

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60247

Troisième édition
Third edition
2004-02

**Liquides isolants –
Mesure de la permittivité relative,
du facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$)
et de la résistivité en courant continu**

**Insulating liquids –
Measurement of relative permittivity,
dielectric dissipation factor ($\tan \delta$)
and d.c. resistivity**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60247:2004

Numérotation des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000. Ainsi, la CEI 34-1 devient la CEI 60034-1.

Editions 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.

Informations supplémentaires sur les publications de la CEI

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 cette publication, y compris sa validité, sont disponibles dans le Catalogue des publications de la CEI (voir ci-dessous) en plus des nouvelles éditions, amendements et corrigenda. Des informations sur les sujets à l'étude et l'avancement des travaux entrepris par le comité d'études qui a élaboré cette publication, ainsi que la liste des publications parues, sont également disponibles par l'intermédiaire de:

- Site web de la CEI (www.iec.ch)
- Catalogue des publications de la CEI

Le catalogue en ligne sur le site web de la CEI (http://www.iec.ch/searchpub/cur_fut.htm) vous permet de faire des recherches en utilisant de nombreux critères, comprenant des recherches textuelles, par comité d'études ou date de publication. Des informations en ligne sont également disponibles sur les nouvelles publications, les publications remplacées ou retirées, ainsi que sur les corrigenda.

- IEC Just Published

Ce résumé des dernières publications parues (http://www.iec.ch/online_news/justpub/jp_entry.htm) est aussi disponible par courrier électronique. Veuillez prendre contact avec le Service client (voir ci-dessous) pour plus d'informations.

- Service clients

Si vous avez des questions au sujet de cette publication ou avez besoin de renseignements supplémentaires, prenez contact avec le Service clients:

Email: custserv@iec.ch
Tél: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

Publication numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series. For example, IEC 34-1 is now referred to as IEC 60034-1.

Consolidated editions

The IEC is now publishing consolidated versions of its publications. 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.

Further information on IEC publications

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 this publication, including its validity, is available in the IEC Catalogue of publications (see below) in addition to new editions, amendments and corrigenda. 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 also available from the following:

- IEC Web Site (www.iec.ch)
- Catalogue of IEC publications

The on-line catalogue on the IEC web site (http://www.iec.ch/searchpub/cur_fut.htm) enables you to search by a variety of criteria including text searches, technical committees and date of publication. On-line information is also available on recently issued publications, withdrawn and replaced publications, as well as corrigenda.

- IEC Just Published

This summary of recently issued publications (http://www.iec.ch/online_news/justpub/jp_entry.htm) is also available by email. Please contact the Customer Service Centre (see below) for further information.

- Customer Service Centre

If you have any questions regarding this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre:

Email: custserv@iec.ch
Tel: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60247

Troisième édition
Third edition
2004-02

**Liquides isolants –
Mesure de la permittivité relative,
du facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$)
et de la résistivité en courant continu**

**Insulating liquids –
Measurement of relative permittivity,
dielectric dissipation factor ($\tan \delta$)
and d.c. resistivity**

© IEC 2004 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, 3, rue de Varembé, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: www.iec.ch



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

U

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	6
INTRODUCTION	10
1 Domaine d'application	12
2 Références normatives	12
3 Termes et définitions	12
4 Généralités	14
4.1 Permittivité et facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$)	14
4.2 Résistivité	16
4.3 Ordre des déterminations	16
4.4 Facteurs pouvant conduire à des résultats erronés	16
5 Appareillage	18
5.1 Cellule d'essai	18
5.2 Equipement d'essai	20
5.3 Verrerie	20
5.4 Dispositif de mesure de la permittivité et de la $\tan \delta$	20
5.5 Dispositif de mesure de la résistivité en courant continu	20
5.6 Chronomètre	20
5.7 Sécurité	20
6 Solvant de nettoyage	22
7 Nettoyage de la cellule d'essai	22
7.1 Procédure de nettoyage par le phosphate trisodique	22
7.2 Stockage de la cellule	24
8 Echantillonnage	24
9 Préparation des échantillons	24
10 Traitement et remplissage de la cellule d'essai	26
10.1 Traitement de la cellule	26
10.2 Remplissage de la cellule	26
11 Température d'essai	26
12 Mesure du facteur de dissipation ($\tan \delta$)	28
12.1 Tension de mesure	28
12.2 Mesure	28
12.3 Rapport	28
13 Mesure de la permittivité relative	28
13.1 Méthode de mesure	28
13.2 Rapport	30
14 Mesure de la résistivité en courant continu	30
14.1 Tension d'essai	30
14.2 Durée de mise sous tension	30
14.3 Mesure	30
14.4 Rapport	32

CONTENTS

FOREWORD.....	7
INTRODUCTION.....	11
1 Scope.....	13
2 Normative references.....	13
3 Terms and definitions	13
4 General	15
4.1 Permittivity and dielectric dissipation factor ($\tan \delta$)	15
4.2 Resistivity.....	17
4.3 Sequence of determinations.....	17
4.4 Factors leading to erroneous results	17
5 Apparatus.....	19
5.1 Test cell	19
5.2 Test equipment.....	21
5.3 Glassware	21
5.4 Measuring instrument for permittivity and $\tan \delta$	21
5.5 Measuring instrument for d.c. resistivity	21
5.6 Time-measuring device.....	21
5.7 Safety.....	21
6 Cleaning solvent	23
7 Cleaning the test cell	23
7.1 Trisodium phosphate cleaning procedure	23
7.2 Storage of cell	25
8 Sampling	25
9 Preparation of samples	25
10 Conditioning and filling the test cell	27
10.1 Cell conditioning.....	27
10.2 Filling the cell	27
11 Test temperature.....	27
12 Measurement of dissipation factor ($\tan \delta$).....	29
12.1 Test voltage.....	29
12.2 Measurement	29
12.3 Report.....	29
13 Measurement of relative permittivity	29
13.1 Measurement	29
13.2 Report.....	31
14 Measurement of d.c. resistivity.....	31
14.1 Test voltage.....	31
14.2 Time of electrification	31
14.3 Measurement	31
14.4 Report.....	33

Annexe A (informative) Exemple de procédure possible pour le nettoyage de la cellule d'essai – Procédure par ultrasons	34
Annexe B (informative) Exemple de procédure simplifiée de nettoyage de cellule	36
Annexe C (informative) Autres procédures pour les essais individuels de série du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité des liquides isolants	38
Figure 1 – Exemple d'une cellule à trois bornes pour la mesure des liquides	44
Figure 2 – Exemple de blindage de la cellule de la Figure 1	46
Figure 3 – Exemple d'assemblage de dessin de cellule	48
Figure 4 – Exemple d'une cellule à deux bornes pour la mesure dans les liquides	50
Figure 5 – Exemple de cellule d'essai conçue pour liquides diélectriques à faibles pertes	54

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004

Annex A (informative) Example of an alternative procedure for cleaning the test cell – Ultrasonic procedure	35
Annex B (informative) Example of a simplified cleaning procedure for a test cell	37
Annex C (informative) Alternative procedures for routine testing of dielectric dissipation factor and resistivity of insulating liquids	39
Figure 1 – Example of a three-terminal cell for measurements on liquids	45
Figure 2 – Example of screening for the cell of Figure 1	47
Figure 3 – Example of assembling drawing of cell	49
Figure 4 – Example of a two-terminal cell for measurements in liquids	51
Figure 5 – Example of a test cell designed for low-loss dielectric liquids	53

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

LIQUIDES ISOLANTS – MESURE DE LA PERMITTIVITÉ RELATIVE, DU FACTEUR DE DISSIPATION DIÉLECTRIQUE ($\tan \delta$) ET DE LA RÉSISTIVITÉ EN COURANT CONTINU

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) 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, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). 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 de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60247 a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette troisième édition annule et remplace la seconde édition parue en 1978. Cette édition constitue une révision technique.

Les principales modifications concernent la méthode de mesure préférentielle.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**INSULATING LIQUIDS –
MEASUREMENT OF RELATIVE PERMITTIVITY,
DIELECTRIC DISSIPATION FACTOR ($\tan \delta$)
AND DC RESISTIVITY**

FOREWORD

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

International Standard IEC 60247 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

This third edition cancels and replaces the second edition published in 1978. This edition constitutes a technical revision.

The main changes deal with the preferred measurement method.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/573/FDIS	10/575/RVD

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

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant 2015. A cette date, la publication sera

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004

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

FDIS	Report on voting
10/573/FDIS	10/575/RVD

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

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

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until 2015. At this date, the publication will be

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004

INTRODUCTION

Santé et sécurité

Avertissement général. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité associés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la norme d'établir les pratiques sanitaires et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des limites réglementaires avant utilisation.

