

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60811-4-1

Deuxième édition
Second edition
2004-06

**Matériaux d'isolation et de gainage des câbles
électriques et optiques – Méthodes d'essais
communes –**

Partie 4-1:

Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et polypropylène – Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement – Mesure de l'indice de fluidité à chaud – Mesure dans le polyéthylène du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales par méthode de combustion directe – Mesure du taux de noir de carbone par analyse thermogravimétrique – Evaluation de la dispersion du noir de carbone dans le polyéthylène au moyen d'un microscope

Insulating and sheathing materials of electric and optical cables – Common test methods –

Part 4-1:

Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds – Resistance to environmental stress cracking – Measurement of the melt flow index – Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene by direct combustion – Measurement of carbon black content by thermogravimetric analysis (TGA) – Assessment of carbon black dispersion in polyethylene using a microscope



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60811-4-1:2004

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 (www.iec.ch/searchpub) 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 (www.iec.ch/online_news/justpub) 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 (www.iec.ch/searchpub) 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 (www.iec.ch/online_news/justpub) 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**

60811-4-1

Deuxième édition
Second edition
2004-06

**Matériaux d'isolation et de gainage des câbles
électriques et optiques – Méthodes d'essais
communes –**

Partie 4-1:

Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et polypropylène – Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement – Mesure de l'indice de fluidité à chaud – Mesure dans le polyéthylène du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales par méthode de combustion directe – Mesure du taux de noir de carbone par analyse thermogravimétrique – Evaluation de la dispersion du noir de carbone dans le polyéthylène au moyen d'un microscope

Insulating and sheathing materials of electric and optical cables – Common test methods –

Part 4-1:

Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds – Resistance to environmental stress cracking – Measurement of the melt flow index – Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene by direct combustion – Measurement of carbon black content by thermogravimetric analysis (TGA) – Assessment of carbon black dispersion in polyethylene using a microscope

© 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

T

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	6
1 Généralités.....	10
1.1 Domaine d'application	10
1.2 Références normatives	10
2 Termes et définitions	10
3 Valeurs d'essais	12
4 Application	12
5 Essais de type et autres essais	12
6 Préconditionnement.....	12
7 Valeur médiane	12
8 Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement	12
8.1 Généralités.....	12
8.2 Appareillage	14
8.3 Préparation des plaques d'essai.....	22
8.4 Conditionnement des plaques d'essai.....	22
8.5 Examen visuel des plaquettes d'essai	22
8.6 Méthode d'essai	22
8.7 Evaluation des résultats	26
8.8 Résumé des conditions opératoires et des exigences relatives aux méthodes A et B.....	26
9 Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air	26
10 Mesure de l'indice de fluidité à chaud	26
10.1 Généralités.....	26
10.2 Appareillage	28
10.3 Echantillons.....	34
10.4 Nettoyage et entretien de l'appareil	34
10.5 Méthode A.....	34
10.6 Méthode C	36
11 Mesure dans le PE du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales – Méthode de combustion directe	38
11.1 Echantillonnage.....	38
11.2 Mode opératoire	38
11.3 Expression des résultats	40
12 Analyse du noir de carbone dans les mélanges à base de polyoléfine par thermogravimétrie	40
12.1 Principe.....	40
12.2 Réactifs.....	40
12.3 Appareillage	42
12.4 Procédé	42
13 Evaluation de la dispersion du noir de carbone dans le polyéthylène.....	42
13.1 Généralités.....	42
13.2 Mode opératoire	42
13.3 Expression des résultats	44
13.4 Exigences	44

CONTENTS

FOREWORD.....	4
1 General.....	11
1.1 Scope.....	11
1.2 Normative references.....	11
2 Terms and definitions.....	11
3 Test values.....	13
4 Applicability.....	13
5 Type tests and other tests.....	13
6 Pre-conditioning.....	13
7 Median value.....	13
8 Resistance to environmental stress cracking.....	13
8.1 General.....	13
8.2 Apparatus.....	15
8.3 Preparation of the test sheets.....	23
8.4 Conditioning of the test sheets.....	23
8.5 Visual examination of the test sheets.....	23
8.6 Test procedure.....	23
8.7 Evaluation of results.....	27
8.8 Summary of test conditions and requirements for procedures A and B.....	27
9 Wrapping test after thermal ageing in air.....	27
10 Measurement of the melt flow index.....	27
10.1 General.....	27
10.2 Apparatus.....	29
10.3 Test samples.....	35
10.4 Cleaning and maintenance of the apparatus.....	35
10.5 Method A.....	35
10.6 Method C.....	37
11 Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene – Direct combustion method.....	39
11.1 Sampling.....	39
11.2 Test procedure.....	39
11.3 Expression of results.....	41
12 Thermogravimetric analysis of the carbon black content in polyolefine compounds.....	41
12.1 Principle.....	41
12.2 Reagents.....	41
12.3 Apparatus.....	43
12.4 Procedure.....	43
13 Test for the assessment of carbon black dispersion in polyethylene.....	43
13.1 General.....	43
13.2 Procedure.....	43
13.3 Expression of results.....	45
13.4 Requirements.....	45

Annexe A (informative) Outils et réactifs	46
Bibliographie.....	48
Figure 1 – Appareil à entailler	14
Figure 2 – Lame.....	16
Figure 3 – Presse de pliage	16
Figure 4 – Outil de transfert	18
Figure 5 – Support d'échantillon en laiton	18
Figure 6 – Tube à essai contenant le support d'éprouvettes en laiton (voir 8.2.11) sur lequel sont maintenues dix éprouvettes	20
Figure 7 – Eprouvettes entaillées.....	24
Figure 8 – Appareil pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud (schéma montrant le cylindre extérieur à grand diamètre, la plaque de fixation A de la filière et la plaque isolante B)	30
Figure 9 – Filière (montrant le cylindre extérieur de petit diamètre avec un exemple de maintien de la filière)	32
Tableau 1 – Masse d'échantillon à introduire dans le cylindre, pour les Méthodes A et C et intervalles de temps pour couper les extrudats, en fonction des indices de fluidité	38

Annex A (informative) Tools and reagents.....	47
Bibliography.....	49
Figure 1 – Notching device	15
Figure 2 – Blade	17
Figure 3 – Bend clamp assembly	17
Figure 4 – Transfer tool assembly.....	19
Figure 5 – Brass channel specimen holder.....	19
Figure 6 – Test tube with inserted brass channel specimen holder as in 8.2.11, containing ten test specimens.....	21
Figure 7 – Notched test pieces	25
Figure 8 – Apparatus for determining melt flow index (showing large external diameter cylinder, die-retaining plate A and insulating plate B).....	31
Figure 9 – Die (showing small external diameter cylinder with an example method of retaining the die).....	33
Table 1 – Time intervals (as a function of melt flow index) used in obtaining the cut- offs and mass of the charge put into the cylinder for Methods A and C	39

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MATÉRIAUX D'ISOLATION ET DE GAINAGE DES CÂBLES ÉLECTRIQUES ET OPTIQUES – MÉTHODES D'ESSAIS COMMUNES –

Partie 4-1: Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et polypropylène – Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement – Mesure de l'indice de fluidité à chaud – Mesure dans le polyéthylène du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales par méthode de combustion directe – Mesure du taux de noir de carbone par analyse thermogravimétrique – Evaluation de la dispersion du noir de carbone dans le polyéthylène au moyen d'un microscope

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 60811-4-1 a été établie par le comité d'études 20 de la CEI: Câbles électriques.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, publiée en 1985, l'amendement 1 (1988) et l'amendement 2 (1993), et constitue une révision technique.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**INSULATING AND SHEATHING MATERIALS OF ELECTRIC
AND OPTICAL CABLES – COMMON TEST METHODS –****Part 4-1: Methods specific to polyethylene and
polypropylene compounds –
Resistance to environmental stress cracking –
Measurement of the melt flow index –
Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene
by direct combustion – Measurement of carbon black content by
thermogravimetric analysis (TGA) –
Assessment of carbon black dispersion in polyethylene
using a microscope**

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 60811-4-1 has been prepared by IEC technical committee 20: Electric cables.

This second edition cancels and replaces the first edition, published in 1985, amendment 1 (1988) and amendment 2 (1993), and constitutes a technical revision.

Les principaux changements par rapport à l'édition précédente sont les suivants:

- a) l'essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air est supprimé de cette partie de la CEI 60811. Il est maintenant décrit uniquement dans la CEI 60811-4-2;
- b) une méthode thermogravimétrique pour la détermination de la teneur en noir de carbone est ajoutée;
- c) une méthode d'évaluation de la dispersion du noir de carbone est introduite.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
20/687/FDIS	20/701/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 la date de maintenance indiquée sur le site web de la CEI sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

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

The principal changes with respect to the previous edition are listed below:

- a) the wrapping test after thermal ageing in air is deleted from this part of IEC 60811. It is now given only in IEC 60811-4-2;
- b) a thermogravimetric method is added for determination of carbon black content;
- c) a method is introduced for assessment of carbon black dispersion.

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

FDIS	Report on voting
20/687/FDIS	20/701/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 the maintenance result date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

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

MATÉRIAUX D'ISOLATION ET DE GAINAGE DES CÂBLES ÉLECTRIQUES ET OPTIQUES – MÉTHODES D'ESSAIS COMMUNES –

Partie 4-1: Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et polypropylène – Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement – Mesure de l'indice de fluidité à chaud – Mesure dans le polyéthylène du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales par méthode de combustion directe – Mesure du taux de noir de carbone par analyse thermogravimétrique – Evaluation de la dispersion du noir de carbone dans le polyéthylène au moyen d'un microscope

1 Généralités

1.1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 60811 précise les méthodes d'essais à employer pour l'essai des matériaux d'isolation et de gainage polymère des câbles électriques et optiques pour la distribution d'énergie et les télécommunications, y compris les câbles à bord des navires et pour les applications offshore. Ces méthodes d'essais s'appliquent spécifiquement aux mélanges PE et PP, y compris les mélanges d'isolation cellulaire avec ou sans peau.

1.2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60811-1-3:1993, *Matériaux d'isolation et de gainage des câbles électriques – Méthodes d'essais communes – Partie 1: Application générale – Section 3: Méthodes de détermination de la masse volumique – Essais d'absorption d'eau – Essai de rétraction*

ISO 18553:2002, *Méthode d'estimation de la dispersion du pigment et du noir de carbone dans les tubes, raccords et compositions à base de polyoléfines*

2 Termes et définitions

Pour les besoins de ce document, la distinction entre le polyéthylène basse densité, moyenne densité et le PE haute densité est faite selon les explications présentées ci-dessous:

Type de polyéthylène	Densité à 23 °C ^a g/cm ³
Polyéthylène basse densité	≤ 0,925
Polyéthylène moyenne densité	> 0,925 ≤ 0,940
Polyéthylène haute densité	> 0,940

^a Les densités se rapportent aux résines non chargées et sont déterminées au moyen de la méthode définie à l'Article 8 de la CEI 60811-1-3.

INSULATING AND SHEATHING MATERIALS OF ELECTRIC AND OPTICAL CABLES – COMMON TEST METHODS –

Part 4-1: Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds – Resistance to environmental stress cracking – Measurement of the melt flow index – Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene by direct combustion – Measurement of carbon black content by thermogravimetric analysis (TGA) – Assessment of carbon black dispersion in polyethylene using a microscope

1 General

1.1 Scope

This part of IEC 60811 specifies the test methods to be used for testing polymeric insulating and sheathing materials of electric and optical fibre cables for power distribution and telecommunications, including cables used on ships and in offshore applications. These test methods apply specifically to PE and PP compounds, including cellular compounds and foam skin for insulation.

1.2 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 60811-1-3:1993, *Insulating and sheathing materials of electric cables – Common test methods – Part 1: General application – Section 3: Methods for determining the density – Water absorption tests – Shrinkage test*

ISO 18553:2002, *Method for the assessment of the degree of pigment or carbon black dispersion in polyolefin pipes, fittings and compounds*

2 Terms and definitions

For the purposes of this document, a distinction is made between low-density, medium-density and high-density PE as shown below:

Type of polyethylene	Density at 23 °C ^a g/cm ³
Low-density polyethylene	≤0,925
Medium-density polyethylene	>0,925 ≤0,940
High-density polyethylene	>0,940

^a These densities refer to unfilled resins as determined by the method specified in Clause 8 of IEC 60811-1-3.

