max.	PRC V moyenne/max.
Laboratoire 4	IV > III > V	$128 \pm 49/260$	$136 \pm 72/420$	$38 \pm 21/100$
Laboratoire 7	III > IV > V	$140 \pm 100/380$	$120 \pm 50/230$	$30 \pm 40/130$
Laboratoire 9	IV > III > V	$80 \pm ?/400$	$95 \pm ?/280$	$85 \pm ?/140$
Laboratoire 10	IV > V > III	$84 \pm 15/116$	$129 \pm 39/206$	$80 \pm 22/123$

The cooling is provided by circulation of cold water in the ground plate that all objects are placed on. During the round robin tests performed, each laboratory used the actual tap water temperature as the lowest ageing temperature.

A.4.2 Test results of RR 2

The summarized results of the RR 2 tests are shown in the following tables:

Table A.4 – Residual 50 % breakdown strengths and standard deviations in kV/mm; method II; RR 2

	Ranking (ref. aged)	XLPE III		XLPE IV		XLPE V	
		New	Aged	New	Aged	New	Aged
Laboratory 4	III = IV < V	$>83 \pm 12$	49 ± 7	$>113 \pm 15$	47 ± 7	$>92 \pm 24$	76 ± 13
Laboratory 7	III = IV < V	$>81 \pm 22$	48 ± 5	$>100 \pm 14$	41 ± 9	$>91 \pm 15$	86 ± 8
Laboratory 9	III = IV < V	98 ± 22	50 ± 7	$>120 \pm 13$	57 ± 6	$>110 \pm 25$	90 ± 10
Laboratory 10	III = IV < V	$>99 \pm 49$	52 ± 12	136 ± 24	52 ± 8	$>110 \pm 36$	100 ± 15
NOTE Flashover in one or more test objects of the group.							

The breakdown strength results show a highly significant (level $<0,1$ %) difference between XLPE V and both XLPE III and XLPE IV in all the tests with one exception. The results of XLPE V in laboratory 4 are only in the significant level ($1\% > \text{level} > 0,1\%$) when compared to XLPE III in laboratory 9.

For XLPE III, no significant differences between the laboratories are observed. For XLPE IV, there are significant differences between the laboratories. Laboratory 7 tested against laboratory 9 shows a significant difference; laboratory 9 tested against laboratory 10 shows a probable difference. For XLPE V, laboratory 10 reveals better results than the others. Laboratory 7 shows the largest difference between XLPE III and XLPE IV.

Bow tie trees rank the materials differently compared to the residual breakdown strengths. Laboratory 4 and 7 rank XLPE III and IV in the same way by the breakdown tests, however, the bow tie trees rank the materials differently. Laboratory 9 found only minor differences between all three materials. Based only on the bow tie tree lengths, laboratory 10 ranked XLPE III and XLPE V better than XLPE IV.

Table A.5 – Bow tie tree lengths in μm ; method II; RR 2

	Ranking (ref. max.)	XLPE III mean/max.	XLPE IV mean/max.	XLPE V mean/max.
Laboratory 4	IV > III > V	$128 \pm 49/260$	$136 \pm 72/420$	$38 \pm 21/100$
Laboratory 7	III > IV > V	$140 \pm 100/380$	$120 \pm 50/230$	$30 \pm 40/130$
Laboratory 9	IV > III > V	$80 \pm ?/190$	$95 \pm ?/280$	$85 \pm ?/140$
Laboratory 10	IV > V > III	$84 \pm 15/116$	$129 \pm 39/206$	$80 \pm 22/123$

La densité des arborescences de type nœud papillon a également été enregistrée. Les résultats pour le PRC III oscillent entre 10 et 100 arborescences/mm³, pour le PRC IV entre 10 et 40 arborescences/mm³ et pour le PRC V entre 0 et 3 arborescences/mm³ (limite de détection $\geq 50 \mu\text{m}$). Dans le PRC IV presque toutes les arborescences observées sont d'une longueur supérieure à $50 \mu\text{m}$. Lors d'une investigation complémentaire, il a été conclu que les arborescences de type nœud papillon dans ces éprouvettes sont initiées par des contaminations d'origine saline localisées aux limites entre les granules. Cela indique que le classement en partie défavorable du PRC IV peut être une conséquence des contaminations introduites au cours de la fabrication.

