

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials –
Part 410: Miscellaneous tests – Test method for copper-catalyzed oxidative
degradation of polyolefin insulated conductors**

**Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux
non-métalliques –
Partie 410: Essais divers – Méthode d'essai pour la mesure de la dégradation
par oxydation catalytique par le cuivre des conducteurs isolés aux polyoléfinés**





THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2012 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, 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 either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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 la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembé
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

Useful links:

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables you to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...).

It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available on-line and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) on-line.

Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: csc@iec.ch.

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Liens utiles:

Recherche de publications CEI - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée vous permet de trouver des publications CEI en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...).

Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

Just Published CEI - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) en ligne.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: csc@iec.ch.



IEC 60811-410

Edition 1.0 2012-03

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials –
Part 410: Miscellaneous tests – Test method for copper-catalyzed oxidative
degradation of polyolefin insulated conductors**

**Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux
non-métalliques –
Partie 410: Essais divers – Méthode d'essai pour la mesure de la dégradation
par oxydation catalytique par le cuivre des conducteurs isolés aux polyoléfinés**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX



ICS 29.035.01; 29.060.20

ISBN 978-2-88912-972-0

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD.....	3
INTRODUCTION.....	5
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 Terms and definitions	6
4 Test method	6
4.1 General.....	6
4.2 Apparatus.....	6
4.3 Sample and test pieces preparation.....	7
4.4 Test procedure	7
4.5 Measurements.....	8
5 Test report.....	8
Annex A (normative) Instrument calibration.....	10
Bibliography.....	11
Figure 1 – Evaluation of OIT from recorded-time-based thermogram.....	9
Figure A.1 – Representative melting endothermic for indium.....	10

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**ELECTRIC AND OPTICAL FIBRE CABLES –
TEST METHODS FOR NON-METALLIC MATERIALS –****Part 410: Miscellaneous tests –
Test method for copper-catalyzed oxidative degradation
of polyolefin insulated conductors**

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 itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 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 60811-410 has been prepared by IEC technical committee 20: Electric cables.

This Part 410 of IEC 60811 cancels and replaces Annex B of IEC 60811-4-2:2004, which is withdrawn. Full details of the replacements are shown in Annex A of IEC 60811-100:2012.

There are no specific technical changes with respect to the previous edition, but see the Foreword to IEC 60811-100:2012.

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

FDIS	Report on voting
20/1294/FDIS	20/1343/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.

This part of IEC 60811 shall be used in conjunction with IEC 60811-100.

A list of all the parts in the IEC 60811 series, published under the general title *Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability 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.

INTRODUCTION

The IEC 60811 series specifies the test methods to be used for testing non-metallic materials of all types of cables. These test methods are intended to be referenced in standards for cable construction and for cable materials.

NOTE 1 Non-metallic materials are typically used for insulating, sheathing, bedding, filling or taping within cables.

NOTE 2 These test methods are accepted as basic and fundamental and have been developed and used over many years principally for the materials in all energy cables. They have also been widely accepted and used for other cables, in particular optical fibre cables, communication and control cables and cables for ships and offshore applications.

ELECTRIC AND OPTICAL FIBRE CABLES – TEST METHODS FOR NON-METALLIC MATERIALS –

Part 410: Miscellaneous tests – Test method for copper-catalyzed oxidative degradation of polyolefin insulated conductors

1 Scope

This Part 410 of IEC 60811 gives the procedure for copper-catalyzed oxidative degradation of a polyolefin, which is typically used for insulation in communication cables.

Full test conditions, such as temperature, duration, 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.

2 Normative references

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

IEC 60811-100:2012, *Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials – Part 100: General*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 60811-100 apply.

4 Test method

4.1 General

The need for a manufacturer to monitor his cable production to ensure that it has adequate resistance to oxidation is well established. The Oxidation Induction Time (OIT) test has been found suitable for monitoring both raw materials and cables for compliance with this requirement, once suitable materials have been selected. The OIT test is not suitable for the selection of materials. For this purpose, long-term thermal ageing tests are preferred.

4.2 Apparatus

For the purposes of this test, the different equipment used is as follows:

- a) A differential thermal analyser or differential scanning calorimeter, capable of heating at rates of up to at least (20 ± 1) K/min and maintaining the test temperature isothermally within 0,2 K and of automatic recording of differences in temperature (or differences in heat transfer) between the sample and a reference material to the required sensitivity and precision.
- b) A recorder capable of displaying heat flow or temperature difference on the Y-axis, and time on the X-axis. The time base shall be accurate to ± 1 % and be readable to 0,1 min.
- c) A gas-selector switch and regulators for high-purity nitrogen and oxygen.