3 Valeurs d'essais

Les conditions d'essais complètes (telles que températures, durées, etc.) et les exigences d'essais complètes ne figurent pas dans cette norme. Elles figurent, en principe, dans les normes particulières à chaque type de câble.

Toutes les exigences d'essais données dans cette norme peuvent être modifiées par la norme du câble correspondant afin de répondre aux besoins particuliers de celui-ci.

4 Application

Les valeurs de conditionnement et les paramètres d'essais qui sont indiqués correspondent aux mélanges d'isolation et de gainage ainsi qu'aux fils et câbles rigides et souples, des types les plus courants.

5 Essais de type et autres essais

Cette norme décrit essentiellement des méthodes relatives aux essais de type. Pour certains essais, des différences importantes existent entre les conditions dans lesquelles sont conduits les essais de type et les essais plus répétitifs, comme les essais individuels; ces différences sont alors précisées.

6 Préconditionnement

Tous les essais doivent être réalisés pas moins de 16 h après l'extrusion ou la vulcanisation (ou la réticulation), s'il y a lieu, des mélanges d'isolation ou de gainage.

7 Valeur médiane

Plusieurs résultats d'essais étant obtenus et classés par valeurs croissantes ou décroissantes, la valeur médiane est la valeur du milieu de la série si le nombre de valeurs disponibles est impair, et la moyenne arithmétique des deux valeurs centrales dans la série si le nombre est pair.

8 Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement

8.1 Généralités

Ces procédures d'essais s'appliquent uniquement aux granulés d'origine utilisés comme matériaux de gainage.

Méthode A

S'applique aux matériaux soumis à des conditions et à des environnements moins sévères pour le système câblé.

Méthode B

S'applique aux matériaux soumis à des conditions et à des environnements plus sévères pour le système câblé.

3 Test values

Full test conditions (such as temperatures, durations, etc.) and full test requirements are not specified in this standard. It is intended that they should be specified by the standard dealing with the relevant type of cable.

Any test requirements which are given in this standard may be modified by the relevant cable standard to suit the needs of a particular type of cable.

4 Applicability

Conditioning values and testing parameters are specified for the most common types of insulating and sheathing compounds and of cables, wires and cords.

5 Type tests and other tests

The test methods described in this standard are primarily intended to be used for type tests. In certain tests, where there are essential differences between the conditions for type tests and those for more frequent tests, such as routine tests, these differences are indicated.

6 Pre-conditioning

All the tests shall be carried out not less than 16 h after the extrusion or vulcanization (or cross-linking), if any, of the insulating or sheathing compounds.

7 Median value

When several test results have been obtained and ordered in an increasing or decreasing succession, the median value is the middle value if the number of available values is odd, and the mean of the two middle values if the number is even.

8 Resistance to environmental stress cracking

8.1 General

These test procedures apply only to the original granules used as sheathing materials.

Procedure A

Applies to materials which will encounter less severe cable system conditions and environments.

Procedure B

Applies to materials which will encounter more severe cable system conditions and environments.

8.2 Appareillage

L'appareillage doit comporter les éléments suivants:

8.2.1 Presse chauffante pour fabriquer les plaques d'essai moulées, munie de plateaux plus larges que les plaques d'appui.

8.2.2 Deux plaques d'appui en métal rigide de $(6 \pm 0,5)$ mm d'épaisseur et d'environ $200 \text{ mm} \times 230 \text{ mm}$ de côté, percées chacune d'un trou sur un côté de manière qu'un indicateur de température puisse être logé dans les 5 mm mesurés à partir du centre de la plaque.

8.2.3 Deux feuilles intercalaires d'environ $200 \text{ mm} \times 230 \text{ mm}$, par exemple des feuilles en aluminium de 0,1 mm à 0,2 mm d'épaisseur.

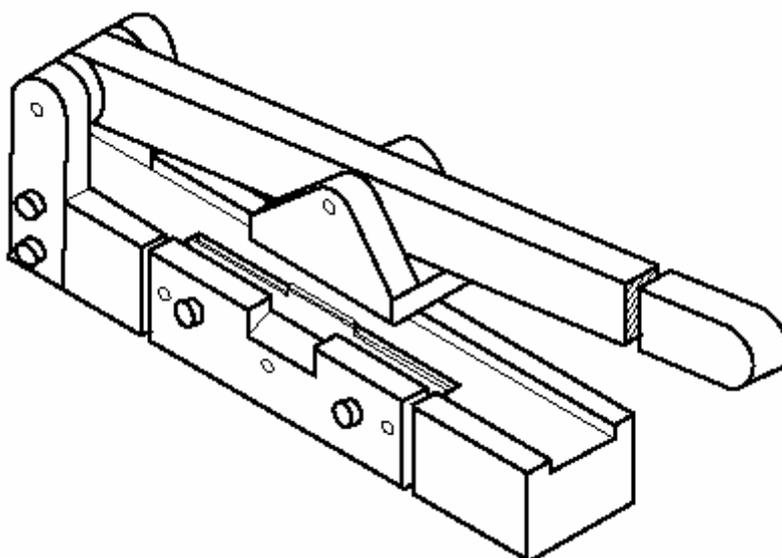
8.2.4 Des châssis de moulage prévus pour réaliser des plaques d'essai $150 \text{ mm} \times 180 \text{ mm} \times (3,3 \pm 0,1)$ mm comportant un angle intérieur arrondi sur un rayon de 3 mm.

8.2.5 Une étuve à air chauffée électriquement avec circulation d'air forcée et un dispositif de programmation permettant d'abaisser la température à une vitesse de $(5 \pm 0,5)$ K/h.

8.2.6 Un emporte-pièce, propre, affûté, sans défaut, ainsi qu'une presse permettant de découper des éprouvettes de $(38,0 \pm 2,5) \text{ mm} \times (13,0 \pm 0,8) \text{ mm}$ ou tout autre dispositif adéquat.

8.2.7 Un micromètre à cadran à touches planes de 4 mm à 8 mm de diamètre et à jauge de pression de 5 N/cm^2 à 8 N/cm^2 .

8.2.8 Appareil à entailler (voir Figure 1), muni de lames (voir Figure 2).



IEC 621/04

NOTE La lame est profilée à partir de lames «Gem» selon la Figure 2; voir également l'Annexe A.

Figure 1 – Appareil à entailler

8.2 Apparatus

The apparatus shall comprise the following elements:

8.2.1 Heatable press for producing moulded test sheets, with platens which are larger than the backing plates.

8.2.2 Two rigid metal backing plates ($6 \pm 0,5$) mm thick and about 200 mm × 230 mm in area, each drilled with a hole from one edge so that a temperature sensor can be located within 5 mm of the centre of the plate.

8.2.3 Two separator sheets, about 200 mm × 230 mm, for instance aluminium foil 0,1 mm to 0,2 mm thick.

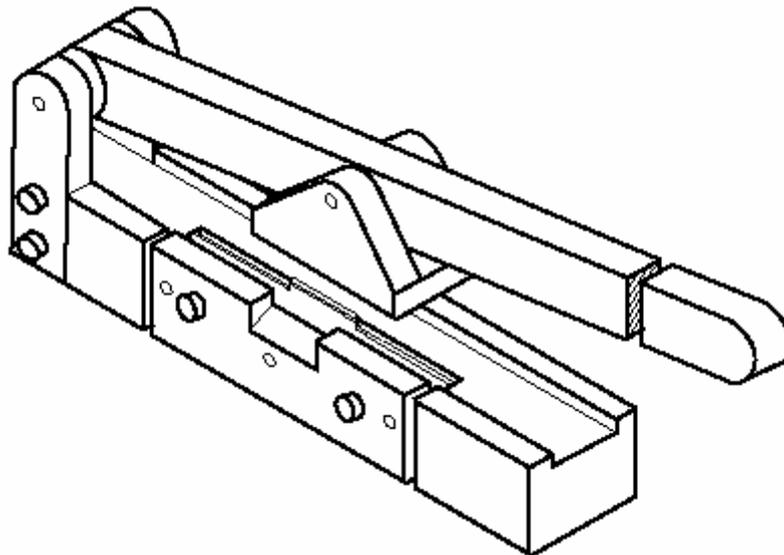
8.2.4 Suitable moulding chases for producing test sheets, 150 mm × 180 mm × ($3,3 \pm 0,1$) mm with internal corners rounded to a radius of 3 mm.

8.2.5 Electrically heated air oven with forced air circulation and programming device which lowers temperature at a rate of ($5 \pm 0,5$) K/h.

8.2.6 Clean, sharp, undamaged blanking die with blanking press suitable for cutting test pieces ($38,0 \pm 2,5$) mm × ($13,0 \pm 0,8$) mm or other suitable devices.

8.2.7 Dial gauge, with plane gauging faces 4 mm to 8 mm in diameter and a gauging pressure of 5 N/cm² to 8 N/cm².

8.2.8 Notching devices as in Figure 1 with blades as in Figure 2.



IEC 621/04

NOTE The blade is made of "Gem" blades as in Figure 2 – see also Annex A.

Figure 1 – Notching device

Dimensions en millimètres

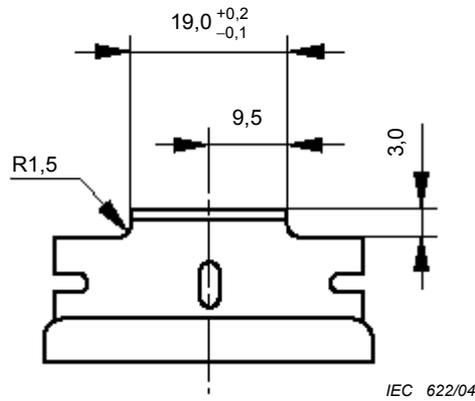
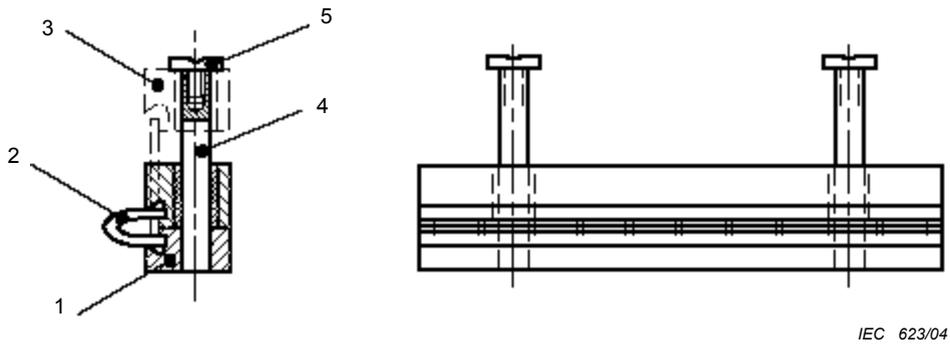


Figure 2 – Lame

8.2.9 Presse de pliage (voir Figure 3) comprenant un étau ou tout autre dispositif permettant d'obtenir la fermeture symétrique des mâchoires de serrage.



