

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials –
Part 605: Physical tests – Measurement of carbon black and/or mineral filler
in polyethylene compounds**

**Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux
non-métalliques –
Partie 605: Essais physiques – Mesure du taux de noir de carbone et/ou des
charges minérales dans les mélanges en polyéthylène**





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It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.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

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials –
Part 605: Physical tests – Measurement of carbon black and/or mineral filler
in polyethylene compounds**

**Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux
non-métalliques –
Partie 605: Essais physiques – Mesure du taux de noir de carbone et/ou des
charges minérales dans les mélanges en polyéthylène**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

J

ICS 29.035.01; 29.060.20

ISBN 978-2-88912-998-0

**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 Method A – Measurement of carbon black and/or mineral filler content in polyethylene by direct combustion.....	6
4.2.1 Sample and test piece preparation	6
4.2.2 Test procedure	6
4.2.3 Expression of results	7
4.3 Method B – Thermogravimetric analysis of the carbon black content in polyolefin compounds.....	7
4.3.1 Principle	7
4.3.2 Reagents.....	8
4.3.3 Apparatus.....	8
4.3.4 Procedure.....	8
5 Test report.....	8
Bibliography.....	9

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**ELECTRIC AND OPTICAL FIBRE CABLES –
TEST METHODS FOR NON-METALLIC MATERIALS –****Part 605: Physical tests –
Measurement of carbon black and/or mineral filler
in polyethylene compounds**

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 60811-605 has been prepared by IEC technical committee 20: Electric cables.

This Part 605 of IEC 60811 cancels and replaces Clauses 11 and 12 of IEC 60811-4-1:2004, 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
20/1314/FDIS	20/1363/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 605: Physical tests – Measurement of carbon black and/or mineral filler in polyethylene compounds

1 Scope

This Part 605 of IEC 60811 describes the test methods for measuring the content of carbon black added for UV stabilization of polyethylene and polyolefin compounds. These methods are not suitable for halogenated compounds.

Method A is suitable only for polyethylene and polypropylene compounds.

Method B is suitable for polyolefine compounds.

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

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

Unless otherwise specified, tests shall be carried out at room temperature.

4.2 Method A – Measurement of carbon black and/or mineral filler content in polyethylene by direct combustion

4.2.1 Sample and test piece preparation

A sample of the outer covering 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.

4.2.2 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 0,000 1 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 0,000 1 g. The weight of the boat shall be subtracted to give the weight of the polyethylene to the nearest 0,000 1 g (quantity A).

The boat and the sample shall then be placed in the middle of a hard glass, silica or porcelain combustion tube, with a bore approximately of 30 mm, and (400 ± 50) mm in length. 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.

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 then re-weighed. The weight of the residue is determined to the nearest 0,000 1 g (quantity B of residue).

Subsequently, the boat shall again be introduced 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 0,000 1 g (quantity C of residue).

4.2.3 Expression of results

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

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

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

4.3 Method B – Thermogravimetric analysis of the carbon black content in polyolefin compounds

NOTE This method may be used as an alternative to that in 4.2 when measuring carbon black content of polyethylene. In the event of dispute, the direct combustion method in 4.2 should be used as the reference method.

4.3.1 Principle

Heat a weighed test specimen 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 specimen with dry nitrogen with an oxygen content as described in 4.3.2. 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.

4.3.2 Reagents

The following reagents shall be used:

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

4.3.3 Apparatus

The apparatus comprises:

- a) a thermogravimetric analyser;
- b) a gas selector;
- c) a plotter or other suitable device;
- d) an analytical balance.

4.3.4 Procedure

4.3.4.1 Parameters of the apparatus

- a) starting temperature 100 °C;
- b) heating rate 20 K/min;
- c) end temperature 950 °C;
- d) weighed test specimen 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”.

4.3.4.2 Operation

Operate the apparatus according to the manufacturer's instructions and the parameters given in 4.3.4.1. Cover the bottom of the crucible with the test specimen, 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 as specified in 4.3.2 for at least 5 min.

4.3.4.3 Evaluation

The share of carbon black in the compound is determined for each single test specimen 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.

5 Test report

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

Bibliography

IEC 60811-4-1:2004, *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* (withdrawn)

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	11
INTRODUCTION.....	13
1 Domaine d'application	14
2 Références normatives.....	14
3 Termes et définitions	14
4 Méthode d'essai	14
4.1 Généralités.....	14
4.2 Méthode A – Mesure dans le polyéthylène du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales par méthode de combustion directe	14
4.2.1 Echantillon et préparation des éprouvettes	14
4.2.2 Méthode d'essai	15
4.2.3 Expression des résultats.....	15
4.3 Méthode B – Analyse du noir de carbone dans les mélanges à base de polyoléfine par thermogravimétrie.....	15
4.3.1 Principe	16
4.3.2 Réactifs	16
4.3.3 Appareillage	16
4.3.4 Mode opératoire	16
5 Rapport d'essai	17
Bibliographie.....	18

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**CÂBLES ÉLECTRIQUES ET À FIBRES OPTIQUES –
MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX NON-MÉTALLIQUES –****Partie 605: Essais physiques –
Mesure du taux de noir de carbone et/ou
des charges minérales dans les mélanges en polyéthylène**

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 60811-605 a été établie par le comité d'études 20 de la CEI: Câbles électriques.