Tableau A.6 – Longueurs des arborescences ouvertes en μm ; méthode II; RR 2

	Classification (réf. max.)	PRC III moyenne/max.	PRC IV moyenne/max.	PRC V moyenne/max.
Laboratoire 4	IV > III > V	161 $\pm$ 57/320	160 $\pm$ 93/420	73 $\pm$ 53/220
Laboratoire 7	III > IV > V	160 $\pm$ 120/400	190 $\pm$ 30/230	80 $\pm$ 40/160
Laboratoire 9	III > V > IV	160 $\pm$?/400	175 $\pm$?/270	110 $\pm$?/280
Laboratoire 10	IV > III > V	121 $\pm$ 59/260	114 $\pm$ 74/345	109 $\pm$ 49/197

Les longueurs observées les plus importantes des arborescences ouvertes varient dans le PRC III de $260 \mu\text{m}$ à $400 \mu\text{m}$, dans le PRC IV de $230 \mu\text{m}$ à $420 \mu\text{m}$, et dans le PRC V de $160 \mu\text{m}$ à $280 \mu\text{m}$. Ces données aboutissent à un classement globalement en accord avec les résultats d'essai de rigidité diélectrique.

A.4.3 Discussion

La méthode II est la seule méthode considérée qui offre la possibilité d'effectuer des essais de rigidité diélectrique (pour le critère de rigidité diélectrique résiduelle après vieillissement accéléré par arborescences d'eau) et de tester la compatibilité entre les matériaux semi-conducteurs et les isolants. Cela nécessite des éprouvettes d'essai relativement complexes, comparativement aux méthodes A et B, et met en jeu l'influence possible d'impuretés dans les semiconducteurs, ainsi que d'autres effets, sur la tenue diélectrique résiduelle.

Cependant, la production des éprouvettes, tout particulièrement dans la méthode II, demande beaucoup de temps et plusieurs types d'équipement de laboratoire relativement complexes. La fabrication doit se faire dans un environnement propre et une attention toute particulière doit être portée lors des essais pour éviter toute pénétration d'impuretés à l'intérieur des matériaux essayés.

De plus, les contraintes électriques de vieillissement et la température de l'eau relativement élevées peuvent induire des effets qui ne surviennent pas dans les conditions réelles de service, même difficiles. En tout état de cause, la méthode II offre les informations les plus complètes concernant le comportement des matériaux isolants à base de PRC face aux arborescences d'eau et également sur les systèmes d'isolation de câbles.

Un travail de coopération à grande échelle entre le groupe d'action de la CIGRÉ traitant des arborescences d'eau sur matériaux et le groupe de travail sur l'évaluation de la formation des arborescences d'eau dans les câbles [14] et [16] a abouti à la conclusion que l'éprouvette II simule le vieillissement dû aux arborescences d'eau de câbles en grandeur réelle. Dans les essais réalisés dans le cadre de cette coopération, les matériaux ont été homogénéisés avant le moulage par compression.

The densities of bow tie trees were also recorded. The results of XLPE III varied between 10 and 100 trees/mm³, XLPE IV between 10 and 40 trees/mm³, and XLPE V between 0 and 3 trees/mm³ (detection limit $\geq 50 \mu\text{m}$). In XLPE IV nearly all the observed trees are greater than 50 μm ; by an additional investigation it was concluded that the bow tie trees in these samples initiated from salt contaminations in the boundaries between the pellets. This indicates that the partly unfavourable ranking of XLPE IV can be a consequence of contaminations introduced during manufacturing.