Légende

- | | | | |
|---|----------------------|---|-------|
| 1 | Presse arrière | 4 | Guide |
| 2 | Insérer l'éprouvette | 5 | Ecrou |
| 3 | Presse avant | | |

Figure 3 – Presse de pliage

Dimensions in millimetres

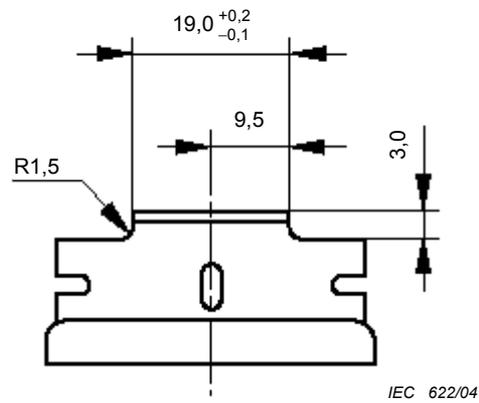
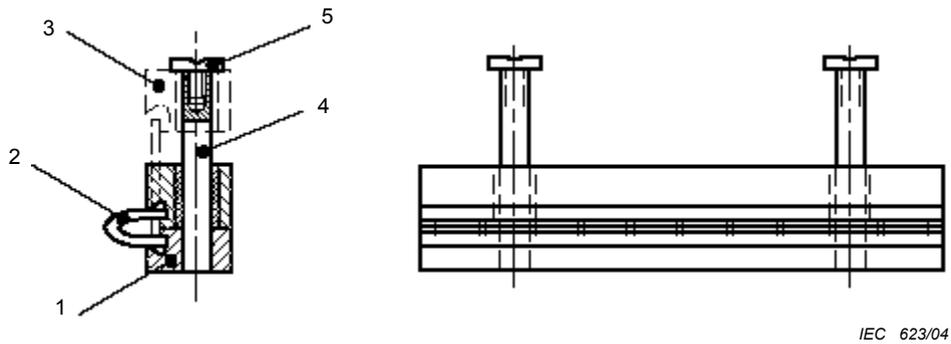


Figure 2 – Blade

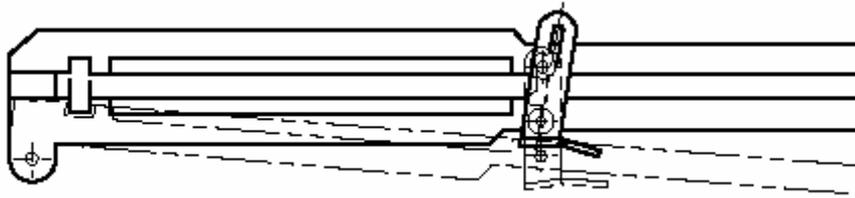
8.2.9 Bending clamp assembly as in Figure 3 with vice or other suitable device ensuring the symmetrical closing of the clamping jaws.



- | | | | |
|---|----------------------|---|-----------|
| 1 | Rear clamp | 4 | Guide bar |
| 2 | Insert test specimen | 5 | Screw |
| 3 | Front clamp | | |

Figure 3 – Bend clamp assembly

8.2.10 Outil de transfert (voir Figure 4) permettant de déplacer en une seule fois les éprouvettes d'essais pliées de la presse de pliage au support en laiton.

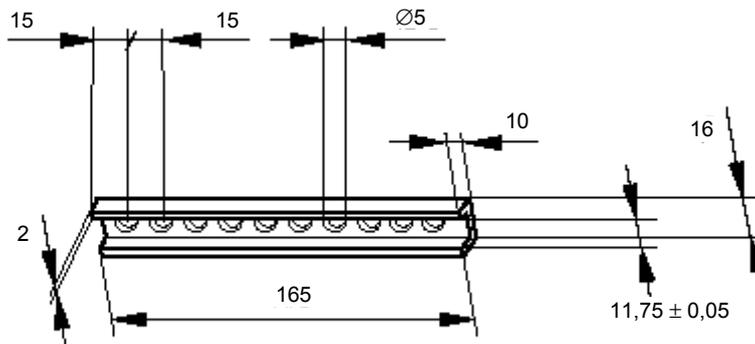


IEC 624/04

Figure 4 – Outil de transfert

8.2.11 Support d'échantillon en laiton (voir Figure 5) en forme de gouttière permettant de réunir dix éprouvettes pliées.

Dimensions en millimètres



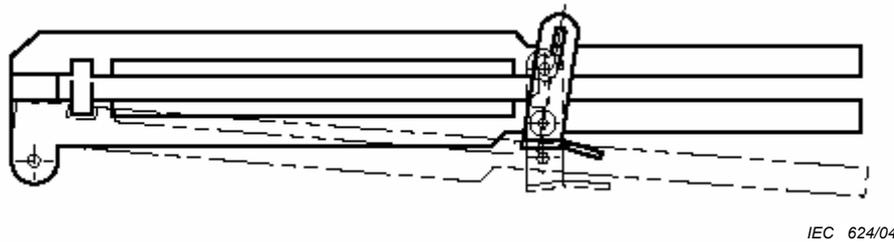
IEC 625/04

La dimension de 11,75 mm ± 0,05 mm est la largeur interne du support.

Figure 5 – Support d'échantillon en laiton

8.2.12 Tubes à essai en verre trempé de 200 mm × 32 mm permettant de loger le support d'éprouvettes en laiton ainsi que les éprouvettes pliées. Les tubes sont obturés à l'aide de bouchons enveloppés dans une feuille d'aluminium appropriée (voir Figure 6).

8.2.10 Transfer tool assembly as in Figure 4 for shifting in one operation the bent test piece(s) from the bending clamp to the brass channel.

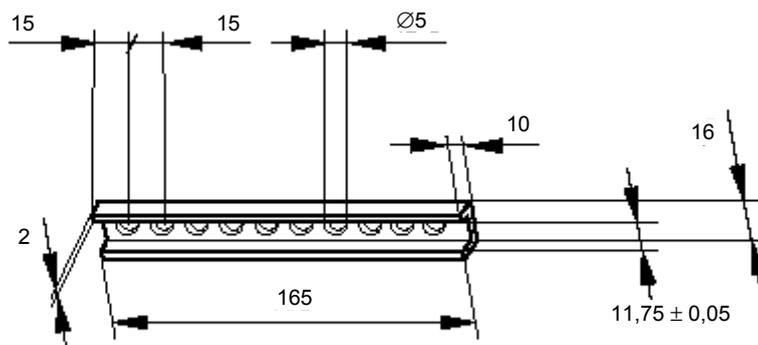


IEC 624/04

Figure 4 – Transfer tool assembly

8.2.11 Brass channel specimen holder as in Figure 5 for accommodating ten bent test pieces.

Dimensions in millimetres

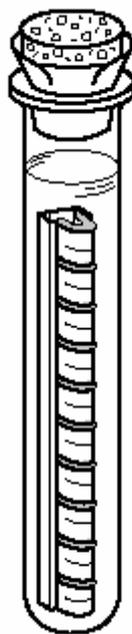


IEC 625/04

The dimension 11,75 mm ± 0,05 mm is the channel internal width.

Figure 5 – Brass channel specimen holder

8.2.12 Hard glass test tubes 200 mm × 32 mm for accommodating the brass channel specimen holder with the bent test specimens. The tubes are plugged by suitable aluminium foil wrapped corks (see Figure 6).



IEC 626/04

Figure 6 – Tube à essai contenant le support d'éprouvettes en laiton (voir 8.2.11) sur lequel sont maintenues dix éprouvettes

8.2.13 Réactifs

Méthode A

Igepal CO-630 à 100 % (Antarox CO-630) ou tout autre réactif ayant la même composition chimique (voir Notes 1 et 2 ci-dessous et l'Annexe A).

Méthode B

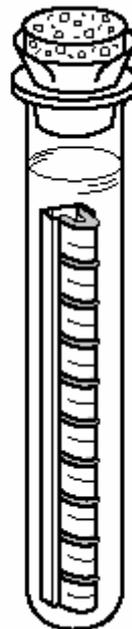
Solution à 10 % en volume d'Igepal CO-630 (Antarox CO-630) dans l'eau ou tout autre réactif ayant la même composition chimique (voir Notes 1, 2 et 3 ci-dessous et Annexe A).

NOTE 1 Il convient que le réactif ne soit pas utilisé plus d'une fois.

NOTE 2 Si le temps de craquelure est plus court que prévu, il convient que la teneur en eau du réactif soit vérifiée car un léger accroissement de la teneur en eau au-delà de la valeur spécifiée de 1 % causerait une augmentation significative de l'activité du réactif.

NOTE 3 Il convient que la solution d'Igepal CO-630 ou d'un produit similaire soit préparée en agitant le mélange à une température de 60 °C à 70 °C pendant 1 h au moins. Il convient que la solution soit utilisée dans la semaine qui suit la préparation.

8.2.14 Un récipient chauffé, de dimensions et de profondeur suffisantes pour accepter les supports maintenant les tubes à essai remplis (voir Figure 6). La température doit être maintenue à $(50 \pm 0,5)$ °C à l'aide d'un équipement approprié. La capacité thermique doit être assez élevée pour permettre à la température de ne jamais tomber au-dessous de 49 °C, même lorsque les tubes à essai sont immergés.



IEC 626/04

Figure 6 – Test tube with inserted brass channel specimen holder as in 8.2.11, containing ten test specimens

8.2.13 Reagents

Procedure A

100 % Igepal CO-630 (Antarox CO-630) or any other reagent having the same chemical composition (see Notes 1 and 2 below and Annex A).

Procedure B

10 % solution (by volume) in water of Igepal CO-630 (Antarox CO-630) or any other reagent having the same chemical composition (see Notes 1, 2 and 3 below and Annex A).

NOTE 1 The reagent should not be used more than once.

NOTE 2 In the case of unexpectedly short failure times, the reagent should be checked for water content as small increases in water content beyond the specified maximum of 1 % will cause a significant increase in reagent activity.

NOTE 3 Water solution of Igepal CO-630 or similar material should be prepared by paddle-stirring the mixture at 60 °C to 70 °C for at least 1 h. The solution should be used within one week of preparation.

8.2.14 A heated container of sufficient size and depth to accept racks which will hold the filled test tubes (see Figure 6). The temperature shall be maintained at $(50 \pm 0,5)$ °C by means of suitable equipment and the thermal capacity shall be high enough to ensure that the temperature does not drop below 49 °C even when the test tubes are inserted.

8.3 Préparation des plaques d'essai

8.3.1 Pour préparer les plaques d'essai, une feuille propre intercalaire conforme à 8.2.3 doit être placée sur la plaque d'appui conforme à 8.2.2, le châssis de moulage étant conforme à 8.2.4. Le châssis doit être rempli avec (90 ± 1) g de granulés ou de produit broyé de manière à former une couche continue au-dessus de laquelle une seconde feuille intercalaire, puis la seconde plaque d'appui doivent être placées. Aucun agent de démoulage ne doit être utilisé.

8.3.2 Cet ensemble doit être placé dans la presse chauffante décrite en 8.2.1, chauffée au préalable à 170 °C. Une force ≤ 1 kN est appliquée par fermeture des plateaux.

8.3.3 Lorsque la température indiquée par les sondes placées dans les plaques d'appui a atteint 165 °C à 170 °C, appliquer au moule, au moyen de la presse, la totalité de la charge de 50 kN à 200 kN pendant une période de 2 min durant laquelle les sondes doivent continuer d'indiquer la température de 165 °C à 170 °C. A l'issue de la phase de pressage, le chauffage doit être stoppé en enlevant le moule de la presse ou en refroidissant rapidement celle-ci tout en maintenant la pleine force.

8.4 Conditionnement des plaques d'essai

Le résultat de l'essai pouvant être dépendant du conditionnement, celui-ci sera fixé d'un commun accord entre les parties intéressées. A défaut, le traitement décrit ici doit constituer le traitement de référence.

Les plaques d'appui sont enlevées sans détériorer les intercalaires. Puis la plaque d'essai moulée est placée dans l'étuve décrite en 8.2.5 en s'assurant que l'air circule librement autour d'elle. Le moulage doit être bien appliqué horizontalement sur les surfaces conductrices de façon qu'un bon contact soit maintenu entre les intercalaires et le polyéthylène.

La température à une distance inférieure à 5 mm au-dessus du centre de la surface horizontale de la plaque moulée doit ensuite être contrôlée comme suit.

La température de l'étuve doit être maintenue pendant 1 h à 145 °C \pm 2 °C pour le polyéthylène basse densité, 155 °C \pm 2 °C pour le polyéthylène moyenne densité et 165 °C \pm 2 °C pour le polyéthylène haute densité. Le refroidissement doit se faire à une vitesse de (5 ± 2) K/h jusqu'à ce que la température atteinte soit de 29 °C \pm 1 °C. Il est également permis de refroidir les plaques moulées dans la presse elle-même. La vitesse réelle de refroidissement doit être enregistrée sur un graphique.