Environnement

La présente norme correspond aux huiles isolantes, aux produits chimiques, aux récipients d'échantillons usagés et aux solides contaminés par des huiles. Il convient que la mise au rebut de ces produits soit effectuée selon les réglementations locales concernant l'impact sur l'environnement. Il est recommandé que toutes les précautions soient prises pour éviter de rejeter ces liquides dans l'environnement.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004

INTRODUCTION

Health and safety

General caution. This International standard does not purport to address all the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of the standard to establish appropriate health and safety practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

Environment

This standard gives rise to insulating liquids, chemicals, used sample containers and oil contaminated solids. The disposal of these items should be carried out according to local regulations with regard to their impact on the environment. Every precaution should be taken to prevent the release into the environment of these liquids.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004

LIQUIDES ISOLANTS – MESURE DE LA PERMITTIVITÉ RELATIVE, DU FACTEUR DE DISSIPATION DIÉLECTRIQUE ($\tan \delta$) ET DE LA RÉSISTIVITÉ EN COURANT CONTINU

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale donne la description de méthodes qui permettent la détermination du facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$), de la permittivité relative et de la résistivité en courant continu de tout matériau isolant liquide, à la température d'essai.

Ces méthodes sont d'abord destinées à la réalisation d'essais de référence sur des liquides neufs. Elles peuvent également être appliquées aux liquides en service dans des transformateurs, des câbles et autres appareillages électriques. Cependant, ces méthodes ne peuvent être utilisées que pour des liquides monophasiques. Lorsqu'il est demandé d'effectuer des déterminations périodiques, des procédures simplifiées, telles que celles décrites à l'Annexe C, peuvent être adoptées.

Il peut être nécessaire d'utiliser des procédures de nettoyage différentes pour les liquides isolants autres que les hydrocarbures.

2 Références normatives

Les documents référencés ci-après sont indispensables pour l'application de ce document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, c'est l'édition la plus récente du document référencé (y compris tous ses amendements) qui s'applique.

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

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

CEI 60475, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

CEI 61620, *Isolants liquides – Détermination du facteur de dissipation diélectrique par la mesure de la conductance et de la capacité – Méthode d'essai*

3 Termes et définitions

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

3.1

permittivité (relative)

la permittivité relative d'un isolant est le rapport entre la capacité C_x d'un condensateur, dans lequel l'espace entre les électrodes et autour d'elles est entièrement et exclusivement rempli de l'isolant en question, et la capacité C_0 de la même disposition d'électrodes dans le vide.

La capacité C_a de la disposition d'électrodes dans l'air peut être normalement utilisée au lieu de C_0 pour déterminer la permittivité relative avec une précision suffisante

INSULATING LIQUIDS – MEASUREMENT OF RELATIVE PERMITTIVITY, DIELECTRIC DISSIPATION FACTOR ($\tan \delta$) AND DC RESISTIVITY

1 Scope

This International standard describes methods for the determination of the dielectric dissipation factor ($\tan \delta$), relative permittivity and d.c. resistivity of any insulating liquid material at the test temperature.

The methods are primarily intended for making reference tests on unused liquids. They can also be applied to liquids in service in transformers, cables and other electrical apparatus. However the method is applicable to a single phase liquid only. When it is desired to make routine determinations, simplified procedures, as described in Annex C, may be adopted.

With insulating liquids other than hydrocarbons, alternative cleaning procedures may be required.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

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

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

IEC 60475, *Method of sampling liquid dielectrics*

IEC 61620, *Insulating liquids – Determination of the dielectric dissipation factor by measurement of the conductance and capacitance – Test method*

3 Terms and definitions

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

3.1

permittivity (relative)

the relative permittivity of an insulating material is the ratio of capacitance C_x of a capacitor in which the space between and around the electrodes is entirely and exclusively filled with the insulating material in question, to the capacitance C_0 of the same configuration of electrodes in vacuum.

The capacitance C_a of the configuration of electrodes in air can normally be used instead of C_0 to determine the relative permittivity with sufficient accuracy

3.2

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

DDF

facteur de dissipation diélectrique, ($\tan \delta$) d'un isolant est la tangente de l'angle de pertes.

L'angle de pertes est l'angle pour lequel la différence de phase entre la tension appliquée et le courant qui en résulte dévie de $\pi/2$ rad lorsque le diélectrique du condensateur se compose exclusivement de l'isolant

NOTE Pour des raisons pratiques, la $\tan \delta$ (pour les valeurs mesurées inférieures à 0,005) et le facteur de puissance (PF en anglais) sont essentiellement les mêmes. Une simple conversion peut être utilisée pour convertir l'une en l'autre. Le facteur de puissance est le sinus de l'angle de pertes et la relation entre le facteur de puissance et le facteur de dissipation diélectrique peut être exprimée comme suit:

$$PF = \frac{DDF}{\sqrt{1 + (DDF)^2}} \quad (1)$$

3.3

résistivité en courant continu (volumique)

la résistivité volumique d'un matériau isolant est le quotient de l'intensité d'un champ électrique continu par la valeur stationnaire de la densité du courant dans le matériau

NOTE L'unité de résistivité est l'ohmmètre (Ωm).

4 Généralités

La permittivité, la $\tan \delta$ et la résistivité, prises séparément ou ensemble, sont des indicateurs importants de la qualité intrinsèque et du degré de contamination d'un fluide isolant. Ces paramètres peuvent être utilisés pour interpréter des déviations par rapport aux caractéristiques diélectriques voulues et l'influence éventuelle sur les performances de l'équipement dans lequel le fluide est utilisé.

4.1 Permittivité et facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$)

La permittivité et le facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$) des liquides isolants électriques dépendent beaucoup des conditions expérimentales de mesure, notamment de la température et de la fréquence de la tension appliquée. La permittivité et le facteur de dissipation mesurent la polarisation diélectrique et la conductivité du matériau.

A fréquence industrielle et à température suffisamment élevée, conformément aux présentes méthodes, les pertes peuvent être attribuées exclusivement à la conductivité du liquide, c'est-à-dire à la présence de porteurs de charge libres dans ce liquide. Les mesures des propriétés diélectriques de liquides isolants de haute pureté ont ainsi une grande importance puisqu'elles indiquent la présence de polluants.

Les pertes diélectriques sont en général inversement proportionnelles à la fréquence de mesure et varient avec la viscosité du milieu. La valeur de la tension d'essai utilisée pour la mesure du facteur de dissipation est peu importante et est souvent liée à la sensibilité du pont de mesure. Il faut cependant garder à l'esprit qu'un gradient de tension trop élevé provoque des phénomènes secondaires aux électrodes, un échauffement dû à des effets diélectriques, des décharges, etc.

Tandis que des quantités relativement élevées d'impuretés produisent des variations comparativement faibles de la permittivité, la $\tan \delta$ des liquides isolants peut être fortement influencée par des traces de polluants dissous ou par des particules colloïdales. Certains liquides sont beaucoup plus sensibles à la contamination que les hydrocarbures liquides, car leur polarité est plus élevée et il en résulte un pouvoir solvant et une possibilité de dissociation plus importants. Pour cette raison, leur manipulation demande relativement plus de précautions que celle des hydrocarbures liquides.

3.2

dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) DDF

dielectric dissipation factor, DDF, ($\tan \delta$) of an insulating material is the tangent of the loss angle.

The loss angle is the angle by which the phase difference between applied voltage and the resulting current deviates from $\pi/2$ rad when the dielectric of the capacitor consists exclusively of the insulating material

NOTE For practical purposes, measured values below 0,005 for $\tan \delta$ and power factor are essentially the same. A simple conversion can be used to convert one to the other. The power factor is the sine of the loss angle and the relationship between power factor and dielectric dissipation factor can be expressed as follows:

$$PF = \frac{DDF}{\sqrt{1 + (DDF)^2}} \quad (1)$$

3.3

d.c. resistivity (volume)

the volume resistivity of an insulating material is the quotient of a d.c. electrical field strength and the steady state current density within the material

NOTE The unit of resistivity is the ohmmetre (Ωm).

4 General

Permittivity, $\tan \delta$ and resistivity, either separately or together, are important indicators of the intrinsic quality and degree of contamination of an insulating fluid. These parameters may be used to interpret the deviation from desired dielectric characteristics and the potential influence on performance of equipment in which the fluid is used.

4.1 Permittivity and dielectric dissipation factor ($\tan \delta$)

The permittivity and the dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) of electrical insulating liquids depend to a considerable extent on the test conditions under which they are measured, in particular on the temperature and on the frequency of the applied voltage. Permittivity and dissipation factor are the measurements of dielectric polarization and conductivity of the material.

At power frequency and sufficiently high temperature, as recommended in these methods, the losses may be attributable exclusively to the conductivity of the liquid, that is, to the presence of free charge carriers in the liquid. Measurements of the dielectric properties of high purity insulating liquids are therefore of value as an indication of the presence of contaminants.

The dielectric loss factor is usually inversely proportional to the measuring frequency and varies with the viscosity of the medium. The value of the test voltage when measuring the dissipation factor is less important and often governed by the sensitivity of the measuring bridge. However, it must be borne in mind that too high a voltage stress results in secondary phenomena at the electrodes, dielectric heating, discharges etc.

While relatively large amounts of impurities produce a comparatively small change in permittivity, the $\tan \delta$ of insulating liquids may be strongly affected by traces of dissolved contaminants or colloidal particles. Some liquids are much more sensitive to contamination than hydrocarbon liquids due to their higher polarity, which results in turn in higher solvent power and dissociation capability. Therefore, they require comparatively greater care in handling than hydrocarbon liquids.

