

**NORME  
INTERNATIONALE  
INTERNATIONAL  
STANDARD**

**CEI  
IEC**

**811-4-1**

Première édition  
First edition  
1985

---

---

**Méthodes d'essais communes pour les matériaux  
d'isolation et de gainage des câbles électriques**

**Quatrième partie:**

Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène  
et polypropylène

Section un: Résistance aux craquelures sous  
contraintes dues à l'environnement – Essai  
d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air –  
Mesure de l'indice de fluidité à chaud – Mesure dans le  
PE du taux de noir de carbone et/ou des charges  
minérales

**Common test methods for insulating and sheathing  
materials of electric cables**

**Part 4:**

Methods specific to polyethylene and polypropylene  
compounds

Section One – Resistance to environmental stress  
cracking – Wrapping test after thermal ageing in air –  
Measurement of the melt flow index – Carbon black  
and/or mineral content measurement in PE



Numéro de référence  
Reference number  
CEI/IEC 811-4-1: 1985

## Validité de la présente publication

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

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles auprès du Bureau Central de la CEI.

Les renseignements relatifs à ces révisions, à l'établissement des éditions révisées et aux amendements peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et dans les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**  
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**  
Publié annuellement et mis à jour régulièrement

## Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 50: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI), qui se présente sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande. Voir également le dictionnaire multilingue de la CEI.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit tirés du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

## Symboles graphiques et littéraux

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

- la CEI 27: *Symboles littéraux à utiliser en électro-technique;*
- la CEI 417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles;*
- la CEI 617: *Symboles graphiques pour schémas;*

et pour les appareils électromédicaux,

- la CEI 878: *Symboles graphiques pour équipements électriques en pratique médicale.*

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit tirés de la CEI 27, de la CEI 417, de la CEI 617 et/ou de la CEI 878, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

## Publications de la CEI établies par le même comité d'études

L'attention du lecteur est attirée sur les listes figurant à la fin de cette publication, qui énumèrent les publications de la CEI préparées par le comité d'études qui a établi la présente publication.

## Validity 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 relating to the date of the reconfirmation of the publication is available from the IEC Central Office.

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

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**  
Published yearly
- **Catalogue of IEC publications**  
Published yearly with regular updates

## Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC 50: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field. Full details of the IEV will be supplied on request. See also the IEC Multilingual Dictionary.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV 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 publications:

- IEC 27: *Letter symbols to be used in electrical technology;*
- IEC 417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets;*
- IEC 617: *Graphical symbols for diagrams;*

and for medical electrical equipment,

- IEC 878: *Graphical symbols for electromedical equipment in medical practice.*

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC 27, IEC 417, IEC 617 and/or IEC 878, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

## IEC publications prepared by the same technical committee

The attention of readers is drawn to the end pages of this publication which list the IEC publications issued by the technical committee which has prepared the present publication.

**NORME  
INTERNATIONALE  
INTERNATIONAL  
STANDARD**

**CEI  
IEC**

**811-4-1**

Première édition  
First edition  
1985

---

---

**Méthodes d'essais communes pour les matériaux  
d'isolation et de gainage des câbles électriques**

**Quatrième partie:**  
Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène  
et polypropylène

Section un: Résistance aux craquelures sous  
contraintes dues à l'environnement – Essai  
d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air –  
Mesure de l'indice de fluidité à chaud – Mesure dans le  
PE du taux de noir de carbone et/ou des charges  
minérales

**Common test methods for insulating and sheathing  
materials of electric cables**

**Part 4:**  
Methods specific to polyethylene and polypropylene  
compounds

Section One – Resistance to environmental stress  
cracking – Wrapping test after thermal ageing in air –  
Measurement of the melt flow index – Carbon black  
and/or mineral content measurement in PE

© CEI 1985 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni  
utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé,  
électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les  
microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized  
in any form or by any means, electronic or mechanical,  
including photocopying and microfilm, without permission  
in writing from the publisher

Bureau central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembe Genève Suisse



Commission Electrotechnique Internationale  
International Electrotechnical Commission  
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX  
PRICE CODE

**R**

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

## Publications 811 de la C E I

(Premières éditions 1985)

Méthodes d'essais communes pour les matériaux d'isolation et de gainage des câbles électriques

## I E C Publications 811

(First editions 1985)

Common test methods for insulating and sheathing materials of electric cables

## CORRIGENDUM 1

Dans l'annexe A, article A2 des Publications 811-1-1, 811-1-2, 811-1-3, 811-1-4, 811-3-1, 811-3-2 et l'annexe B, article B2 de la Publication 811-4-1, veuillez modifier comme indiqué le tableau suivant :

## Correspondance entre les articles des Publications 540, 811 et 885 de la C E I \*

Titre de l'article dans la Publication 540 *	540		811		885	
	Article	Partie	Section	Article	Partie	
Essais de décharges partielles . . . . .	3	-	-	-	-	2
Mesure des épaisseurs et des diamètres **	4	1	1	8	-	
Détermination des propriétés mécaniques des mélanges pour enveloppes isolantes et gaines . . . . .	5	1	1	9	-	
Méthodes de vieillissement thermique . . . . .	6	1	2	8	-	
Essai de perte de masse des enveloppes isolantes et gaines de PVC . . . . .	7	3	2	8	-	
Essai de pression à température élevée pour enveloppes isolantes et gaines de PVC . . . . .	8	3	1	8	-	
Essais à basse température pour enveloppes isolantes et gaines de PVC . . . . .	9	1	4	8	-	
Essais de résistance à la fissuration des enveloppes isolantes et gaines de PVC . . . . .	10	3	1	9	-	
Méthode de détermination de la masse volumique des mélanges élastomères et thermoplastiques . . . . .	11	1	3	8	-	
Mesure de l'indice de fluidité à chaud du polyéthylène thermoplastique . . . . .	12	4	1	10	-	
Essai de résistance à l'ozone . . . . .	13	2	1	8	-	
Essai d'allongement à chaud . . . . .	14	2	1	9	-	
Essai de résistance à l'huile minérale pour les gaines à base d'élastomères . . . . .	15	2	1	10	-	
Essais électriques pour les câbles, les conducteurs et les fils, pour une tension inférieure ou égale à 450/750 V . . . . .	16	-	-	-	-	1
Stabilité thermique des enveloppes isolantes et des gaines de PVC . . . . .	17	3	2	9	-	
Mesure dans le PE du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales . . . . .	18	4	1	11	-	
Essais d'absorption d'eau . . . . .	19	1	3	9	-	
Essai de rétraction . . . . .	20	1	3	10	-	

\* Publication 540: Méthodes d'essais pour les enveloppes isolantes et les gaines des câbles électriques rigides et souples (mélanges élastomères et thermoplastiques).

Publication 885: Méthodes d'essais électriques pour les câbles électriques.

\*\* Techniquement non identique.