NOTE Le conditionnement des plaques est facultatif. En cas de doute, il convient d'utiliser une éprouvette conditionnée.

8.5 Examen visuel des plaquettes d'essai

Les plaques doivent normalement présenter une surface lisse et ne contenir ni bulles ni empreintes superficielles à moins qu'elles ne soient situées dans les 10 mm à partir des bords.

8.6 Méthode d'essai

8.6.1 Préparation des éprouvettes

En utilisant l'emporte-pièce et la presse à découper décrits en 8.2.6 ou un autre outillage adéquat, découper dix éprouvettes comme indiqué en 8.6.2 dans la plaque à partir de 25 mm des bords de celle-ci, de façon que la pellicule de matière située entre les trous après le prélèvement des éprouvettes ne soit pas détériorée par des manipulations.

L'épaisseur des éprouvettes, déterminée à l'aide d'un micromètre à cadran selon 8.2.7, doit être conforme à 8.6.2. Les bords de l'éprouvette doivent être à l'équerre; ceux qui ne le sont pas peuvent conduire à des résultats erronés.

8.3 Preparation of the test sheets

8.3.1 For preparing a test, a clean separator foil as in 8.2.3 shall be placed on the backing plate as in 8.2.2, the moulding chase as in 8.2.4. The chase shall be filled with (90 ± 1) g of granules or mill-massed material forming a uniform layer on top of which the second separator foil and then the second backing plate shall be placed. No release agent shall be used.

8.3.2 The mould assembly shall be placed in the moulding press as in 8.2.1, preheated to 170 °C, and the press shall be closed, using a force ≤ 1 kN.

8.3.3 When the temperature, as indicated by the sensors in the backing plate, has reached 165 °C to 170 °C, a full force in the range 50 kN to 200 kN shall be applied to the mould by means of the press, for a period of 2 min during which the sensors shall continue to indicate values in the range 165 °C to 170 °C. On completion of the full force phase, the heating of the mould assembly shall be stopped either by removing from the press or by fast cooling in the press under full force.

8.4 Conditioning of the test sheets

Conditioning of test sheets shall be agreed between the interested parties since it may substantially affect the test results. If such an agreement does not exist, the treatment given in this subclause shall be used as a reference treatment.

After removing the backing plates without disturbing the separator foil, the moulded test sheet shall be placed in an oven, as in 8.2.5, so as to permit free circulation of air around it. The moulding shall be well supported on thermally conducting horizontal surfaces and a good contact maintained between the separator foils and the polyethylene.

The temperature as measured not further than 5 mm above the centre of the horizontal surface of the moulded sheet shall then be controlled as follows:

The oven test temperature shall be maintained for 1 h at $145 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ for low-density polyethylene, $155 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ for medium-density polyethylene, and $165 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ for high-density polyethylene. Cooling shall be at the rate of (5 ± 2) K/h until it reaches $29 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$. It is also permissible to cool the moulded test sheets while in the press. The actual cooling rate shall be recorded by a graphical recorder.

NOTE Conditioning of the test sheets should be optional. In case of dispute, a conditioned specimen should be used.

8.5 Visual examination of the test sheets

The sheet shall exhibit a smooth surface and shall not contain any bubbles, lumps or sink marks except within 10 mm of the edge.

8.6 Test procedure

8.6.1 Preparation of the test pieces

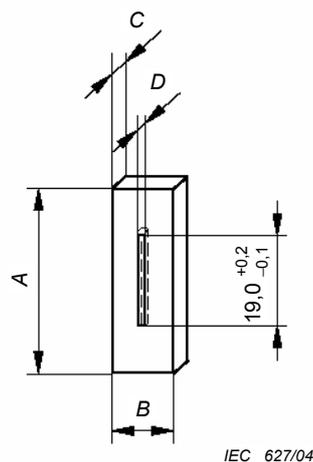
Using the blanking die and blanking press as in 8.2.6 or other suitable devices, ten test pieces as in 8.6.2 shall be cut from a test sheet more than 25 mm from the edges of the sheet so that the web between the holes after removal of the test pieces is not damaged during handling.

The thickness of the test pieces determined using the dial gauge as in 8.2.7 shall be in accordance with 8.6.2. The test pieces shall be cut with square edges. Bevelled edges may lead to erroneous results.

8.6.2 Entaille et disposition des éprouvettes

Peu de temps avant d'être immergée dans le réactif, chaque éprouvette doit être entaillée (voir Figure 7) en utilisant l'appareil à entailler de 8.2.8. La lame ne doit être ni émoussée ni endommagée et, par conséquent, doit être remplacée si nécessaire. Même dans des conditions d'emploi favorables, il est recommandé de ne pas les utiliser pour plus de 100 encoches.

Dimensions en millimètres



Densité des polyéthylènes de gainage ^a	A mm	B mm	C mm	D ^b mm
≤ 0,940 g/cm ³	38,0 ± 2,5	13,0 ± 0,8	3,00 à 3,30	0,50 à 0,65
> 0,940 g/cm ³	38,0 ± 2,5	13,0 ± 0,8	1,75 à 2,0	0,30 à 0,40

^a La densité est celle de la résine non chargée, selon l'Article 4.
^b La profondeur D doit être uniforme sur toute sa longueur.

Figure 7 – Eprouvettes entaillées

Les dix éprouvettes sont alors placées dans la presse de pliage de 8.2.9, l'entaille en haut. La mâchoire doit être refermée à l'aide d'un étau ou d'une presse motorisée à vitesse constante pendant 30 s à 35 s.

Les éprouvettes pliées sont enlevées de la mâchoire de pliage à l'aide de l'outil de transfert de 8.2.10 et placées dans la gouttière en laiton de 8.2.11. Si quelques éprouvettes se placent en position trop élevée par rapport aux autres, elles doivent être ramenées au même niveau par pression manuelle.

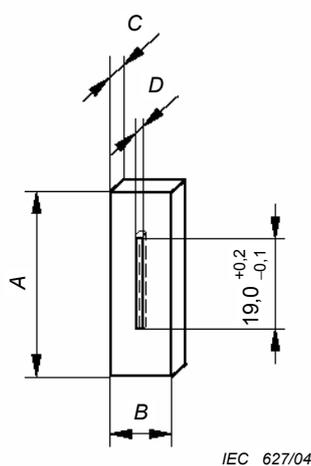
Le support doit être placé dans un tube suivant 8.2.12, de 5 min à 10 min après que les échantillons ont été pliés. Le tube à essai doit être rempli avec le réactif approprié selon 8.2.13 jusqu'à ce que toutes les éprouvettes soient recouvertes par le liquide, et il doit être obturé avec un bouchon.

Le tube est placé immédiatement dans un râtelier à l'intérieur du récipient chauffé selon 8.2.14. Veiller à ce que les éprouvettes ne touchent pas le tube pendant l'essai. Noter le moment à partir duquel les tubes sont immergés dans le récipient chauffé.

8.6.2 Notching and inserting of the test pieces

Shortly before placing into the reagent, each of the test pieces shall be given a notch (see Figure 7) using the notching device as in 8.2.8. The blade shall be neither dull nor damaged and, therefore, shall be replaced as required. Even under favourable conditions, it should not be used for more than 100 notches.

Dimensions in millimetres



Density of PE-sheathing compounds ^a	A mm	B mm	C mm	D ^b mm
≤0,940 g/cm ³	38,0 ± 2,5	13,0 ± 0,8	3,00 to 3,30	0,50 to 0,65
>0,940 g/cm ³	38,0 ± 2,5	13,0 ± 0,8	1,75 to 2,0	0,30 to 0,40

^a The density is for the unfilled resin, according to Clause 4.
^b The depth *D* shall be uniform along its length.

Figure 7 – Notched test pieces

Ten test pieces shall then be placed, with the notch up, in the bending clamp as in 8.2.9. The clamp shall be closed for 30 s to 35 s by means of a vice or a motor-driven arbor press at a constant speed.

The bent test pieces shall be lifted with the transfer tool as in 8.2.10 from the bending clamp and placed in the brass channel as in 8.2.11. If some test pieces are riding too high in the holder, they shall be forced down by manual pressure.

The holder shall be inserted in a tube as in 8.2.12, 5 min to 10 min after the test pieces have been bent. The test tube shall be filled with the appropriate reagent as in 8.2.13 until all the test pieces are covered by the liquid, and shall be closed by a cork.

The filled test tube shall be placed immediately in a rack in the heated container as in 8.2.14. Care shall be taken so that the test pieces do not touch the test tube during the test. The moment of insertion in the heated container shall be noted.

8.7 Evaluation des résultats

En général, la fissuration sous contrainte d'environnement débute à partir de l'entaille, à angle droit par rapport à celle-ci. Le premier indice de craquelure, examiné à l'oeil normal ou corrigé et sans grossissement, désigne une éprouvette non conforme.

Méthode A

Après 24 h passées dans le récipient chauffé, le nombre d'éprouvettes non conformes ne doit pas dépasser cinq. Dans le cas où six éprouvettes sont défectueuses, l'essai est considéré comme négatif. Il peut cependant être recommencé une fois en utilisant dix éprouvettes provenant d'une nouvelle plaquette et le nombre d'éprouvettes non conformes ne doit pas dépasser cinq.

Méthode B

Après 48 h dans le récipient chauffé, aucune éprouvette ne doit présenter de craquelure. Si une seule éprouvette a craqué, l'essai est à considérer comme négatif. Il peut cependant être recommencé une fois en utilisant dix éprouvettes provenant d'une nouvelle plaquette et aucune éprouvette ne doit être défectueuse.

8.8 Résumé des conditions opératoires et des exigences relatives aux méthodes A et B

Conditions et/ou exigences	Méthode A	Méthode B
Préparation des plaquettes d'essai:		
– Température °C	165 à 170	
– Force kN	50 à 200	
– Temps min	2	
Conditionnement des plaquettes d'essai:		
– Domaine de température °C	voir note a	
– Vitesse de refroidissement K/h	5 ± 2	
Conditions d'essai:		
– Réactif ^b – concentration %	100	10
– Température °C	50, 0 ± 0,5	
– Durée (minimale) h	24	48
Exigences:		
– Nombre d'essais non satisfaisants Max.	5 éprouvettes (F 50)	0 éprouvette (F 0)
<p>^a La température de départ varie en fonction du type de polymère 145 °C ± 2 °C pour le polyéthylène basse densité; 155 °C ± 2 °C pour le polyéthylène moyenne densité; 165 °C ± 2 °C pour le polyéthylène haute densité. Température finale 29 °C ± 1 °C.</p> <p>^b Igepal CO-630 ou tout autre réactif ayant la même composition chimique.</p>		

9 Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air

NOTE L'essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air est maintenant décrit uniquement à l'Article 10 de la CEI 60811-4-2.

10 Mesure de l'indice de fluidité à chaud

10.1 Généralités

L'indice de fluidité à chaud (IF) du polyéthylène et des mélanges à base de polyéthylène correspond à la masse de matériau extrudé en 1,5 min ou 10 min à 190 °C à travers une filière déterminée, sous l'action d'une charge spécifiée par la méthode utilisée.

NOTE 1 La même méthode est spécifiée également dans l'ISO 1133.

NOTE 2 L'indice de fluidité à chaud n'est pas appliqué au polyéthylène retardateur de flamme.

8.7 Evaluation of results

In general, environment stress cracking starts at the notch and runs at right angles to it. The first sign of a crack when examined with normal or corrected vision without magnification constitutes a failure of the test piece.

Procedure A

After 24 h in the heated container no more than five test pieces shall have failed. If six test pieces have failed, the test is to be considered as not passed. The test may be repeated once using ten test pieces from a new test sheet, and no more than five test pieces shall fail.

Procedure B

After 48 h in the heated container, no test pieces shall have failed. If one test piece has failed, the test is to be considered as not passed. The test may be repeated once using ten test pieces from a new sheet, and no test piece shall fail.