Puisque la valeur initiale est considérée comme étant représentative de l'état réel du liquide, il est très souhaitable de mesurer la $\tan \delta$ dès que l'équilibre de température est atteint. La $\tan \delta$ est très sensible aux variations de température. Son accroissement avec les accroissements de température est généralement exponentiel. Il est par conséquent nécessaire d'effectuer les mesures dans des conditions de température suffisamment précises. La procédure décrite ci-dessous permet de minimiser le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre thermique entre l'échantillon et la cellule.

4.2 Résistivité

La résistivité conventionnelle, telle que mesurée dans la présente norme, n'est généralement pas la résistivité vraie. L'application d'une tension continue modifie progressivement les caractéristiques initiales du liquide, par suite de la migration des charges. La résistivité vraie ne peut être obtenue qu'à basse tension, immédiatement après l'application de la tension. La présente norme préconise l'application d'une tension assez élevée pendant une durée longue. Le résultat est en général différent de celui obtenu avec la CEI 61620.

La mesure de la résistivité des liquides selon la présente norme dépend de plusieurs conditions expérimentales, à savoir:

a) La température

La résistivité est très sensible aux variations de température. Sa variation en fonction de l'inverse de la température exprimée en kelvins (1/K) est généralement exponentielle. Il est par conséquent nécessaire d'effectuer les mesures dans des conditions de température suffisamment précises.

b) L'intensité du champ électrique

La résistivité d'un échantillon déterminé peut être influencée par la valeur du champ appliqué. Pour que les résultats soient comparables, les mesures doivent être réalisées avec des gradients de tension à peu près égaux et avec la même polarité. Le gradient et la polarité doivent être notés.

c) La durée de mise sous tension

Lors de l'application d'une tension continue, le courant à travers l'échantillon décroît par suite de la migration des porteurs de charge vers les électrodes. Par convention, la durée de mise sous tension est fixée à 1 min. Toute variation de cette durée peut provoquer des écarts appréciables dans les résultats d'essais. (Certains liquides très visqueux peuvent nécessiter des durées de mise sous tension plus longues (voir 14.2).)

4.3 Ordre des déterminations

L'application d'une tension continue à un échantillon peut modifier le résultat d'une mesure de $\tan \delta$ faite ensuite sous tension alternative.

Lorsque les mesures de la permittivité, de la $\tan \delta$ et de la résistivité doivent être faites consécutivement sur le même échantillon, les déterminations en courant alternatif doivent toujours être effectuées avant d'appliquer la tension continue. Il convient de court-circuiter les électrodes de la cellule pendant au moins 1 min après l'essai en courant alternatif, avant de commencer la mesure de résistivité.

4.4 Facteurs pouvant conduire à des résultats erronés

Seule une contamination importante est susceptible d'affecter la permittivité. Cependant, le DDF et la résistivité peuvent être fortement affectés par la présence d'une quantité infime de polluants.

Les résultats douteux proviennent généralement d'une contamination due à un échantillonnage ou à une manipulation incorrecte des échantillons, à un nettoyage incomplet des cellules ou à l'absorption d'eau, et surtout à la présence d'eau non dissoute.

Since the initial value is thought to be representative of the actual conditions of the liquid, it appears most desirable that $\tan \delta$ should be measured as soon as temperature equilibrium has been reached. $\tan \delta$ is very sensitive to changes of temperature. Its increase, with increases in temperature is generally exponential. It is therefore, necessary to carry out measurements, under sufficiently precise temperature conditions. The procedure described below allows the test specimen to attain temperature equilibrium with the test cell in minimum time.

4.2 Resistivity

The conventional resistivity as measured by this standard is generally not the true resistivity. Application of a d.c. voltage will change the initial characteristics of the liquid with time, due to charge migration. The true resistivity can only be obtained at low voltage, immediately after application of the voltage. This standard uses a relatively high voltage for an extended time and the result will generally be different from that from IEC 61620.

Measurements of resistivity of liquids to this standard, depends on a number of test conditions, namely:

a) Temperature

Resistivity is very sensitive to changes of temperature, its dependence on the inverse of the temperature, expressed in Kelvin, (1/K) is generally exponential. It is therefore necessary to carry out measurements under sufficiently precise temperature conditions.

b) Magnitude of the electrical field

The resistivity of a given specimen may be influenced by the applied stress. For results to be comparable, measurements shall be made with approximately equal voltage gradients and with the same polarity. The gradients and the polarity shall be noted.

c) Time of electrification

Upon the application of d.c. voltage, the current flow through the specimen decreases due to the sweep of charge carriers to the electrodes. The conventional arbitrary time of electrification is 1 min. Variation in the time of electrification can result in appreciable variation in the test results. (Some high viscosity fluids may require considerably longer electrification time (see 14.2).)

4.3 Sequence of determinations

Application of d.c. voltage to a specimen can modify the results of a subsequent a.c. determination of $\tan \delta$.

When permittivity, $\tan \delta$ and resistivity measurements have to be made consecutively on the same specimen, the a.c. determination shall always be made before applying the d.c. voltage to the specimen. The cell electrodes should be short-circuited for a minimum of 1 min after the a.c. tests, before beginning the resistivity measurements.

4.4 Factors leading to erroneous results

Only gross contamination is likely to affect permittivity. However, DDF and resistivity can be strongly affected by minute amounts of contamination.

Unreliable results usually originate from contamination due to improper sampling or handling of liquid specimens, from incomplete cleaning of the cells or from the absorption of water, and especially from the presence of undissolved water.

Une exposition prolongée à la lumière au cours du stockage peut conduire à la détérioration des caractéristiques diélectriques. Il est recommandé d'avoir des procédures standardisées de stockage, de transfert d'échantillon liquide et de construction et de nettoyage des cellules pour minimiser les erreurs dues à une pollution.

5 Appareillage

5.1 Cellule d'essai

La même cellule d'essai peut être utilisée pour les mesures de permittivité, de $\tan \delta$ et de résistivité en courant continu. Une cellule convenant pour toutes ces applications doit satisfaire aux exigences générales suivantes:

5.1.1 La cellule doit être conçue de façon à pouvoir être facilement démontée pour permettre le nettoyage de toutes les pièces et remontée sans modifier de façon significative la capacité de la cellule vide. En outre, sa conception doit être étudiée pour permettre son utilisation à la température constante prescrite et pour mesurer et contrôler la température du liquide avec la précision prescrite. Cela peut être obtenu en utilisant un bain chauffant ou une étuve, ou encore par chauffage électrique interne de la cellule.

5.1.2 Les matériaux utilisés pour la construction de la cellule ne doivent pas être poreux et doivent pouvoir résister de façon satisfaisante aux températures prescrites. Le centrage des électrodes ne doit pas être influencé par une variation de température.

5.1.3 La surface des électrodes en contact avec le liquide essayé doit être polie pour faciliter le nettoyage. Il convient qu'il n'y ait pas d'interaction chimique entre le liquide essayé et les électrodes et que celles-ci ne soient pas détériorées par les produits de nettoyage. Les cellules en acier inoxydable se sont avérées satisfaisantes pour l'essai des liquides isolants de tous types. L'aluminium et ses alliages ne peuvent être utilisés car ils peuvent être attaqués par des détergents alcalins.

NOTE En général, les surfaces revêtues se sont révélées moins satisfaisantes que les électrodes en métal massif. Toutefois, les surfaces revêtues d'or, de nickel ou de rhodium se sont avérées satisfaisantes pour autant que le revêtement soit bien fait et reste intact. L'invar à revêtement de rhodium s'est révélé satisfaisant et possède en outre l'avantage d'avoir une faible dilatation thermique. Le laiton plaqué de nickel ou d'or ainsi que l'acier inoxydable plaqué de nickel ont également été utilisés.

5.1.4 Les matériaux isolants solides utilisés pour maintenir les électrodes doivent avoir une faible $\tan \delta$ et une forte résistivité. Il convient qu'ils n'absorbent pas les liquides de référence ou d'essai ou les produits de nettoyage ou qu'ils ne soient pas altérés par ceux-ci.

NOTE La silice fondue est généralement considérée comme matériau adéquat pour être utilisé comme isolant dans la cellule. En raison de la différence entre le coefficient de dilatation linéaire des métaux usuels et celui de la silice fondue, une distance d'isolement radiale suffisante est nécessaire entre les joints. Cette distance d'isolement peut diminuer la précision de la distance entre les électrodes.

5.1.5 La distance entre l'électrode de garde et l'électrode de mesure le long de la surface du liquide et à travers l'isolation solide, doit être suffisante pour supporter la tension d'essai utilisée.

5.1.6 Toute cellule qui répond aux exigences indiquées de 5.1.1 à 5.1.5 peut être utilisée. Des exemples de cellules (ni exclusifs ni exhaustifs) utilisables avec les liquides de faible viscosité, jusqu'à 2 000 V, sont schématiquement représentés dans les Figures 1 à 5.

Les cellules à trois bornes sont pourvues d'un anneau de garde efficace pour protéger convenablement l'électrode de mesure. De préférence, des cellules à trois bornes doivent être utilisées pour les mesures précises de permittivité. Dans le cas de mesures pour lesquelles un blindage spécial est nécessaire, on peut ajouter une coiffe de blindage amovible directement reliée électriquement au conducteur externe du câble coaxial utilisé pour le raccordement au pont (voir Figure 2).

