

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC

60674-2

1988

AMENDEMENT 1
AMENDMENT 1
2001-10

Amendement 1

**Spécification pour les films en matière plastique
à usages électriques –**

**Partie 2:
Méthodes d'essai**

Amendment 1

**Specification for plastic films for electrical
purposes –**

**Part 2:
Methods of test**

© IEC 2001 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembé Geneva, Switzerland
IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

G

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

AVANT-PROPOS

Le présent amendement a été établi par le sous-comité 15C: Spécifications, du comité d'études 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Le texte de cet amendement est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
15C/1263/FDIS	15C/1310/RVD

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

Le comité a décidé que le contenu de la publication de base et de ses amendements ne sera pas modifié avant 2005. A cette date, la publication sera

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

Page 4

Ajouter à la liste des publications CEI la nouvelle référence suivante:

CEI 60260:1968, *Enceintes d'épreuve à humidité relative constante fonctionnant sans injection de vapeur*

Page 26

16 Facteur de dissipation – Permittivité

Remplacer le titre et le texte existants par les suivants:

16 Facteur de dissipation et permittivité

La gamme de fréquences comprises entre 50 Hz et 100 MHz est couverte et deux méthodes sont disponibles.

16.1 Méthode 1

L'essai doit être réalisé sur une éprouvette plane conformément à la CEI 60250, modifiée par les dispositions du présent article, à une fréquence devant faire l'objet d'un accord entre fournisseur et acheteur et à une température de $23\text{ °C} \pm 2\text{ K}$ sauf spécification contraire indiquée dans la spécification appropriée du matériaux de la CEI 60674-3.

FOREWORD

This amendment has been prepared by subcommittee 15C: Specifications, of IEC technical committee 15: Insulating materials

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

FDIS	Report on Voting
15C/1263/FDIS	15C/1310/RVD

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

The committee has decided that the contents of the base publication and its amendments will remain unchanged until 2005. At this date, the publication will be

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

Page 5

Add to the list of IEC publications the following new reference:

IEC 60260:1968, *Test enclosures of non-injection type for constant relative humidity*

Page 27

16 Dissipation factor and permittivity

Replace the existing text with the following:

A frequency range of 50 Hz to 100 MHz is covered and two methods are available.

16.1 Method 1

The test shall be made on a flat specimen in accordance with IEC 60250, modified by the instructions of this clause, at a frequency to be agreed between purchaser and supplier and at a temperature of $23\text{ °C} \pm 2\text{ K}$ unless otherwise specified in the relevant material specification of IEC 60674-3.

Pour les basses fréquences et les films de forte épaisseur, il est courant d'effectuer les mesures sur des éprouvettes constituées d'une seule couche de film. Cependant il a été établi que les films de très faible épaisseur mesurés à une fréquence supérieure à 1 MHz peuvent être mieux essayés avec plus de précision en utilisant un ensemble important de couches (feuilles) de matériaux à mesurer. L'air doit être chassé de l'empilage par pressage. L'épaisseur moyenne de l'éprouvette est déterminée à partir de la densité du matériau, de la surface de l'empilage et de sa masse.

16.1.1 Echantillon et manipulation de l'éprouvette

L'échantillonnage doit être réalisé conformément à la spécification du matériau. L'état et le conditionnement du matériau ne doivent pas être modifiés.

Les échantillons et les éprouvettes doivent être manipulés avec soin pour éviter la contamination, les éraflures et les empreintes de doigt.

Au moins trois éprouvettes doivent être utilisées sauf spécification contraire dans la spécification appropriée du matériau.

16.1.2 Conditionnement des échantillons avant les mesures

Tout conditionnement préalable aux mesures doit être réalisé conformément aux spécifications du matériau, ou alors selon un accord entre fournisseur et acheteur.

NOTE 1 Les propriétés des matériaux constituant les films peuvent être substantiellement affectées par l'humidité. Les conditions normalisées d'utilisation, avant et pendant les essais des matériaux isolants électriques solides sont données dans la CEI 60212. Les humidités relatives associées aux diverses solutions salines sont données dans la CEI 60260.