La présente Partie 605 de la CEI 60811 annule et remplace les Articles 11 et 12 de la CEI 60811-4-1:2004, 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
20/1314/FDIS	20/1363/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 605: Essais physiques – Mesure du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales dans les mélanges en polyéthylène

1 Domaine d'application

La présente Partie 605 de la CEI 60811 décrit les méthodes d'essai pour la mesure du taux de noir de carbone ajouté pour assurer la résistance aux UV des mélanges à base de polyéthylène et polyoléfine. Ces méthodes ne sont pas adaptées aux mélanges halogénés.

La méthode A est applicable uniquement aux mélanges à base de polyéthylène et de polypropylène.

La méthode B est applicable aux mélanges à base de polyoléfine.

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

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

Les essais doivent être réalisés à température ambiante, sauf spécification contraire.

4.2 Méthode A – Mesure dans le polyéthylène du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales par méthode de combustion directe

4.2.1 Echantillon et préparation des éprouvettes

Un échantillon d'enveloppe isolante extérieure ou de gaine d'une masse suffisante doit être prélevé à une extrémité du câble. L'échantillon doit être coupé en morceaux dont les dimensions ne doivent pas dépasser 5 mm dans toutes les directions.

4.2.2 Méthode d'essai

On doit chauffer au rouge une nacelle d'une longueur d'environ 75 mm, puis on doit la laisser refroidir dans un dessiccateur pendant au moins 30 min et elle doit être pesée à 0,000 1 g près. Un échantillon de polyéthylène pesant $(1,0 \pm 0,1)$ g doit être placé dans la nacelle et le tout pesé à 0,000 1 g près. La masse de la nacelle doit être soustraite pour obtenir la masse du polyéthylène à 0,000 1 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 %, doit circuler dans le tube à combustion avec un débit de $(1,7 \pm 0,3)$ l/min qui doit être maintenu durant le chauffage.

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

Le tube de combustion doit être placé dans un four et sa sortie doit être 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.

Le four doit ensuite être 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 doit être séparé des pièges à froid, s'ils sont utilisés. Le tube de combustion, extrait du four, doit être refroidi. On doit le laisser pendant 5 min sous le courant d'azote avec le même débit qu'auparavant.

La nacelle doit ensuite être sortie du tube à combustion du côté de l'arrivée d'azote; on doit la laisser refroidir pendant 20 min à 30 min dans un dessiccateur et elle doit être repesée. La masse du résidu est déterminée à 0,000 1 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 doit faire passer de l'air ou de l'oxygène avec un débit adapté, à une température de (600 ± 20) °C. Le noir de carbone restant doit ainsi brûler. La nacelle doit être récupérée et pesée de nouveau après son refroidissement; la masse du résidu est déterminée à 0,000 1 g près (quantité C du résidu).

4.2.3 Expression des résultats

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

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

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

4.3 Méthode B – 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 du 4.2 pour déterminer la teneur en noir de carbone dans le polyéthylène. En cas de contestation, il est recommandé d'utiliser la méthode de combustion du 4.2 comme méthode de référence.

4.3.1 Principe

Un morceau d'éprouvette 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 temps de refroidissement plus court.

Au début, on purge l'éprouvette avec de l'azote sec dont le taux d'oxygène doit être tel que spécifié au paragraphe 4.3.2. 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.

4.3.2 Réactifs

Les réactifs suivants doivent être utilisés:

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

4.3.3 Appareillage

L'appareillage comporte:

- a) une balance thermogravimétrique;
- b) un sélecteur de gaz;
- c) un enregistreur ou autre dispositif adapté;
- d) une balance analytique.

4.3.4 Mode opératoire

4.3.4.1 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'éprouvette 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" sec.

4.3.4.2 Mise en œuvre

Utiliser l'appareil suivant les instructions du fabricant et les paramètres donnés en 4.3.4.1. Mettre dans le fond du creuset un morceau d'éprouvette qu'il convient de présenter sous la 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, comme spécifié en 4.3.2, pendant au moins 5 min.

4.3.4.3 Evaluation

La part de noir de carbone dans le mélange est déterminée sur chaque portion d'éprouvette 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.

5 Rapport d'essai

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

Bibliographie

CEI 60811-4-1:2004, *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* (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