

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION
IEC STANDARD

Publication 538 A

1980

Premier complément à la Publication 538 (1976)

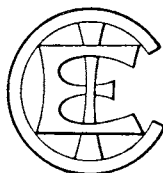
Câbles, fils et cordons électriques:
Méthodes d'essai pour isolants et gaines en polyéthylène

Méthodes supplémentaires d'essai des polyéthylènes
utilisés comme isolant et gaine de câbles électriques, fils
et cordons utilisés dans l'équipement de télécommunication et dans les
dispositifs employant des techniques similaires

First supplement to Publication 538 (1976)

Electric cables, wires and cords:
Methods of test for polyethylene insulation and sheath

Additional methods of test for polyethylene
insulation and sheath of electric cables, wires and
cords used in telecommunication equipment and in devices employing
similar techniques



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe
Genève, Suisse

Révision de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la Commission afin d'assurer qu'il reflète bien l'état actuel de la technique.

Les renseignements relatifs à ce travail de révision, à l'établissement des éditions révisées et aux mises à jour peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et en consultant les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Rapport d'activité de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement

Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la Publication 50 de la CEI: Vocabulaire Electrotechnique International (V.E.I.), qui est établie sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini, l'Index général étant publié séparément. Des détails complets sur le V.E.I. peuvent être obtenus sur demande.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit repris du V.E.I., soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, symboles littéraux et signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera:

- la Publication 27 de la CEI: Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique;
- la Publication 117 de la CEI: Symboles graphiques recommandés.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit repris des Publications 27 ou 117 de la CEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Autres publications de la CEI établies par le même Comité d'Etudes

L'attention du lecteur est attirée sur les pages 3 et 4 de la couverture, qui énumèrent les autres publications de la CEI préparées par le Comité d'Etudes qui a établi la présente publication.

Revision of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information on the work of revision, the issue of revised editions and amendment sheets may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **Report on IEC Activities**
Published yearly
- **Catalogue of IEC Publications**
Published yearly

Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC Publication 50: International Electrotechnical Vocabulary (I.E.V.), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field, the General Index being published as a separate booklet. Full details of the I.E.V. will be supplied on request.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the I.E.V. or have been specifically approved for the purpose of this publication.

Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to:

- IEC Publication 27: Letter symbols to be used in electrical technology;
- IEC Publication 117: Recommended graphical symbols.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC Publications 27 or 117, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

Other IEC publications prepared by the same Technical Committee

The attention of readers is drawn to pages 3 and 4 of the cover, which list other IEC publications issued by the Technical Committee which has prepared the present publication.

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION
IEC STANDARD

Publication 538 A

1980

Premier complément à la Publication 538 (1976)
Câbles, fils et cordons électriques:
Méthodes d'essai pour isolants et gaines en polyéthylène

Méthodes supplémentaires d'essai des polyéthylènes
utilisés comme isolant et gaine de câbles électriques, fils
et cordons utilisés dans l'équipement de télécommunication et dans les
dispositifs employant des techniques similaires

First supplement to Publication 538 (1976)
Electric cables, wires and cords:
Methods of test for polyethylene insulation and sheath

Additional methods of test for polyethylene
insulation and sheath of electric cables, wires and
cords used in telecommunication equipment and in devices employing
similar techniques

Mots clés: câbles, fils et cordons électriques;
matériaux isolants; polyéthylène;
essais, essais des matériaux.

Key words: cables, insulated wires and cords;
insulating materials; polyethylene;
testing; materials testing.



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 méca-
nique, 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.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe
Genève, Suisse

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4
Articles	
1. Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air	6
1.1 Généralités	6
1.2 Appareillage	6
1.3 Echantillonnage	6
1.4 Méthode de vieillissement	6
1.5 Méthode d'essai	8
1.6 Prescriptions	8
2. Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement	8
2.1 Généralités	8
2.2 Appareillage	8
2.3 Préparation des plaquettes d'essai	14
2.4 Conditionnement des plaquettes d'essai	14
2.5 Examen visuel des plaquettes d'essai	14
2.6 Méthode d'essai	16
2.7 Prescriptions	18
2.8 Résumé des conditions d'essais et des prescriptions des méthodes A et B	18
ANNEXE A	20