NOTE 2 Les propriétés des matériaux constituant les films peuvent aussi être substantiellement affectées par la chaleur, les contraintes mécaniques, le rayonnement nucléaire, les rayons X, etc. Les méthodes décrites peuvent être utilisées pour établir l'importance de ces effets.

NOTE 3 Il est recommandé que les éprouvettes soient mesurées «en l'état de réception» et après conditionnement dans une atmosphère sèche.

Les échantillons munis d'électrodes peintes, évaporées ou projetées doivent être conditionnés après que les électrodes ont été appliquées, car la peinture et le traitement sous vide influencent fortement la teneur en humidité du matériau. Les électrodes de ces types sont plus ou moins perméables à l'humidité mais, si de telles électrodes sont utilisées, il convient de vérifier que les éprouvettes ont atteint un équilibre substantiel avec l'atmosphère de conditionnement, dans les délais indiqués par la spécification appropriée des matériaux.

NOTE 4 Cela peut être réalisé par une série de mesures comparatives effectuées après des périodes de conditionnement complémentaires.

16.1.3 Mesures avec les électrodes de contact

Pour les mesures effectuées sur des films minces avec des fréquences allant jusqu'à 50 kHz, on doit utiliser un dispositif à trois électrodes. Un exemple typique est donné à la figure 7.

Pour des mesures à des fréquences plus élevées, on doit utiliser un système à deux sorties (figure 8).

Les électrodes internes doivent être faites d'un matériau assurant un bon contact avec la surface de l'éprouvette et n'introduisant pas d'erreur notable due à la résistance de l'électrode ou à la contamination de l'éprouvette.

NOTE Les mesures du facteur de dissipation à hautes fréquences peuvent être réalisées avec plus de précision en utilisant les méthodes d'électrode sans contact, car les erreurs survenant par perte diélectrique des électrodes internes, augmentent avec la fréquence.

At low frequencies and for thick films, it is usual to make the measurements on specimens made from one layer of film. However, it has been found that at a frequency higher than 1 MHz very thin films may be measured more conveniently and accurately by using a large number of layers (sheets) of the material being measured. Air shall be excluded from this stack of sheets by pressing. The average specimen thickness is determined from the density of the material, the area of the stack and the mass of the stack.

16.1.1 Sample and specimen handling

Sampling shall be carried out in accordance with the material specification. The state and condition of the material shall not be altered.

The samples and test specimens shall be handled with care to avoid contamination, scratches and finger-prints.

A minimum number of three test specimens shall be used unless otherwise specified in the material specification.

16.1.2 Sample conditioning prior to measurement

Any conditioning prior to measurement shall be in accordance with the material specification, or otherwise agreed between purchaser and supplier.

NOTE 1 The properties of film materials may be substantially affected by moisture. Standard conditions for use prior to, and during, the testing of solid electrical insulating materials are given in IEC 60212. The relative humidities associated with various salt solutions are given in IEC 60260.

NOTE 2 The properties of film materials may also be substantially affected by heat, mechanical stress, nuclear radiation, X-rays, etc. The methods described may be used to assess the magnitude of these effects.

NOTE 3 It is recommended that specimens be measured in the 'as received' state and after conditioning in a dry atmosphere.

Samples with painted, evaporated or sputtered electrodes shall be conditioned after the electrodes have been applied, as painting and vacuum treatment will greatly influence the moisture content of the material. Electrodes of these types are somewhat permeable to moisture, but, if such electrodes are used, checks should be made to see that the specimens have reached substantial equilibrium with the conditioning atmosphere within the time laid down in the relevant material specification.

NOTE 4 This may be achieved by a series of comparative measurements made after further periods of conditioning.

16.1.3 Measurements with contacting electrodes

For measurement of thin films with frequencies up to approximately 50 kHz, a three-terminal electrode arrangement shall be used. A typical example is given in figure 7.

For measurements at higher frequencies, a two-terminal system shall be used (figure 8).

The intimate electrodes shall be composed of a material that allows good contact with the specimen surface and introduces no appreciable error because of electrode resistance or contamination of the specimen.

NOTE Dissipation factor measurements at high frequencies may be more accurately made using non-contacting electrode methods because the errors arising from dielectric loss in intimate electrodes increase with frequency.

Il convient que le matériau constituant l'électrode soit résistant à la corrosion pour les conditions d'essai. Celles-ci doivent être utilisées avec des électrodes supports adaptées.