8.8 Summary of test conditions and requirements for procedures A and B

Conditions and/or requirements	Method A	Method B
Preparation of the test sheets:		
– Temperature °C	165 to 170	
– Force kN	50 to 200	
– Time min	2	
Conditioning of test sheets:		
– Temperature range °C	See note a	
– Cooling rate K/h	5 ± 2	
Test conditions:		
– Reagent ^b – concentration %	100	10
– Temperature °C	$50,0 \pm 0,5$	
– Duration (minimum) h	24	48
Requirements:		
– Failure rate Max.	5 test pieces (F 50)	0 test pieces (F 0)
<p>^a Starting temperature varies according to polymer type: 145 °C ± 2 °C for low-density polyethylene; 155 °C ± 2 °C for medium-density polyethylene; 165 °C ± 2 °C for high-density polyethylene. Final temperature 29 °C ± 1 °C.</p> <p>^b Igepal CO-630 or any other reagent having the same chemical composition.</p>		

9 Wrapping test after thermal ageing in air

NOTE Wrapping after thermal ageing in air is now covered only by Clause 10 in IEC 60811-4-2.

10 Measurement of the melt flow index

10.1 General

The melt flow index (MFI) of polyethylene and polyethylene compounds is the quantity of material extruded in 1,5 min or 10 min at 190 °C through a specified die under the action of a load determined by the method used.

NOTE 1 The same method is also specified in ISO 1133.

NOTE 2 The melt flow index is not applicable to flame retarding polyethylene.

10.2 Appareillage

L'appareillage est basé sur une extrusion plastomère, le schéma étant présenté à la Figure 8. Le polyéthylène contenu dans le cylindre vertical est extrudé à travers une filière sous la poussée de la charge d'un piston dans les conditions de température contrôlées. Toutes les surfaces de l'appareillage en contact avec le matériau en essai doivent être bien polies.

L'appareillage comporte les parties principales suivantes:

a) Cylindre en acier

Cylindre en acier fixé verticalement et isolé thermiquement afin de pouvoir opérer à 190 °C. Le cylindre doit avoir au moins 115 mm de longueur; son diamètre intérieur peut être compris entre 9,5 mm et 10 mm et doit satisfaire aux exigences du point b) ci-dessous. La base du cylindre doit être isolée thermiquement si la surface du métal à nu est supérieure à 4 cm² et il est recommandé d'utiliser comme produit isolant le polytétrafluoroéthylène (épaisseur d'environ 3 mm) pour éviter le collage du produit extrudé.

b) Piston évidé en acier

Piston évidé en acier dont la longueur doit être au moins égale à celle du cylindre. L'axe du cylindre et l'axe du piston doivent coïncider et la longueur utile du piston doit être de 135 mm maximum. Il doit avoir une tête de $(6,35 \pm 0,10)$ mm de longueur. Le diamètre de la tête doit être inférieur au diamètre intérieur du cylindre de $(0,075 \pm 0,015)$ mm sur toute la longueur utile du cylindre. De plus, pour le calcul de la charge (voir point c)) il convient que ce diamètre soit connu à $\pm 0,025$ mm près. L'arête inférieure de la tête doit être arrondie selon un rayon de 0,4 mm et l'arête supérieure doit être abattue. Au-dessus de la tête, le piston doit avoir environ 9 mm de diamètre. Un dispositif peut être ajouté au sommet du piston pour supporter une masse amovible, mais le piston doit être isolé thermiquement de cette masse.

c) Charge amovible sur le piston

Les masses combinées de la charge et du piston doivent être telles que la force P exercée soit de

$P = 21,2$ N dans le cas de la méthode A (voir 10.5);

$P = 49,1$ N dans le cas de la méthode C (voir 10.6);

d) Système de chauffage

Un système de chauffage permet de maintenir le polyéthylène contenu dans le cylindre à la température de $(190 \pm 0,5)$ °C. L'emploi d'un système de contrôle automatique de la température est vivement recommandé.

e) Dispositif de mesure de la température

Un dispositif de mesure de la température situé aussi près que possible de la filière, mais contenu dans la masse même du cylindre. Ce dispositif doit être étalonné pour mesurer la température avec une précision de $\pm 0,1$ °C.

10.2 Apparatus

The apparatus is basically an extrusion plastometer, the general design being as shown in Figure 8. Polyethylene, which is contained in a vertical cylinder, is extruded through a die by a loaded piston under controlled temperature conditions. All surfaces of the apparatus in contact with the material under test shall have a high polish.

The apparatus consists of the following essential parts:

a) Steel cylinder

A steel cylinder fixed in a vertical position and thermally insulated for operation at 190 °C. The cylinder shall be at least 115 mm long with an internal diameter of between 9,5 mm and 10 mm and complying with the requirements in item b) below. The base of the cylinder shall be thermally insulated if the area of the exposed metal exceeds 4 cm² and it is recommended that the insulating material used be polytetrafluoroethylene (thickness about 3 mm) in order to avoid sticking of the extruded material.

b) Steel hollow piston

A steel hollow piston with a length at least the same as that of the cylinder. The axes of the cylinder and of the piston shall coincide and the effective length of the piston shall be a maximum of 135 mm. There is a head of length $(6,35 \pm 0,10)$ mm. The diameter of the head shall be less than the internal diameter of the cylinder at all points along the working length of the cylinder by $(0,075 \pm 0,015)$ mm. In addition, for calculating the load (see item c) this diameter should be known within $\pm 0,025$ mm. The lower edge of the head shall have a radius of 0,4 mm and the upper edge has its sharp edge removed. Above the head, the piston is relieved to about 9 mm diameter. A stud may be added at the top of the piston to support the removable load, but the piston is thermally insulated from this load.

c) Removable load on top of the piston

The combined masses of the load and the piston shall be such that the force P applied is:

$P = 21,2$ N in the case of method A (see 10.5);

$P = 49,1$ N in the case of method C (see 10.6);

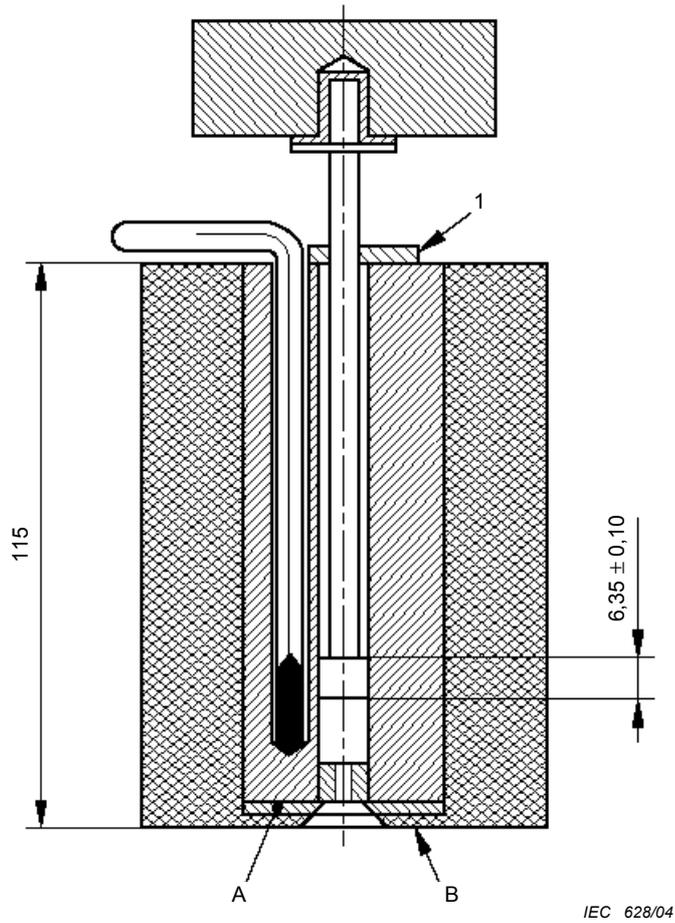
d) Heater

A heater to maintain the polyethylene in the cylinder at a temperature of $(190 \pm 0,5)$ °C. An automatic temperature control is strongly recommended.

e) Temperature measuring device

A temperature measuring device located as closely as possible to the die, but situated within the body of the cylinder. The measuring device shall be calibrated to permit temperature measurement to an accuracy of $\pm 0,1$ °C.

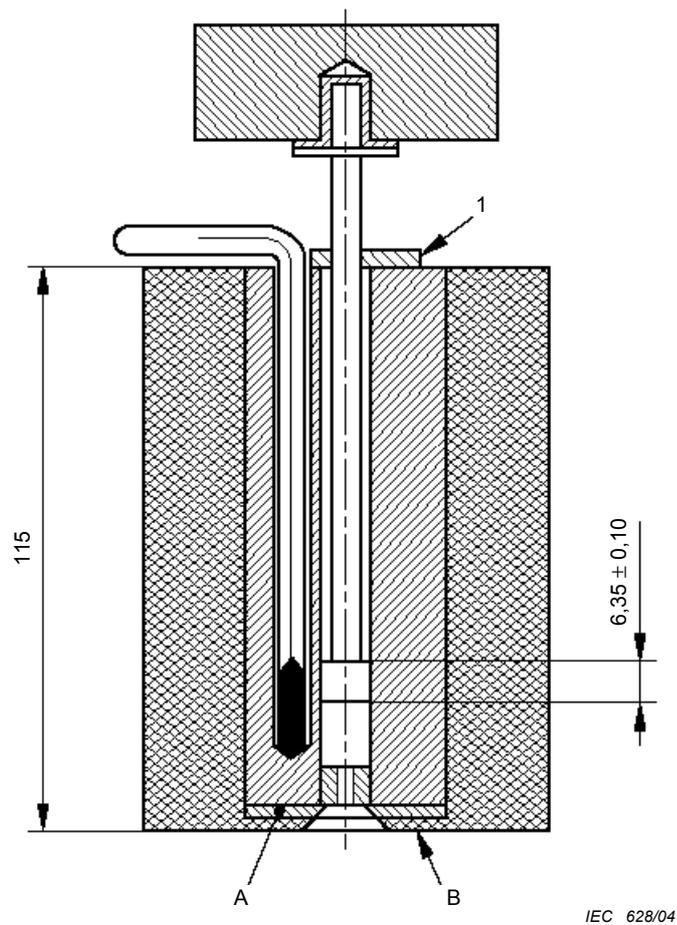
Dimensions en millimètres



Légende

- 1 Bague de guidage

Figure 8 – Appareil pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud (schéma montrant le cylindre extérieur à grand diamètre, la plaque de fixation A de la filière et la plaque isolante B)

**Key**

1 Guide collar

Figure 8 – Apparatus for determining melt flow index (showing large external diameter cylinder, die-retaining plate A and insulating plate B)

Dimensions en millimètres

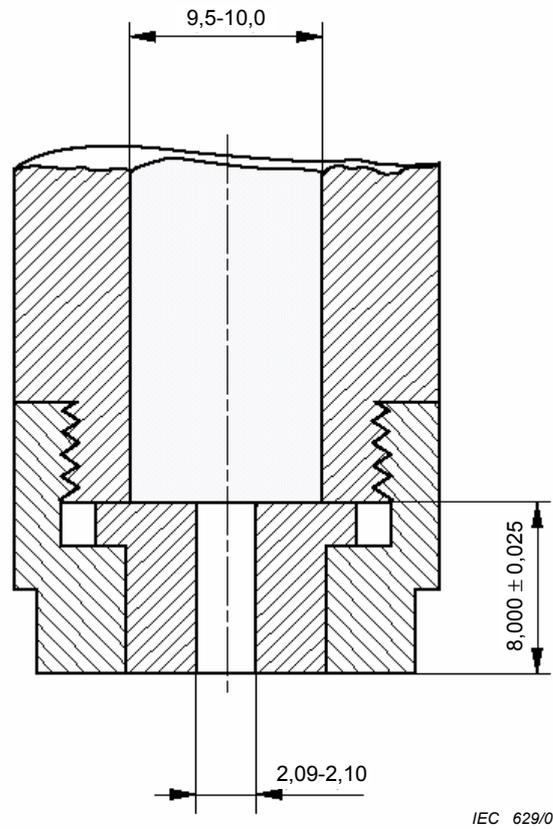


Figure 9 – Filière (montrant le cylindre extérieur de petit diamètre avec un exemple de maintien de la filière)