Extended exposure to light during storage may lead to deterioration of dielectric characteristics. Standardized procedures for the storage and transfer of the liquid samples and for the construction and cleaning of test cells are recommended so that errors caused by contamination are minimized.

5 Apparatus

5.1 Test cell

The same test cell can be used for measurements of permittivity, $\tan \delta$ and d.c. resistivity. A cell suitable for these purposes shall meet the following general requirements.

5.1.1 The design of the cell shall be such as to allow easy dismantling for cleaning of all its parts and reassembling without significantly changing the capacitance of the empty cell. The design shall also permit the use of the cell at the required constant temperature and shall provide means to measure and control the temperature of the liquid to the required accuracy. This may be achieved by means of an externally heated oven/bath or alternatively by internal electrical heating of the cell.

5.1.2 The materials used in constructing the cell shall be non-porous and capable of withstanding the required temperature satisfactorily. The alignment of the electrodes shall not be influenced by change of temperature.

5.1.3 The surfaces of the electrodes in contact with the liquid under test shall have a smooth finish to make their cleaning easier. There should be no chemical interactions between the liquids under test and the electrodes. These should also be unaffected by the cleaning materials. Cells made of stainless steel have been found satisfactory for testing all types of insulating liquids. Aluminium or its alloys should not be used because they may be attacked by alkaline detergents.

NOTE Generally, plated surfaces have been found less satisfactory than solid metal electrodes. However, surfaces plated with gold, nickel or rhodium have been found satisfactory provided they are well plated and remain undamaged. Rhodium-plated invar has been found satisfactory and has the additional advantage of low thermal expansion. Nickel or gold-plated brass and nickel-plated stainless steel have also been used.

5.1.4 Solid insulating materials used to support the electrodes shall have a low $\tan \delta$ and a high resistivity. They should not absorb, or be adversely affected by, reference liquids, test liquids or cleaning materials.

NOTE Fused silica is generally considered to be a suitable material for use as an insulating material in the cell. As a consequence of the difference between the coefficients of linear expansion of usual metals and of fused silica, a sufficient radial clearance is necessary between the joints. This clearance may decrease the accuracy of electrode gap spacing.

5.1.5 The distance across the surface of the liquid and across the solid insulating material, between the guard electrode and the measuring electrode, shall be great enough to withstand the test voltage used.

5.1.6 Any cell which meets the requirements given in 5.1.1 to 5.1.5 may be used. Examples of cells (not exclusive or exhaustive) which may be used with low viscosity liquids and up to 2 000 V are shown diagrammatically in Figures 1 to 5.

In the three-terminal cells, provision is made for an efficient electrical guard system which adequately shields the measuring electrode. Three-terminal cells shall be preferred when the most accurate determinations of permittivity are to be made. If necessary, in the case of measurements for which special screening is required, a removable screening cup can be added and electrically bonded to the appropriate conductor of the coaxial cable used for the connection to the bridge (see Figure 2).

Avec les cellules à deux bornes, le blindage du conducteur connecté généralement à l'électrode de garde doit être fixé solidement à l'isolation du câble afin d'éviter tout contact avec une autre surface. Lorsque ces cellules sont utilisées pour des mesures de résistivité, il convient de s'assurer que la résistance de l'isolation, la cellule étant vide, est au moins égale à 100 fois la résistance en présence du liquide à mesurer. Pour des mesures en courant alternatif, les valeurs correspondantes de $\tan \delta$ doivent également être établies.

Pour les liquides très isolants, les pertes additionnelles dues aux isolants solides qui maintiennent les électrodes peuvent fausser la mesure. Pour cette raison, il est recommandé d'utiliser des cellules n'ayant aucun pont isolant solide entre les deux électrodes de mesure. Il convient que le facteur de dissipation d'une telle cellule soit inférieur à 10^{-6} à 50 Hz quand elle est vide.

Pour minimiser l'effet des contaminants par les surfaces en contact avec le liquide, il est recommandé d'utiliser des cellules ayant un faible rapport surface des électrodes sur volume de liquide (par exemple, $<5 \text{ cm}^{-1}$).

5.2 Equipement d'essai

L'équipement d'essai doit permettre de maintenir la température de la cellule à $\pm 1^\circ\text{C}$ de la valeur prescrite. Le système doit être équipé de connexions électriques blindées à la cellule. La cellule d'essai doit être convenablement isolée de l'enveloppe de l'équipement d'essai, elle-même mise à la terre.

5.3 Verrerie

On doit utiliser de la verrerie de laboratoire en borosilicate, comme les béchers, tubes gradués, pipettes, etc. Toute verrerie utilisée pour la manipulation d'échantillons doit être au moins nettoyée suivant la procédure décrite à l'Article 6, puis soigneusement séchée.

5.4 Dispositif de mesure de la permittivité et de la $\tan \delta$

On peut utiliser tout système permettant de mesurer la capacité et la $\tan \delta$ en courant alternatif avec une résolution et une précision de mesure appropriées aux échantillons à essayer.

Des exemples de pont de capacité en courant alternatif ou de circuits de mesures peuvent être trouvés dans la CEI 60250.

5.5 Dispositif de mesure de la résistivité en courant continu

Des instruments appropriés et des circuits de mesures sont décrits dans la CEI 60093. Tout appareil ayant la précision et la résolution appropriée aux échantillons à essayer, peut être utilisé.

5.6 Chronomètre

Un chronomètre d'une précision de 0,5 s, doit être utilisé pour la mesure de la durée de mise sous tension.

5.7 Sécurité

DANGER – S'assurer que les dispositifs de sécurité des équipements fonctionnent correctement.

With two-terminal cells, the shield on the lead usually connected to the guard electrode shall be securely clipped to the cable insulation in order to prevent contact with any other surface. When these cells are used for resistivity measurements it should be established that the resistance across the insulators, with the cell empty, is at least 100 times the resistance which is measured through the liquid. For a.c. measurements corresponding values for $\tan \delta$ shall be established.

For highly insulating liquids, the additional losses due to the insulators that support the electrodes may alter the measurement. For this reason, it is recommended to use test cells in which there is no bridge made from any solid insulating material between the two measurement electrodes. The dissipation factor of such an empty cell should be lower than 10^{-6} at 50 Hz.

To minimize the effect of contaminants from the surfaces in contact with the liquid, it is recommended to use cells with a low ratio of electrode surface area to liquid volume (for example, $<5 \text{ cm}^{-1}$).

5.2 Test equipment

Test equipment shall be adequate to maintain the test cell with $\pm 1^\circ\text{C}$ of the prescribed temperature and shall provide screened electrical connections to the cell. The test cell shall be properly insulated from the earthed enclosure of the test equipment.

5.3 Glassware

Borosilicate laboratory glassware such as beakers, graduated cylinders, pipettes, etc., shall be used. All glassware used in handling samples shall be cleaned at least to the standard specified in Clause 6, and carefully dried.

5.4 Measuring instrument for permittivity and $\tan \delta$

Any a.c. capacitance and $\tan \delta$ measuring device capable of a measuring precision and resolution appropriate to the samples to be tested can be used.

Examples of a.c. capacitance bridges and testing circuits may be found in IEC 60250.

5.5 Measuring instrument for d.c. resistivity

Suitable instruments and test circuits are described in IEC 60093. Any apparatus with the precision and resolution appropriate to the samples to be tested may be used.

5.6 Time-measuring device

A time-measuring device, accurate to 0,5 s, shall be used for measuring the time of electrification.

5.7 Safety

DANGER – Ensure that equipment safety devices are functioning properly.

6 Solvant de nettoyage

Les solvants utilisés pour nettoyer la cellule d'essai doivent avoir une pureté au moins équivalente aux exigences de la «qualité technique» et doivent avoir prouvé qu'ils n'influencent pas les résultats. Les solvants doivent être conservés dans des récipients en verre brun.

Si le solvant est fourni en fûts, toutes les particules doivent être éliminées par filtration et le produit filtré conservé dans des flacons en verre brun convenablement marqués.

Les solvants à base d'hydrocarbures, comme l'éther de pétrole (point d'ébullition 60 °C à 80 °C), le n-heptane, le cyclohexane et le toluène conviennent pour les huiles à base d'hydrocarbures. L'éthanol est recommandé pour les esters organiques et le toluène pour les huiles silicones. D'autres liquides isolants peuvent nécessiter l'emploi de solvants spéciaux.

7 Nettoyage de la cellule d'essai

Le nettoyage de la cellule d'essai est d'importance primordiale lors de la mesure des propriétés diélectriques à cause de l'extrême sensibilité des liquides isolants à la moindre trace de contaminants.

La cellule doit toujours être nettoyée avant d'être utilisée pour un essai de référence.

Il est fortement recommandé de nettoyer régulièrement les cellules utilisées de façon continue pour des mesures de routine.

Il n'est pas nécessaire d'effectuer le nettoyage avant une mesure de routine faite consécutivement à une autre mesure pour laquelle la propriété mesurée était dans la limite spécifiée et sur un liquide de nature chimique similaire. Avant le nouvel essai, la cellule doit être rincée en la remplissant au moins trois fois avec l'échantillon suivant.