- d) An analytical balance capable of weighing 30 g, and readable and repeatable to $\pm 0,1$ mg.
- e) Test pieces holders: aluminium holders, each of approximately 6 mm to 7 mm in diameter, or of similar dimensions as supplied by the manufacturer of the instrument.

4.3 Sample and test pieces preparation

From a sample of the cable, prepare an appropriate number, e.g. four test pieces of different colours, of approximately 4 mm length containing the core. The test pieces shall be cut from an insulated core to yield 3 mg to 5 mg of insulating material.

Insert one test piece in an aluminium holder.

4.4 Test procedure

Before carrying out a test series, the instrument shall be calibrated and prepared as described in Annex A.

Open valves on both the nitrogen and oxygen gas cylinders. Place the gas selector switch to the nitrogen (N_2) position and adjust the flow rate to (50 ± 5) ml/min using a flowmeter.

Place the prepared test piece holder (see 4.3) in the differential thermal analyser and an empty aluminium holder in the reference position.

NOTE Crimping the test piece with a suitable aluminium or stainless steel screen is optional. It may provide a better contact with the test piece holder.

Purge with nitrogen for 5 min. Check the flow rate and readjust to (50 ± 5) ml/min if required.

Set signal amplification and recorder sensitivity to the full scale pen deflection associated with the exothermic reaction and set the temperature base at zero.

Set the heating rate to 20 K/min and start the programmed heating.

Continue heating until the specified test temperature, controlled to ± 1 °C, is reached. Discontinue programmed heating and equilibrate the test piece to a constant temperature. Start to record the thermogram. A test temperature of 200 °C has been found appropriate for polyethylene. To simplify the procedure, it is allowed to omit the programmed pre-heating and start directly at the test temperature.

Once temperature equilibrium has been established (steady recorder signal), change purge gas to oxygen, and adjust the flow rate to (50 ± 5) ml/min. Mark this point on the recorder. This change-over point to oxygen purge is considered the zero time of the experiment (T_0).

Continue the isothermal operation until maximum pen deflection is attained after commencement of the oxidative exotherm as shown on the recorder (see Figure 1).

In the case of a multi-step exotherm, continue the isothermal operation until maximum pen deflection occurs.

When the test is completed, turn off the recorder and switch the gas selector back to nitrogen.

Allow the differential thermal analyser to cool to the ambient temperature.

Repeat the entire test on a new test piece, three more times, thus generating a total of four thermograms. The use of a fresh aluminium reference holder for each test piece is optional.