Dimensions in millimetres

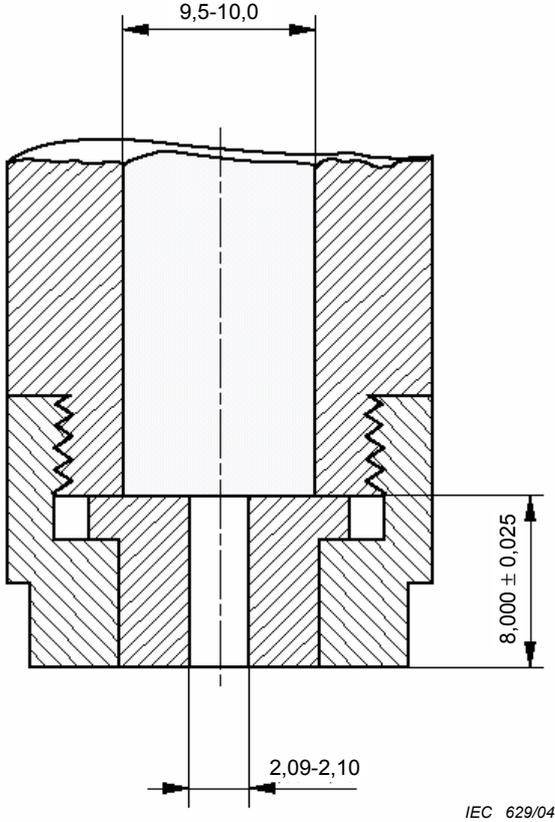


Figure 9 – Die (showing small external diameter cylinder with an example method of retaining the die)

f) Filière

Une filière de $(8,000 \pm 0,025)$ mm de longueur réalisée en acier trempé; son diamètre intérieur moyen doit être compris entre 2,090 mm et 2,100 mm; il doit être uniforme sur toute la longueur à $\pm 0,005$ mm près (voir Figure 9). La filière ne doit pas faire de saillie à la base du cylindre.

g) Balance

Précise à $\pm 0,0005$ g.

10.3 Echantillons

On prélève un échantillon d'enveloppe isolante ou de gaine d'une masse suffisante à une extrémité du câble ou de fil. On le coupe en morceaux dont les dimensions ne doivent pas dépasser 3 mm dans toutes les directions.

NOTE Si cela est nécessaire, le matériau isolant peut être prélevé sur des conducteurs différents.

10.4 Nettoyage et entretien de l'appareil

Nettoyer l'appareil après chaque essai.

N'utiliser en aucun cas des produits abrasifs ou susceptibles d'endommager les surfaces du piston, du cylindre ou de la filière, pour éliminer les fragments de polyéthylène restant à leur surface ou pour manipuler une partie quelconque de l'appareil.

Le xylène, le tétrahydronaphtalène ou le kérosène sans odeur sont des solvants qui conviennent pour ce nettoyage. Nettoyer le piston lorsqu'il est encore chaud avec un chiffon trempé dans le solvant; de même, nettoyer le cylindre lorsqu'il est encore chaud, avec un écouvillon trempé dans le solvant. Nettoyer la filière au moyen d'une tige en laiton ou d'une cheville de bois, étroitement jointive, puis l'immerger dans le solvant porté à ébullition.

Il est recommandé d'enlever à intervalles réguliers – par exemple une fois par semaine pour les appareils en utilisation constante – la plaque isolante et la plaque de fixation de la filière, s'il y en a une, afin de nettoyer complètement le cylindre (voir Figure 8).

10.5 Méthode A

10.5.1 Généralités

La Méthode A convient à la détermination de l'indice de fluidité à chaud (IF) d'un échantillon de polyéthylène dont l'indice de fluidité est inconnu.

10.5.2 Mode opératoire

Nettoyer l'appareil (voir 10.4). Avant de commencer une série d'essais, la température du cylindre et du piston doivent être à $(190 \pm 0,5)$ °C pendant 15 min; maintenir ensuite cette température pendant l'extrusion du polyéthylène.

Il est recommandé que le dispositif de mesure de la température (voir point e) de 10.2) soit constitué par un thermomètre en verre à mercure fixé à demeure dans la masse du cylindre (voir note ci-dessous). Pour obtenir un meilleur contact thermique, il est recommandé d'utiliser un alliage à point de fusion peu élevé, par exemple le métal de Wood.

NOTE Si un autre système de mesure de la température est employé, il convient de l'étalonner à $(190 \pm 0,5)$ °C avant le commencement de chaque série d'essais par comparaison avec un thermomètre à mercure en verre, lui-même conforme au point e) de 10.2, logé dans le cylindre et immergé dans le polyéthylène à la profondeur convenable.

f) Die

A die of length $(8,000 \pm 0,025)$ mm made of hardened steel, the mean internal diameter being between 2,090 mm and 2,100 mm and uniform along its length to within $\pm 0,005$ mm (see Figure 9). The die shall not project beyond the base of the cylinder.

g) Balance

A balance accurate to $\pm 0,0005$ g.

10.3 Test samples

A sample of insulation or sheath of sufficient mass shall be taken from one end of the cable or wire. The sample shall be cut in pieces, the dimension of which shall not exceed 3 mm in any direction.

NOTE If necessary, the insulating material may be taken from different cores.

10.4 Cleaning and maintenance of the apparatus

The apparatus shall be cleaned after each test.

On no account should abrasives or materials likely to damage the surfaces of the piston, cylinder or die be used in removing superficial polyethylene or in manipulating any part of the apparatus.

Suitable solvents for cleaning the apparatus are xylene, tetrahydronaphthalene or odourless kerosene. The piston shall be cleaned while still hot with a cloth dipped in the solvent, and the cylinder, also while still hot, with a swab dipped in the solvent. The die shall be cleaned with a closely-fitting brass reamer or wooden peg, and then immersed in boiling solvent.

It is recommended that, at fairly frequent intervals, for example once a week for apparatus in constant use, the insulating plate and the die-retaining plate, if fitted (see Figure 8), be removed and the cylinder cleaned thoroughly.

10.5 Method A

10.5.1 General

Method A is suitable for determining the melt flow index (MFI) of a sample of polyethylene whose MFI is unknown.

10.5.2 Test procedure

The apparatus shall be cleaned (see 10.4). Before beginning a series of tests, the temperature of the cylinder and piston shall be at $(190 \pm 0,5)$ °C for 15 min and this temperature maintained during the extrusion of the polyethylene.

It is recommended that the temperature measuring device (see item e) of 10.2) be a mercury-in-glass thermometer located permanently within the mass of the cylinder (see note below). A low melting-point alloy, such as Wood's metal, improves the thermal contact and its use is recommended.

NOTE If any other temperature measuring device is used, it should be calibrated at $(190 \pm 0,5)$ °C before the beginning of each series of tests in comparison with a mercury-in-glass thermometer, conforming to item e) of 10.2, placed within the cylinder and immersed in polyethylene to its appropriate depth of immersion.

Remplir le cylindre avec une fraction de l'échantillon (voir Tableau 1) et mettre en place, au sommet du cylindre, le piston non encore muni de son poids.

Quatre minutes après l'introduction de l'échantillon, temps au bout duquel la température du cylindre doit être revenue à $(190 \pm 0,5)$ °C, placer le poids sur le piston pour provoquer l'extrusion du polyéthylène à travers la filière. La vitesse d'extrusion doit être mesurée par découpe de la matière extrudée à des intervalles de temps réguliers à la sortie de la filière avec un instrument tranchant convenable afin d'obtenir des petites longueurs de produit extrudé que nous appellerons par la suite «extrudats». Les intervalles de temps à respecter pour obtenir ces extrudats sont donnés dans le Tableau 1.

Prélever plusieurs extrudats pendant les premières 20 min qui suivent l'introduction de l'échantillon dans le cylindre. Rejeter le premier extrudat ainsi que tous ceux contenant des bulles d'air. Peser individuellement les extrudats successifs restants, au nombre de trois au minimum, au milligramme près, et calculer leur masse moyenne. Si la différence entre les valeurs maximale et minimale des pesées individuelles est supérieure à 10 % de la valeur moyenne, annuler l'essai et recommencer avec une fraction de l'échantillonnage non encore utilisée.

10.5.3 Expression des résultats

Exprimer l'indice de fluidité à chaud (IF) avec deux chiffres significatifs (voir Note 1) et l'exprimer en g/600 s suivant l'expression IF.190.20.A (voir Note 2):

$$\text{IF.190.20.A} = \frac{600 \times m}{t}$$

où

IF est exprimé en grammes par 10 min;

m est la masse moyenne des extrudats, exprimée en grammes;

t est la durée d'extrusion des extrudats, exprimée en secondes.

NOTE 1 L'indice de fluidité à chaud du polyéthylène peut être modifié par les traitements thermiques et mécaniques précédents qu'il a subis; en particulier son oxydation peut provoquer une réduction de l'indice de fluidité à chaud. L'oxydation pendant la durée même de l'essai peut généralement être la cause d'une réduction systématique de la masse des extrudats successifs. Ce phénomène n'est pas observé avec des polyéthylènes qui renferment un antioxydant.

NOTE 2

190 = température d'essai, exprimée en degrés Celsius.

20 (ou 50 pour la Méthode C) = charge approximative, exprimée en newtons, utilisée par la détermination.

10.6 Méthode C

10.6.1 Généralités

La Méthode C convient à la détermination de l'indice de fluidité à chaud d'un échantillon de polyéthylène dont l'indice, mesuré selon la Méthode A, est inférieur à 1.

10.6.2 Mode opératoire

Le mode opératoire est le même que pour la Méthode A.

Les intervalles de temps pour obtenir les extrudats et la masse d'échantillon à introduire dans le cylindre sont donnés dans le Tableau 1.

The cylinder shall then be charged with a portion of the sample (see Table 1) and the unloaded piston reinserted into the top of the cylinder.

Four minutes after introducing the sample, during which time the temperature of the cylinder shall have returned to $(190 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$, the load is placed on the piston to extrude the polyethylene through the die. The rate of extrusion shall be measured by cutting the extruded material at regular intervals of time at the die with a suitable sharp-edged instrument to give short lengths of extruded material which will be referred to as "cut-offs". The time intervals at which each cut-off is taken are given in Table 1.

Several cut-offs shall be taken within 20 min of the introduction of the sample into the cylinder. The first cut-off and any containing air bubbles shall be ignored. The remaining successive cut-offs, of which there shall be at least three, shall be weighed individually to the nearest milligram and the average mass determined. If the difference between the maximum and the minimum values of the individual weighings exceeds 10 % of the average, the test results shall be discarded and the test repeated on a fresh portion of the sample.

10.5.3 Expression of results

The melt flow index (MFI) shall be reported to two significant figures (see Note 1) and expressed in g/600 s as MFI.190.20.A (see Note 2):

$$\text{MFI.190.20.A} = \frac{600 \times m}{t}$$

where

MFI is expressed in grams per 10 min;

m is the average mass of cut-offs, expressed in grams;

t is the time interval of cut-offs, expressed in seconds.

NOTE 1 The MFI of polyethylene may be affected by previous thermal and mechanical treatments, and in particular oxidation will tend to reduce the MFI. Oxidation occurring during the test will usually cause a systematic reduction in the masses of successive cut-offs. This phenomenon is not exhibited by polyethylene compounds containing an anti-oxidant.

NOTE 2

190 = temperature of tests, expressed in degrees Celsius.

20 (or 50 for Method C) = approximate load, expressed in Newtons applied to the melt.

10.6 Method C

10.6.1 General

Method C is suitable for determining the MFI of a sample of polyethylene whose MFI, measured in accordance with Method A, is below 1.

10.6.2 Test procedure

The test procedure is the same as for Method A.

The time intervals used in obtaining the cut-offs and the mass of the charge put into the cylinder are given in Table 1.