Quand des cellules doivent être utilisées régulièrement pour des essais sur des fluides similaires du point de vue chimique, avec des propriétés électriques comparables, on peut les garder pleines d'un échantillon propre de ce fluide et simplement les rincer en les remplissant trois fois avec l'échantillon suivant.

On peut utiliser de nombreux types différents de procédures de nettoyage à condition d'avoir démontré leur efficacité.

Des exemples de procédures possibles sont donnés aux Annexes A et B.

En cas de désaccord entre laboratoires, la procédure de référence ci-après doit être utilisée.

ATTENTION: Des précautions appropriées contre le feu et les effets toxiques sur le personnel doivent être prises lors de l'utilisation de solvants.

7.1 Procédure de nettoyage par le phosphate trisodique

Démonter complètement la cellule.

Laver à fond toutes les parties avec deux fractions de solvant (voir Article 6). Rincer toutes les parties à l'acétone et les laver ensuite avec un savon ou un détergent légèrement abrasifs.

Il convient que le poli des surfaces métalliques ne soit pas détérioré par les particules abrasives et par le récurage.

6 Cleaning solvent

Solvents for cleaning the test cell shall have a purity at least corresponding to the requirements for technical grades and shall have been shown to have no influence on test results. Solvents shall be stored in brown glass bottles.

If the solvent is delivered in drums, any particulate matter shall be removed by filtration and the filtered solvent stored in properly marked brown glass bottles.

Hydrocarbon solvents such as petroleum spirit (boiling range 60 °C to 80 °C), n-heptane, cyclohexane and toluene are suitable for hydrocarbon oils. Ethanol is recommended for organic esters and toluene for silicone liquids. Other insulating liquids may require special solvents.

7 Cleaning the test cell

The cleanliness of the test cell is of paramount importance when measuring dielectric properties because of the extreme susceptibility of insulating liquids to the influence of the most minute contamination.

The cell shall always be cleaned immediately before use in a reference test.

It is strongly recommended that cells in continuous use for routine measurements are regularly cleaned.

Cleaning need not precede a routine measurement made subsequent to one in which the property measured was within the limiting value specified and the liquid was of a similar chemical type. Prior to the next test, the cell shall be flushed with a volume of the next sample corresponding to at least three fillings of the cell.

When cells are to be regularly used for testing fluids with similar chemical type and having similar electrical properties, they may be stored filled with a clean sample of the fluid and simply flushed with a volume of the next sample corresponding to at least three fillings of the cell.

Many different types of cleaning procedure can be used provided that they have been proved to be efficient.

Examples of alternative procedures are given in Annexes A and B.

The following reference procedure shall be used in the case of dispute between laboratories.

CAUTION: Appropriate precautions against fire and toxic effects on personnel shall be observed when using solvents.

7.1 Trisodium phosphate cleaning procedure

Dismantle the cell completely.

Wash all the component parts thoroughly with two portions of the solvent (see Clause 6). Rinse all parts with acetone and then wash them with a mild abrasive soap or mild abrasive detergent.

Abrasive particles and rubbing action should be such as to cause no deterioration of the smooth finish of metal surfaces.

Porter toutes les parties à ébullition, dans de l'eau distillée ou dé-ionisée contenant 5 % de phosphate trisodique, pendant au moins 5 min. Effectuer ensuite plusieurs rinçages à l'eau distillée ou dé-ionisée.

Porter toutes les parties de la cellule à ébullition, dans de l'eau distillée ou dé-ionisée, pendant au moins 30 min.

Sécher à fond toutes les parties de la cellule dans une étuve chauffée entre 105 °C et 110 °C pendant au plus 120 min, certains matériaux pouvant se détériorer. La durée de séchage dépend de la conception de la cellule mais en général une période de 60 min à 120 min est suffisante pour éliminer toute humidité.

Remonter la cellule d'essai pendant qu'elle est chaude, en veillant à ne pas toucher avec les doigts nus les surfaces qui seront en contact avec le liquide.

7.2 Stockage de la cellule

Quand la cellule n'est pas utilisée, il est recommandé de la garder pleine, soit d'un échantillon propre du liquide isolant normalement utilisé, soit, lorsque différents liquides sont essayés, d'un solvant qui ne détériore pas la qualité de la cellule.

Les cellules qui ne sont pas utilisées régulièrement doivent être nettoyées, séchées, remontées et stockées dans un meuble sec et à l'abri des poussières.

Sinon, suivre les recommandations du fabricant.

8 Echantillonnage

Les liquides isolants utilisés pour ces essais doivent être prélevés conformément à la méthode décrite dans la CEI 60475.

Les échantillons doivent être stockés et transportés dans leur récipient d'origine et à l'abri de la lumière.

9 Préparation des échantillons

Sauf si la spécification relative au liquide soumis à l'essai le prévoit, on ne doit appliquer aucun traitement tel que la filtration, le séchage, etc.

S'il est nécessaire de préchauffer l'échantillon, cela doit être fait chaque fois que possible, dans son récipient d'origine après avoir prélevé une quantité d'échantillons suffisante pour les autres essais. Il convient de laisser un volume d'expansion suffisant au-dessus du liquide pour éviter le bris du récipient.

Lorsque les échantillons doivent être transférés dans d'autres récipients, ceux-ci doivent être des béchers en verre couverts ou des flacons Erlenmeyer en verre, bouchés à l'émeri, nettoyés au moins suivant l'Article 7.

Si l'essai doit être effectué à température ambiante, le récipient d'origine doit être laissé dans la pièce où la mesure sera faite jusqu'à ce que l'échantillon atteigne la température ambiante. Si les essais doivent être effectués à température élevée et que l'on ne peut pas chauffer l'échantillon dans la cellule de mesure, le récipient d'origine ou intermédiaire doit être fermé en s'assurant qu'il y a un volume approprié dans les récipients pour permettre l'expansion du liquide. Les récipients sont ensuite chauffés en étuve jusqu'à une température supérieure de 5 °C à 10 °C à la température d'essai prescrite.

Boil all parts for at least 5 min in 5 % trisodium phosphate solution in distilled or de-ionized water, followed by several rinses with distilled or de-ionized water.

Boil all parts in distilled or de-ionized water for at least 30 min.

Thoroughly dry the component parts in an oven heated at 105 °C to 110 °C for no longer than 120 min because certain materials may deteriorate. Drying time depends on the design of the cell but usually 60 min to 120 min is satisfactory to remove any moisture.

Reassemble the test cell while hot, ensuring that any surfaces that will be wetted by the liquid are not touched with bare hands.

7.2 Storage of cell

When the cell is not in use, it is recommended that it remains filled with either a clean sample of the insulating liquid normally used, or, where different liquids are tested, with a solvent which has no detrimental effect on the cell.

Cells not in regular use shall be cleaned, dried, assembled and stored in a dry and dust free cabinet.

Alternatively, follow the manufacturer's recommendations.

8 Sampling

Insulating liquids for use in these tests shall be sampled in accordance with the method described in IEC 60475.

Samples shall be stored and transported in their original containers and shielded from light.

9 Preparation of samples

Unless specifically required by the specification relevant to the liquid under test, no treatment, such as filtration, drying, etc., shall be applied.

If it is necessary to preheat the sample, this shall be done whenever possible in the original sample container after removal of sufficient samples for other tests. Sufficient space should be left for the expansion of the liquid to avoid breakage of the container.

Where samples have to be transferred to other containers these shall be covered glass beakers or glass-stoppered Erlenmeyer flasks cleaned at least to the standard of Clause 7.

If the test has to be carried out at ambient temperature, the original container shall be allowed to stand in the room in which the test is to be made until the sample attains ambient temperature. Where tests are to be carried out at an elevated temperature and the sample cannot be heated in the test cell, the sample container or the auxiliary receptacles shall be stoppered, ensuring there is an appropriate volume in the containers to allow for expansion of the liquid. The containers are then heated in an oven to a temperature 5 °C to 10 °C above the required test temperature.

Pour les liquides sensibles à l'oxydation, la durée du chauffage ne doit pas dépasser 1 h.

Si le liquide doit être chauffé dans une étuve séparée, il peut apparaître souhaitable de restreindre l'usage de cette étuve à une classe particulière de liquide pour éviter les effets de pollution.

Afin d'avoir des prélèvements représentatifs, l'échantillon doit être homogénéisé en retournant le récipient et en remuant doucement le liquide plusieurs fois juste avant de prendre un échantillon pour l'essai.

Nettoyer le goulot du flacon avec un linge propre non pelucheux et verser une petite fraction de liquide pour laver la surface externe.

10 Traitement et remplissage de la cellule d'essai

10.1 Traitement de la cellule

Lorsque les électrodes sont propres et sèches, prendre soin de ne pas toucher leur surface avec les mains nues. Faire également attention à la propreté des surfaces sur lesquelles on dépose les éléments de la cellule. Ne pas les exposer à une contamination par des vapeurs ou poussières.

Pour éviter toute influence de la procédure de nettoyage sur les résultats d'essais ultérieurs, il est essentiel de préconditionner une cellule propre et sèche en la remplissant deux fois avec le liquide à essayer ensuite. Pour les liquides très visqueux, il peut s'avérer nécessaire d'avoir un préconditionnement plus long.