Si l'on doit mesurer des films de très faible épaisseur (2 μm ou moins) l'électrode support doit être prolongée d'un morceau d'aluminium afin d'éviter des dommages sur l'échantillon pendant le positionnement de l'électrode support.

Il convient de déterminer si l'électrode influence les résultats. Cela peut être réalisé par comparaison avec les résultats d'essai effectués en utilisant les deux différents types d'électrodes.

16.1.3.1 Matériau constituant les électrodes

16.1.3.1.1 Métal évaporé ou projeté

Les types d'électrodes les plus recommandés sont les électrodes métalliques évaporées ou projetées tant que le matériau constituant l'échantillon n'est pas significativement affecté par le traitement sous vide ou le bombardement d'ions. L'aluminium, l'argent ou l'or peuvent être utilisés comme matériaux constituant les électrodes. Les films métalliques d'environ 150 nm d'épaisseur donnent les meilleurs résultats quant aux propriétés électriques, et la plus faible contrainte sur le matériau constituant l'échantillon au cours du dépôt métallique. L'utilisation de masques donne des électrodes ayant des bords extrêmement bien définis et une surface reproductible.

Avant évaporation, il convient, que le vide dans la chambre soit de 0,05 μbar ou moins. Pendant l'évaporation il convient que la vitesse de grossissement du film métallique soit de 1 nm/s environ. Le dépôt de l'électrode via la vaporisation du matériau fournisseur d'électrode en utilisant la décharge d'un condensateur est normalement d'une durée courte et non contrôlée.

La contrainte sur l'échantillon au cours de la projection, la qualité, et les propriétés des électrodes projetées dépendent du choix du gaz, de la pression à l'intérieur de la chambre de réaction, de la tension utilisée et de la position de l'échantillon à l'intérieur de la chambre de réaction. Les conditions doivent être optimisées selon le matériel de projection choisi.

Quand les éprouvettes métallisées ne peuvent pas être mesurées immédiatement après métallisation, par exemple en raison de l'exposition à une atmosphère de conditionnement pendant un certain temps, on doit prendre soin de minimiser les effets de la corrosion de l'électrode. Dans ce cas des électrodes évaporées en or sont recommandées. Cela est particulièrement important pour les matériaux ayant un faible facteur de dissipation tels que les polypropylènes.

16.1.3.1.2 Peinture argentée conductrice

Des peintures argentées très conductrices disponibles sur le marché peuvent être utilisées comme électrodes, mais il convient d'établir que le solvant contenu dans la peinture n'affecte pas les propriétés de l'échantillon. L'utilisation de masques donne des électrodes de surfaces reproductibles.

16.1.3.1.3 Feuille métallique

Les électrodes sous forme de fines feuilles métalliques peuvent être fabriquées à partir de plomb, d'étain, d'aluminium, d'argent ou d'or. Elles peuvent être fixées à la surface de l'échantillon par une petite quantité de vaseline ou de graisses au silicone.

NOTE Les graisses au silicone ne sont pas recommandées pour les mesures sur des matériaux ayant de faibles facteurs de dissipation, car elles présentent un facteur de dissipation très élevé pour certaines fréquences et températures. Leur utilisation principale est aux températures élevées quand la vaseline possède une viscosité trop faible. Les graisses oléfinique à haut poids moléculaire et faibles pertes sont considérées comme les mieux adaptées.

The electrode material should be corrosion resistant under the conditions of the test. They shall be used with suitable backing electrodes.

If very thin films (2 μm or less) are to be measured, the backing electrode may be lined with an aluminum foil in order to avoid damage to the sample during positioning of the backing electrode.

It should be determined whether the electrode influences the results. This can be achieved by comparison of the results of tests made using two different types of electrodes.

16.1.3.1 Electrode materials

16.1.3.1.1 Evaporated or sputtered metal

The most recommended types of electrodes are of evaporated or sputtered metals as long as the sample material is not significantly affected by vacuum treatment or ion bombardment. Aluminum, silver or gold may be used as electrode materials. Metal films of about 150 nm in thickness show the best results in view of electrical properties and lowest stress to the sample material during metal deposition. The use of masks produces electrodes with highly defined edges and reproducible area.