Table A.6 – Vented tree lengths in μm ; method II; RR 2

	Ranking (ref. max.)	XLPE III mean/max.	XLPE IV mean/max.	XLPE V mean/max.
Laboratory 4	IV > III > V	161 $\pm$ 57/320	160 $\pm$ 93/420	73 $\pm$ 53/220
Laboratory 7	III > IV > V	160 $\pm$ 120/400	190 $\pm$ 30/230	80 $\pm$ 40/160
Laboratory 9	III > V > IV	160 $\pm$?/400	175 $\pm$?/270	110 $\pm$?/280
Laboratory 10	IV > III > V	121 $\pm$ 59/260	114 $\pm$ 74/345	109 $\pm$ 49/197

The longest observed vented tree lengths varied in XLPE III from 260 μm to 400 μm , in XLPE IV from 230 μm to 420 μm and in XLPE V from 160 μm to 280 μm . These data result in a ranking in general agreement with the results of the breakdown tests.

A.4.3 Discussion

Method II is the only method under consideration that provides the possibility to perform electrical breakdown tests (for the criterion of residual breakdown strength after WT-ageing) and to test the compatibility between the semiconducting and the insulation materials. This requires relatively complicated test objects, as compared to, for example methods A and B, and gives rise to possible influences of the impurities within the semiconductors and of other effects, too, on the residual breakdown strength.

However, the production of the test objects, especially for test method II, is relatively time consuming, and several kinds of relatively complicated laboratory equipment are needed. The production has to be performed in clean surroundings as extreme care has to be taken to avoid contaminants from entering the materials to be tested.

Moreover, the relatively high electrical ageing stress and high water temperature might possibly induce effects which do not occur even under severe cable service conditions. Nevertheless, method II offers the most comprehensive information about the WT-behaviour of XLPE insulating materials and even of insulation systems for cables.

A large scale cooperative work between the CIGRE task force dealing with water tree testing of materials and the working group dealing with water tree testing of cables [14] and [16] concluded that test object II simulates the water tree ageing of full size cables. In the tests of this cooperative work, the materials were homogenized before the compression moulding was performed.

Le critère d'évaluation de la méthode II est la réduction de la rigidité diélectrique sous tension alternative en fonction du vieillissement. Cependant, la longueur et la densité des arborescences d'eau doivent également être utilisées pour l'évaluation, car certains matériaux peuvent révéler une rigidité diélectrique réduite en l'absence d'arborescences d'eau. Les points les plus faibles des éprouvettes (arborescences d'eau longues) sont généralement détruits par les canaux de claquage, et les arborescences d'eau qui ont causé la défaillance sont, dans la plupart des cas, impossibles à mesurer. Par conséquent, la longueur des arborescences d'eau les plus longues observées ne constitue pas un critère correct de classement. Il est également connu que la formation des arborescences d'eau est un paramètre aléatoire et doit donc être traitée par des méthodes statistiques.

Dans cet article, le classement des matériaux sur la base des longueurs d'arborescences d'eau repose sur les longueurs maximales des arborescences. La différence entre le PRC I et le PRC II était statistiquement significative. Cependant, si l'on utilise des méthodes statistiques sur les résultats d'essais de la séquence d'essais interlaboratoires 2 (RR 2), les différences entre les PRC III, IV et V n'étaient, dans la plupart des cas, pas statistiquement significatives. Cela indique fortement qu'il n'existe aucune différence significative entre les PRC III, IV et V quant à la longueur des arborescences d'eau.

A.5 Résumé

On présente ici les méthodes d'essais pour l'évaluation des isolants à base de polyéthylène par rapport à la formation des arborescences d'eau. Ces méthodes, mises en œuvre dans différents laboratoires ont démontré leur capacité à différencier et classer les matériaux par rapport à la formation des arborescences d'eau. De même, les essais interlaboratoires internationaux sur des matériaux identiques ont mis en évidence l'aptitude de ces méthodes à différencier les matériaux. Les valeurs absolues mesurées par des laboratoires différents n'ont cependant pas été uniformes. Par ailleurs, l'influence de la préparation des éprouvettes dans des sites différents n'a pas été prise en compte. Par conséquent, les méthodes ne sont pas encore prêtes pour une publication en tant que norme internationale. Cependant, elles sont mises à disposition dans la présente spécification technique, pour permettre aux laboratoires intéressés de se forger une expérience grâce à ces méthodes.