10.2 Remplissage de la cellule

Rincer la cellule trois fois avec un peu d'huile de l'échantillon, vider et jeter le liquide. Si, pour cela, il faut retirer la ou les électrodes internes, éviter de les poser sur des surfaces quelconques, et éviter les dépôts de poussières sur les surfaces humides de la cellule.

Remplir à nouveau la cellule en prenant soin d'éviter de piéger des bulles d'air. Chauffer la cellule et son contenu à la température d'essai prescrite. Le temps nécessaire pour atteindre la température d'essai dépend de la méthode de chauffage et peut être compris typiquement entre 10 min et 60 min. La mesure doit être effectuée dans les 10 min qui suivent l'équilibrage de la température à ± 1 °C de la température d'essai prescrite.

Il convient de veiller particulièrement à ne pas mettre en contact le liquide ou des parties de la cellule avec des sources de pollution.

Il peut apparaître souhaitable de restreindre l'usage d'une cellule à une classe particulière de liquide. Des polluants bénins pour un liquide donné peuvent être actifs pour un autre, et on peut ainsi transférer des polluants.

Autant que possible, s'assurer de l'absence dans l'atmosphère environnante, de vapeurs ou de gaz susceptibles d'affecter la qualité du liquide.

11 Température d'essai

Ces méthodes d'essai conviennent pour mesurer les propriétés des diélectriques liquides dans une gamme de températures étendue. Il est recommandé d'effectuer les essais à 90 °C, sauf indication contraire dans la spécification particulière du liquide.

La mesure de température doit avoir une résolution de 0,25 °C.

With liquids that are susceptible to oxidation, the heating period shall not exceed 1 h.

If the liquid has to be heated in a separate oven, it may be found desirable to restrict the use of an oven to a particular class of liquid to prevent contamination effects.

In order that representative specimens may be obtained, the sample is homogenized by tilting the container and gently swirling the liquid several times immediately prior to taking a sample for test.

Wipe the mouth of the container with a clean lint-free cloth and pour off a small portion of the liquid to wash the external surface.

10 Conditioning and filling the test cell

10.1 Cell conditioning

After the electrodes have been cleaned and dried, take care not to touch their surfaces with bare hands. Pay attention also to the cleanliness of surfaces on which cell components are placed. Do not expose them to contamination from vapours or dust.

To eliminate any influence of the cell cleaning procedures on subsequent tests, it is essential to pre-condition a dry cleaned cell with two cell fillings of the next liquid to be tested. High viscosity liquids may need a longer pre-conditioning time.

10.2 Filling the cell

Rinse the cell three times with a portion of the oil sample, drain and discard the liquid. If the inner electrode(s) need to be removed to perform this, avoid resting them on any surface and avoid the collection of dust particles on wetted surfaces of the cell.

Refill the cell, taking care to avoid entrapment of air bubbles. Bring the cell and contents to the required test temperature. The time required to reach the test temperature will depend on the heating method and may typically vary from 10 min to 60 min. Measurement must be started within 10 min of reaching a temperature within ± 1 °C of the required test temperature.

Great care should be taken to avoid contact of the liquid or the cell parts with any source of contamination.

It may be found desirable to restrict the use of a cell to a particular class of liquid. Contaminants that are benign in one liquid could be active in another with the possibility of transfer of the contaminants.

Ensure the environmental atmosphere is, as far as possible, free of any vapours or gases liable to affect the quality of the liquid.

11 Test temperature

These test methods are suitable for testing insulating liquids over a wide range of temperatures. Tests should be carried out at 90 °C unless otherwise specified by the appropriate specification for the particular liquid application.

Temperature measurement shall be capable of resolving to within 0,25 °C.

12 Mesure du facteur de dissipation ($\tan \delta$)

12.1 Tension de mesure

La tension alternative doit être telle que le liquide soit soumis à un gradient électrique compris entre 0,03 kV/mm et 1 kV/mm. La tension doit être sinusoïdale à une fréquence comprise entre 40 Hz et 62 Hz.

NOTE Généralement, dans cet intervalle de fréquence, on peut convertir les résultats d'une fréquence à une autre par la formule ci-dessous:

$$\tan \delta_{f_1} = (\tan \delta_{f_2}) \frac{f_2}{f_1} \quad (2)$$

12.2 Mesure

Si la cellule n'est pas chauffée automatiquement, faire la mesure du facteur de dissipation dans les 10 min qui suivent l'équilibrage de la température à ± 1 °C de la température d'essai exigée. N'appliquer la tension que pendant la mesure. Après cette première mesure (incluant celle de la permittivité et de la résistivité si cela est exigé), vider la cellule. La remplir avec une seconde fraction du même échantillon en suivant la même procédure et avec les mêmes précautions que lors de l'essai précédent, en omettant toutefois le rinçage. Répéter la mesure. Il est recommandé que les deux valeurs de $\tan \delta$ ne diffèrent pas l'une de l'autre de plus de 0,0001 augmenté de 25 % de la plus élevée des deux valeurs.

NOTE Il convient que l'exigence pour une mesure de répétition soit qualifiée pour les seules valeurs basses de $\tan \delta$. Il n'est pas nécessaire de répéter les mesures pour les essais individuels de série.

Si cette exigence n'est pas satisfaite, continuer les mesures sur d'autres fractions jusqu'à obtenir deux valeurs successives de $\tan \delta$ différant de moins de 0,0001 plus 25 % de la plus élevée des deux valeurs à comparer. Ces valeurs doivent être considérées comme acceptables.

12.3 Rapport

Noter comme facteur de dissipation ($\tan \delta$) du liquide échantillonné la valeur moyenne des deux mesures valables.

Le rapport doit aussi mentionner:

- a) la contrainte électrique;
- b) la fréquence de la tension appliquée;
- c) la température d'essai.

13 Mesure de la permittivité relative

13.1 Méthode de mesure

Mesurer la capacité de la cellule propre, d'abord avec de l'air sec comme diélectrique, ensuite après remplissage avec un liquide de permittivité relative connue ϵ_n . Calculer la « constante d'électrode » C_e et la capacité de correction C_g de la façon suivante:

$$C_e = \frac{C_n - C_a}{\epsilon_n - 1} \quad (3)$$

$$C_g = C_a - C_e \quad (4)$$

où

C_n est la capacité de la cellule remplie du liquide étalon dont la permittivité relative est ϵ_n ;

C_a est la capacité de la cellule avec de l'air comme diélectrique.

12 Measurement of dissipation factor ($\tan \delta$)

12.1 Test voltage

The a.c. voltage shall be such as to subject the liquid to an electrical stress between 0,03 kV/mm and 1 kV/mm. The voltage shall be sinusoidal at a frequency between 40 Hz and 62 Hz.

NOTE Generally, within the above frequency range, conversion of results from one frequency to another can be made using the formula:

$$\tan \delta_{f1} = (\tan \delta_{f2}) \frac{f_2}{f_1} \quad (2)$$

12.2 Measurement

Where cells are not automatically heated, carry out the dissipation factor measurement within 10 min of reaching a temperature within ± 1 °C of the required test temperature. Apply voltage only during the measurement. On completing the initial measurements (including permittivity and resistivity if required), drain the cell. Refill with a second specimen of the sample following the same procedure and exercising the same precautions used in making the first filling, but omitting rinsing. Repeat the measurement. The two values of $\tan \delta$ should not differ from each other by more than 0,0001 plus 25 % of the higher of the two values.

NOTE Requirement for a repeat measurement should be qualified for only low values of $\tan \delta$. Routine tests do not need to repeat measurements.

If this requirement is not met, continue with further fillings until two consecutive values for $\tan \delta$ are obtained which agree to within 0,0001 plus 25 % of the higher value of the two values being compared. These shall be accepted as valid measurements.

12.3 Report

Report the dissipation factor ($\tan \delta$) of the sample as the mean of the two valid measurements.

The report shall also include:

- a) the electrical stress;
- b) the frequency of applied voltage;
- c) the temperature of test.

13 Measurement of relative permittivity

13.1 Measurement

Measure the capacitance of the clean test cell, first with dry air as the dielectric and then after filling with a liquid of known relative permittivity ϵ_n . Calculate the “electrode constant” C_e and the correction capacitance C_g from:

$$C_e = \frac{C_n - C_a}{\epsilon_n - 1} \quad (3)$$

$$C_g = C_a - C_e \quad (4)$$

where

C_n is the capacitance of the cell filled with the calibration liquid having the relative permittivity ϵ_n ;

C_a is the capacitance of the cell with air as the dielectric.

Mesurer la capacité C_x de la cellule remplie du liquide soumis à l'essai et calculer la permittivité relative ε_x par

$$\varepsilon_x = \frac{C_x - C_g}{C_e} \quad (5)$$

Répéter l'essai jusqu'à obtenir deux mesures consécutives ne différant pas de plus de 5 % de la valeur la plus élevée. Ces valeurs doivent être considérées comme acceptables.

NOTE 1 La précision maximale est obtenue lorsque les valeurs C_a , C_n et ε_n sont connues à la température pour laquelle la valeur C_x est déterminée.