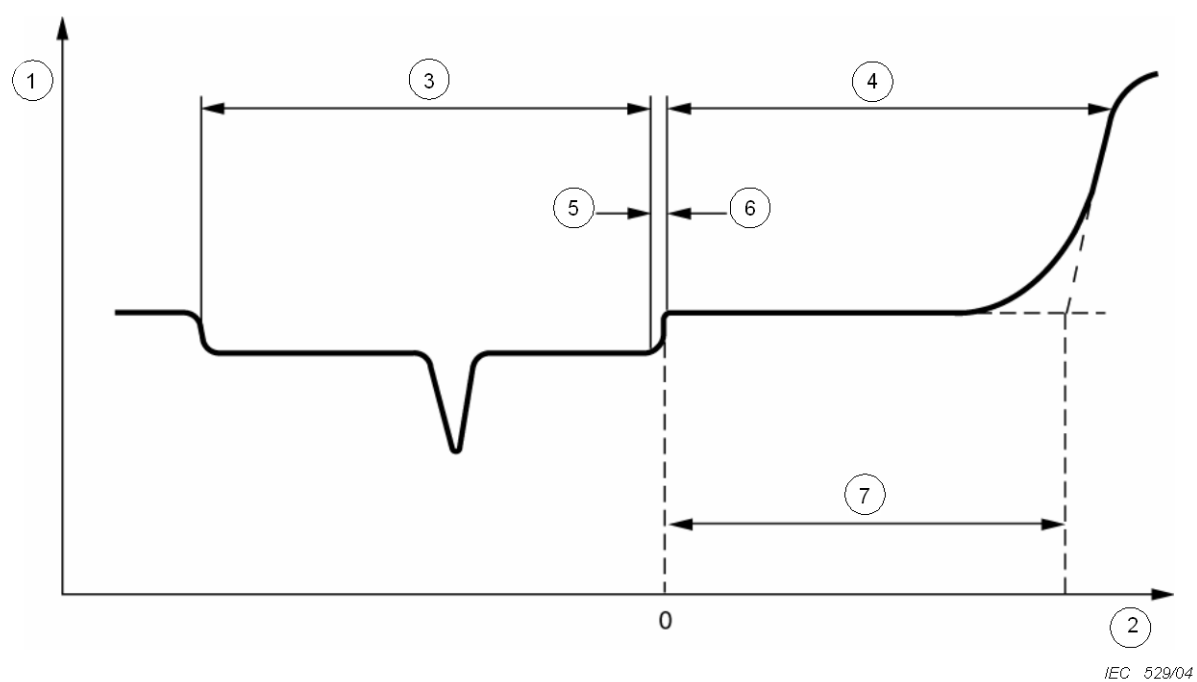
4.5 Measurements

Extend the recorded base line from time zero to beyond the oxidative exotherm. Extrapolate the steepest part of the exotherm to intercept the extended baseline (see Figure 1).

The OIT shall be measured from zero to the smallest time interval practical, not exceeding 1 min.

5 Test report

The test report shall be in accordance with that given in IEC 60811-100.

**Key**

- | | | | |
|---|------------------------------|---|--------------------------------|
| 1 | Δ power or ΔT | 5 | switch to isothermal operation |
| 2 | time | 6 | switch to oxygen |
| 3 | programmed heat (nitrogen) | 7 | OIT |
| 4 | isothermal mode (oxygen) | | |

Figure 1 – Evaluation of OIT from recorded-time-based thermogram

Annex A (normative)

Instrument calibration

The instruments shall be calibrated as follows:

- a) Calibrate the instrument according to the manufacturer's instructions before starting. Use analytical-grade indium as a temperature reference material.
- b) Place analytical-grade indium into an aluminium holder with an aluminium cover. Place the sample, typically 6 mg, thus prepared, and a reference aluminium holder with cover into the instrument.

Should it be necessary to clean the sample and the aluminium reference holder and cover, use petroleum ether or other suitable solvent to remove contaminants.

- c) Programme the temperature of the scanner from 145 °C to 165 °C at a rate of 1 K/min, while recording the thermogram.
- d) Calibrate the instrument according to the manufacturer's instructions in order to obtain an indium first order transition temperature of 156,6 °C. For calibration purposes, the melting point 156,6 °C is defined as the intersection of the extrapolated peak onset and the extrapolated baseline (see Figure A.1).

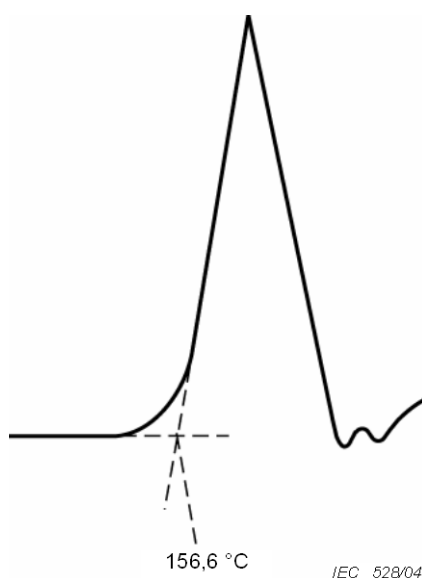


Figure A.1 – Representative melting endothermic for indium

Bibliography

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*
(withdrawn)

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	13
INTRODUCTION.....	15
1 Domaine d'application	16
2 Références normatives	16
3 Termes et définitions	16
4 Méthode d'essai	16
4.1 Généralités.....	16
4.2 Appareillage	16
4.3 Echantillon et préparation des éprouvettes	17
4.4 Mode opératoire	17
4.5 Mesures	18
5 Rapport d'essai	18
Annexe A (normative) Etalonnage de l'appareil.....	20
Bibliographie.....	21
Figure 1 – Evaluation du TIT à partir du thermogramme de base enregistré	19
Figure A.1 – Représentation de l'endotherme de fusion pour l'indium	20

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**CÂBLES ÉLECTRIQUES ET À FIBRES OPTIQUES –
MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX NON-MÉTALLIQUES –****Partie 410: Essais divers –
Méthode d'essai pour la mesure de la dégradation par oxydation
catalytique par le cuivre des conducteurs isolés aux polyoléfines**

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 elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 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 brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60811-410 a été établie par le comité d'études 20 de la CEI: Câbles électriques.