Les résultats obtenus lors des essais interlaboratoires effectués par le passé ont montré qu'une dispersion réduite et une reproductibilité accrue sont nécessaires. Un contrôle strict des conditions d'essai, excluant les cellules d'essai sujettes à la corrosion, et le fait d'éviter les contaminations améliorent la cohérence et réduisent la dispersion des résultats. D'autres conséquences bénéfiques peuvent être obtenues en réduisant le champ électrique appliqué, en augmentant la durée de l'essai et en optant pour une préparation des éprouvettes à partir de film plutôt que de granules, ces films étant obtenus à partir de mélanges homogénéisés exempts de contaminants.

Ces méthodes ne sont pas destinées à remplacer les essais sur câbles extrudés en grandeur réelle, puisque que la formation des arborescences d'eau peut être influencée par des défauts technologiques induits lors de la fabrication. Cependant, ces méthodes de laboratoire présentent un grand intérêt pour une évaluation accélérée des matériaux et l'évaluation des modifications dont ils sont le siège. Ils peuvent aussi se révéler économiques dans le cadre de recherches fondamentales sur le vieillissement à long terme, si on les compare à des essais réalisés sur des câbles réels.

The criterion of evaluation for method II is the reduction of a.c. breakdown strength as a function of ageing. However, water tree lengths and densities shall also be used as part of the evaluation because some materials can exhibit reduced breakdown strength in the absence of water trees. The weakest spots of the test objects (long water trees) are usually destroyed by the breakdown channels and the water trees that have caused the failures cannot, in most cases, be measured. Therefore, the lengths of the longest observed water trees are not the correct ranking criterion. It is also known that water treeing is a stochastic parameter and thus has to be treated by statistical methods.

In this clause ranking of materials on the basis of water tree lengths is based on maximum tree lengths. The difference between XLPE I and II was statistically significant. However, if statistical methods are used on the results in round robin test 2 (RR 2), the differences between XLPE III, IV and V were, in most cases, not statistically significant. This strongly indicates that no significant differences are present between XLPE III, IV and V with respect to water tree lengths.

A.5 Summary

Test methods for the evaluation of water treeing in polyethylene-based insulating materials are reported. These have shown consistent ability to differentiate and rank-order materials with respect to water treeing within individual laboratories. Also, in international round robin tests on identical materials, the ability of the methods to discriminate between various materials was, more or less, evident. The absolute values measured by different laboratories were, however, not uniform. Furthermore, the influence of sample preparation at different sites has not been investigated. Therefore, the methods are not yet ready for international standardization. Nevertheless, they are being made available by this technical specification, to enable interested laboratories to gain experience with these methods.

The results obtained in past round robin tests have shown that reduced scatter and improved reproducibility are needed. Stricter control of test conditions, exclusion of test cell features promoting corrosion, and avoidance of contamination will improve the consistency and reduce the scatter of test results. Additional beneficial effects will be achieved by reducing electrical stress and increasing test duration, and by changing the preparation of test slabs from pressed pellets to milled films obtained from contaminant-free homogenized melts.

These methods are not intended to replace the testing of full-size extruded insulating systems, as water treeing may be influenced by technological defects introduced during manufacturing. However, these laboratory methods can be of great value for accelerated screening of materials and for the evaluation of material modifications. They may also prove to be cost effective for fundamental investigations of long term ageing, when compared to tests performed on full-size cables.