NOTE 2 Lorsqu'on utilise une cellule à trois bornes bien conçue et préalablement vérifiée ou lorsqu'une précision plus faible est acceptable, le terme C_g peut être négligé et la permittivité relative peut être calculée par la formule

simplifiée:

$$\varepsilon_x = \frac{C_x}{C_a} \quad (6)$$

13.2 Rapport

Prendre comme permittivité relative de l'échantillon la moyenne des mesures valables.

Le rapport doit aussi mentionner:

- a) le type de cellule utilisée et sa capacité avec de l'air comme diélectrique;
- b) la contrainte électrique;
- c) la fréquence de la tension appliquée;
- d) la température d'essai.

14 Mesure de la résistivité en courant continu

14.1 Tension d'essai

Sauf indication contraire, la tension continue d'essai doit être telle que le liquide soit soumis à une contrainte électrique de 250 V/mm.

14.2 Durée de mise sous tension

Par convention, la durée de mise sous tension est de (60 ± 2) s. Des variations du temps d'électrification peuvent conduire à des variations appréciables des résultats d'essais.

14.3 Mesure

Si l'on a mesuré le facteur de dissipation de l'échantillon, il convient de court-circuiter les électrodes pendant 60 s et d'effectuer la mesure de la résistivité immédiatement après.

Si l'on ne doit mesurer que la résistivité, commencer la mesure aussi vite que possible, et pas plus de 10 min après avoir atteint l'équilibrage de la température à ± 1 °C de la température d'essai prescrite.

Etablir les connexions électriques à l'appareil de mesure et au générateur de tension de façon que l'électrode interne de la cellule soit reliée à la terre. Appliquer la tension continue à l'électrode externe et, à l'issue de la durée de mise sous tension, noter les valeurs du courant et de la tension.

Measure the capacitance C_x of the cell filled with the liquid under test and calculate the relative permittivity ϵ_x from

$$\epsilon_x = \frac{C_x - C_g}{C_e} \quad (5)$$

Repeat the test until two consecutive measurements differ by no more than 5 % of the higher value. These shall be accepted as the valid measurement.

NOTE 1 Maximum accuracy is obtained if values C_a , C_n and ϵ_n are known at the temperature for which the value C_x is determined.

NOTE 2 When well designed, previously checked three-terminal cells are used or where lower accuracy is acceptable, the term C_g may be neglected, and the relative permittivity may be calculated from the simplified formula:

$$\epsilon_x = \frac{C_x}{C_a} \quad (6)$$

13.2 Report

Report the relative permittivity of the sample as the mean of the valid measurements.

The report shall also include:

- the type of cell used and its capacitance with air as the dielectric;
- the electrical stress;
- the frequency of applied voltage;
- the temperature of test.

14 Measurement of d.c. resistivity

14.1 Test voltage

The d.c. test voltage shall be such as to subject the liquid to an electrical stress of 250 V/mm unless otherwise specified.

14.2 Time of electrification

The conventional arbitrary time of electrification is (60 ± 2) s. Variation in the time of electrification can result in appreciable variation in the test results.

14.3 Measurement

If the dissipation factor has been measured on the test specimen, the electrodes should be short-circuited for 60 s, and resistivity measurement started immediately afterwards.

If only resistivity is to be measured, start the determination as quickly as possible, and not more than 10 min after achieving a temperature within ± 1 °C of the required test temperature

Establish electrical connections to the measuring apparatus and to the voltage supply so that the inner electrode of the cell is connected to earth. Apply d.c. voltage to the outer electrode and, at the end of the electrification time, record the current and voltage readings.

NOTE 1 En variante, on peut utiliser des appareils de mesure de résistance, pourvu que les autres exigences (par exemple la contrainte de 250 V/mm) soient remplies.

Court-circuiter les électrodes de la cellule pendant 5 min.

Vider le liquide de la cellule, y verser une seconde fraction de l'échantillon et répéter les mesures.

Calculer la résistivité en ohmmètres par la formule:

$$\rho = K \frac{U}{I} \quad (7)$$

où

U est la lecture de la tension d'essai, en volts;

I est la lecture du courant, en ampères;

K est la constante de la cellule, en mètres.

La constante de la cellule K est calculée à partir de la capacité de la façon suivante:

$$K \text{ (m)} = 0,113 \times \text{capacité (pF) de la cellule vide}$$

NOTE 2 0,113 est 10^{-12} fois l'inverse de la permittivité du vide.

Des appareils à lecture directe qui font les calculs automatiquement peuvent être utilisés.

Les mesures sur deux remplissages successifs ne doivent pas différer entre elles de plus de 35 % de la valeur la plus élevée. Si cette exigence n'est pas remplie, continuer sur d'autres remplissages jusqu'à obtenir des valeurs de résistivité successives ne différant pas de plus de 35 % de la plus élevée.

Ces résultats doivent être considérés comme acceptables.

NOTE 3 Une seconde mesure effectuée après chaque remplissage avec inversion de la polarité de la tension appliquée peut fournir des informations sur la propreté de la cellule et sur d'autres phénomènes. Certains instruments électroniques ne disposant pas de commutateur pour cette inversion, il convient d'utiliser ceux-ci avec précaution pour éviter d'obtenir des résultats erronés.

14.4 Rapport

Noter comme résistivité de l'échantillon la moyenne des valeurs retenues.

Le rapport doit également mentionner:

- a) la contrainte électrique;
- b) la durée de mise sous tension;
- c) la température d'essai.

NOTE 1 Alternatively, instruments reading resistance may be used, provided the other requirements (for example, a stress of 250 V/mm) are complied with.

Short-circuit the cell electrodes for a period of 5 min.

Discard the liquid in the cell, pour in a second specimen from the sample and repeat the measurements.

Calculate the resistivity in ohmmetres by means of:

$$\rho = K \frac{U}{I} \quad (7)$$

where

U is the reading of the test voltage, in volts;

I is the reading of the current, in amperes;

K is the cell constant, in metres.

The cell constant K is calculated from the capacitance according to:

$$K \text{ (m)} = 0,113 \times \text{capacitance (pF) of the empty cell}$$

NOTE 2 0,113 is 10^{-12} times the reciprocal of the permittivity of free space.

Direct reading apparatus that performs the calculation automatically may be used.

The measurements on two consecutive fillings shall not differ from each other by more than 35 % of the highest of the values. If this requirement is not met, continue with further fillings until values of resistivity from consecutive samples agree to within 35 % of the highest values.

These shall be accepted as valid measurements.

NOTE 3 A second measurement on each filling, made with the polarity of the applied voltage reversed, may provide information on the cleanliness of the cell and other phenomena. In order to avoid erroneous results, care is necessary with certain electronic instruments that do not have a switch for such reversal.

14.4 Report

Report resistivity of the sample as the mean of the valid measurements.

The report should also include:

- a) the electrical stress;
- b) the time of electrification;
- c) the temperature of test.

Annexe A
(informative)

**Exemple de procédure possible pour le nettoyage de la cellule d'essai –
Procédure par ultrasons**

Démonter complètement la cellule.

Laver à fond toutes les parties avec deux fractions de solvant (voir Article 6).

Plonger toutes les parties de la cellule, à l'exception du verre et des joints toriques, pendant environ 10 min dans le solvant d'un bain ultrasonique adapté.

Retirer les éléments du bain et les laver avec un solvant propre.

Faire évaporer le solvant dans un environnement hors poussière. Placer les éléments dans une étuve entre 105 °C et 110 °C pour permettre l'évaporation complète, sans dépasser 120 min.

Remonter la cellule d'essai pendant qu'elle est chaude, en veillant à ne pas toucher avec les doigts nus les surfaces qui seront en contact avec le liquide.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004

Annex A (informative)

Example of an alternative procedure for cleaning the test cell – Ultrasonic procedure

Dismantle the cell completely.

Wash all the component parts thoroughly with two portions of solvent (see Clause 6).

Immerse all parts of the cell, excluding any glass and rubber 'O' rings, in the solvent in a suitable ultrasonic cleaning bath for approximately 10 min.

Remove the cell parts from the bath and wash with clean solvent.

Allow solvent to evaporate in a dust free environment. To ensure complete evaporation, place cell parts in an oven heated at 105 °C to 110 °C for no longer than 120 min.

Reassemble the test cell while hot, ensuring that any surfaces that will be wetted by the liquid are not touched with bare hands.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004

Annexe B (informative)

Exemple de procédure simplifiée de nettoyage de cellule

Démonter complètement toutes les parties possibles de la cellule.

Laver à fond toutes les parties avec deux fractions de solvant (voir Article 6).

Rincer toutes les parties d'abord avec de l'acétone, puis à l'eau chaude. Rincer ensuite plusieurs fois à l'eau distillée.

Sécher à fond les différentes parties dans une étuve entre 105 °C et 110 °C sans dépasser 120 min, certains matériaux pouvant se détériorer. La durée de séchage dépend de la conception de la cellule mais en général une période de 60 min à 120 min est suffisante pour éliminer toute humidité.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004

Annex B

(informative)

Example of a simplified cleaning procedure for a test cell

Dismantle the cell completely, wherever possible.

Wash all the component parts thoroughly with two portions of solvent (see Clause 6).

Rinse all parts first with acetone and then with hot tap water followed by several rinsings of distilled water.