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
1. Wrapping test after thermal ageing in air	7
1.1 General	7
1.2 Apparatus	7
1.3 Sampling	7
1.4 Ageing procedure	7
1.5 Test procedure	9
1.6 Requirements	9
2. Resistance to environmental stress cracking	9
2.1 General	9
2.2 Apparatus	9
2.3 Preparation of the test sheets	15
2.4 Conditioning of the test sheets	15
2.5 Visual examination of test sheets	15
2.6 Test procedure	17
2.7 Requirements	19
2.8 Summary of test conditions and requirements for procedures A and B	19
APPENDIX A	21

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

Premier complément à la Publication 538 (1976)
CÂBLES, FILS ET CORDONS ÉLECTRIQUES:
MÉTHODES D'ESSAI POUR ISOLANTS ET GAINES EN POLYÉTHYLÈNE

**Méthodes supplémentaires d'essai des polyéthylènes
utilisés comme isolant et gaine de câbles électriques, fils
et cordons utilisés dans l'équipement de télécommunication et dans les
dispositifs employant des techniques similaires**

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Comité d'Etudes N° 46 de la CEI: Câbles, fils et guides d'ondes pour équipements de télécommunications.

Des projets furent discutés lors des réunions tenues à Bucarest en 1974, à Stockholm en 1976 et à Florence en 1978. A la suite de cette réunion, un projet, document 46(Bureau Central)19, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en avril 1979.

Les Comités nationaux des pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication:

Afrique du Sud (République d')	Israël
Allemagne	Italie
Autriche	Pays-Bas
Belgique	Roumanie
Canada	Royaume-Uni
Egypte	Suède
Espagne	Suisse
Etats-Unis d'Amérique	Turquie
France	

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

First supplement to Publication 538 (1976)

**ELECTRIC CABLES, WIRES AND CORDS:
METHODS OF TEST FOR POLYETHYLENE INSULATION AND SHEATH**

**Additional methods of test for polyethylene
insulation and sheath of electric cables, wires and
cords used in telecommunication equipment and in devices employing
similar techniques**

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This standard has been prepared by IEC Technical Committee No. 46: Cables, Wires and Wave-guides for Telecommunication Equipment.

Drafts were discussed at the meetings held in Bucharest in 1974, in Stockholm in 1976 and in Florence in 1978. As a result of this meeting a draft, Document 46(Central Office)19, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in April 1979.

The National Committees of the following countries voted explicitly in favour of publication:

Austria
Belgium
Canada
Egypt
France
Germany
Israel
Italy
Netherlands

Romania
South Africa (Republic of)
Spain
Sweden
Switzerland
Turkey
United Kingdom
United States of America

Premier complément à la Publication 538 (1976)
CÂBLES, FILS ET CORDONS ÉLECTRIQUES:
MÉTHODES D'ESSAI POUR ISOLANTS ET GAINES EN POLYÉTHYLÈNE

Méthodes supplémentaires d'essai des polyéthylènes
utilisés comme isolant et gaine de câbles électriques, fils
et cordons utilisés dans l'équipement de télécommunication et dans les
dispositifs employant des techniques similaires

1. Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air

1.1 Généralités

Le but de cet essai est de faire apparaître que le polyéthylène utilisé comme isolant est protégé contre l'oxydation.

L'essai s'applique aux produits de diamètre ≤ 10 mm et/ou d'épaisseur radiale $\leq 0,7$ mm ainsi qu'aux matériaux ayant une masse volumique $\leq 0,940$ g/ml.

Pour les matériaux de masse volumique $> 0,940$ g/ml, l'essai est à l'étude.

Note. — Un essai de stabilité à long terme est à l'étude.

1.2 Appareillage

1.2.1 Mandrin en métal poli et poids.

1.2.2 Enrouleur, mécanique de préférence.

1.2.3 Enceinte chauffée électriquement avec circulation d'air naturelle.

1.3 Echantillonnage

L'essai est effectué sur quatre éprouvettes.

Prendre une éprouvette de 2 m de long sur chaque longueur de câble ou d'âme à essayer et la couper en quatre tronçons d'égale longueur.

Enlever soigneusement les enveloppes et les tresses des éprouvettes, si nécessaire, ainsi que les matériaux de remplissage qui peuvent adhérer aux conducteurs.

Laisser le conducteur dans l'isolant. Puis redresser les éprouvettes.

1.4 Méthode de vieillissement

Les éprouvettes préparées suivant le paragraphe 1.3 sont suspendues verticalement pendant 14×24 h à 100 ± 2 °C au milieu de l'enceinte chauffée suivant le paragraphe 1.2.3, de manière que chaque éprouvette soit au moins à 20 mm de l'autre. Le volume occupé par les éprouvettes ne doit pas dépasser 2% du volume total de l'enceinte. Immédiatement après la période de vieillissement, les éprouvettes sont retirées de l'enceinte et laissées à la température ambiante pendant au moins 16 h, en évitant de les exposer à la lumière solaire.

Note. — Le temps de vieillissement et/ou la température de vieillissement peuvent être augmentés, si exigé par les spécifications particulières des câbles concernés.

First supplement to Publication 538 (1976)
ELECTRIC CABLES, WIRES AND CORDS:
METHODS OF TEST FOR POLYETHYLENE INSULATION AND SHEATH
Additional methods of test for polyethylene
insulation and sheath of electric cables, wires and
CORDS used in telecommunication equipment and in devices employing
similar techniques

1. Wrapping test after thermal ageing in air

1.1 General

The scope of this test is to show that the polyethylene compound used for insulation is protected against oxidation.

The test applies to products with a diameter ≤ 10 mm, and/or a wall thickness ≤ 0.7 mm and for materials with a density ≤ 0.940 g/ml.

For materials with a density > 0.940 g/ml the test is left under consideration.

Note. — A long-term stability test is under consideration.

1.2 Apparatus

1.2.1 Smooth metal mandrel and loading elements.

1.2.2 Winding device, preferably with mechanically driven mandrel.

1.2.3 Electrically heated cabinet with natural air flow.

1.3 Sampling

The test shall be done on four specimens for each length of the cable or cores to be tested.

Take a sample 2 m long and cut it into four specimens of equal length.

Remove carefully the coverings and braidings if any, from the specimens and any filling compound which may adhere to the cores.

Leave the conductor within the insulation. Then straighten the specimens.

1.4 Ageing procedure

The specimens prepared in accordance with Sub-clause 1.3 shall be suspended vertically for 14×24 h at $100 \pm 2^\circ\text{C}$, in the middle of the heating chamber in accordance with Sub-clause 1.2.3 so that each specimen is at least 20 mm from any other specimen. Not more than 2% of the cabinet volume shall be occupied by the specimens. Immediately after the ageing period, the specimens are taken out of the cabinet and left at ambient temperature, without being exposed to direct sunlight, for at least 16 h.

Note. — The ageing time and/or ageing temperature may be increased if required by the relevant cable specifications.

1.5 Méthode d'essai

Les éprouvettes conformes au paragraphe 1.3 sont soumises, après vieillissement suivant le paragraphe 1.4, à un essai d'enroulement à la température ambiante. A cette fin, le conducteur est dénudé à une extrémité sur laquelle est appliquée une traction d'environ $15 \text{ N/mm}^2 \pm 20\%$ selon la section de l'âme. L'autre extrémité est enroulée dix fois sur un mandrin métallique, à l'aide du dispositif décrit au paragraphe 1.2.2, à la vitesse d'environ un tour toutes les 5 s. Le diamètre d'enroulement doit être de 1 à 1,5 fois le diamètre de l'éprouvette. Les éprouvettes enroulées sont ensuite séparées du mandrin sans déroulement et maintenues pendant 24 h à $70 \pm 2^\circ\text{C}$ en position verticale, bien au milieu de l'enceinte chauffante décrite au paragraphe 1.2.3.

1.6 Prescriptions

Après refroidissement à la température ambiante, les éprouvettes ne doivent pas présenter de craquelures lorsqu'elles sont examinées visuellement, sans grossissement, avec une vue normale ou corrigée. L'essai peut être répété une nouvelle fois si une éprouvette n'est pas conforme.

2. Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement

2.1 Généralités

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

Note. — Pour le moment, ces essais concernent seulement le polyéthylène de masse volumique $\leq 0,940 \text{ g/ml}$.

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.

2.2 Appareillage

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

2.2.2 Deux plaques d'appui en métal rigide de $6 \pm 0,5 \text{ mm}$ 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.

2.2.3 Deux feuilles intercalaires d'environ $200 \text{ mm} \times 230 \text{ mm}$, par exemple des feuilles d'aluminium de 0,1 mm à 0,2 mm d'épaisseur, ou de polyester de 0,2 mm à 0,3 mm d'épaisseur.

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

2.2.5 Une étuve à air chauffée électriquement avec circulation forcée et un dispositif de programmation permettant d'abaisser la température à une vitesse de $5 \pm 0,5^\circ\text{C/h}$.

2.2.6 Un emporte-pièce, propre, affûté, sans défauts 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.

1.5 Test procedure

Specimens according to Sub-clause 1.3 shall be subjected, after ageing in accordance with Sub-clause 1.4 to a winding test at room temperature. For this purpose the conductor shall be laid bare at one end. To the exposed conductor end a weight shall be applied exerting a pull of about $15 \text{ N/mm}^2 \pm 20\%$ with respect to the conductor cross-section; ten windings shall be made on the other end of the test piece by means of a winding device in accordance with Sub-clause 1.2.2 on a metal mandrel at a speed of about one revolution/5 s. The winding diameter shall be 1 to 1.5 times the specimen diameter. Subsequently, the specimens wound on the mandrel shall be removed from the latter and shall be kept in their helical form for 24 h at $70 \pm 2^\circ\text{C}$ in vertical position, substantially in the middle of the heating chamber in accordance with Sub-clause 1.2.3.

1.6 Requirements

After cooling down to room temperature the specimens shall show no cracks, when examined with normal or corrected vision without magnification. The test may be repeated once more if a specimen fails.

2. Resistance to environmental stress cracking

2.1 General

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

Note. — For the time being, this test refers only to polyethylene with a density $\leq 0.940 \text{ g/ml}$.

Procedure A

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

Procedure B

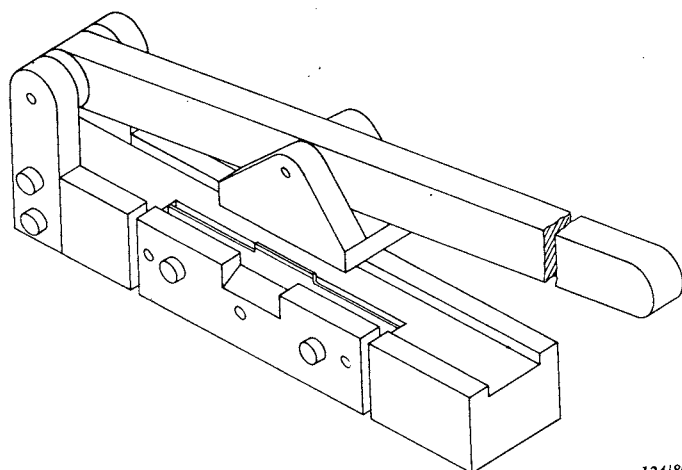
Applies to materials which will encounter more severe cable system conditions and environments.

2.2 Apparatus

- 2.2.1 Heatable press for producing moulded test sheets, with platens which are larger than the backing plates.
- 2.2.2 Two rigid metal backing plates $6 \pm 0.5 \text{ mm}$ thick and about $200 \text{ mm} \times 230 \text{ mm}$ 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.
- 2.2.3 Two separator sheets, about $200 \text{ mm} \times 230 \text{ mm}$, for instance aluminium foil 0.1 mm to 0.2 mm thick, or polyester film 0.2 mm to 0.3 mm thick.
- 2.2.4 Suitable moulding chases for producing test sheets, $150 \text{ mm} \times 180 \text{ mm} \times 3.3 \pm 0.1 \text{ mm}$ with internal corners rounded to a radius of 3 mm.
- 2.2.5 Electrically heated air oven with forced air circulation and programming device which lowers temperature at a rate of $5 \pm 0.5^\circ\text{C/h}$.
- 2.2.6 Clean, sharp, undamaged blanking die with blanking press suitable for cutting specimens $38.0 \pm 2.5 \text{ mm} \times 13.0 \pm 0.8 \text{ mm}$ or other suitable devices.

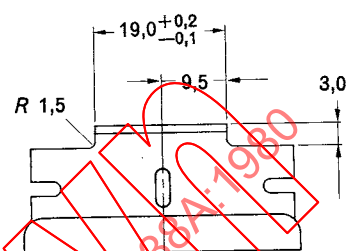
2.2.7 Un micromètre à cadran à touches planes de 4 mm à 8 mm de diamètre et à jauge de pression de 5 N/cm² à 8 N/cm².

2.2.8 Appareil à entailler (figure 1) muni de lames (figure 2).



124/80

Dimensions en millimètres



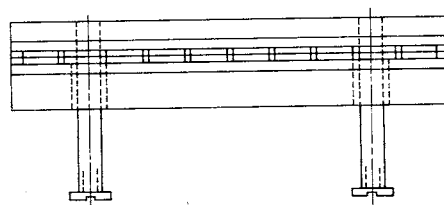
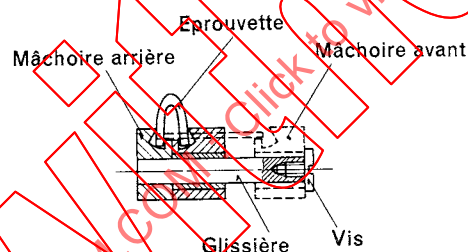
125/80

La lame est profilée à partir de lames « Gem » selon la figure 2 (voir annexe A).

FIGURE 1

FIGURE 2

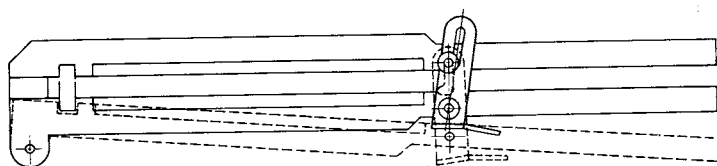
2.2.9 Presse de pliage (figure 3) comprenant un étau ou tout autre dispositif permettant d'obtenir la fermeture symétrique des mâchoires de serrage.



126/80

FIGURE 3

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

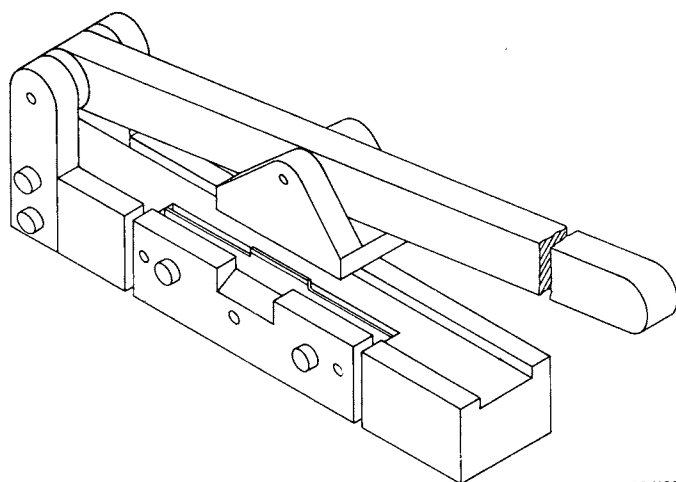


127/80

FIGURE 4

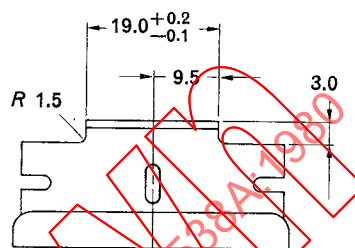
2.2.7 Dial indicator, with plane gauging faces 4 mm to 8 mm in diameter and a gauging pressure of 5 N/cm² to 8 N/cm².

2.2.8 Notching device as in Figure 1 with blades as in Figure 2.



124/80

Dimensions in millimetres



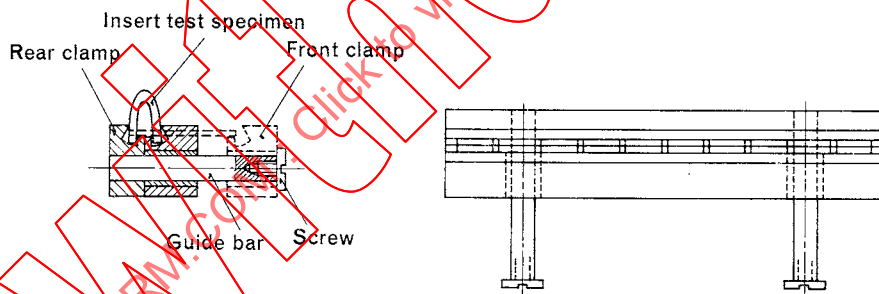
125/80

The blade is made of "Gem" blades as in Figure 2 (see Appendix A).

FIGURE 1

FIGURE 2

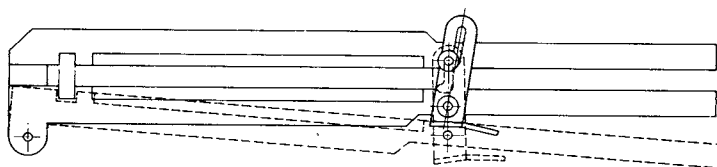
2.2.9 Bending clamp assembly as in Figure 3 with vice or other suitable device ensuring the symmetrical closing of the clamping jaws.



126/80

FIGURE 3

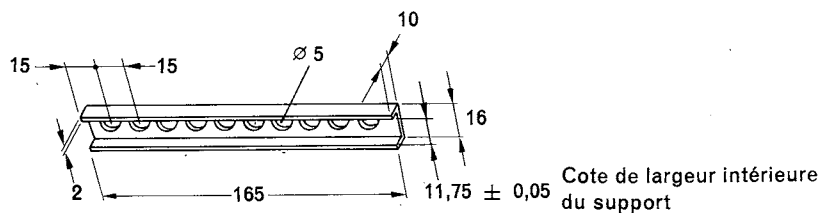
2.2.10 Transfer tool assembly as in Figure 4 for shifting the bent test specimens from the bending clamp to the brass channel.



127/80

FIGURE 4

2.2.11 Support d'échantillon en laiton (figure 5) en forme de gouttière permettant de réunir dix éprouvettes pliées.



Dimensions en millimètres

128/80

FIGURE 5.

2.2.12 Tubes à essais en verre dur 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 (figure 6).



FIG. 6. — Tube à essai contenant le support d'éprouvettes en laiton (paragraphe 2.2.11) sur lequel sont maintenues dix éprouvettes.

2.2.13 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 et annexe A).

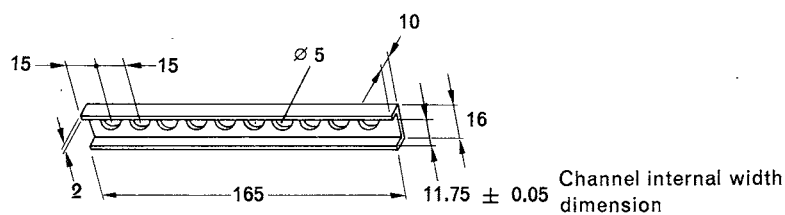
Méthode B

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

Notes 1. — Le réactif ne doit pas être utilisé plus d'une fois.

2. — Dans le cas de temps de craquelure plus courts que prévu, la teneur en eau du réactif sera 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.
3. — La solution d'Igepal CO-630 ou de produit similaire sera préparée en agitant le mélange de 60 °C à 70 °C pendant 1 h au moins. La solution sera utilisée dans la semaine qui suit la préparation.

2.2.11 Brass channel specimen holder as in Figure 5 for accommodating ten bent test specimens.



Dimensions in millimetres

128/80

FIGURE 5

2.2.12 Hard glass test tubes 200 mm × 32 mm for accommodating the brass channel with the inserted test specimens. Suitable aluminium foil wrapped corks (see Figure 6).



FIG. 6. — Test tube with inserted brass channel specimen holder as in Sub-clause 2.2.11, containing ten test specimens.

2.2.13 Reagents

Procedure A

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

Notes 1. — The reagent must not be used more than once.

2. — In 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.

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.

- 2.2.14 Un conteneur de dimensions et de profondeur suffisantes pour accepter les supports maintenant les tubes à essais remplis (figure 6, page 12). La température est 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 essais sont immergés.

2.3 Préparation des plaquettes d'essai

- 2.3.1 Pour préparer les plaquettes d'essai, une feuille propre intercalaire conforme au paragraphe 2.2.3 est placée sur la plaque d'appui du paragraphe 2.2.2, le châssis de moulage du paragraphe 2.2.4 étant placé dessus. Le châssis est rempli avec 90 ± 1 g de granulés ou de produit malaxé de manière à former une couche continue au-dessus de laquelle une seconde feuille intercalaire, puis la seconde plaque d'appui sont placées. Aucun agent de démoulage ne doit être utilisé.
- 2.3.2 Cet ensemble est placé dans la presse de moulage décrite au paragraphe 2.2.1, chauffée au préalable à 170 °C. Une pression ≤ 1 kN est appliquée par fermeture des plateaux.
- 2.3.3 Lorsque la température indiquée par les sondes placées dans les plaques d'appui a atteint 165 °C à 170 °C, appliquer la totalité de la charge de 50 kN à 200 kN pendant une période de 2 min durant laquelle les sondes continueront d'indiquer la température de 165 °C à 170 °C. A l'issue de la phase de pressage, le chauffage est stoppé en enlevant le moule de la presse ou en refroidissant rapidement celle-ci tout en maintenant la pleine pression.

2.4 Conditionnement des plaquettes d'essai*

Les plaques d'appui sont enlevées sans détériorer les intercalaires. Puis la plaque d'essai moulée est placée dans l'étuve décrite au paragraphe 2.2.5 en s'assurant que l'air circule librement autour d'elle. Le moulage sera 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 est normalement contrôlée comme suit :

Chauffer l'étuve jusqu'à ce que la température atteigne 145 ± 2 °C. Maintenir cette température pendant 1 h, puis refroidir à raison de 5 ± 2 °C par heure jusqu'à 30_{-2}^{+0} °C. Il est également permis de refroidir les plaquettes moulées dans la presse elle-même. La vitesse réelle de refroidissement est normalement enregistrée graphiquement.

Note. — Pour des raisons pratiques, il est permis de refroidir l'échantillon à environ 50 °C. En cas de doute, la méthode mentionnée est à appliquer.

2.5 Examen visuel des plaquettes d'essai

Les plaquettes 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.

* Le conditionnement des plaquettes d'essai sera laissé au choix de ceux qui organisent les essais car le conditionnement pourrait devenir essentiel. Comme des essais entrepris sans conditionnement risquent d'être plus rigoureux en cas de controverse, les éprouvettes devront avoir un rapport avec l'essai de référence.

- 2.2.14 A heated container of sufficient size and depth to accept racks which will hold the filled test tubes (Figure 6, page 13). The temperature shall be maintained at 50 ± 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.

2.3 Preparation of the test sheets

- 2.3.1 For preparing a test, a clean separator foil as in Sub-clause 2.2.3 shall be placed on the backing plate as in Sub-clause 2.2.2, and the moulding chase as in Sub-clause 2.2.4. 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 the second backing plate shall be placed. No release agent shall be used.
- 2.3.2 The mould assembly shall be placed in the moulding press as in Sub-clause 2.2.1, preheated to 170 °C, and the press shall be closed, using a force ≤ 1 kN.
- 2.3.3 When the temperature, as indicated by the sensors in the backing plates, 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 should 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.

2.4 Conditioning of the test sheets*

After removing the backing plates without disturbing the separator foil, the moulded test sheet shall be placed in an oven as in Sub-clause 2.2.5 so as to permit free circulation of air around it, so that the moulding is well supported on thermally conducting horizontal surfaces and so that good contact is 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:

Heat the oven until the temperature indicates 145 ± 2 °C. Maintain the temperature at 145 ± 2 °C for 1 h, then cool at 5 ± 2 °C per hour to 30_{-2}^{+0} °C. It is also permitted to cool down the moulded test sheets in the press itself. The actual cooling rate shall be recorded by a graphical recorder.

Note. — For practical reasons it is permissible to cool down to a temperature of about 50 °C. In case of doubt, the stated method should apply.

2.5 Visual examination of 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.

* Conditioning of the test sheets should be optional at the discretion of the testing organization since it may be essential. Since testing without conditioning would generally be more severe in case of dispute, the condition specimens could relate to a reference test.

2.6 Méthode d'essai

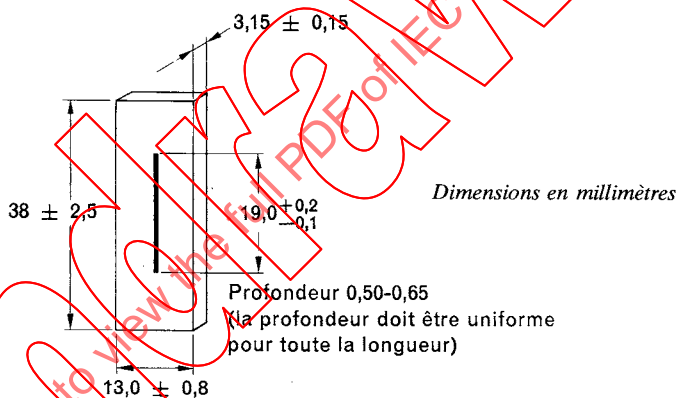
2.6.1 Préparation des éprouvettes d'essai

En utilisant l'emporte-pièce et la presse à découper décrits au paragraphe 2.2.6 ou un autre outillage adéquat, découper dix éprouvettes de $38,0 \pm 2,5$ mm de long et $13,0 \pm 0,8$ mm de large dans la plaquette 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 les manipulations.

L'épaisseur des éprouvettes, déterminée à l'aide d'un micromètre à cadran selon le paragraphe 2.2.7, est de $3,15 \pm 0,15$ mm. Les bords de l'éprouvette doivent être à l'équerre. Les bords qui ne sont pas à l'équerre peuvent conduire à des résultats erronés.

2.6.2 Entaille et disposition des éprouvettes

Peu de temps avant d'être immergée dans le réactif, chaque éprouvette est entaillée (figure 7) en utilisant l'appareil à entailler du paragraphe 2.2.8. (La lame ne doit être ni émoussée ni endommagée et, par conséquent, sera remplacée si nécessaire. Même dans des conditions d'emploi favorables, elles ne seront pas utilisées pour plus de 100 encoches.)



Note. — Pour le polyéthylène de masse volumique moyenne, les dimensions de l'encoche sont à l'étude.

FIGURE 7

Les dix éprouvettes sont alors placées dans la presse de pliage du paragraphe 2.2.9, entaille au-dessus. La mâchoire est 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 du paragraphe 2.2.10 et placées dans la gouttière en laiton du paragraphe 2.2.11. 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 est placé dans un tube suivant le paragraphe 2.2.12, de 5 min à 10 min après que les échantillons ont été pliés. Le tube à essai est rempli à l'aide du réactif approprié selon le paragraphe 2.2.13 jusqu'à ce que toutes les éprouvettes soient recouvertes par le liquide.

Le tube rempli est obturé à l'aide d'un bouchon et placé immédiatement dans un râtelier à l'intérieur du conteneur chauffé selon le paragraphe 2.2.14. 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 conteneur chauffé.

2.6 Test procedure

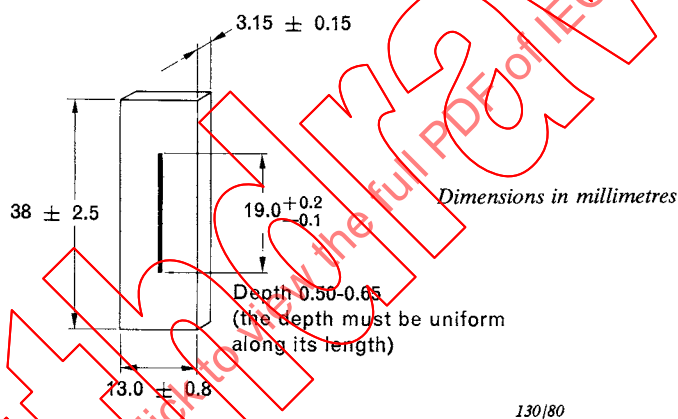
2.6.1 Preparation of the specimens

Using the blanking die and blanking press as in Sub-clause 2.2.6 or other suitable devices, ten specimens of 38.0 ± 2.5 mm length and 13.0 ± 0.8 mm width 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 specimens does not break down during handling.

The thickness of the specimens determined using the dial indicator as in Sub-clause 2.2.7 shall be 3.15 ± 0.15 mm. The specimen shall be cut with square edges. Bevelled edges may lead to erroneous results.

2.6.2 Notching and inserting of the specimens

Shortly before placing into the reagent, each of the specimens shall be given a notch (Figure 7) using the notching device as in Sub-clause 2.2.8. (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.)



Note. — For medium density polyethylene, the dimensions of the notch are under consideration.

FIGURE 7

Ten specimens shall then be placed, with the notch up, in the bending clamp as in Sub-clause 2.2.9. 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 specimens shall be lifted with the transfer tool as in Sub-clause 2.2.10 from the bending clamp and placed in the brass channel as in Sub-clause 2.2.11. If some specimens 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 Sub-clause 2.2.12, 5 min to 10 min after the specimens have been bent. The test tube shall be filled with the appropriate reagent as in Sub-clause 2.2.13 until all specimens 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 Sub-clause 2.2.14. Care shall be taken that the specimens do not touch the test tube during the test. The moment of insertion in the heated container shall be noted.

2.7 Prescriptions

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 en vision normale ou corrigée et sans grossissement, désigne une éprouvette non conforme.

Méthode A

Après 24 h passées dans le conteneur chauffé, le nombre d'éprouvettes non conformes ne doit pas dépasser cinq. Dans le cas où six éprouvettes ont craqué, l'essai est considéré comme négatif. Il peut cependant être recommencé une fois en utilisant dix échantillons 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. Aucune éprouvette provenant d'une nouvelle plaquette ne doit présenter de signe de craquelure.

2.8 Résumé des conditions opératoires et des prescriptions relatives aux méthodes A et B

Conditions et/ou prescriptions		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	De (145 ± 2) à (30 ± 2)	
— Vitesse de refroidissement	°C/h	5 ± 2	
Conditions d'essai:			
— Réactif*-concentration	%	100	10
— Température	°C	$50 \pm 0,5$	
— Durée (minimale)	h	24	48
Prescriptions:			
— Nombre d'essais négatifs	max.	5 échantillons (F 50)	0 échantillon (F 0)
* Igepal CO-630 ou tout autre réactif ayant la même composition chimique.			