La présente Partie 410 de la CEI 60811 annule et remplace l'Annexe B de la CEI 60811-4-2:2004, qui est supprimée. L'ensemble des informations relatives aux remplacements figure dans l'Annexe A de la CEI 60811-100:2012.

Aucune modification technique n'a été effectuée par rapport à l'édition précédente; voir cependant l'avant-propos de la CEI 60811-100:2012.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
20/1294/FDIS	20/1343/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.

La présente partie de la CEI 60811 doit être utilisée conjointement avec la CEI 60811-100.

Une liste de toutes les parties de la série CEI 60811, publiées sous le titre général *Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux non-métalliques*, peut être consultée sur le site web de la CEI.

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

INTRODUCTION

La série CEI 60811 précise les méthodes à employer pour les essais des matériaux non-métalliques sur tous les types de câbles. Ces méthodes d'essai seront citées en référence dans les normes relatives à la construction des câbles et aux matériaux des câbles.

NOTE 1 Les matériaux non-métalliques sont généralement utilisés pour l'isolation, le gainage, le matelassage, le remplissage ou le rubanage des câbles.

NOTE 2 Ces méthodes d'essai sont reconnues comme fondamentales; elles ont été développées et utilisées durant de nombreuses années, principalement pour les matériaux dans tous les câbles de distribution d'énergie. Elles ont aussi été largement reconnues et utilisées pour d'autres types de câbles, en particulier les câbles à fibres optiques, les câbles de communication et de commande, ainsi que les câbles utilisés à bord des navires et dans les applications offshore.

CÂBLES ÉLECTRIQUES ET À FIBRES OPTIQUES – MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX NON-MÉTALLIQUES –

Partie 410: Essais divers – Méthode d'essai pour la mesure de la dégradation par oxydation catalytique par le cuivre des conducteurs isolés aux polyoléfines

1 Domaine d'application

La présente Partie 410 de la CEI 60811 décrit la procédure de mesure de la dégradation par oxydation catalytique, par le cuivre, d'une polyoléfine, généralement utilisée pour l'isolation des câbles de communication.

Les conditions complètes des essais, telles que la température, la durée, etc. et l'ensemble des exigences d'essai ne sont pas spécifiées dans cette norme; elles figurent, en principe, dans les normes applicables à chaque type de câble.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 60811-100:2012, *Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux non-métalliques – Partie 100: Généralités*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans la CEI 60811-100 s'appliquent.

4 Méthode d'essai

4.1 Généralités

Le besoin pour un fabricant de contrôler sa production de câbles afin de s'assurer de leur bonne résistance à l'oxydation est bien établi. Les matériaux appropriés ayant été choisis, l'essai du temps d'induction thermique (TIT)¹ a été jugé satisfaisant pour contrôler les matières premières et les câbles afin de vérifier leur conformité à cette exigence. L'essai du TIT n'est pas approprié à la sélection des matériaux. Pour cette sélection, les essais de vieillissement thermique à long terme sont préférables.

4.2 Appareillage

Pour les besoins de cet essai, l'appareillage utilisé est le suivant:

¹ En anglais: OIT: Oxidation Induction Time.

- a) Un analyseur thermique différentiel ou un calorimètre enthalpique différentiel, capable de chauffer au moins à une vitesse de (20 ± 1) K/min, de maintenir la température d'essai de façon isotherme à $\pm 0,2$ K et d'enregistrer automatiquement des différences de température (ou des différences en transfert de chaleur) entre l'échantillon et le matériau de référence aux sensibilités et précisions exigées.
- b) Un enregistreur capable de présenter la différence d'enthalpie ou de température en ordonnées et le temps en abscisse. La précision de la base de temps doit être de ± 1 % avec une lisibilité de 0,1 min.
- c) Un sélecteur de gaz et des régulateurs pour azote et oxygène ultra-purs.
- d) Une balance d'analyse permettant de peser 30 g, lisible et fidèle à $\pm 0,1$ mg.
- e) Des capsules à échantillons: capsules en aluminium d'environ 6 mm à 7 mm de diamètre chacune, ou de dimensions voisines, fournies par le constructeur de l'appareillage.