Thoroughly dry the component parts in an oven heated at 105 °C to 110 °C for no longer than 120 min because certain materials may deteriorate. Drying time depends on the design of the cell but 60 min to 120 min is usually satisfactory to remove any moisture.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004

Annexe C (informative)

Autres procédures pour les essais individuels de série du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité des liquides isolants

C.1 Généralités

Ces procédures simplifiées sont valables lors des essais d'un groupe d'échantillons pour vérifier si le facteur de dissipation et la résistivité de l'hydrocarbure et d'autres liquides en service dans le matériel électrique, ainsi que des liquides isolants neufs, s'écartent trop de certaines valeurs spécifiées.

Les méthodes d'essai décrites dans la présente annexe sont moins précises que celles précédemment décrites mais elles permettent une plus grande rapidité de mesure avec un niveau de précision encore très acceptable.

C.2 Cellule d'essai

Des cellules d'essai modifiées pour permettre le remplacement du liquide sans ouvrir la cellule peuvent également être utilisées.

On peut juger souhaitable de restreindre l'utilisation d'une cellule à une classe particulière de liquide.

C.3 Enceinte d'essai

Une étuve à air à tirage forcée, une gaine chauffante ou un bain rempli d'huile (ou de glycérol) capable de maintenir la cellule d'essai à une température suffisamment uniforme de sorte que la température d'essai prescrite et la température de l'électrode intérieure avoisinent 2 °C. L'utilisation d'une plaque chaude est moins satisfaisante parce que les variations de température à travers la cellule peuvent entraîner des résultats non fiables.

C.4 Température d'essai

Les mesures peuvent être effectuées lorsque les éprouvettes d'essai sont à ± 2 °C de la température souhaitée.

C.5 Nettoyage de la cellule d'essai

Lorsque les procédures de nettoyage décrites dans l'Article 7 ne peuvent pas être utilisées, il est impératif que chaque laboratoire élabore une bonne procédure de nettoyage pour la cellule utilisée de sorte que les résultats obtenus soient reproductibles et raisonnablement conformes à ceux obtenus suivant la procédure la plus élaborée décrite dans l'Article 7.

Il convient de suivre également les précautions sur le choix des solvants de l'Article 6.

Annex C (informative)

Alternative procedures for routine testing of dielectric dissipation factor and resistivity of insulating liquids

C.1 General

These simplified procedures are of value when testing a group of samples to ascertain whether the dissipation factor and resistivity of hydrocarbon and other liquids in service in electrical equipment, as well as of unused insulating liquids, are worse than certain specified values.

The test methods described in this annex are less precise than those previously described but they allow for a greater rapidity of measurement with a level of accuracy still quite acceptable.

C.2 Test cell

Test cells modified to allow the replacement of the liquid without opening the cell may also be used.

It may be found desirable to restrict the use of one cell to a particular class of liquid.

C.3 Test chamber

A forced draught air oven, a heating jacket or an oil- (or glycerol-) filled bath able to maintain the test cell at a sufficiently uniform temperature so that the required test temperature and the temperature of the inner electrode agree within 2 °C. The use of a hot plate is less satisfactory because variations of temperature throughout the cell may lead to unreliable results.

C.4 Test temperature

Measurements may be made when test specimens are within ± 2 °C of the desired temperature.

C.5 Cleaning the test cell

Where the cleaning procedures described in Clause 7 cannot be used, it is imperative that each laboratory evolves a good cleaning procedure for the cell used so that results obtained are repeatable and reasonably consistent with those obtained in accordance with the more elaborate procedure described in Clause 7.

The precautions on choice of solvents in Clause 6 should equally be followed.

La procédure suivante suffit souvent pour les essais des liquides d'hydrocarbures:

- Démonter la cellule complètement, dans la mesure du possible.
- Laver à fond toutes les parties à l'aide de deux fractions de solvant (voir Article 6).
- Rincer toutes les parties d'abord à l'aide d'acétone puis avec de l'eau chaude du robinet suivi par plusieurs rinçages à l'aide d'eau distillée.
- Sécher à fond les parties dans une étuve chauffée entre 105 °C et 110 °C pour une durée non supérieure à 90 min. Le temps de séchage réel dépend de la conception de la cellule mais une durée de 60 min à 90 min est habituellement satisfaisante pour éliminer toute humidité.

Lorsqu'un certain nombre d'échantillons du même type de liquide neuf doit être essayé consécutivement, la même cellule d'essai peut être utilisée sans nettoyage intermédiaire, à condition que la valeur de la propriété pour l'échantillon précédemment essayé soit supérieure à la valeur spécifiée. Si la valeur du dernier échantillon essayé est moins bonne que la valeur spécifiée, la cellule d'essai doit être nettoyée avant utilisation pour d'autres essais.

C.6 Préparation des éprouvettes et remplissage de la cellule d'essai

Il convient que les échantillons soient stockés et manipulés en suivant les précautions décrites à l'Article 9.

Les éprouvettes de liquides neufs doivent être préparées, préchauffées et versées dans la cellule comme décrit aux Articles 9 et 10. Le préchauffage sur une plaque chaude est autorisé mais l'échantillon doit être brassé sans arrêt pour éviter une surchauffe locale.

Une autre procédure pour les liquides d'hydrocarbures à faible viscosité et particulièrement l'huile minérale, consiste à remplir la cellule froide avec une éprouvette d'huile à température ambiante et à la placer dans l'enceinte chauffante maintenue à la température souhaitée. La vitesse de chauffage doit permettre au liquide dans la cellule d'atteindre la température d'essai après 1 h suivant le début du chauffage.

Il convient que les cellules d'essai utilisées continuellement sans un nettoyage intermédiaire entre les essais sur différents échantillons soient toujours lavées avec un volume de l'échantillon suivant correspondant à au moins trois remplissages de la cellule.

Les huiles d'hydrocarbures vieilles peuvent parfois nécessiter des précautions spéciales pour éviter une oxydation supplémentaire au cours du chauffage ou de la rétention à haute température.

Des informations sur l'effet de matières étrangères suspendues peuvent être obtenues au moyen des essais avant et après la filtration à travers un filtre de verre fritté de degré 4 de porosité.

C.7 Tension d'essai

Il convient d'effectuer les essais de facteur de dissipation avec une contrainte dans la plage de 0,03 kV/mm à 1 kV/mm. La contrainte réelle ne doit pas être élevée au point de provoquer des phénomènes secondaires au niveau des électrodes.

La tension d'essai à courant continu choisie pour les mesures de résistivité doit être telle qu'elle soumette le liquide à une contrainte électrique comprise entre 50 V/mm et 250 V/mm.

The following procedure will often suffice for testing hydrocarbon liquids:

- Dismantle the cell completely, whenever possible.
- Wash all the component parts thoroughly with two portions of solvent (see Clause 6).
- Rinse all parts first with acetone and then with hot tap water followed by several rinsings with distilled water.
- Dry the component parts thoroughly in an oven at 105 °C to 110 °C for no longer than 90 min. Actual drying time depends on the design of the cell but 60 min to 90 min is usually satisfactory to remove any moisture.

When a number of samples of the same type of unused liquid have to be tested consecutively, the same test cell may be used without intermediate cleaning, provided that the value of the property for the sample previously tested is better than the specified value. If the value of the last sample tested is worse than the specified value, the test cell shall be cleaned before being used for further tests.

C.6 Preparation of specimens and filling the test cell

Samples should be stored and handled by following the precautions outlined in Clause 9.

Specimens of unused liquids shall be prepared, preheated and poured into the cell as described in Clauses 9 and 10. Preheating on a hot plate is permissible but the sample shall be continuously stirred to avoid local overheating.

An alternative procedure for low-viscosity hydrocarbon liquids, and particularly mineral oil, consists in filling the cool cell with an oil specimen at room temperature and placing it in the heating chamber maintained at the desired temperature. The heating rate shall allow the liquid in the cell to attain the test temperature within 1 h after heating has been started.

Test cells continuously used without intermediate cleaning between tests on different samples should always be flushed with a volume of the next sample corresponding to at least three fillings of the cell.

Aged hydrocarbon oils may sometimes require special precautions to avoid further oxidation during heating or retention at a high temperature.

Information about the effect of suspended foreign matter can be obtained by testing before and after filtration through a fritted glass filter of porosity grade 4.

C.7 Test voltage

Dissipation factor tests should be made with a stress in the range 0,03 kV/mm to 1 kV/mm. The actual stress shall not be so high as to cause secondary phenomena at the electrodes.

The d.c. test voltage chosen for resistivity measurements shall be such as to subject the liquid to an electrical stress of 50 V/mm to 250 V/mm.

C.8 Mesure

Lorsque le liquide n'est pas chauffé dans la cellule, il convient d'effectuer la lecture après une période de repos dans la cellule de 10 min à 15 min et lorsque la température de l'électrode intérieure se situe à ± 2 °C de la température prescrite.

Si le chauffage est effectué dans la cellule, il convient que le liquide atteigne la température d'essai en 1 h (la tolérance de 2 °C s'applique toujours) et la mesure est ensuite effectuée.

Lorsque les essais à courant alternatif sont nécessaires, ils doivent toujours être effectués avant d'appliquer la tension à courant continu.

Une seule éprouvette peut être essayée pour chaque échantillon.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60247:2004