Before evaporation, the vacuum in the chamber should be 0,05 μbar or better. During evaporation, the rate of film growth should be about 1 nm/s. The electrode deposition via vaporization of the electrode supply material, aided by the capacitor discharge going through it, is normally of an uncontrolled, short duration.

The stress on the sample during sputtering, quality, and properties of sputtered electrodes depend on the choice of gas, gas pressure inside the reaction chamber, voltage used and position of the sample inside the reaction chamber. Conditions shall be optimized according to the selected sputter equipment.

Where metallized specimens cannot be measured immediately after metallizing, for example because of exposure to a conditioning atmosphere for a period of time, care shall be taken to minimize the effects of electrode corrosion. In this instance, evaporated gold electrodes are recommended. This is particularly important for materials with a low dissipation factor such as polypropylene.

16.1.3.1.2 Conductive silver paint

Commercially available high-conductivity silver paints may be used as electrodes, but it should be established that the solvent in the paint does not affect the properties of the sample. The use of masks give electrodes of reproducible areas.

16.1.3.1.3 Metal foil

Electrodes of thin metal foil can be made from lead, tin, aluminium, silver or gold. They can be attached to the sample surface by a small quantity of petroleum or silicone grease.

NOTE Silicone greases are not recommended for measurements on materials with low dissipation factors because they exhibit a very high dissipation factor at some frequencies and temperatures. Their major use is at elevated temperatures where petroleum has too low a viscosity. Higher molecular weight, low-loss olefinic greases have been found to be more suitable.

Les électrodes doivent être appliquées avec une pression régulière pour éliminer tout l'air et tous les faux plis. L'excès de graisse peut être essuyé à l'aide d'un tissu. Le film de graisse doit être aussi mince que possible et son épaisseur doit être insignifiante par comparaison avec l'épaisseur de l'échantillon.

16.1.4 Mesures sur les électrodes sans contact

Pour les mesures faites à proximité de la température ambiante, les éprouvettes qui sont de très faible épaisseur ou à très faibles pertes, ou celles mesurées à haute fréquence sont mesurées de façon plus précise avec des électrodes sans contact, soit fixes soit contrôlées par un micromètre.

a) Dans l'air

Mesurer selon 4.1.2.2.1 de la CEI 60250, le facteur de dissipation à la température ambiante. Les électrodes éprouvettes ne sont pas nécessaires.

b) Déplacement de fluide

Mesurer selon 4.1.2.2.2 de la CEI 60250, la permittivité à la température ambiante.

16.1.5 Mode opératoire

- a) Appliquer les électrodes où il convient et conditionner l'éprouvette avant d'effectuer les mesures spécifiées en 16.1.2.
- b) La mesure de la permittivité et celle du facteur de dissipation diélectrique doivent être réalisées conformément à la spécification du matériau et à la spécification de la méthode de mesure utilisée.
- c) L'éprouvette doit être mesurée à l'intérieur d'une enveloppe blindée.
- d) Les calculs de la permittivité diélectrique et du facteur de dissipation doivent être réalisés conformément à la spécification de la méthode de mesure utilisée.
- e) Les fréquences d'essai préférentielles sont 48-62 Hz; 1 kHz; 10 kHz; 1 MHz.
- f) Calculer la valeur moyenne des mesures d'essai et la retenir comme résultat.

16.1.6 Rapport

Le rapport doit comprendre les informations suivantes:

- a) la description des fabricants et l'identification du matériau, y compris des informations sur les traitements de surface;
- b) l'épaisseur des éprouvettes;
- c) le type d'électrodes;
- d) des informations sur tous les conditionnements avant les mesures, y compris toutes les procédures de nettoyage;
- e) les conditions d'essai, c'est-à-dire la température et l'humidité relative;
- f) la tension appliquée;
- g) la fréquence;
- h) la permittivité;
- i) le facteur de dissipation.

The electrodes shall be applied with a smooth pressure to eliminate all air and wrinkles. Excess grease may be wiped off with a tissue. The film of grease shall be as thin as possible and its thickness shall be insignificant compared to the sample thickness.