10.6.3 Expression des résultats

L'indice de fluidité à chaud (IF) doit être exprimé avec deux chiffres significatifs (voir Note 1 de 10.5.3) et exprimé en g/150 s suivant l'expression IF.190.50.C (voir Note 2 de 10.5.3):

$$\text{IF.190.50.C} = \frac{150 \times m}{t}$$

NOTE L'application d'un intervalle de temps plus court (150 s) avec une charge plus importante (50 N) fournit des résultats donnés dans l'Echelle C, qui coïncident à peu près avec les résultats qu'on aurait pu obtenir si la Méthode A et l'Echelle A avaient été utilisées. Pourtant, aucune corrélation directe n'existe entre les Echelles A et C.

Tableau 1 – Masse d'échantillon à introduire dans le cylindre, pour les Méthodes A et C et intervalles de temps pour couper les extrudats, en fonction des indices de fluidité

Indice de fluidité à chaud IF	Masse d'échantillon à introduire dans le cylindre g	Intervalles de temps s
0,1 à 0,5	4 à 5	240
0,5 à 1	4 à 5	120
1 à 3,5	4 à 5	60

11 Mesure dans le PE du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales – Méthode de combustion directe

11.1 Echantillonnage

On prélève un échantillon d'enveloppe isolante ou de gaine d'une masse suffisante à une extrémité du câble. On le coupe en morceaux dont les dimensions ne doivent pas dépasser 5 mm dans toutes les directions.

11.2 Mode opératoire

On chauffe au rouge une nacelle d'une longueur d'environ 75 mm, on la laisse refroidir dans un dessiccateur pendant au moins 30 min et on la pèse à 0,0001 g près. Un échantillon de polyéthylène pesant $(1,0 \pm 0,1)$ g doit être placé dans la nacelle et le tout pesé à 0,0001 g près. La masse de la nacelle vide doit être soustraite pour obtenir la masse du polyéthylène à 0,0001 g (quantité A) près.

La nacelle et l'échantillon doivent ensuite être placés au milieu d'un tube à combustion en verre trempé, en silice ou en porcelaine, de diamètre intérieur d'environ 30 mm et d'une longueur de (400 ± 50) mm. Un bouchon portant un thermomètre pour des mesures entre 300 °C et 650 °C et un tube pour l'introduction d'azote sont alors introduits à une extrémité du tube à combustion de façon que l'extrémité du thermomètre touche la nacelle. L'azote, qui doit contenir moins de 0,5 % d'oxygène, circule dans le tube à combustion avec un débit de $(1,7 \pm 0,3)$ /min qui est maintenu durant le chauffage.

En cas de doute, le pourcentage d'oxygène doit être limité à 0,01 %.

Le tube de combustion doit être placé dans un four et sa sortie est reliée à deux pièges à froid en série contenant du trichloréthylène, le premier étant refroidi au dioxyde de carbone solide. La sortie du deuxième piège doit être placée dans un conduit de fumée ou à l'atmosphère extérieure. En variante, il est admis de placer la sortie du tube de combustion directement à l'extérieur.

10.6.3 Expression of results

The MFI shall be reported to two significant figures (see Note 1 of 10.5.3) and expressed in g/150 s as MFI.190.50.C (see Note 2 of 10.5.3):

$$\text{MFI.190.50.C} = \frac{150 \times m}{t}$$

NOTE The use of shorter reference time (150 s) with a heavier load (50 N) gives results quoted on Scale C which agree approximately with results that would have been obtained had Method A and Scale A been used. There is, however, no direct correlation between Scales A and C.

Table 1 – Time intervals (as a function of melt flow index) used in obtaining the cut-offs and mass of the charge put into the cylinder for Methods A and C

Melt flow index MFI	Mass of the charge put into the cylinder g	Time intervals s
0,1 to 0,5	4 to 5	240
0,5 to 1	4 to 5	120
1 to 3,5	4 to 5	60

11 Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene – Direct combustion method

11.1 Sampling

A sample of the insulation or sheath of sufficient weight shall be taken from one end of the cable. The sample shall be cut in pieces, the dimensions of which shall not exceed 5 mm in any direction.

11.2 Test procedure

A combustion boat about 75 mm long shall be heated until it is red hot, allowed to cool in the desiccator for at least 30 min and weighed to the nearest 0,0001 g. A sample of polyethylene weighing $(1,0 \pm 0,1)$ g shall be placed in the boat and the whole weighed to the nearest 0,0001 g. The weight of the boat shall be subtracted to give the weight of the polyethylene to the nearest 0,0001 g (quantity A).

The boat and the sample shall then be placed in the middle of a hard glass, silica or porcelain combustion tube, bore approximately 30 mm, length (400 ± 50) mm. A stopper carrying a thermometer for temperature measurements from 300 °C to 650 °C and a tube for the admission of nitrogen shall then be inserted into one end of the combustion tube so that the end of the thermometer touches the boat. Nitrogen with an oxygen content of less than 0,5 % shall be passed through the combustion tube at $(1,7 \pm 0,3)$ l/min and this rate of flow shall be maintained during the subsequent heating.

In case of doubt, the oxygen content of the nitrogen shall be limited to 0,01 %.

The combustion tube shall be placed in a furnace and its outlet connected to two cold traps in series, both containing trichlorethylene, the first being cooled with solid carbon dioxide. The outlet tube from the second trap shall lead to a fume hood or the outside atmosphere. Alternatively, it is permissible for the outlet from the combustion tube to lead directly to the outside atmosphere.

Le four est ensuite chauffé de façon que la température soit comprise entre 300 °C et 350 °C après environ 10 min, qu'elle soit d'environ 450 °C 10 min plus tard et de (600 ± 5) °C après une troisième période de 10 min. La température doit ensuite être maintenue pendant 10 min, après quoi le tube de sortie est séparé des pièges à froid, s'ils sont utilisés. Le tube de combustion, extrait du four, est refroidi. On le laisse pendant 5 min sous le courant d'azote avec le même débit qu'auparavant.

La nacelle est ensuite sortie du tube à combustion du côté de l'arrivée d'azote; on la laisse refroidir pendant 20 min à 30 min dans un dessiccateur et elle est repesée. La masse du résidu est déterminée à 0,0001 g près (quantité B du résidu).

Ensuite, la nacelle doit être introduite à nouveau dans le tube de combustion et à la place de l'azote on fait passer de l'air ou de l'oxygène avec un débit adapté, à une température de (600 ± 20) °C. Le noir de carbone doit ainsi brûler. La nacelle est récupérée et pesée de nouveau après son refroidissement; la masse du résidu est déterminée à 0,0001 g près (quantité C du résidu).

11.3 Expression des résultats

$$\text{Pourcentage de noir de carbone} = \frac{B - C}{A} \cdot 100 \%$$

$$\text{Charge minérale} = \frac{C}{A} \cdot 100 \%$$

$$\text{Charge} = \frac{B}{A} \cdot 100 \%$$

12 Analyse du noir de carbone dans les mélanges à base de polyoléfine par thermogravimétrie

NOTE Cette méthode peut être utilisée en variante de la méthode de l'Article 11 pour déterminer la teneur en noir de carbone dans le polyéthylène. En cas de contestation, il est recommandé d'utiliser la méthode de combustion directe de l'Article 11 comme méthode de référence.

12.1 Principe

Un morceau d'échantillon est chauffé dans une balance thermogravimétrique de 100 °C à 950 °C à une vitesse de 20 K/min.

NOTE 1 Une température de début d'essai de 100 °C est pratique, comme les mesures suivantes pourront être réalisées plus tôt du fait du court temps de refroidissement.

Au début, on purge avec de l'azote sec qui ne doit pas contenir d'oxygène. Lorsque la température de 850 °C est atteinte, on passe de l'azote sec à «l'air synthétique». Avec le passage sous air, la combustion du noir de carbone présent se produit.

NOTE 2 La perte de masse pendant le passage de l'azote, jusqu'à 800 °C environ, est due à la dégradation du polymère et à la perte d'autres ingrédients mineurs.

12.2 Réactifs

- Azote sec contenant moins de 10 mg/kg d'oxygène.
- Air «synthétique sec» (mélange à 80 % d'azote et 20 % d'oxygène).

The furnace shall then be heated so that the temperature is between 300 °C and 350 °C after about 10 min; about 450 °C after another 10 min; and (600 ± 5) °C after a third period of 10 min. This temperature shall then be maintained for 10 min, at the end of which the outlet tube shall be disconnected from the cold traps, if these are used, and the tube containing the boat withdrawn from the furnace and allowed to cool for 5 min, the flow of nitrogen being maintained at the same rate as before.

The boat shall then be removed from the combustion tube through the nitrogen inlet end, allowed to cool in the desiccator for 20 min to 30 min and reweighed. The weight of the residue is determined to the nearest 0,0001 g (quantity B of residue).

Subsequently, the boat shall be introduced again into the combustion tube; instead of nitrogen, air or oxygen shall be blown through the tube at an adequate flow rate for a temperature of (600 ± 20) °C, and the remaining carbon black shall be burnt. After it has cooled in the test assembly, the boat shall be removed and weighed again. The mass of the residue is determined to the nearest 0,0001 g (quantity C of residue).

11.3 Expression of results

$$\text{Carbon black content} = \frac{B - C}{A} \cdot 100 \%$$

$$\text{Mineral filler content} = \frac{C}{A} \cdot 100 \%$$

$$\text{Total filler content} = \frac{B}{A} \cdot 100 \%$$

12 Thermogravimetric analysis of the carbon black content in polyolefine compounds

NOTE This method may be used as an alternative to that in Clause 11 when measuring carbon black content of polyethylene. In the event of dispute, the direct combustion method in Clause 11 should be used as the reference method.

12.1 Principle

Heat a weighed test portion in a thermogravimetric analyser starting at 100 °C with 20 K/min up to 950 °C.

NOTE 1 A starting temperature of 100 °C is practical, as the subsequent measurements can be carried out earlier because of the shorter cooling time.

At first, purge the test portion with dry nitrogen which shall be free of oxygen. When the temperature of 850 °C is reached, switch from dry nitrogen to “synthetic air”. With the switch to air the combustion of the carbon black that is present will follow.

NOTE 2 Weight loss during the purging stage with nitrogen, up to approximately 800 °C, is due to degradation of the polymer and loss of other minor ingredients.

12.2 Reagents

- Dry nitrogen with an oxygen content of less than 10 mg/kg.
- Dry “synthetic air” (a mixture of 80 % nitrogen and 20 % oxygen).

12.3 Appareillage

- Balance thermogravimétrique.
- Gaz.
- Enregistreur.
- Balance analytique.

12.4 Procédé

12.4.1 Paramètres de l'appareillage

- a) Température de départ 100 °C.
- b) Vitesse de montée en température 20 K/min.
- c) Température finale 950 °C.
- d) Masse de l'échantillon: 5 mg à 10 mg.
- e) Gaz de balayage jusqu'à 850 °C azote sec.
- f) Gaz de balayage à partir de 850 °C jusqu'à 950 °C air synthétique.

12.4.2 Mode opératoire

Utiliser l'appareil suivant les instructions du fabricant et les paramètres donnés en 12.4.1. Mettre dans le fond du creuset un morceau d'échantillon sous forme d'une feuille aussi fine que possible. Avant de démarrer la période de chauffage, s'assurer que l'atmosphère ne contient pas d'oxygène, ce qui est obtenu en purgeant avec de l'azote pendant au moins 5 min.

12.4.3 Evaluation

La part de noir de carbone dans le mélange est déterminée sur chaque portion d'échantillon à partir de la variation de la masse pendant la combustion de 850 °C à 950 °C dans l'air sec synthétique. Le résidu de combustion à 950 °C est, en même temps, la teneur en cendres.

13 Evaluation de la dispersion du noir de carbone dans le polyéthylène

13.1 Généralités

Cette évaluation doit être réalisée selon l'ISO 18553. Cette méthode convient pour un mélange à base de polyéthylène ou le polyéthylène extrudé (une gaine par exemple).

NOTE Cette méthode est applicable uniquement au polyéthylène contenant moins de 3 % de noir de carbone.

L'ISO 18553 donne deux méthodes pour la préparation des éprouvettes. L'une et l'autre peuvent être utilisées, mais les recommandations suivantes s'appliquent:

- la méthode de compression est primitivement destinée pour les mélanges à base de polyéthylène, mais elle peut être utilisée pour le polyéthylène extrudé;
- la méthode avec le microtome est pour le polyéthylène extrudé.

13.2 Mode opératoire

Préparer le nombre spécifiés d'éprouvettes selon l'ISO 18553.

En utilisant la technique d'examen au microscope donnée dans l'ISO 18553, on examine les éprouvettes pour

- a) le degré de dispersion,
- b) l'apparence du fond.

12.3 Apparatus

- Thermogravimetric analyser.
- Gas selector.
- Plotter.
- Analytical balance.

12.4 Procedure

12.4.1 Parameters of the apparatus

- a) Starting temperature 100 °C.
- b) Heating rate 20 K/min.
- c) End temperature 950 °C.
- d) Weighed test portion 5 mg to 10 mg.
- e) Purging gas up to 850 °C dry nitrogen.
- f) Purging gas from 850 °C to 950 °C dry “synthetic air”.

12.4.2 Operation

Operate the apparatus according to the manufacturer's instructions and the parameters given in 12.4.1. Cover the bottom of the crucible with the test portion, which should consist of a sheet which is as thin as possible. Before the start of the heating period, ensure that an oxygen-free atmosphere is obtained by purging with nitrogen for at least 5 min.

12.4.3 Evaluation

The share of carbon black in the compound is determined for each single test portion from the weight change during burning in dry “synthetic air” from 850 °C to 950 °C. The ignition residue at 950 °C is, at the same time, the ash content.

13 Test for the assessment of carbon black dispersion in polyethylene

13.1 General

The assessment shall be carried out in accordance with ISO 18553. The method is suitable for use with a polyethylene compound or an extrusion (for example a sheath).

NOTE The method applies only to polyethylene with less than 3 % carbon black content.

ISO 18553 gives two procedures for the preparation of test specimens. Either may be used, but the following recommendations apply:

- the compression procedure is primarily intended for use with polyethylene compounds, but may be used for extrusions;
- the microtome procedure is intended for use with polyethylene extrusions.

13.2 Procedure

In accordance with ISO 18553, prepare the specified number of test specimens.

Using the microscopic examination technique given in ISO 18553, examine the test specimens for

- a) degree of dispersion.
- b) rating of appearance.

13.3 Expression des résultats

Exprimer les résultats des examens selon les données de l'ISO 18553.

13.4 Exigences

Sans autres exigences données dans la norme particulière du câble, les recommandations de l'Annexe D de l'ISO 18553 doivent être prises pour indiquer un degré acceptable de dispersion.

NOTE L'Annexe D de l'ISO 18553 dit ce qui suit:

« Les limites suivantes sont recommandées:

Note moyenne (voir 5.1) ≤ 3 .

Estimation du fond: non pire que la microphotographie B de l'Annexe B (c'est-à-dire que seules les estimations comparables à celles des microphotographies A1, A2, A3 et B sont acceptables). »

13.3 Expression of results

Express the results of the examination in the manner given in ISO 18553.

13.4 Requirements

Unless otherwise stated in the relevant cable standard, the limits recommended in Annex D of ISO 18553 shall be taken to indicate an acceptable degree of dispersion.

NOTE Annex D of ISO 18553 says:

“The following limits are recommended:

Grading: mean (see 5.1) ≤ 3 .

Appearance rating: not worse than micrograph B in Annex B (i.e. only dispersion ratings comparable to photomicrographs A1, A2, A3 and B are acceptable).”

Annexe A (informative)

Outils et réactifs

Outils

Les outils indiqués en 8.2.8, 8.2.9 et 8.2.10 peuvent être obtenus chez:

MM. Custon Scientific Instruments Inc.
541 Deven Street
Arlington, N.J.
Etats-Unis

Les détails des schémas d'outils sont fournis par:

American Society for Testing and Materials (ASTM)
1916 Race Street
Philadelphia 19103. Pa.
Etats-Unis

Réactifs

Le réactif IGEPAL CO-630 à 100 % de masse volumique 1,06 à 25 °C peut être obtenu auprès de:

GAF Corp., Dyestuff and Chemical Div.
140 West 51 Street
New York, N.Y. 10020
Etats-Unis

et il faut qu'il contienne moins de 1 % d'eau. Il convient de le stocker dans des récipients en verre ou en métal en raison de son hygroscopicité.

Annex A (informative)

Tools and reagents

Tools

The tools indicated in 8.2.8, 8.2.9 and 8.2.10 can be obtained from:

MM. Custon Scientific Instruments Inc.
541 Deven Street
Arlington, N.J.
U.S.A.

Detail drawings of the tools are obtainable from:

American Society for Testing and Materials (ASTM)
1916 Race Street
Philadelphia 19103. Pa.
U.S.A.

Reagents

The reagent 100 % IGEPAL CO-630 of density 1,06 at 25 °C can be obtained from:

GAF Corp., Dyestuff and Chemical Div.
140 West 51 Street
New York, N.Y. 10020
U.S.A.

and must contain less than 1 % water. Because it is hygroscopic, it should be stored in closed metal or glass containers.

Bibliographie

- [1] CEI 60811-4-2:2004, *Matériaux d'isolation et de gainage des câbles électriques et optiques– Méthode d'essais communes – Partie 4-2: Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et polypropylène – Résistance à la traction et allongement à la rupture après conditionnement à température élevée – Essai d'enroulement après conditionnement à température élevée – Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air – Mesure de l'augmentation de masse – Essai de stabilité à long terme – Méthode d'essai pour l'oxydation catalytique par le cuivre)*
 - [2] ISO 1133, *Plastiques – Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermo-plastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR).*
-

Bibliography

- [1] IEC 60811-4-2:2004, *Insulating and sheathing materials of electric and optical cables – Common test methods – Part 4-2: Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds – Tensile strength and elongation at break after conditioning at elevated temperature – Wrapping test after conditioning at elevated temperature – Wrapping test after thermal ageing in air – Measurement of mass increase – Long-term stability test – Test method for copper-catalyzed oxidative degradation*
 - [2] ISO 1133, *Plastics – Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and the melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics*
-

LICENSED TO MECON Limited. - RANCHI/BANGALORE
FOR INTERNAL USE AT THIS LOCATION ONLY, SUPPLIED BY BOOK SUPPLY BUREAU.



Standards Survey

The IEC would like to offer you the best quality standards possible. To make sure that we continue to meet your needs, your feedback is essential. Would you please take a minute to answer the questions overleaf and fax them to us at +41 22 919 03 00 or mail them to the address below. Thank you!

Customer Service Centre (CSC)

International Electrotechnical Commission

3, rue de Varembé

1211 Genève 20

Switzerland

or

Fax to: **IEC/CSC** at +41 22 919 03 00

Thank you for your contribution to the standards-making process.

A Prioritaire

Nicht frankieren
Ne pas affranchir



Non affrancare
No stamp required

RÉPONSE PAYÉE

SUISSE

Customer Service Centre (CSC)

International Electrotechnical Commission

3, rue de Varembé

1211 GENEVA 20

Switzerland



Q1 Please report on **ONE STANDARD** and **ONE STANDARD ONLY**. Enter the exact number of the standard: (e.g. 60601-1-1)

.....

Q2 Please tell us in what capacity(ies) you bought the standard (tick all that apply). I am the/a:

- purchasing agent
- librarian
- researcher
- design engineer
- safety engineer
- testing engineer
- marketing specialist
- other.....

Q3 I work for/in/as a: (tick all that apply)

- manufacturing
- consultant
- government
- test/certification facility
- public utility
- education
- military
- other.....

Q4 This standard will be used for: (tick all that apply)

- general reference
- product research
- product design/development
- specifications
- tenders
- quality assessment
- certification
- technical documentation
- thesis
- manufacturing
- other.....

Q5 This standard meets my needs: (tick one)

- not at all
- nearly
- fairly well
- exactly

Q6 If you ticked NOT AT ALL in Question 5 the reason is: (tick all that apply)

- standard is out of date
- standard is incomplete
- standard is too academic
- standard is too superficial
- title is misleading
- I made the wrong choice
- other

Q7 Please assess the standard in the following categories, using the numbers:

- (1) unacceptable,
- (2) below average,
- (3) average,
- (4) above average,
- (5) exceptional,
- (6) not applicable

- timeliness.....
- quality of writing.....
- technical contents.....
- logic of arrangement of contents
- tables, charts, graphs, figures.....
- other

Q8 I read/use the: (tick one)

- French text only
- English text only
- both English and French texts

Q9 Please share any comment on any aspect of the IEC that you would like us to know:

.....





Enquête sur les normes

La CEI ambitionne de vous offrir les meilleures normes possibles. Pour nous assurer que nous continuons à répondre à votre attente, nous avons besoin de quelques renseignements de votre part. Nous vous demandons simplement de consacrer un instant pour répondre au questionnaire ci-après et de nous le retourner par fax au +41 22 919 03 00 ou par courrier à l'adresse ci-dessous. Merci !

Centre du Service Clientèle (CSC)

Commission Electrotechnique Internationale

3, rue de Varembé
1211 Genève 20
Suisse

ou

Télécopie: **CEI/CSC** +41 22 919 03 00

Nous vous remercions de la contribution que vous voudrez bien apporter ainsi à la Normalisation Internationale.

A Prioritaire

Nicht frankieren
Ne pas affranchir



Non affrancare
No stamp required

RÉPONSE PAYÉE

SUISSE

Centre du Service Clientèle (CSC)
Commission Electrotechnique Internationale
3, rue de Varembé
1211 GENÈVE 20
Suisse



Q1 Veuillez ne mentionner qu'**UNE SEULE NORME** et indiquer son numéro exact:
(ex. 60601-1-1)
.....

Q2 En tant qu'acheteur de cette norme, quelle est votre fonction?
(cochez tout ce qui convient)
Je suis le/un:

- agent d'un service d'achat
- bibliothécaire
- chercheur
- ingénieur concepteur
- ingénieur sécurité
- ingénieur d'essais
- spécialiste en marketing
- autre(s).....

Q3 Je travaille:
(cochez tout ce qui convient)

- dans l'industrie
- comme consultant
- pour un gouvernement
- pour un organisme d'essais/
certification
- dans un service public
- dans l'enseignement
- comme militaire
- autre(s).....

Q4 Cette norme sera utilisée pour/comme
(cochez tout ce qui convient)

- ouvrage de référence
- une recherche de produit
- une étude/développement de produit
- des spécifications
- des soumissions
- une évaluation de la qualité
- une certification
- une documentation technique
- une thèse
- la fabrication
- autre(s).....

Q5 Cette norme répond-elle à vos besoins:
(une seule réponse)

- pas du tout
- à peu près
- assez bien
- parfaitement

Q6 Si vous avez répondu PAS DU TOUT à Q5, c'est pour la/les raison(s) suivantes:
(cochez tout ce qui convient)

- la norme a besoin d'être révisée
- la norme est incomplète
- la norme est trop théorique
- la norme est trop superficielle
- le titre est équivoque
- je n'ai pas fait le bon choix
- autre(s)

Q7 Veuillez évaluer chacun des critères ci-dessous en utilisant les chiffres
(1) inacceptable,
(2) au-dessous de la moyenne,
(3) moyen,
(4) au-dessus de la moyenne,
(5) exceptionnel,
(6) sans objet

- publication en temps opportun
- qualité de la rédaction.....
- contenu technique
- disposition logique du contenu
- tableaux, diagrammes, graphiques,
figures
- autre(s)

Q8 Je lis/utilise: (une seule réponse)

- uniquement le texte français
- uniquement le texte anglais
- les textes anglais et français

Q9 Veuillez nous faire part de vos observations éventuelles sur la CEI:

.....
.....
.....
.....
.....



LICENSED TO MECON Limited. - RANCHI/BANGALORE
FOR INTERNAL USE AT THIS LOCATION ONLY, SUPPLIED BY BOOK SUPPLY BUREAU.

ISBN 2-8318-7528-5



9 782831 875286

ICS 29.035.20; 29.060.20