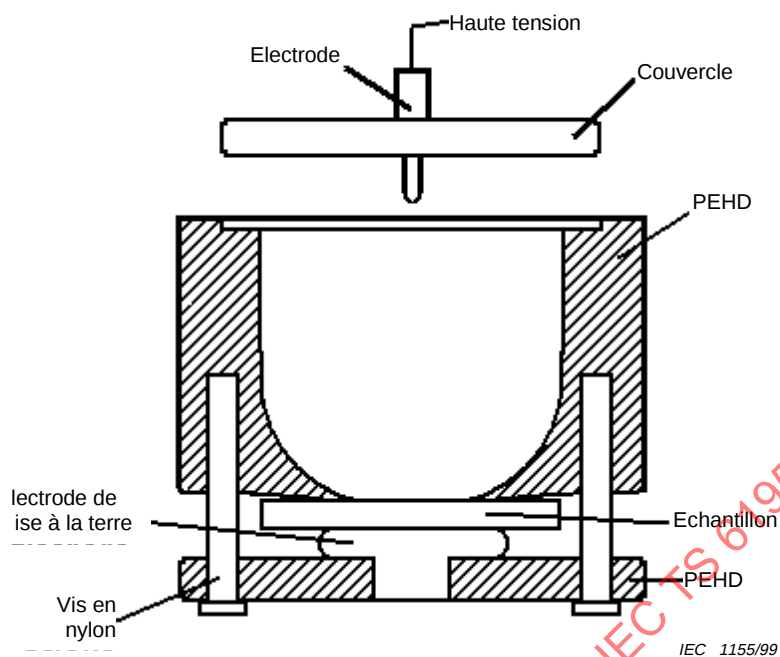


Figure 1 – Montage de la cellule d'essai

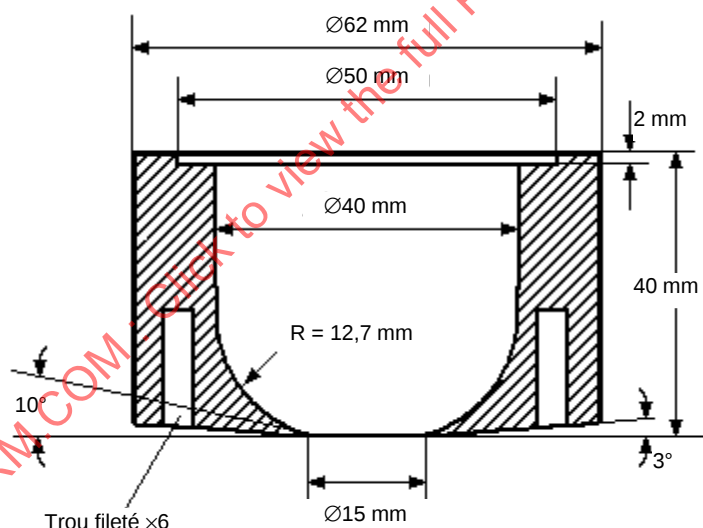


Figure 2 – Illustration dimensionnelle de la cellule d'essai

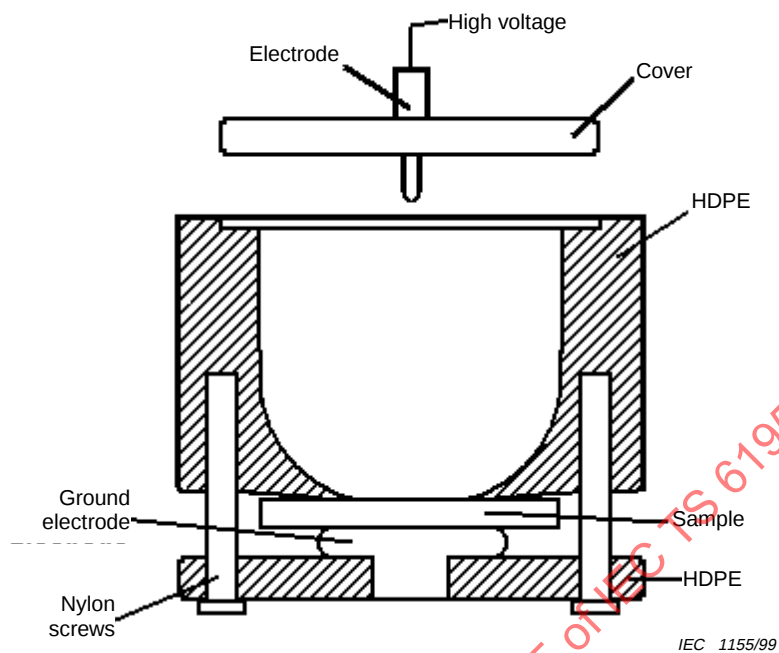


Figure 1 - Test cell assembly

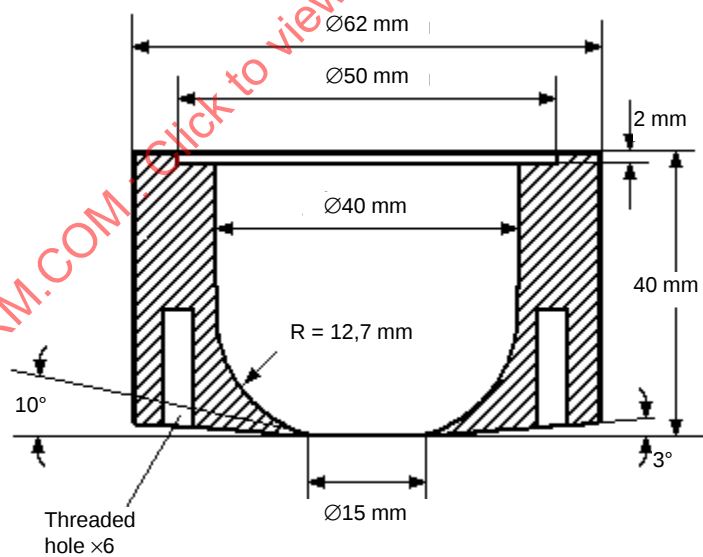
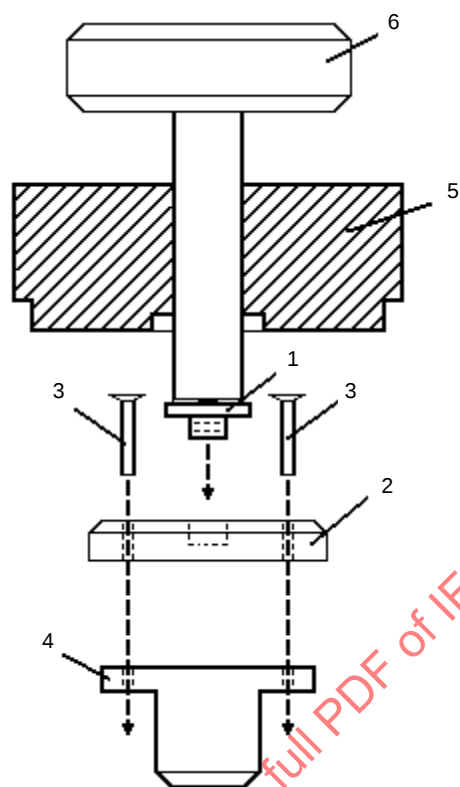


Figure 2 - Dimensional drawing of test cell

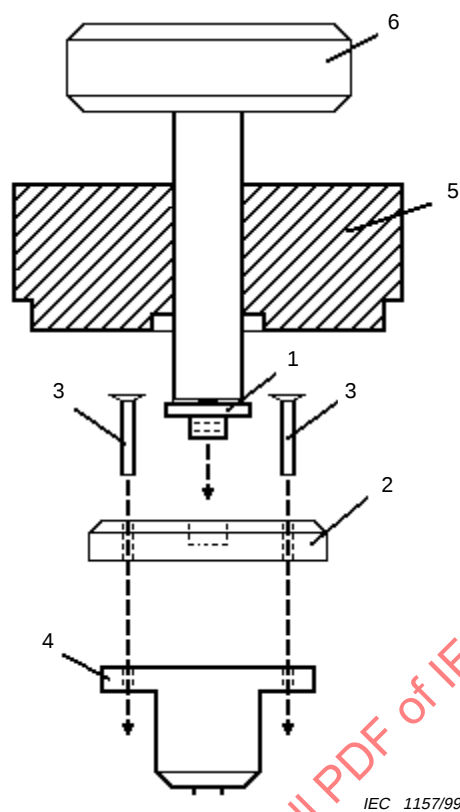


IEC 1157/99

Légende

- 1 Vis de connexion
- 2 Plaque de montage du support d'aiguille
- 3 Vis de montage du support d'aiguille
- 4 Support d'aiguille
- 5 Guide supérieur de cellule
- 6 Poignée du piston

Figure 3 – Montage pour support d'aiguille-piston



IEC 1157/99

Key

- 1 Connecting screw
- 2 Needle holder mounting plate
- 3 Needle holder mounting screw
- 4 Needle holder
- 5 Cell top guide
- 6 Plunger handle

Figure 3 – Needle holder-plunger assembly