4.3 Echantillon et préparation des éprouvettes

A partir d'un échantillon du câble, préparer un nombre approprié (par exemple quatre échantillons de couleurs différentes) d'éprouvettes d'une longueur de 4 mm et contenant l'âme. Les éprouvettes doivent être coupées sur un conducteur isolé afin que le poids d'isolant soit de 3 mg à 5 mg.

Introduire une éprouvette dans une capsule en aluminium.

4.4 Mode opératoire

Avant de commencer une série d'essais, l'instrument doit être étalonné et préparé suivant les indications de l'Annexe A.

Ouvrir les deux vannes d'azote et d'oxygène. Placer le sélecteur de gaz en position azote (N_2) et ajuster le débit à (50 ± 5) ml/min à l'aide du débitmètre.

Placer le porte-éprouvette ainsi préparé (voir 4.3) dans l'analyseur thermique et une capsule en aluminium vide comme référence.

NOTE Si on le désire, on peut sertir l'éprouvette à l'aide d'un tamis en aluminium ou en acier inoxydable. Cela peut favoriser le contact avec le porte-éprouvette.

Purger avec l'azote pendant 5 min. Vérifier le débit, et si nécessaire le régler à (50 ± 5) ml/min.

Choisir un niveau d'amplification du signal et une sensibilité de l'enregistreur tels que la réaction exothermique provoque un enregistrement sur toute l'échelle et régler la température de base sur zéro.

Régler la vitesse de chauffe à 20 K/min et mettre en route le chauffage programmé.

Continuer à chauffer jusqu'à ce que la température d'essai spécifiée, contrôlée à ± 1 °C, soit atteinte. Interrompre le programme de chauffe et maintenir la température de l'éprouvette. Commencer l'enregistrement du thermogramme. Il a été démontré qu'une température d'essai de 200 °C était appropriée pour le polyéthylène. Pour simplifier la procédure, il est permis de supprimer le préchauffage programmé et de démarrer directement à la température d'essai.

Une fois l'équilibre de température atteint (stabilité du signal de l'enregistreur), passer sous oxygène et ajuster le débit à (50 ± 5) ml/min. Faire un repère sur l'enregistrement. Le passage sous oxygène est considéré comme étant le temps zéro de l'essai (T_0).

L'opération isothermique est poursuivie jusqu'au maximum de déviation de l'aiguille après le début de l'oxydation exothermique comme l'indique l'enregistrement (voir Figure 1).

Dans le cas où il y a plusieurs paliers dans la réaction exothermique, continuer l'opération isothermique jusqu'à ce que la déviation maximale de l'aiguille soit atteinte.

A la fin de l'essai, arrêter l'enregistreur et remettre le sélecteur de gaz sur la position azote.

Laisser l'analyseur thermique différentiel refroidir à la température ambiante.

Refaire trois autres essais complets sur une nouvelle éprouvette de façon à obtenir un total de quatre thermogrammes. L'utilisation d'une nouvelle capsule d'aluminium de référence pour chaque éprouvette n'est pas indispensable.