16.1.4 Measurements with non-contacting electrodes

For measurements made close to ambient temperature, specimens that are very thin or low-loss, or measured at high frequencies are more accurately measured with either fixed or micrometer controlled non-contacting electrodes.

a) In air

Measure according to IEC 60250, 4.1.2.2.1, for dissipation factor at room temperature. Specimen electrodes are not required.

b) Fluid displacement

Measure according to IEC 60250, 4.1.2.2.2, for permittivity at room temperature.

16.1.5 Test procedure

- a) Apply electrodes where relevant and condition the specimen prior to measurement as specified in 16.1.2.
- b) The measurement of permittivity and dielectric dissipation factor shall be made in accordance with the material specification and the specification of the measuring method used.
- c) The specimen shall be measured inside a screened enclosure.
- d) Calculations of the dielectric permittivity and dissipation factor shall be made according to the specification of the measuring method used.
- e) Preferred test frequencies are 48-62 Hz; 1 kHz; 10 kHz; 1 MHz.
- f) Calculate the mean value of the test measurements as the result.

16.1.6 Report

The report shall include the following information:

- a) the manufacturer's description and identification of the material, including details of any surface treatment;
- b) thickness of samples;
- c) type of electrodes;
- d) details of any conditioning prior to measurement, including any cleaning procedures;
- e) test conditions, i.e. temperature and relative humidity;
- f) applied voltage;
- g) frequency;
- h) permittivity;
- i) dissipation factor.

16.2 Méthode 2

Le facteur de dissipation et la permittivité doivent être déterminés sur un condensateur bobiné à une fréquence ayant fait l'objet d'un accord entre fournisseur et acheteur et à une température de $23\text{ °C} \pm 2\text{ K}$, la véritable température étant consignée. Les condensateurs bobinés sont uniquement adaptés aux mesures du facteur de dissipation sur des films minces (jusqu'à $25\text{ }\mu\text{m}$). Pour obtenir un résultat plus précis, il peut être nécessaire d'enlever l'air emprisonné par un traitement thermique et/ou sous vide du bobinage du condensateur.

Le conditionnement de l'échantillon, les matériaux constituant l'électrode, la forme de l'électrode, la procédure d'essai et le rapport d'essai doivent être ceux décrits en 15.2.

16.2.1 Facteur de dissipation supérieur ou égal à 5×10^{-4}

Préparer l'éprouvette selon 15.2.

16.2.2 Facteur de dissipation en dessous de 5×10^{-4}

Par accord entre fournisseur et acheteur, un type de condensateur peut être utilisé incorporant les aspects suivants:

- a) Après bobinage sur un gros mandrin, il convient que le condensateur soit retiré de celui-ci et comprimé de façon que la variation de la pression ne modifie pas le facteur de dissipation.

NOTE Il faut que le débordement de l'électrode à chaque extrémité soit suffisant pour permettre des connexions suffisamment et fermement fixées par boulonnage.

- b) Avant de fixer le condensateur dans sa configuration finale, il convient de le sécher sous vide pendant 3 h ou 4 h à la température ambiante pour enlever l'humidité absorbée.

16.2 Method 2

The dissipation factor and permittivity shall be determined on a wound capacitor at a frequency to be agreed between purchaser and supplier and at a temperature of $23\text{ °C} \pm 2\text{ K}$, the actual temperature being reported. Wound capacitors are only suitable for the measurement of the dissipation factor on thin (up to $25\text{ }\mu\text{m}$) films. To obtain a more accurate result, it may be necessary to remove entrapped air from the capacitor winding by a heat, and or vacuum treatment.

Sample conditioning, electrode materials, electrode shape, test procedure and test report shall be according to 15.2.

16.2.1 Dissipation factor at or above 5×10^{-4}

Prepare the test specimen according to 15.2.

16.2.2 Dissipation factor below 5×10^{-4}

By agreement between supplier and purchaser, a capacitor construction incorporating the following features may be used:

- a) After winding on a large mandrel, the capacitor should be removed from the mandrel and pressed so that varying pressure does not alter the dissipation factor.

NOTE The extension of foil at each end must be sufficient to allow for sufficiently heavy bolted connections.

- b) Before the capacitor is clamped into its final configuration, it should be vacuum dried for 3 h to 4 h at room temperature to remove absorbed moisture.