In Appendix A, Clause A2 of Publications 811-1-1, 811-1-2, 811-1-3, 811-1-4, 811-3-1, 811-3-2 and Appendix B, Clause B2 of Publication 811-4-1, please amend as follows the table below:

Corresponding clauses in I E C Publications 540, 811 and 885 \*

Heading of clause in Publication 540 *	540	811			885
	Clause	Part	Section	Clause	Part
Partial discharge tests . . . . .	3	-	-	-	2
Measurement of thicknesses and diameters** . . . . .	4	1	1	8	-
Tests for determining the mechanical properties of insulating and sheathing compounds . . . . .	5	1	1	9	-
Thermal ageing methods . . . . .	6	1	2	8	-
Loss of mass test for PVC insulations and sheaths . . . . .	7	3	2	8	-
Pressure test at high temperature for PVC insulations and sheaths . . . . .	8	3	1	8	-
Tests at low temperature for PVC insulations and sheaths . . . . .	9	1	4	8	-
Tests for resistance of PVC insulations and sheaths to cracking . . . . .	10	3	1	9	-
Method for determining the density of elastomeric and thermoplastic compounds . . . . .	11	1	3	8	-
Measurement of the melt flow index of thermoplastic polyethylene . . . . .	12	4	1	10	-
Ozone resistance test . . . . .	13	2	1	8	-
Hot set test . . . . .	14	2	1	9	-
Mineral oil immersion test for elastomeric sheaths . . . . .	15	2	1	10	-
Electrical tests for cables, cords and wires for voltages up to and including 450/750 V . . . . .	16	-	-	-	1
Thermal stability of PVC insulations and sheaths . . . . .	17	3	2	9	-
Carbon black and/or mineral filler content in PE . . . . .	18	4	1	11	-
Water absorption tests . . . . .	19	1	3	9	-
Shrinkage test . . . . .	20	1	3	10	-

\* Publication 540: Test Methods for Insulations and Sheaths of Electric Cables and Cords (Elastomeric and Thermoplastic Compounds).  
Publication 885: Electrical Test Methods for Electric Cables.

\*\* Technically not identical.

## SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE .....	4
PRÉFACE .....	4
Articles	
1. Domaine d'application .....	6
2. Valeurs prescrites pour les essais .....	6
3. Application .....	6
4. Définitions .....	6
5. Essais de type et autres essais .....	8
6. Préconditionnement .....	8
7. Valeur médiane .....	8
8. Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement .....	8
8.1 Généralités .....	8
8.2 Appareillage .....	8
8.3 Préparation des plaquettes d'essai .....	14
8.4 Conditionnement des plaquettes d'essai .....	14
8.5 Examen visuel des plaquettes d'essai .....	14
8.6 Méthode d'essai .....	14
8.7 Evaluation des résultats .....	16
8.8 Résumé des conditions opératoires et des prescriptions relatives aux méthodes A et B .....	18
9. Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air .....	18
9.1 Généralités .....	18
9.2 Appareillage .....	18
9.3 Echantillonnage .....	18
9.4 Méthode de vieillissement .....	18
9.5 Méthode d'essai .....	20
9.6 Evaluation des résultats .....	20
10. Mesure de l'indice de fluidité à chaud .....	20
10.1 Généralités .....	20
10.2 Appareillage .....	20
10.3 Echantillons .....	22
10.4 Nettoyage et entretien de l'appareil .....	22
10.5 Méthode A .....	24
10.6 Méthode C .....	26
11. Mesure dans le PE du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales .....	26
11.1 Echantillonnage .....	26
11.2 Mode opératoire .....	26
11.3 Expression des résultats .....	28
ANNEXE A — Outils et réactifs .....	32
ANNEXE B — Correspondance entre les articles et paragraphes des Publications 538 et 540 de la CEI et de la Publication 811 de la CEI .....	34

## CONTENTS

	Page
FOREWORD . . . . .	5
PREFACE . . . . .	5
Clause	
1. Scope . . . . .	7
2. Test values . . . . .	7
3. Applicability . . . . .	7
4. Definitions . . . . .	7
5. Type tests and other tests . . . . .	9
6. Pre-conditioning . . . . .	9
7. Median value . . . . .	9
8. Resistance to environmental stress cracking . . . . .	9
8.1 General . . . . .	9
8.2 Apparatus . . . . .	9
8.3 Preparation of the test sheets . . . . .	15
8.4 Conditioning of the test sheets . . . . .	15
8.5 Visual examination of the test sheets . . . . .	15
8.6 Test procedure . . . . .	15
8.7 Evaluation of results . . . . .	17
8.8 Summary of test conditions and requirements for procedures A and B . . . . .	19
9. Wrapping test after thermal ageing in air . . . . .	19
9.1 General . . . . .	19
9.2 Apparatus . . . . .	19
9.3 Sampling . . . . .	19
9.4 Ageing procedure . . . . .	19
9.5 Test procedure . . . . .	21
9.6 Evaluation of results . . . . .	21
10. Measurement of the melt flow index . . . . .	21
10.1 General . . . . .	21
10.2 Apparatus . . . . .	21
10.3 Test samples . . . . .	23
10.4 Cleaning and maintenance of the apparatus . . . . .	23
10.5 Method A . . . . .	25
10.6 Method C . . . . .	27
11. Carbon black and/or mineral filler content measurement in PE . . . . .	27
11.1 Sampling . . . . .	27
11.2 Test procedure . . . . .	27
11.3 Expression of results . . . . .	29
APPENDIX A — Tools and Reagents . . . . .	33
APPENDIX B — Corresponding clauses and sub-clauses in IEC Publications 538 and 540 and IEC Publication 811 . . . . .	35

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**MÉTHODES D'ESSAIS COMMUNES POUR LES MATÉRIAUX  
D'ISOLATION ET DE GAINAGE DES CÂBLES ÉLECTRIQUES**

**Quatrième partie: Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène  
et polypropylène**

**Section un — Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement —  
Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air —  
Mesure de l'indice de fluidité à chaud —  
Mesure dans le PE du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales**

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° 20, de la CEI: Câbles électriques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

Règle des Six Mois	Rapport de vote
20(BC)155	20(BC)166

Pour de plus amples renseignements, consulter le rapport de vote mentionné dans le tableau ci-dessus.

Les publications suivantes de la CEI sont citées dans la présente norme:

- Publications n<sup>os</sup>
- 538 (1976): Câbles, fils et cordons électriques: Méthodes d'essai pour isolants et gaines en polyéthylène.
  - 538A (1980): Premier complément à la Publication 538 — 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.
  - 540 (1982): Méthodes d'essais pour les enveloppes isolantes et les gaines des câbles électriques rigides et souples (mélanges élastomères et thermoplastiques).
  - 811-1-3 (1985): Méthodes d'essais communes pour les matériaux d'isolation et de gainage des câbles électriques, Première partie: Méthodes d'application générale — Section trois: Méthodes de détermination de la masse volumique — Essais d'absorption d'eau — Essai de rétraction.

La norme complète doit finalement remplacer les Publications 538 et 540 de la CEI. Pour permettre aux utilisateurs une comparaison entre les articles et paragraphes correspondants dans les trois publications, un tableau de correspondance est donné dans l'annexe B.

## INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

COMMON TEST METHODS FOR INSULATING AND SHEATHING  
MATERIALS OF ELECTRIC CABLES

## Part 4: Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds

Section One — Resistance to environmental stress cracking —  
Wrapping test after thermal ageing in air —  
Measurement of the melt flow index —  
Carbon black and/or mineral filler content measurement in PE

## 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. 20: Electric Cables.

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

Six Months' Rule	Report on Voting
20(CO)155	20(CO)166

Further information can be found in the Report on Voting indicated in the table above.

The following IEC publications are quoted in this standard:

- Publications Nos. 538 (1976): Electric Cables, Wires and Cords: Methods of Test for Polyethylene Insulation and Sheath.
- 538A (1980): First Supplement to Publication 538 — 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.
- 540 (1982): Test Methods for Insulations and Sheaths of Electric Cables and Cords (Elastomeric and Thermoplastic Compounds).
- 811-1-3 (1985): Common Test Methods for Insulating and Sheathing Materials of Electric Cables, Part 1: Methods for General Application — Section Three: Method for Determining the Density — Water Absorption Tests — Shrinkage Test.

The complete standard is to replace eventually IEC Publications 538 and 540. To enable users to compare the relevant clauses in all three publications, a table of cross-references is given in Appendix B.

# MÉTHODES D'ESSAIS COMMUNES POUR LES MATÉRIAUX D'ISOLATION ET DE GAINAGE DES CÂBLES ÉLECTRIQUES

## Quatrième partie: Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et polypropylène

### SECTION UN — RÉSISTANCE AUX CRAQUELURES SOUS CONTRAINTES DUES À L'ENVIRONNEMENT — ESSAI D'ENROULEMENT APRÈS VIEILLISSEMENT THERMIQUE DANS L'AIR — MESURE DE L'INDICE DE FLUIDITÉ À CHAUD — MESURE DANS LE PE DU TAUX DE NOIR DE CARBONE ET/OU DES CHARGES MINÉRALES

#### 1. Domaine d'application

La présente norme précise les méthodes d'essais à employer pour l'essai des matériaux d'isolation et de gainage polymère des câbles électriques pour la distribution d'énergie et les télécommunications, y compris les câbles utilisés à bord des navires.

Cette section un de la quatrième partie donne les méthodes pour la mesure de la résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement, l'essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air, la mesure de l'indice de fluidité à chaud et la mesure du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales, qui s'appliquent aux mélanges PE et PP, y compris les mélanges d'isolation cellulaire avec ou sans peau.

#### 2. Valeurs prescrites pour les essais

Les prescriptions complètes des essais (telles que températures, durées, etc.) et les résultats à obtenir ne figurent pas dans cette norme. Ils figurent, en principe, dans les normes particulières à chaque type de câble.

Toutes les valeurs prescrites pour les essais dans cette norme peuvent être modifiées par la norme du câble correspondant afin de répondre aux exigences particulières de celui-ci.

#### 3. Application

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

#### 4. Définitions

Pour ces essais, on fera la distinction entre PE de basse densité, de moyenne densité et de haute densité.

Polyéthylène de basse densité	$\leq 0,925 \text{ g/cm}^3$	} à 23 °C
Polyéthylène de moyenne densité > 0,925	$\leq 0,940 \text{ g/cm}^3$	
Polyéthylène de haute densité	$> 0,940 \text{ g/cm}^3$	

*Note.* — Les masses volumiques se rapportent aux résines non chargées et déterminées au moyen de la méthode définie à l'article 8 de la Publication 811-1-3: Méthodes d'essais communes pour les matériaux d'isolation et de gainage des câbles électriques, Première partie: Méthodes d'application générale — Section trois: Méthodes de détermination de la masse volumique — Essais d'absorption d'eau — Essai de rétraction.

## COMMON TEST METHODS FOR INSULATING AND SHEATHING MATERIALS OF ELECTRIC CABLES

### Part 4: Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds

#### SECTION ONE — RESISTANCE TO ENVIRONMENTAL STRESS CRACKING — WRAPPING TEST AFTER THERMAL AGEING IN AIR — MEASUREMENT OF THE MELT FLOW INDEX — CARBON BLACK AND/OR MINERAL FILLER CONTENT MEASUREMENT IN PE

#### 1. Scope

This standard specifies the test methods to be used for testing polymeric insulating and sheathing materials of electric cables for power distribution and telecommunications including cables used on ships.

This Section One of Part Four gives the methods for measurement of the resistance to environmental stress cracking, for wrapping test after thermal ageing in air, for measurement of melt flow index and for measurement of carbon black and/or mineral filler content, which apply to PE and PP compounds, including cellular compounds and foam skin for insulation.

#### 2. Test values

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

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

#### 3. Applicability

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

#### 4. Definitions

For the purpose of these tests, a distinction shall be made between low density, medium density and high-density PE:

Low-density polyethylene	$\leq 0.925$	$\text{g/cm}^3$	}	23 °C
Medium-density polyethylene	$> 0.925$	$\leq 0.940$		
High-density polyethylene	$> 0.940$	$\text{g/cm}^3$		

*Note.* — These densities refer to unfilled resins as determined by the method specified in Clause 8 of Publication 811-1-3: Common Test Methods for Insulating and Sheathing Materials of Electric Cables, Part 1: Methods for General Application — Section Three: Method for Determining the Density — Water Absorption Tests — Shrinkage Test.

## 5. Essais de type et autres essais

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

## 6. Préconditionnement

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

## 7. Valeur médiane

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

## 8. Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement

### 8.1 Généralités

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

*Note.* — Pour le moment, ces essais concernent seulement le polyéthylène de masse volumique  $\leq 0,940$  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.

### 8.2 Appareillage

- 8.2.1 Presse chauffante pour fabriquer les plaquettes d'essai moulées, munie de plateaux plus larges que les plaques d'appui.
- 8.2.2 Deux plaques d'appui en métal rigide de  $6 \pm 0,5$  mm d'épaisseur et d'environ 200 mm  $\times$  230 mm de côté, percées chacune d'un trou sur un côté de manière qu'un indicateur de température puisse être logé dans les 5 mm mesurés à partir du centre de la plaque.
- 8.2.3 Deux feuilles intercalaires d'environ 200 mm  $\times$  230 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.
- 8.2.4 Des châssis de moulage prévus pour introduire des plaquettes d'essai de 150 mm  $\times$  180 mm  $\times$   $3,3 \pm 0,1$  mm comportant un angle intérieur arrondi sur un rayon de 3 mm.
- 8.2.5 Une étuve à air chauffée électriquement avec circulation forcée et un dispositif de programmation permettant d'abaisser la température à une vitesse de  $5 \pm 0,5$  °C/h.
- 8.2.6 Un emporte-pièce, propre, affûté, sans défaut, ainsi qu'une presse permettant de découper des éprouvettes de  $38,0 \pm 2,5$  mm  $\times$   $13,0 \pm 0,8$  mm ou tout autre dispositif adéquat.
- 8.2.7 Un micromètre à cadran à touches planes de 4 mm à 8 mm de diamètre et à jauge de pression de 5 N/cm<sup>2</sup> à 8 N/cm<sup>2</sup>.

## 5. Type tests and other tests

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

## 6. Pre-conditioning

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

## 7. Median value

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

## 8. Resistance to environmental stress cracking

### 8.1 General

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

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

#### *Procedure A*

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

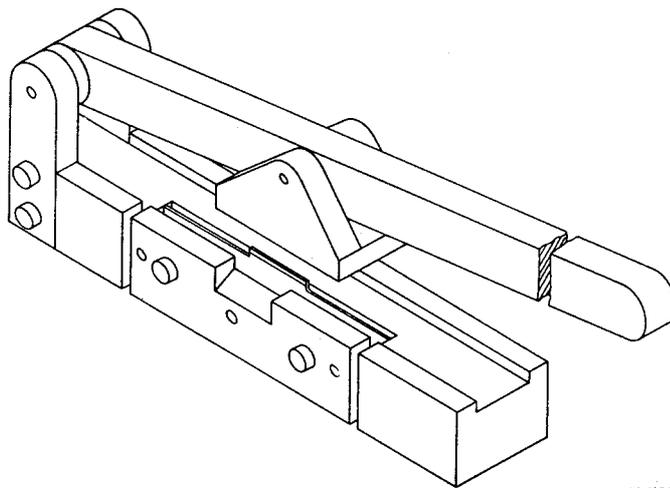
#### *Procedure B*

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

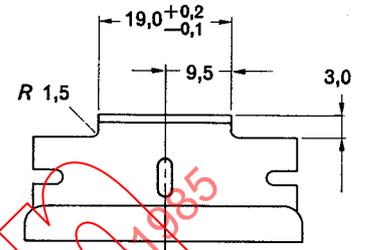
### 8.2 Apparatus

- 8.2.1 Heatable press for producing moulded test sheets, with platens which are larger than the backing plates.
- 8.2.2 Two rigid metal backing plates  $6 \pm 0.5$  mm thick and about 200 mm  $\times$  230 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.
- 8.2.3 Two separator sheets, about 200 mm  $\times$  230 mm, for instance aluminium foil 0.1 mm to 0.2 mm thick, or polyester film 0.2 mm to 0.3 mm thick.
- 8.2.4 Suitable moulding chases for producing test sheets, 150 mm  $\times$  180 mm  $\times$   $3.3 \pm 0.1$  mm with internal corners rounded to a radius of 3 mm.
- 8.2.5 Electrically heated air oven with forced air circulation and programming device which lowers temperature at a rate of  $5 \pm 0.5$  °C/h.
- 8.2.6 Clean, sharp, undamaged blanking die with blanking press suitable for cutting test pieces  $38.0 \pm 2.5$  mm  $\times$   $13.0 \pm 0.8$  mm or other suitable devices.
- 8.2.7 Dial gauge, with plane gauging faces 4 mm to 8 mm in diameter and a gauging pressure of 5 N/cm<sup>2</sup> to 8 N/cm<sup>2</sup>.

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



Dimensions en millimètres



124/80

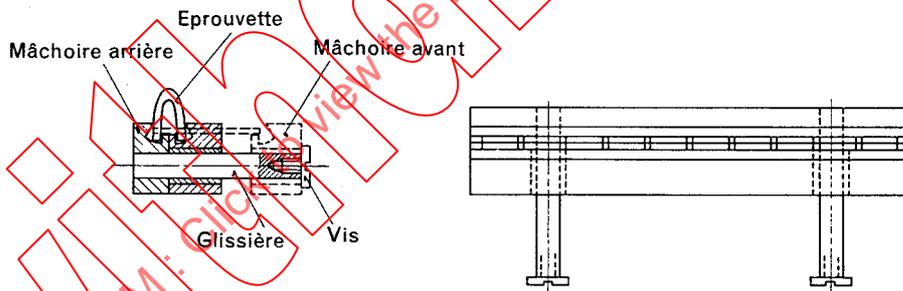
125/80

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

FIGURE 1

FIGURE 2

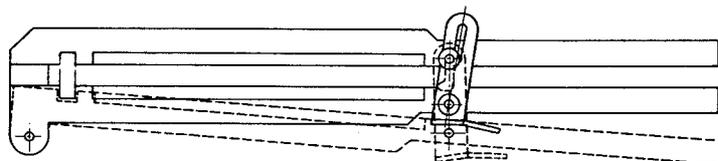
8.2.9 Presse de pliage (figure 3) comprenant un étau ou tout autre dispositif permettant d'obtenir la fermeture symétrique des mâchoires de serrage.



126/80

FIGURE 3

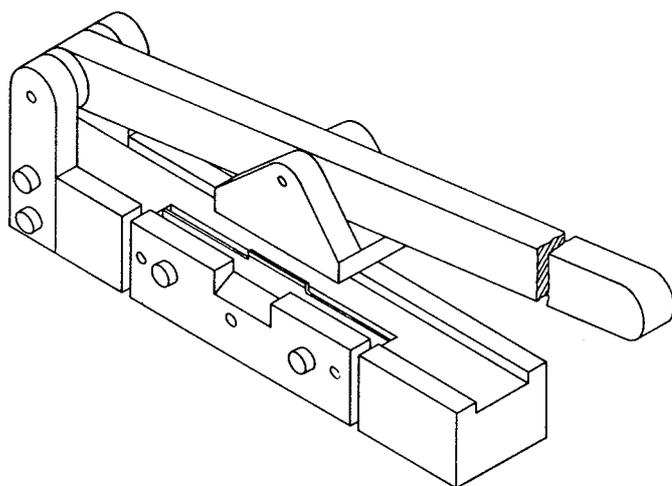
8.2.10 Outil de transfert (figure 4) permettant de déplacer en une seule fois les éprouvettes d'essais pliées, de la presse de pliage au support en laiton.



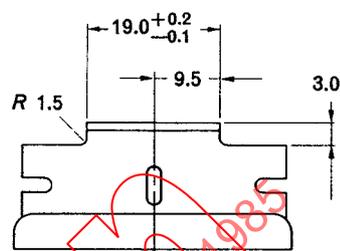
127/80

FIGURE 4

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



Dimensions in millimetres



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

FIGURE 1

FIGURE 2

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

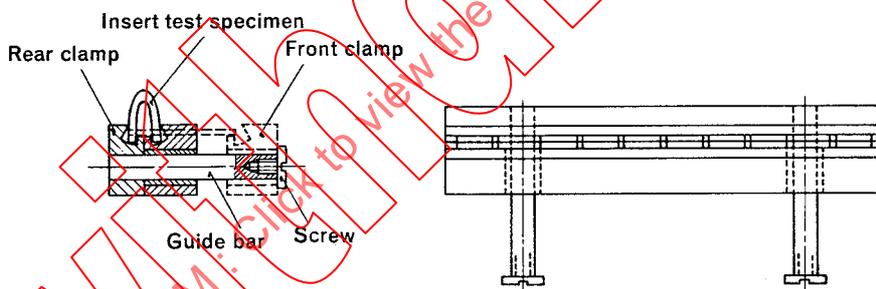


FIGURE 3

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

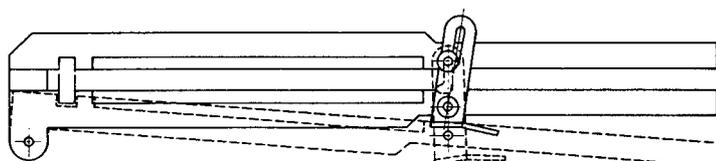


FIGURE 4

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

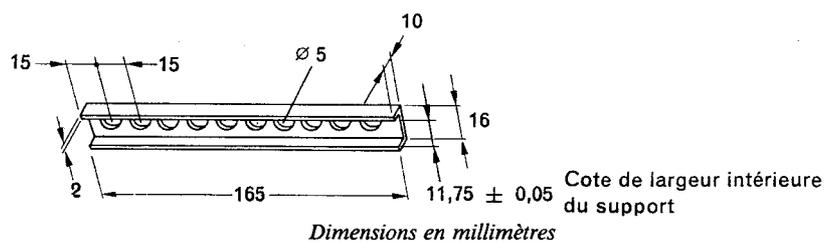


FIGURE 5

128/80

8.2.12 Tubes à essai 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).

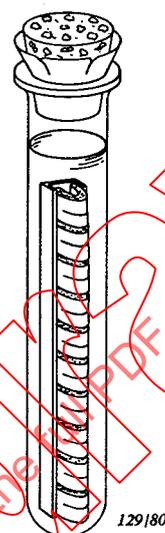


FIG. 6. — Tube à essai contenant le support d'éprouvettes en laiton (paragraphe 8.2.11) sur lequel sont maintenues dix éprouvettes.

8.2.13 Réactifs

*Méthode A*

Igepal CO-630 à 100% (Antarox CO-630) ou tout autre réactif ayant la même composition chimique (voir notes 1 et 2 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 prévus, 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.

8.2.14 Un conteneur chauffé, de dimensions et de profondeur suffisantes pour accepter les supports maintenant les tubes à essai remplis (figure 6). 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 essai sont immergés.

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

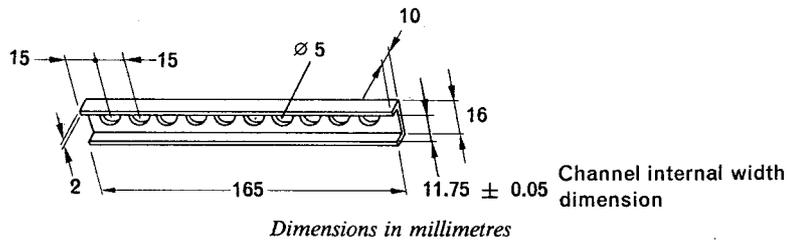


FIGURE 5

128/80

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

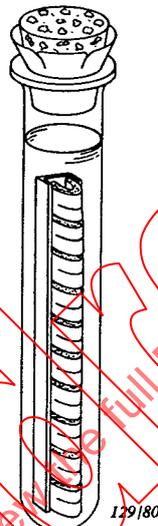


FIG. 6.— Test tube with inserted brass channel specimen holder as in Sub-clause 8.2.11, containing ten test specimens.

8.2.13 Reagents.

*Procedure A*

100% Igepal CO-630 (Antarox CO-630) or any other reagent having the same chemical composition (see Notes 1 and 2 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 the case of unexpectedly short failure times, the reagent should be checked for water content as small increases in water content beyond the specified maximum of 1% will cause a significant increase in reagent activity.

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

8.2.14 A heated container of sufficient size and depth to accept racks which will hold the filled test tubes (Figure 6). The temperature shall be maintained at  $50 \pm 0.5$  °C by means of suitable equipment and the thermal capacity shall be high enough to ensure that the temperature does not drop below 49 °C even when the test tubes are inserted.

### 8.3 Préparation des plaquettes d'essai

- 8.3.1 Pour préparer les plaquettes d'essai, une feuille propre intercalaire conformément au paragraphe 8.2.3 est placée sur la plaque d'appui conformément au paragraphe 8.2.2, le châssis de moulage conformément au paragraphe 8.2.4. Le châssis est rempli avec  $90 \pm 1$  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.
- 8.3.2 Cet ensemble est placé dans la presse de moulage décrite au paragraphe 8.2.1, chauffée au préalable à 170 °C. Une force  $\leq 1$  kN est appliquée par fermeture des plateaux.
- 8.3.3 Lorsque la température indiquée par les sondes placées dans les plaques d'appui a atteint de 165 °C à 170 °C, appliquer au moule, au moyen de la presse, la totalité de la charge de 50 kN à 200 kN pendant une période de 2 min durant laquelle les sondes 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 force.

### 8.4 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 8.2.5 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  $145 \pm 2$  °C. Maintenir cette température pendant 1 h, puis refroidir à raison de  $5 \pm 2$  °C par heure jusqu'à  $30 \pm 0,2$  °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.

### 8.5 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.

### 8.6 Méthode d'essai

#### 8.6.1 Préparation des éprouvettes

En utilisant l'emporte-pièce et la presse à découper décrits au paragraphe 8.2.6 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 des manipulations.

L'épaisseur des éprouvettes, déterminées à l'aide d'un micromètre à cadran selon le paragraphe 8.2.7, est de  $3,15 \pm 0,15$  mm. Les bords de l'éprouvette doivent être à l'équerre, ceux qui ne le sont pas peuvent conduire à des résultats erronés.

#### 8.6.2 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 8.2.8. La lame ne doit être ni émoussée ni endommagée

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

### 8.3 *Preparation of the test sheets*

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

8.3.2 The mould assembly shall be placed in the moulding press as in Sub-clause 8.2.1, preheated to  $170^\circ\text{C}$ , and the press shall be closed, using a force  $\leq 1$  kN.

8.3.3 When the temperature, as indicated by the sensors in the backing plates has reached  $165^\circ\text{C}$  to  $170^\circ\text{C}$ , 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  $165^\circ\text{C}$  to  $170^\circ\text{C}$ . On completion of the full force phase the heating of the mould assembly shall be stopped either by removing from the press or by fast cooling in the press under full force.

### 8.4 *Conditioning of the test sheets\**

After removing the backing plates without disturbing the separator foil, the moulded test sheet shall be placed in an oven as in Sub-clause 8.2.5 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  $145 \pm 2^\circ\text{C}$ . Maintain the temperature at  $145 \pm 2^\circ\text{C}$  for 1 h, then cool at  $5 \pm 2^\circ\text{C}$  per hour to  $30^{+0}_-2^\circ\text{C}$ . 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  $50^\circ\text{C}$ . In case of doubt, the stated method should apply.

### 8.5 *Visual examination of the test sheets*

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

### 8.6 *Test procedure*

#### 8.6.1 *Preparation of the test pieces*

Using the blanking die and blanking press as in Sub-clause 8.2.6 or other suitable devices, ten test pieces of  $38.0 \pm 2.5$  mm length and  $13.0 \pm 0.8$  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 test pieces is not damaged during handling.

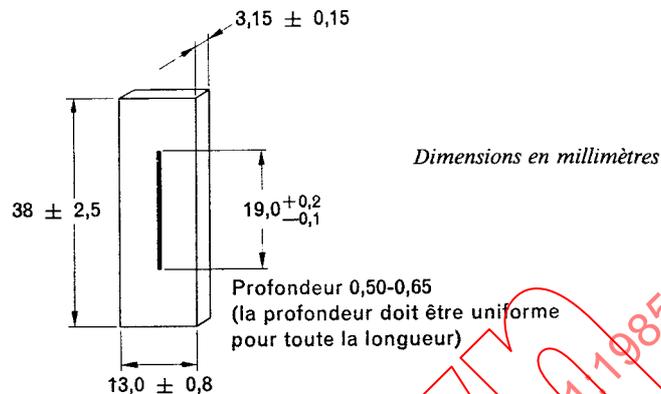
The thickness of the test pieces determined using the dial gauge as in Sub-clause 8.2.7 shall be  $3.15 \pm 0.15$  mm. The test pieces shall be cut with square edges. Bevelled edges may lead to erroneous results.

#### 8.6.2 *Notching and inserting of the test pieces*

Shortly before placing into the reagent, each of the test pieces shall be given a notch (Figure 7) using the notching device as in Sub-clause 8.2.8. The blade shall be neither dull nor damaged and,

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

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 8.2.9, 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 8.2.10 et placées dans la gouttière en laiton du paragraphe 8.2.11. Si quelques éprouvettes se placent en position trop élevée par rapport aux autres, elles doivent être ramenées au même niveau par pression manuelle.

Le support est placé dans un tube suivant le paragraphe 8.2.12, 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 8.2.13 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 8.2.14. Veiller à ce que les éprouvettes ne touchent pas le tube pendant l'essai. Noter le moment à partir duquel les tubes sont immergés dans le conteneur chauffé.

#### 8.7 Evaluation des résultats

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

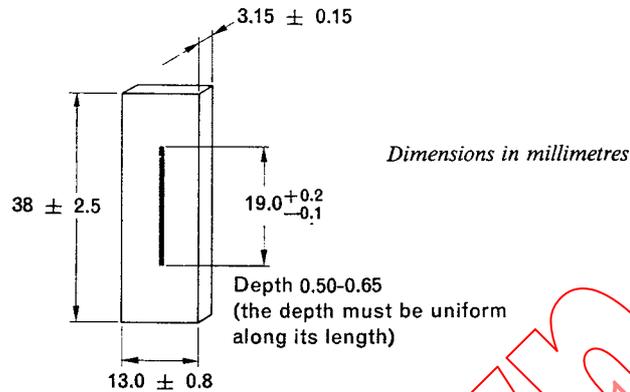
##### Méthode A

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.

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

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

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

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

### 8.7 Evaluation of results

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

#### *Procedure A*

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

#### *Procedure B*

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

8.8 *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 $(145 \pm 2)$ à $(30^{+0}_{-2})$	
— Vitesse de refroidissement	°C/h	$5 \pm 2$	
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.			

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

9.1 *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  $\leq 10$  mm et/ou d'épaisseur radiale inférieure à 0,8 mm ainsi qu'aux matériaux ayant une masse volumique  $\leq 0,940$  g/cm<sup>3</sup>.

Pour les matériaux de masse volumique  $> 0,940$  g/cm<sup>3</sup>, l'essai est à l'étude.

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

9.2 *Appareillage*

9.2.1 Mandrin en métal poli et poids.

9.2.2 Enrouleur, mécanique de préférence.

9.2.3 Enceinte chauffée électriquement avec circulation d'air naturelle.

9.3 *Echantillonnage*

L'essai est effectué sur quatre éprouvettes.

Prendre un échantillon de 2 m de long sur chaque longueur de câble ou de conducteur à essayer et le couper en quatre tronçons d'égale longueur.

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

Laisser l'âme dans l'isolant. Puis redresser les éprouvettes.

9.4 *Méthode de vieillissement*

Les éprouvettes préparées suivant le paragraphe 9.3 sont suspendues verticalement pendant  $14 \times 24$  h à  $100 \pm 2$  °C au milieu de l'enceinte chauffée suivant le paragraphe 9.2.3, de manière que

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

Conditions and/or requirements		Procedure A	Procedure B
Preparation of the test sheets:			
— Temperature	°C	165 to 170	
— Force	kN	50 to 200	
— Time	min	2	
Conditioning of test sheets:			
— Temperature range	°C	From $(145 \pm 2)$ to $(30_{-2}^{+0})$	
— Cooling rate	°C/h	$5 \pm 2$	
Test conditions:			
— Reagent* — concentration	%	100	10
— Temperature	°C	$50 \pm 0.5$	
— Duration (minimum)	h	24	48
Requirements:			
— Failure rate	max.	5 test pieces (F 50)	0 test pieces (F 0)
* Igepal CO-630 or any other reagent having the same chemical composition.			

## 9. Wrapping test after thermal ageing in air

## 9.1 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 diameter  $\leq 10$  mm, and/or a wall thickness less than 0.8 mm and for materials with a density  $\leq 0.940$  g/cm<sup>3</sup>.

For materials with a density  $> 0.940$  g/cm<sup>3</sup> the test is left under consideration.

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

## 9.2 Apparatus

9.2.1 Smooth metal mandrel and loading elements.

9.2.2 Winding device, preferably with mechanically driven mandrel.

9.2.3 Electrically heated cabinet with natural air flow.

## 9.3 Sampling

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

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

Carefully remove the coverings and braidings, if any, from the test pieces and any filling compound which may adhere to the cores.

Leave the conductor within the insulation. Then straighten the test pieces.

## 9.4 Ageing procedure

The test pieces prepared in accordance with Sub-clause 9.3 shall be suspended vertically for  $14 \times 24$  h at  $100 \pm 2$  °C, in the middle of the heating chamber in accordance with Sub-clause 9.2.3

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.

### 9.5 Méthode d'essai

Les éprouvettes conformes au paragraphe 9.3 sont soumises, après vieillissement suivant le paragraphe 9.4, 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 9.2.2, 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 en hélice pendant 24 h à  $70 \pm 2^\circ\text{C}$  en position verticale, bien au milieu de l'enceinte chauffante décrite au paragraphe 9.2.3.

### 9.6 Evaluation des résultats

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.

## 10. Mesure de l'indice de fluidité à chaud

### 10.1 Généralités

L'indice de fluidité à chaud (IF) du polyéthylène et des mélanges à base de polyéthylène correspond à la masse de matériau extrudé en 2,5 min ou 10 min à  $190^\circ\text{C}$  à travers une filière déterminée, sous l'action d'une charge spécifiée par la méthode utilisée.

*Note.* — L'indice de fluidité à chaud n'est pas appliqué au polyéthylène retardateur de flamme.

### 10.2 Appareillage

L'appareillage se compose principalement d'un plastomètre d'extrusion. Sa forme générale est indiquée sur la figure 8, page 30. Le polyéthylène, contenu dans un cylindre vertical en métal, est extrudé à travers une filière au moyen d'un piston chargé et à une température contrôlée. Toutes les surfaces de l'appareillage en contact avec la matière soumise à l'essai devront avoir un poli spéculaire.

L'appareillage comporte les parties principales suivantes:

#### a) Cylindre en acier

Cylindre en acier fixé verticalement et isolé thermiquement afin de pouvoir opérer à  $190^\circ\text{C}$ . Le cylindre doit avoir au moins 115 mm de longueur; son diamètre intérieur peut être compris entre 9,5 mm et 10 mm et doit satisfaire aux exigences du point b) du paragraphe 10.2. La base du cylindre doit être isolée thermiquement si la surface du métal à nu est supérieure à  $4 \text{ cm}^2$  et il est recommandé d'utiliser comme produit isolant le polytétrafluoréthylène (épaisseur d'environ 3 mm) pour éviter le collage du produit extrudé.

#### b) Piston évidé en acier

Piston évidé en acier dont la longueur doit être au moins égale à celle du cylindre. L'axe du cylindre et l'axe du piston doivent coïncider et la longueur utile du piston doit être de 135 mm maximum. Il doit avoir une tête de  $6,35 \pm 0,10$  mm de longueur. Le diamètre de la tête doit être

so that each test piece is at least 20 mm from any other test piece. Not more than 2% of the cabinet volume shall be occupied by the test pieces. Immediately after the ageing period, the test pieces are taken out of the cabinet and left at room 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.

### 9.5 Test procedure

Test pieces according to Sub-clause 9.3 shall be subjected, after ageing in accordance with Sub-clause 9.4, to a winding test at room temperature. For this purpose the conductor shall be laid bare at one end. A weight shall be applied to the exposed conductor end (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 9.2.2 on a metal mandrel at a speed of about one revolution/5 s. The winding diameter shall be 1 to 1.5 times the test piece diameter. Subsequently, the test pieces wound on the mandrel shall be removed from the latter and shall be kept in their helical form for 24 h at  $70 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  in the vertical position, substantially in the middle of the heating chamber in accordance with Sub-clause 9.2.3.

### 9.6 Evaluation of results

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

## 10. Measurement of the melt flow index

### 10.1 General

The melt flow index (MFI) of polyethylene and polyethylene compounds is the quantity of material extruded in 2.5 min or 10 min at  $190 \text{ }^\circ\text{C}$  through a specified die under the action of a load determined by the method used.

*Note.* — The melt flow index is not applicable to flame retarding polyethylene.

### 10.2 Apparatus

The apparatus is basically an extrusion plastometer, the general design being as shown in Figure 8, page 30. Polyethylene, which is contained in a vertical meter cylinder, is extruded through a die by a loaded piston under controlled temperature conditions. All surfaces of the apparatus in contact with the material under test shall have a high polish.

The apparatus consists of the following essential parts:

#### a) Steel cylinder

A steel cylinder fixed in a vertical position and thermally insulated for operation at  $190 \text{ }^\circ\text{C}$ . The cylinder is at least 115 mm long with an internal diameter of between 9.5 mm and 10 mm and complying with the requirements in Item b) of Sub-clause 10.2. The base of the cylinder shall be thermally insulated if the area of the exposed metal exceeds  $4 \text{ cm}^2$  and it is recommended that the insulating material used be polytetrafluoroethylene (thickness about 3 mm) in order to avoid sticking of the extruded material.

#### b) Steel hollow piston

A steel hollow piston with a length at least the same as that of the cylinder. The axes of the cylinder and of the piston shall coincide and the effective length of the piston shall be a maximum of 135 mm. There is a head of length  $6.35 \pm 0.10 \text{ mm}$ . The diameter of the head shall be

inférieur au diamètre intérieur du cylindre de  $0,075 \pm 0,015$  mm sur toute la longueur utile du cylindre. De plus, pour le calcul de la charge (voir point *c*) du paragraphe 10.2) ce diamètre doit être connu à  $\pm 0,025$  mm près. L'arête inférieure de la tête est arrondie selon un rayon de 0,4 mm et l'arête supérieure doit être abattue. Au-dessus de la tête, le piston doit avoir environ 9 mm de diamètre. Un dispositif peut être ajouté au sommet du piston pour supporter une masse amovible, mais le piston doit être isolé thermiquement de cette masse.

*c*) Charge amovible sur le piston

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

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

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

*d*) Système de chauffage

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

*e*) Dispositif de mesure de la température

Dispositif de mesure de la température introduit aussi près que possible de la filière, mais contenu dans la masse même du cylindre. Ce dispositif doit être étalonné pour mesurer des températures à  $\pm 0,1$  °C près.

*f*) Filière

En acier trempé de  $8,000 \pm 0,025$  mm de longueur. Son diamètre intérieur moyen doit être compris entre 2,090 mm et 2,100 mm, il doit être uniforme sur toute la longueur à  $\pm 0,005$  mm près (voir figure 9, page 31). La filière ne doit pas faire de saillie à la base du cylindre.

*g*) Balance

Précise à  $\pm 0,0005$  g.

### 10.3 Echantillons

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

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

### 10.4 Nettoyage et entretien de l'appareil

Nettoyer l'appareil après chaque essai.

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

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

Il est recommandé d'enlever à intervalles réguliers, c'est-à-dire une fois par semaine, par exemple, pour les appareils en utilisation constante, la plaque isolante et la plaque de fixation de la filière, s'il y en a une, afin de nettoyer complètement le cylindre (voir la figure 8, page 30).

less than the internal diameter of the cylinder at all points along the working length of the cylinder by  $0.075 \pm 0.015$  mm. In addition, for calculating the load (see Item *c*) of Sub-clause 10.2) this diameter should be known within  $\pm 0.025$  mm. The lower edge of the head has a radius of 0.4 mm and the upper edge has its sharp edge removed. Above the head, the piston is relieved to about 9 mm diameter. A stud may be added at the top of the piston to support the removable load, but the piston is thermally insulated from this load.

*c*) Removable load on top of the piston

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

$P = 21.2$  N in the case of method A (see Sub-clause 10.5).

$P = 49.1$  N in the case of method C (see Sub-clause 10.6).

*d*) Heater

A heater to maintain the polyethylene in the cylinder at a temperature of  $190 \pm 0.5$  °C. An automatic temperature control is strongly recommended.

*e*) Temperature measuring device

A temperature measuring device located as closely as possible to the die, but situated within the body of the cylinder, the measuring device being calibrated to permit temperature measurement to an accuracy of  $\pm 0.1$  °C.

*f*) Die

A die of length  $8.000 \pm 0.025$  mm made of hardened steel, the mean internal diameter being between 2.090 mm and 2.100 mm and uniform along its length to within  $\pm 0.005$  mm (see Figure 9, page 31). The die shall not project beyond the base of the cylinder.

*g*) Balance

A balance accurate to  $\pm 0.0005$  g.

### 10.3 Test samples

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

*Note.* — If necessary, the insulating material may be taken from different cores.

### 10.4 Cleaning and maintenance of the apparatus

The apparatus shall be cleaned after each test.

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

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

It is recommended that, at fairly frequent intervals, for example once a week for apparatus in constant use, the insulating plate and the die-retaining plate, if fitted, (see Figure 8, page 30) be removed and the cylinder cleaned thoroughly.

## 10.5 Méthode A

### 10.5.1 Généralités

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

### 10.5.2 Mode opératoire

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

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

*Note.* — Si un autre système de mesure de la température est employé, il doit être étalonné à  $190 \pm 0,5$  °C avant le commencement de chaque série d'essais par comparaison avec un thermomètre à mercure en verre, lui-même conforme au point e) du paragraphe 10.2, ci-dessus, logé dans le cylindre et immergé dans le polyéthylène à la profondeur convenable.

Remplir le cylindre avec une fraction de l'échantillon (voir tableau I) et mettre en place, au sommet du cylindre, le piston non encore muni de la charge.

Six minutes après l'introduction de l'échantillon, temps au bout duquel la température du cylindre doit être revenue à  $190 \pm 0,5$  °C, placer la charge additionnelle sur le piston pour provoquer l'extrusion du polyéthylène à travers la filière. Mesurer la vitesse d'extrusion en sectionnant la matière extrudée à des intervalles de temps réguliers à la sortie de la filière et avec un instrument tranchant convenable, afin d'obtenir des petites longueurs de produits extrudés que nous appellerons par la suite «extrudats». Les intervalles de temps à respecter pour obtenir ces extrudats sont donnés dans le tableau I.

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

### 10.5.3 Expression des résultats

Exprimer l'indice de fluidité à chaud avec deux chiffres significatifs (voir note 1) et le symboliser par l'expression IF.190.20.A (voir note 2):

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

où:

IF est exprimé en grammes par 10 min

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

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

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

2. — IF = indice de fluidité à chaud.

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

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

## 10.5 Method A

### 10.5.1 General

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

### 10.5.2 Test procedure

The apparatus shall be cleaned (see Sub-clause 10.4). Before beginning a series of tests, the temperature of the cylinder and piston should be at  $190 \pm 0.5$  °C for 15 min and this temperature maintained during the extrusion of the polyethylene.

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

*Note.* — If any other temperature measuring device is used, it should be calibrated at  $190 \pm 0.5$  °C before the beginning of each series of tests in comparison with a mercury-in-glass thermometer, conforming to Item *e*) of Sub-clause 10.2 above, placed within the cylinder and immersed in polyethylene to its appropriate depth of immersion.

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

Six minutes after introducing the sample, during which time the temperature of the cylinder should have returned to  $190 \pm 0.5$  °C, the load is placed on the piston to extrude the polyethylene through the die. The rate of extrusion is measured by cutting the extruded material at regular intervals of time at the die with a suitable sharp-edged instrument to give short lengths of extruded material which will be referred to as "cut-offs". The time intervals at which each cut-off is taken are given in Table I.

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

### 10.5.3 Expression of results

The MFI should be reported to two significant figures (see Note 1) and expressed in symbols as MFI.190.20.A (see Note 2):

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

where:

MFI is expressed in grams per 10 min

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

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

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

2. — MFI = melt flow index.

190 = temperature of tests, expressed in degrees Celsius.

20 (or 50) = approximate load, expressed in newtons applied to the melt.

## 10.6 Méthode C

### 10.6.1 Généralités

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

### 10.6.2 Mode opératoire

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

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

### 10.6.3 Expression des résultats

Exprimer l'indice de fluidité à chaud avec deux chiffres significatifs (voir note 1, ci-dessus) et le symboliser par l'expression IF.190.50.C (voir note 2, ci-dessus):

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

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

TABLEAU I

*Intervalles de temps pour obtenir, en fonction des indices de fluidité, les extrudats et la masse d'échantillon à introduire dans le cylindre, pour les méthodes A et C*

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

## 11. Mesure dans le PE du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales

### 11.1 Echantillonnage

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

### 11.2 Mode opératoire

On chauffe au rouge une nacelle d'environ 75 mm de long, puis on la refroidit dans un dessiccateur pendant au moins 30 min et on la pèse à 0,0001 g près. Un échantillon de polyéthylène pesant  $1,0 \pm 0,1$  g est placé dans la nacelle et le tout pesé à 0,0001 g près. La différence entre les deux pesées du creuset donne la masse du polyéthylène à 0,0001 g (quantité A) près.

La nacelle et l'échantillon sont ensuite placés au milieu d'un tube à combustion en verre trempé, en silice ou en porcelaine, de diamètre intérieur d'environ 30 mm et de longueur  $400 \pm 50$  mm. Un bouchon portant un thermomètre pour des mesures entre 300 °C et 550 °C et un tube pour admission d'azote sont alors introduits dans une extrémité du tube à combustion de façon que l'extrémité

## 10.6 Method C

### 10.6.1 General

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

### 10.6.2 Test procedure

The test procedure is the same as for method A.

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

### 10.6.3 Expression of results

The MFI should be reported to two significant figures (see Note 1 above) and expressed in symbols as MFI.190.50.C (see Note 2 above):

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

*Note.* — The use of shorter cut-off time (150 s) with a heavier load (50 N) gives results quoted on scale C which agree approximately with results that would have been obtained had method A and scale A been used. There is, however, no direct correlation between scales A and C.

TABLE I

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

Melt flow index (IF)	Mass of the charge put into the cylinder (g)	Time intervals (s)
0.1 to 0.5	4 to 5	240
0.5 to 1	4 to 5	120

## 11. Carbon black and/or mineral filler content measurement in PE

### 11.1 Sampling

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

### 11.2 Test procedure

A combustion boat about 75 mm long shall be heated until it is red hot, allowed to cool in the desiccator for at least 30 min and weighed to the nearest 0.0001 g. A sample of polyethylene weighing  $1.0 \pm 0.1$  g shall be placed in the boat and the whole weighed to the nearest 0.0001 g. The weight of the boat shall be subtracted to give the weight of the polyethylene to the nearest 0.0001 g (quantity A).

The boat and the sample shall then be placed in the middle of a hard glass, silica or porcelain combustion tube, bore approximately 30 mm, length  $400 \pm 50$  mm. A stopper carrying a thermometer for temperature measurements from 300 °C to 550 °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 thermo-

du thermomètre touche la nacelle. L'azote, qui doit contenir moins de 0,5% d'oxygène, circule dans le tube à combustion avec un débit de  $1,7 \pm 0,3$  l/min qui est maintenu durant le chauffage.

*Note.* — En cas de doute le pourcentage d'oxygène est limité à 0,01%.

Le tube de combustion est placé dans un four et sa sortie est reliée à deux pièges froids en série contenant du trichloréthylène, le premier étant refroidi au bioxyde 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 est ensuite chauffé de façon que la température soit comprise entre 300 °C et 350 °C après environ 10 min, environ 450 °C 10 min plus tard et  $500 \pm 5$  °C après dix autres minutes. La température est ensuite maintenue pendant 10 min après lesquelles le tube de sortie est séparé des pièges, s'il en existe. Le tube de combustion, extrait du four, est refroidi pendant 5 min sous le courant d'azote ayant le même débit qu'apparavant.

La nacelle est ensuite extraite du côté de l'arrivée d'azote, refroidie pendant 20 min à 30 min dans un dessiccateur et pesée. La masse du résidu est déterminée à 0,0001 g près (quantité B du résidu).

Ensuite, la nacelle est introduite de nouveau dans le tube de combustion et à la place de l'azote on fait passer de l'air ou de l'oxygène avec un débit adapté à une température  $500 \pm 20$  °C. Le noir de carbone doit ainsi brûler. Après son refroidissement, la nacelle est récupérée et pesée de nouveau, la masse du résidu étant déterminée à 0,0001 g près (quantité C du résidu).

### 11.3 Expression des résultats

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

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

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

meter 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.

*Note.* — 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 10 min further, and  $500 \pm 5$  °C after a third period of 10 min. This temperature shall then be maintained for 10 min at the end of which the outlet tube shall be disconnected from the cold traps, if these are used, and the tube containing the boat withdrawn from the furnace and allowed to cool for 5 min, the flow of nitrogen being maintained at the same rate as before.

The boat shall then be removed from the combustion tube through the nitrogen inlet end, allowed to cool in the desiccator for 20 min to 30 min and reweighed, the weight of the residue being determined to the nearest 0.0001 g (quantity B of residue).

Subsequently, the boat shall be introduced again into the combustion tube; instead of nitrogen, air or oxygen shall be blown through the tube at an adequate flow rate at a temperature of  $500 \pm 20$  °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 being determined to the nearest 0.0001 g (quantity C of residue).

### 11.3 Expression of results

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

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

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

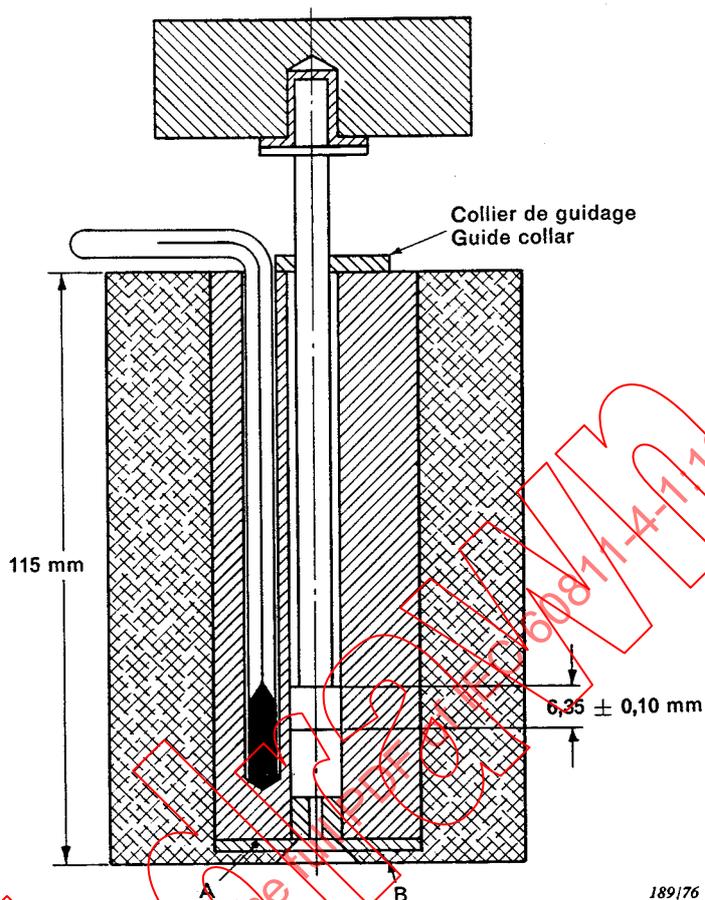


FIG. 8. — Appareil pour déterminer l'indice de fluidité à chaud (montrant le cylindre à grand diamètre extérieur, la plaque de fixation A de la filière et la plaque isolante B).  
Apparatus for determining melt flow index (showing large external diameter cylinder, die-retaining plate A and insulating plate B).

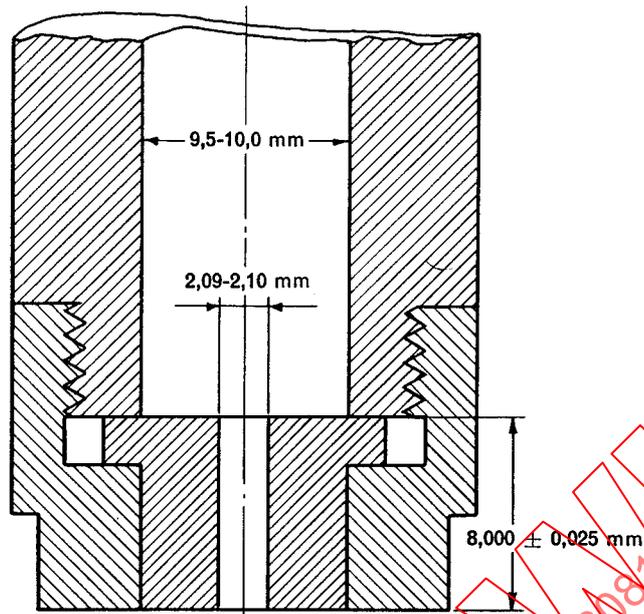


FIG. 9. — Filière (montrant le cylindre de petit diamètre extérieur et un exemple du montage de la filière).

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