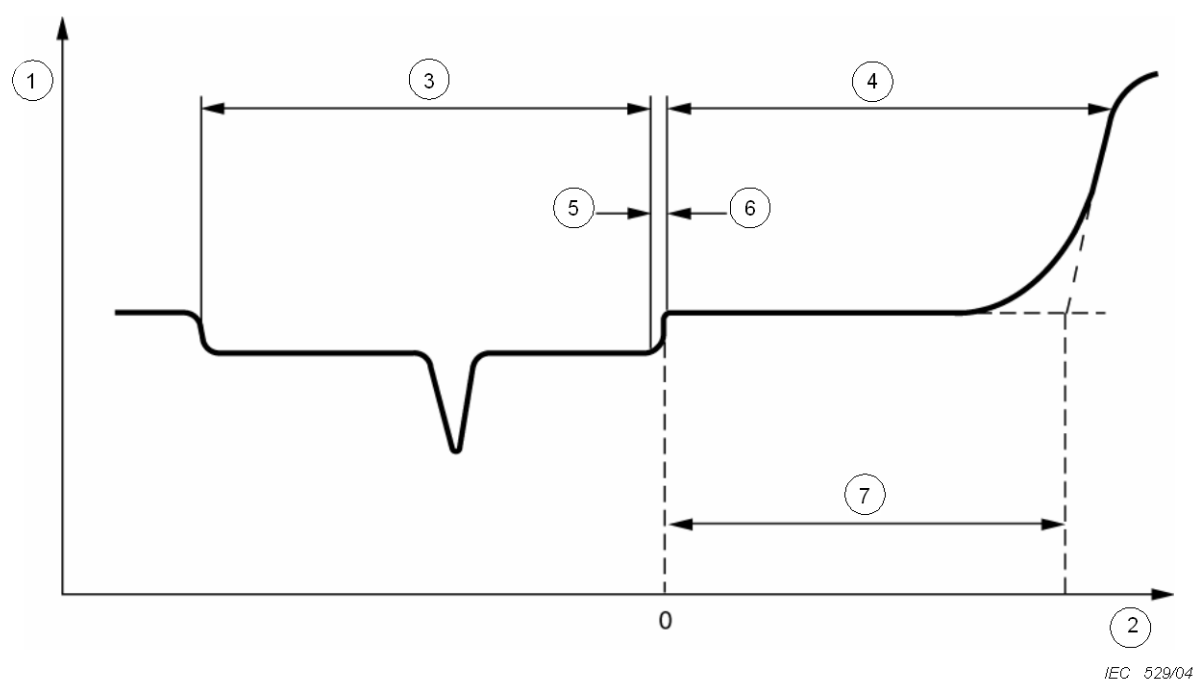
4.5 Mesures

Prolonger la ligne de base depuis le temps zéro pour qu'il dépasse la courbe d'oxydation exothermique. Extrapoler la partie de plus forte pente de la courbe exothermique jusqu'à rejoindre le prolongement de la ligne de base (voir Figure 1).

Le temps d'induction thermique (TIT) doit être mesuré depuis le temps zéro jusqu'au plus petit intervalle pratique inférieur ou égal à 1 min.

5 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit être conforme aux spécifications de la CEI 60811-100.



Légende

- | | | | |
|---|----------------------------------|---|------------------------------------|
| 1 | Δ puissance ou ΔT | 5 | passage à l'opération isothermique |
| 2 | temps | 6 | passage sous oxygène |
| 3 | chauffage programmé (azote) | 7 | TIT |
| 4 | mode isothermique (oxygène) | | |

Figure 1 – Evaluation du TIT à partir du thermogramme de base enregistré

Annexe A (normative)

Etalonnage de l'appareil

L'appareil doit être étalonné comme suit:

- a) Etalonner l'appareil selon les instructions du fabricant avant de commencer la manipulation. Utiliser l'indium de pureté analytique comme référence de température.
- b) Placer l'indium de pureté analytique dans une capsule d'aluminium munie d'un couvercle d'aluminium. Placer l'échantillon, typiquement 6 mg, ainsi préparé et une capsule d'aluminium de référence avec couvercle dans l'appareil.

S'il est nécessaire de nettoyer l'échantillon et la capsule et le couvercle d'aluminium de référence, utiliser de l'éther de pétrole ou un autre solvant convenable pour éliminer les souillures.

- c) Programmer la température du scanner de 145 °C à 165 °C à la vitesse de 1 K/min en enregistrant le thermogramme.
- d) Etalonner l'appareil suivant les instructions du constructeur afin d'obtenir une température de transition du premier ordre de l'indium 156,6 °C. Pour cet étalonnage, le point de fusion 156,6 °C est défini comme l'intersection de la tangente prolongée de la première pente du pic endothermique et de la ligne de base extrapolée (voir Figure A.1).

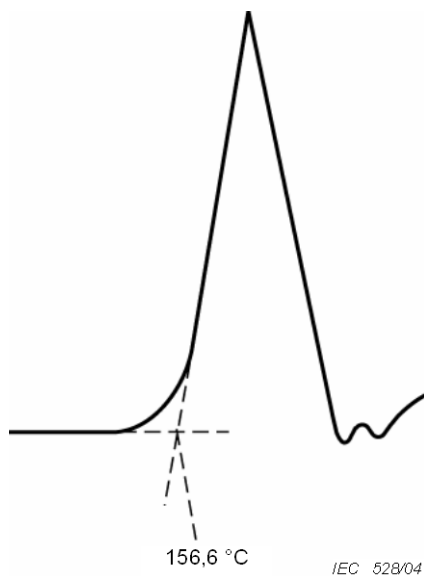


Figure A.1 – Représentation de l'endotherme de fusion pour l'indium

Bibliographie

CEI 60811-4-2:2004, *Matériaux d'isolation et de gainage des câbles électriques et optiques – Méthodes 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*
(retirée)

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch