

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC

811-5-1

Première édition
First edition
1990-02

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

Cinquième partie:

Méthodes spécifiques pour les matières
de remplissage

Section un — Point de goutte — Séparation
d'huile — Fragilité à basse température —
Indice d'acide total — Absence de composés
corrosifs — Permittivité à 23 °C — Résistivité
en courant continu à 23 °C et 100 °C

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

Part 5:

Methods specific to filling compounds

Section One — Drop-point — Separation of oil —
Lower temperature brittleness — Total acid
number — Absence of corrosive components —
Permittivity at 23 °C — D.C. resistivity at 23 °C
and 100 °C



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 811-5-1: 1990

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

811-5-1

Première édition
First edition
1990-02

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

Cinquième partie:

**Méthodes spécifiques pour les matières
de remplissage**

**Section un — Point de goutte — Séparation
d'huile — Fragilité à basse température —
Indice d'acide total — Absence de composés
corrosifs — Permittivité à 23 °C — Résistivité
en courant continu à 23 °C et 100 °C**

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

Part 5:

Methods specific to filling compounds

**Section One — Drop-point — Separation of oil —
Lower temperature brittleness — Total acid
number — Absence of corrosive components —
Permittivity at 23 °C — D.C. resistivity at 23 °C
and 100 °C**

© CEI 1990 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

P

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

SOMMAIRE

	Pages
PREAMBULE	4
PREFACE	4
 Articles	
1. Domaine d'application	6
2. Valeurs prescrites pour les essais	6
3. Application	6
4. Point de goutte	6
5. Séparation d'huile	12
6. Fragilité à basse température	14
7. Indice d'acide total	16
8. Absence de composants corrosifs	18
9. Permittivité à 23 °C	20
10. Résistivité en courant continu à 23 °C et 100 °C	22
 ANNEXE A - Spécification de la paranaphtolbenzéine	 24
FIGURES	26

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
1. Scope	7
2. Test values	7
3. Applicability	7
4. Drop-point	7
5. Separation of oil	13
6. Low temperature brittleness	15
7. Total acid number	17
8. Absence of corrosive components	19
9. Permittivity at 23 °C	21
10. D.C. resistivity at 23 °C and 100 °C	23
APPENDIX A - Specification for p-naphtholbenzein	25
FIGURES	27

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

METHODES D'ESSAIS COMMUNES POUR LES MATERIAUX D'ISOLATION
ET DE GAINAGE DES CABLES ELECTRIQUES

Cinquième partie: Méthodes spécifiques pour les matières de remplissage

Section un - Point de goutte - Séparation d'huile -

Fragilité à basse température - Indice d'acide total -

Absence de composants corrosifs - Permittivité à 23 °C -

Résistivité en courant continu à 23 °C et 100 °C

PREAMBULE

- 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.

PREFACE

La présente norme a été établie par le Comité d'Etudes n° 46 de la CEI: Câbles, fils, guides d'ondes, connecteurs et accessoires pour communications et signalisation.

(La série de publications 811 a été reprise 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
46(BC)28	46(BC)31

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

La publication suivante de la CEI est citée dans la présente norme:

Publication n° 247 (1978): Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique et de la résistivité (en courant continu) des liquides isolants.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

COMMON TEST METHODS FOR INSULATING AND SHEATHING MATERIALS
OF ELECTRIC CABLES

Part 5: Methods specific to filling compounds
Section One - Drop-point - Separation of oil -
Lower temperature brittleness - Total acid number -
Absence of corrosive components - Permittivity at 23 °C -
D.C. resistivity at 23 °C and 100 °C

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, waveguides, R.F. connectors and accessories for communication and signalling.

(The 811 publication series has been taken over by Technical Committee No. 20: Electric cables.)

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

Six Months' Rule	Report on Voting
46(C0)28	46(C0)31

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the Voting Report indicated in the above table.

The following IEC publication is quoted in this standard:

Publication No. 247 (1978): Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor and d.c. resistivity of insulating liquids.

METHODES D'ESSAIS COMMUNES POUR LES MATERIAUX D'ISOLATION ET DE GAINAGE DES CABLES ELECTRIQUES

Cinquième partie: Méthodes spécifiques pour les matières de remplissage

Section un - Point de goutte - Séparation d'huile -
Fragilité à basse température - Indice d'acide total -
Absence de composants corrosifs - Permittivité à 23 °C -
Résistivité en courant continu à 23 °C et 100 °C

1. Domaine d'application

La présente norme précise les méthodes d'essais à employer pour les matières de remplissage des câbles électriques utilisés avec les équipements de télécommunications.

Cette section un de la cinquième partie donne les méthodes pour le point de goutte, la séparation d'huile, la fragilité à basse température, l'indice d'acide total, l'absence de composants corrosifs, la permittivité à 23 °C, la résistivité en courant continu à 23 °C et 100 °C.

2. Valeurs prescrites pour les essais

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. Point de goutte

Note. - Les essais mentionnés ci-après ne sont destinés que pour la classification.

4.1 Généralités

Les résultats des essais de point de goutte peuvent être utilisés pour fournir une indication de la température maximale à laquelle les matières de remplissage peuvent être exposées sans qu'il y ait liquéfaction complète ni séparation de phase excessive.

4.2 Méthode A (méthode de référence)

4.2.1 Appareillage

Coupelle en laiton chromé conforme aux dimensions indiquées sur la figure 1.

COMMON TEST METHODS FOR INSULATING AND SHEATHING MATERIALS OF ELECTRIC CABLES

Part 5: Methods specific to filling compounds
Section One - Drop-point - Separation of oil -
Lower temperature brittleness - Total acid number -
Absence of corrosive components - Permittivity at 23 °C -
D.C. resistivity at 23 °C and 100 °C

1. Scope

This standard specifies the test methods for filling compounds of electric cables used with telecommunication equipment.

This Section One of Part 5 gives the methods for drop-point, separation of oil, lower temperature brittleness, total acid number, absence of corrosive components, permittivity at 23 °C, d.c. resistivity at 23 °C and 100 °C.

2. Test values

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. Drop-point

Note. - These tests are intended for classification purposes only.

4.1 General

The drop-point test may be used as an indication of the maximum temperature to which a filling compound can be exposed without complete liquefaction or excessive oil separation.

4.2 Method A (reference method)

4.2.1 Apparatus

A chromium plated brass cup conforming to the dimensions shown in figure 1.

Tube à essai en verre résistant à la chaleur conforme aux dimensions indiquées sur la figure 2 et avec trois indentations pour supporter la coupelle.

Thermomètres ayant une étendue de lecture de -5°C à 300°C (76 mm en immersion) graduée en degrés Celsius avec une précision d'échelle de 1°C . La longueur du bulbe doit être de 10 mm à 15 mm et le diamètre de 5 mm à 6 mm.

Un bain d'huile constitué d'un b cher de 400 ml et d'une huile appropri e, une bague de fixation et un support pour le bain d'huile, des pinces de fixation pour les thermom tres, deux bouchons pr par s comme indiqu  sur la figure 2, une tige de m tal poli (diam tre 1,2 mm   1,6 mm, longueur 150 mm) et un syst me appropri  de chauffage et d'agitation du bain d'huile.

4.2.2 M thode d'essai

Placer les bouchons de li ge sur l'un des thermom tres comme indiqu  sur la figure 2 et ajuster la position du bouchon de li ge sup rieur afin de positionner l'extr mit  du bulbe du thermom tre   environ 3 mm au-dessus du fond de la coupelle quand l'appareil est assembl  pour l'essai. Suspendre un deuxi me thermom tre dans le bain d'huile de telle sorte que son bulbe soit approximativement au m me niveau que celui du thermom tre qui est dans le tube.

Remplir la coupelle en pressant la plus grande ouverture dans la mati re de remplissage jusqu'  ce que la coupelle soit remplie. Eviter de malaxer la mati re dans la mesure du possible. Enlever l'exc s de mati re. La coupelle doit  tre maintenue en position verticale avec la petite ouverture en bas alors que la tige de m tal est enfonc e doucement jusqu'  ce qu'elle d passe de 25 mm environ la grande ouverture. Appuyer la tige contre la coupelle de mani re qu'elle soit en contact   la fois avec le bord sup rieur et le bord inf rieur de cette coupelle. Tout en maintenant ce contact, faire tourner la coupelle contre la tige de fa on   lui imprimer un mouvement descendant en spirale le long de cette tige jusqu'  ce qu'elle sorte du bas de la tige. Ce mouvement en spirale provoque l'adh rence de la mati re   la tige cr ant ainsi un c ne libre de mati re dans la coupelle et un rev tement de mati re ayant une g om trie reproductible   l'int rieur de la coupelle.

Placer la coupelle et le thermom tre dans le tube   essai et immerger celui-ci dans le bain d'huile avec le niveau d'huile   6 mm du bord. Si le bouchon maintenant le thermom tre dans le tube   essai a  t  convenablement choisi, la marque indiquant le niveau d'immersion sur le thermom tre (76 mm) doit co ncider avec le bord inf rieur du bouchon. L'ensemble doit normalement  tre immerg  jusqu'  ce niveau.

Agiter le bain d'huile et chauffer   une vitesse de 4 K/min   7 K/min jusqu'  ce qu'il atteigne une temp rature voisine de 17°C au-dessous du point de goutte suppos  de la mati re de remplissage.   ce moment, r duire la vitesse de chauffe de mani re que la temp rature dans le tube   essai s' carte de 2°C maximum de celle du bain d'huile avant que la temp rature du bain d'huile ait augment  de 2,5 K.

A heat-resistant glass test tube conforming to the dimensions shown in figure 2 with three indentations to support the cup.

Thermometers with a range -5°C to 300°C (76 mm immersion) marked in degrees Celsius with a scale accuracy of 1°C . The bulb lengths shall be 10 mm to 15 mm, and the bulb diameters shall be 5 mm to 6 mm.

An oil bath consisting of a 400 ml beaker and suitable oil, a ring stand and ring for the support of the oil bath, clamps for the thermometers, two corks as shown in figure 2, a polished metal rod 1.2 mm to 1.6 mm in diameter and 150 mm in length, and a suitable means for heating and stirring the oil bath.

4.2.2 Test procedure

Place the corks on one of the thermometers as shown in figure 2 and adjust the position of the upper cork so that the tip of the thermometer bulb is about 3 mm above the bottom of the cup when the apparatus is assembled for test. Suspend a second thermometer in the oil bath so that its bulb is at approximately the same level as the bulb of the thermometer in the test tube.

Fill the cup by presenting its larger opening into the filling compound until the cup is filled, taking care to avoid working the filling compound as far as possible. Cut away excess compound. The cup shall be held in a vertical position with its smaller opening at the bottom while it is gently pressed down over the metal rod until the rod protrudes about 25 mm above the larger opening. Press the rod against the cup in such a manner that the rod makes contact with both the upper and lower peripheries of the cup. Maintain this contact while rotating the cup around its axis and simultaneously moving the cup down the rod until the cup passes over the lower end of the rod. This spiral-like motion will cause the compound to adhere along the rod leaving a conical void of compound in the cup and a compound coating having reproducible geometry on the inside of the cup.

Place the cup and the thermometer in the test tube and suspend the test tube in the oil bath with the oil level within 6 mm of the rim. If the cork holding the thermometer in the test tube has been properly chosen, the 76 mm immersion mark on the thermometer will coincide with the lower edge of the cork. The assembly should be immersed to this point.

Stir the oil bath and heat at a rate of 4 K/min to 7 K/min until the bath reaches a temperature approximately 17°C below the expected drop-point of the compound. Then reduce the rate of heating so that the temperature in the test tube will be within 2°C or less of the temperature in the oil bath before the oil bath temperature increases an additional 2.5 K.

Continuer à chauffer à une vitesse telle que la différence des températures dans le tube à essai et dans le bain d'huile se maintienne entre 1 °C et 2 °C. Cette condition se trouve réalisée quand le bain d'huile est chauffé à une vitesse d'environ 1 K/min à 1,5 K/min. Par suite de l'élévation de température, le produit sort graduellement par l'orifice de la coupelle. Quand la première goutte tombe, noter la température des deux thermomètres.

4.2.3 Expression des résultats

La valeur moyenne des deux thermomètres est prise comme point de goutte de la matière de remplissage.

4.3 Méthode B

4.3.1 Appareillage

Coupelle en laiton chromé conforme aux dimensions de la figure 3. La coupelle peut être en tout autre métal inattaquable par les matières de remplissage à essayer. Le sommet de la coupelle et le bas du tube formant l'orifice sont lisses, parallèles entre eux, et perpendiculaires à l'axe de la coupelle. La partie large de la coupelle a une partie basse approximativement hémisphérique et sa profondeur est telle que, lorsque la bille de 7,0 mm de diamètre est placée dans la coupelle, le sommet de la bille est à $12,2 \pm 0,15$ mm au-dessus de la base du tube formant orifice. Le trou à la base de l'orifice n'est ni chanfreiné, ni arrondi.

Manchon métallique cylindrique solidaire du thermomètre et un boîtier métallique qui se visse sur le manchon, de dimensions conformes aux figures 4 et 5. Le manchon métallique est fixé au thermomètre de telle sorte que, lorsque le boîtier métallique est vissé sur le manchon, le bas du bulbe du thermomètre soit à $8,0 \pm 0,1$ mm en dessous de la butée et que la tige du thermomètre soit concentrique avec le manchon et le boîtier. Le thermomètre est fixé au manchon avec un ciment adapté à l'étendue de température du thermomètre.

Thermomètres avec une étendue de 20 °C à 120 °C (100 mm d'immersion) gradués en degrés Celsius avec une précision d'échelle de 1 °C. La longueur maximale du bulbe doit être de 6 mm avec un diamètre de bulbe compris entre 3,35 mm et 3,65 mm.

Un tube en verre résistant à la chaleur de 110 ± 2 mm de long et ayant un diamètre intérieur de 25 ± 1 mm.

Un bécber de taille suffisante pour que le tube à essai puisse être immergé verticalement jusqu'aux deux tiers de sa longueur dans le liquide caloporteur, le fond du tube étant à environ 25 mm du fond du bécber.

Un agitateur pour assurer l'uniformité de température dans le bain.

Un support pour maintenir le tube à essai et le thermomètre du bain et pour maintenir le bécber au-dessus de la source de chauffage.

Un brûleur à gaz capable de chauffer le bain liquide à la vitesse de chauffe spécifiée.

Note. - L'eau est recommandée pour les points de goutte inférieurs à 80 °C et le glycérol ou l'huile blanche pour les points de goutte supérieurs à 80 °C.

Continue heating at a rate such that the difference between the temperature in the test tube and in the oil bath is maintained between 1 °C and 2 °C. This condition is established when the oil bath is heated at a rate of about 1 K/min to 1.5 K/min. As the temperature increases, material will gradually protrude through the orifice of the cup. When the first drop of material falls, note the temperature on the two thermometers.

4.2.3 Expression of results

Record the average of the two thermometers as the drop-point of the filling compound.

4.3 Method B

4.3.1 Apparatus

A chromium plated brass cup conforming to the dimensions shown in figure 3. The cup may be made from another suitable metal which is not affected by the compound being tested. The top of the cup and the bottom of the tube forming the orifice are smooth, parallel to each other, and at right angles to the axis of the cup. The wide part of the cup has an approximately hemispherical lower portion and an internal depth such that when a steel ball 7.0 mm in diameter is placed in the cup, the top of the ball is 12.2 ± 0.15 mm above the bottom of the tube forming the orifice. The bottom edge of the orifice should have neither chamfer nor radius.

A cylindrical metal sleeve, attached to the thermometer, and a metal case which screws to the sleeve, conforming to the dimensions shown in figures 4 and 5. The metal sleeve is fixed to the thermometer so that, when the metal case is screwed on to the sleeve, the bottom of the thermometer bulb is 8.0 ± 0.1 mm below the rim stop and the thermometer stem is coaxial with the sleeve and case. The thermometer is fixed to the sleeve with cement that is suitable for the temperature range of the thermometer.

Thermometers with a range of 20 °C to 120 °C (100 mm immersion) marked in degrees Celsius with a scale accuracy of 1 °C. The bulb length shall be 6 mm maximum with bulb diameter between 3.35 mm and 3.65 mm.

A heat resistant, glass test tube, 110 ± 2 mm long and with a 25 ± 1 mm internal diameter.

A beaker large enough to allow the test tube to be immersed vertically to two-thirds of its length in the liquid heating medium and with the bottom of the tube being about 25 mm above the bottom of the beaker.

A stirrer to ensure uniformity of temperature throughout the bath.

A stand to hold the test tube and the bath thermometer and to support the beaker above the heat source.

A gas burner capable of heating the liquid bath at the specified rate.

Note. - Water is recommended as the heating medium for drop-points below 80 °C, and glycerol or white oil for higher drop-point materials.

4.3.2 Méthode d'essai

A l'aide d'une spatule, remplir la coupelle avec l'échantillon et éliminer l'excès de matière. Veiller à ne pas emprisonner de bulles, mais ne pas faire fondre la matière de remplissage.

Introduire la coupelle sans mouvements latéraux dans le boîtier métallique jusqu'à la butée et éliminer tout excès de matière expulsée du fond. Vérifier que les orifices sur le côté du boîtier métallique ne soient pas obstrués. Positionner le thermomètre, la coupelle étant en place, au centre du tube à essai, à travers un bouchon de liège ayant un côté entaillé, de telle sorte que le fond de la coupelle soit à $25 \pm 1,0$ mm au-dessus du fond du tube à essai. Enfoncer alors le tube à essai verticalement dans le bain liquide de telle sorte que les deux tiers de sa longueur soient immergés et que le fond soit à environ 25 mm au-dessus du fond du bain liquide comme indiqué sur la figure 6.

Chauffer le bain en l'agitant en permanence de telle manière que le thermomètre du point de goutte indique une élévation de température de 1 K/min pendant les 20 °C précédant le point de goutte de l'échantillon. Enregistrer la température à laquelle la première goutte, quelle que soit sa composition, tombe de la coupelle ou la température à laquelle le jet de matière touche le fond du tube à essai dans le cas d'une matière filante.

4.3.3 Expression des résultats

Prendre la valeur du thermomètre du point de goutte à 1,0 °C près comme point de goutte de la matière de remplissage.

5. Séparation d'huile

5.1 Généralités

Cet essai est utilisé pour déterminer la quantité d'huile qui se sépare de la matière de remplissage à 50 °C.

5.2 Appareillage

Une boîte angulaire avec deux parties rectangulaires conformes aux dimensions portées sur la figure 7 et dont le fini de surface ne puisse pas avoir d'influence sur l'étalement de l'huile qui se sépare.

5.3 Méthode d'essai

La matière de remplissage doit être chauffée jusqu'à son point de fusion et bien homogénéisée. L'une des parties rectangulaires de la boîte angulaire est remplie avec de la matière de remplissage fondue et est transférée dans une enceinte préchauffée dont la température est d'environ 100 °C. On laisse ensuite refroidir l'enceinte, porte ouverte, à la température ambiante.

Après au moins 24 h de refroidissement, la boîte angulaire est tournée de 90° et la température de l'enceinte est portée à 50 ± 2 °C. Après 24 h, la boîte angulaire est retirée de l'enceinte chauffante et est examinée.

4.3.2 Test procedure

By means of a spatula, fill the cup with the compound and cut away excess material. Take precautions to exclude air bubbles, but do not melt the compound.

Push the cup, without lateral movement, into the metal case as far as the stop and cut away excess material squeezed out of the bottom. Take care that the orifices in the side of the metal case are not blocked. Fit the thermometer, with the cup attached, centrally in the test tube, through a bored cork having a side notch, so that the bottom of the cup is 25 ± 1.0 mm above the bottom of the test tube. Then, fix the test tube vertically in the beaker containing the liquid heating medium, so that two-thirds of its length are immersed and the bottom is about 25 mm above the bottom of the beaker, as shown in figure 6.

Heat the liquid bath, keeping it stirred at such a rate that the drop-point thermometer shows a rise in temperature of 1 K/min for 20 °C below the drop-point of the sample. Record the temperature at which the first drop, whatever its composition, falls from the cup or at which the continuous stream of material, if formed, reaches the bottom of the test tube.

4.3.3 Expression of results

Record the temperature of the drop-point thermometer to the nearest 1.0 °C as the drop-point of the filling compound.

5. Separation of oil

5.1 General

This test is used to examine the amount of oil separation from the filling compound at 50 °C.

5.2 Apparatus

An angle box with two rectangular cases conforming to the dimensions shown in figure 7 and manufactured with a surface finish which will not impede the spread of separated oil.

5.3 Test procedure

The filling compound shall be heated to its clarity point and well stirred. One rectangular case of the angle box is filled with molten compound and the box is transferred into an oven which has been pre-heated to about 100 °C. The oven is then allowed to cool to room temperature keeping its door open.

After at least 24 h of cooling time, the angle box is rotated through 90° and the oven is heated to 50 ± 2 °C. After 24 h, the angle box is removed from the oven and examined.

5.4 Prescriptions

L'huile dans la partie centrale et vide de la boîte angulaire ne doit pas s'étaler sur plus de 5 mm. (Ne pas tenir compte des traces d'huile sur les bords de la boîte.)

6. Fragilité à basse température

6.1 Généralités

Cet essai est utilisé pour vérifier l'adhérence entre la matière de remplissage et les autres éléments du câble.

Note.- La méthode d'essai ne s'applique pas aux matières de remplissage ayant un point de goutte supérieur à 80 °C.

6.2 Appareillage

Bandes en alliage de plomb de dimensions 170 mm x 14 mm x 0,9 mm.

Gabarit plan en laiton de dimensions 160 mm x 160 mm x 1 mm ayant une ouverture rectangulaire de 100 mm x 10 mm et une arête de positionnement afin d'éviter les déplacements de la bande.

6.3 Méthode d'essai

Chaque bande en alliage de plomb doit être nettoyée à l'aide d'une brosse métallique et être posée sur une surface plane. Le gabarit est fixé sur la bande de telle manière que les deux bords longitudinaux de la bande soient couverts de façon symétrique.

La matière de remplissage à contrôler est appliquée à l'aide d'une spatule dans l'ouverture du gabarit, à température ambiante. L'excès de matière doit être enlevé à l'aide d'une spatule chauffée ou de tout autre moyen approprié. Le gabarit est ôté de la bande.

Dix échantillons doivent être ainsi préparés.

Tous les échantillons doivent être conditionnés pendant au moins 16 h à température ambiante et refroidis jusqu'à -10 ± 1 °C pendant au moins 1 h. Chaque échantillon doit être immédiatement enroulé en spirale autour d'un mandrin métallique, de 10 mm de diamètre, qui est fixé horizontalement et qui a été refroidi préalablement jusqu'à -10 °C. La vitesse d'enroulement doit être d'environ un tour par seconde.

Sur chaque échantillon, on doit vérifier, avec une vue normale ou corrigée sans grossissement, qu'il n'y a pas de fissures.

6.4 Prescriptions

Au maximum deux éprouvettes sur dix peuvent être fissurées. Si plus de deux éprouvettes sont fissurées, l'essai peut être renouvelé une fois.

Note.- Un léger décollement dans les angles de la couche de matières est acceptable.

5.4 Requirements

The oil shall not extend by more than 5 mm into the unfilled central part of the angle box (i.e. disregarding seepage of oil along the edges of the box).

6. Low temperature brittleness

6.1 General

This test is used to examine the adhesion between the compound and other elements of the cable.

Note.- The test method does not apply to compounds with a drop-point higher than 80 °C.

6.2 Apparatus

Strips of lead alloy of dimensions 170 mm x 14 mm x 0.9 mm.

A sheet brass pattern of dimensions 160 mm x 160 mm x 1 mm having a rectangular opening of 100 mm x 10 mm and a locating edge to avoid movement on the strips.

6.3 Test procedure

Each strip of lead alloy shall be cleaned with a wire brush and laid on a plain base. The pattern is placed on the strip so that the longitudinal edges of the strip are covered symmetrically.

The compound to be tested is spatulated at ambient temperature into the opening of the pattern, and excess material shall be removed by a warmed spatula or other suitable device. The pattern is then removed from the strip.

Ten sample strips shall be prepared as described.

The samples shall be conditioned for at least 16 h at room temperature and then cooled to -10 ± 1 °C for at least 1 h. Each sample shall then immediately be wound helically around a metal mandrel having a 10 mm diameter and which is fixed in a horizontal position and precooled to -10 °C. The rate of winding shall be about one revolution per second.

Each sample shall be examined for cracks with normal or corrected vision without magnification.

6.4 Requirements

Not more than two of the ten samples shall show cracks. If more than two samples fail, the test may be repeated one more time.

Note.- A slight lifting off at the corners of the compound layer is acceptable.

7. Indice d'acide total

7.1 Généralités

Cet essai est utilisé pour déceler les constituants corrosifs de la matière de remplissage.

L'indice d'acide total est défini comme étant la quantité totale de base, exprimée en milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH), nécessaire pour neutraliser tous les constituants acides présents dans 1 g d'échantillon.

7.2 Appareillage

Une burette de 50 ml graduée en 0,1 ml ou une burette de 10 ml graduée en 0,05 ml.

7.3 Réactifs

Les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

Seule l'eau distillée doit être utilisée.

7.3.1 Solution d'hydroxyde de potassium alcoolique (0,1 N)

Ajouter 6 g de KOH solide à environ 1 litre d'alcool isopropylique anhydre (contenant moins de 0,9% d'eau) dans un Erlenmeyer de 2 litres. Porter le mélange à ébullition pendant 10 min à 15 min tout en agitant afin d'éviter que les particules solides précipitent. Ajouter au moins 2 g d'hydroxyde de baryum ($\text{Ba}(\text{OH})_2$) et à nouveau porter à ébullition pendant 5 min à 10 min. Refroidir jusqu'à température ambiante, attendre alors plusieurs heures et filtrer le liquide surnageant à travers un verre fritté ou un entonnoir filtrant en porcelaine. Pendant le filtrage, éviter le contact avec le dioxyde de carbone (CO_2). Stocker la solution dans une bouteille chimiquement résistante sans contact avec le liège, le caoutchouc ou les lubrifiants saponifiables des robinets et la protéger par un tube de garde contenant de la soude, de la chaux ou de la soude-amiante. Titrer assez fréquemment afin de détecter des changements de normalités de 0,0005 N, de préférence avec un acide de phtalate de potassium pur dans environ 100 ml d'eau exempte de CO_2 et en utilisant la phénol-phtaléine pour détecter le virage.

Notes 1.- Pour simplifier les calculs la solution normale de KOH peut être diluée de telle sorte que 1,00 ml soit équivalent à 5,00 mg de KOH.

2.- L'hydroxyde de sodium (NaOH) peut remplacer le KOH.

7.3.2 Réactif paranaphtolbenzéine

Dissoudre 10 g de paranaphtolbenzéine par litre de solvant de titrage, défini au paragraphe 7.3.3.

La paranaphtolbenzéine doit être conforme à l'annexe A.

7. Total acid number

7.1 General

This test is used to examine the filling compound for corrosive elements.

The total acid number is defined as the quantity of base, expressed in milligrams of potassium hydroxide (KOH), that is required to titrate all acidic constituents present in 1 g of sample.

7.2 Apparatus

A 50 ml burette graduated in 0.1 ml subdivisions or a 10 ml burette graduated in 0.05 ml subdivisions.

7.3 Reagents

The reagents shall be of a recognized analytical reagent quality.

Distilled water shall be used throughout.

7.3.1 Potassium hydroxide solution, standard alcoholic (0.1 N)

Add 6 g of solid KOH to approximately 1 litre of anhydrous isopropyl alcohol (containing less than 0.9% water) in a 2-litre Erlenmeyer flask. Boil the mixture gently for 10 min to 15 min stirring to prevent the solids from forming a cake on the bottom. Add at least 2 g of barium hydroxide ($\text{Ba}(\text{OH})_2$) and again boil gently for 5 min to 10 min. Cool to room temperature, allow to stand for several hours, and filter the supernatant liquid through a fine sintered glass or porcelain filtering funnel. Avoid unnecessary exposure to carbon dioxide (CO_2) during filtration. Store the solution in a chemically resistant dispensing bottle out of contact with cork, rubber or saponifiable stopcock lubricant and protected by a guard tube containing soda, lime or soda asbestos. Standardize frequently enough to detect changes of 0.0005 N, preferably against pure potassium acid phthalate in about 100 ml of CO_2 -free water using phenolphthalein to detect the end-point.

Notes 1.- To simplify calculations, the standard KOH solution may be adjusted so that 1.00 ml is equivalent to 5.00 mg of KOH.

2.- Sodium hydroxide (NaOH) may be substituted for KOH.

7.3.2 p-Naphtholbenzein indicator solution

Dissolve 10 g of p-naphtholbenzein per litre of titration solvent as defined in Sub-clause 7.3.3.

p-Naphtholbenzein shall conform with Appendix A.

7.3.3 Solvant de titrage

Ajouter 500 ml de toluène et 5 ml d'eau à 495 ml d'alcool isopropylique anhydre.

7.4 Méthode d'essai

Dans un Erlenmeyer de 250 ml, introduire approximativement 25 g de matière de remplissage pesés à 0,1 g près. Mélanger 100 ml du solvant de titrage et 0,5 ml de la solution de l'indicateur, et, sans boucher le flacon, agiter l'échantillon jusqu'à sa dissolution complète dans le solvant. Titrer immédiatement à une température inférieure à 30 °C, ajouter progressivement une solution 0,1 N de KOH en agitant suffisamment pour obtenir une bonne dispersion du réactif. Vers la fin du titrage, agiter vigoureusement mais éviter de dissoudre le dioxyde de carbone (CO₂) dans le solvant.

Le titrage est considéré comme terminé si le changement de couleur persiste pendant 15 s ou si deux gouttes d'acide chlorhydrique 0,1 N sont nécessaires pour provoquer le virage inverse.

Note.- Dans le cas d'une matière de remplissage acide, la couleur orange vire au vert ou au vert brun quand la fin du titrage est proche.

Faire l'essai de titrage à blanc sur 100 ml de solvant de titrage et 0,5 ml de solution de l'indicateur, additionner la potasse à 0,1 N par 0,05 ml ou 0,1 ml. Noter la quantité de potasse 0,1 N nécessaire pour atteindre la fin du titrage (orange à vert).

7.5 Calcul

Calculer comme suit l'indice d'acide total:

$$\text{Indice d'acide total: mg de KOH/g} = \frac{(A-B)N \times 56,1}{W}$$

où:

A = nombre de millilitres de solution de potasse utilisée pour titrer la prise en essai

B = nombre de millilitres de solution de potasse utilisée pour le titrage à blanc

N = normalité de la solution de potasse

W = masse en grammes de la prise d'essai mise en oeuvre

8. Absence de composants corrosifs

8.1 Généralités

Cet essai caractérise l'effet de la matière de remplissage en contact avec les éléments métalliques du câble.

7.3.3 Titration solvent

Add 500 ml of toluene and 5 ml of water to 495 ml of anhydrous isopropyl alcohol.

7.4 Test procedure

Introduce approximately 25 g of the filling compound, weighed to the nearest 0.1 g, into a 250 ml Erlenmeyer flask. Add 100 ml of the titration solvent and 0.5 ml of the indicator solution and, without stoppering, swirl until the sample is entirely dissolved by the solvent. Titrate immediately at a temperature below 30 °C. Add 0.1 N KOH solution in increments and swirl to disperse the KOH as necessary. Shake vigorously near the end-point, but avoid dissolving carbon dioxide (CO₂) in the solvent.

Consider the end-point definite if the colour change persists for 15 s or if it reverses with two drops of 0.1 N HCl.

Note.- In the case of acidic compounds, the orange colour changes to green or green-brown as the end-point is approached.

Make a blank titration on 100 ml of the titration solvent and 0.5 ml of the indicator solution and add 0.1 N KOH solution in 0.05 ml or 0.1 ml increments. Record the quantity of 0.1 N KOH solution required to reach the end-point (orange to green).

7.5 Calculation

The total acid number can be calculated as follows:

$$\text{Total acid number, mg of KOH/g} = \frac{(A-B)N \times 56,1}{W}$$

where:

A = millilitres of KOH solution required for titration of the sample

B = millilitres of KOH solution required for titration of the blank

N = normality of the KOH solution

W = grams of sample used

8. Absence of corrosive components

8.1 General

This test indicates the effect of the filling compound in contact with the metallic parts of the cable.

8.2 Appareillage

Une feuille d'aluminium d'épaisseur minimale 0,5 mm et d'une pureté d'au moins 99,5%. La feuille doit être découpée en bandes de 50 mm x 20 mm.

Une feuille de cuivre commercial laminé à froid d'épaisseur minimale 0,5 mm découpée en bandes de 50 x 20 mm.

Note.- Les trois qualités de cuivre d'utilisation courante: cuivre de haute conductivité, cuivre phosphoreux désoxydé et cuivre de haute conductivité sans oxygène donnent des résultats semblables.

8.3 Méthode d'essai

Polir chaque élément sur les deux faces pour obtenir des surfaces unies et sans défaut. Nettoyer chaque échantillon avec du diéthyléther et le laisser sécher. Utiliser des pinces propres pour toute manipulation ultérieure des échantillons.

Environ 120 g de matière de remplissage doivent être préchauffés à 80 ± 2 °C dans un bécher en verre de forme haute et d'une contenance d'au moins 200 ml. Les bandes de métal récemment préparées, une d'aluminium et l'autre de cuivre, doivent être alors entièrement immergées dans la matière de remplissage sans se toucher ni toucher les bords du bécher. Ensuite le bécher doit être conservé dans une enceinte portée à 80 ± 2 °C pendant 14 jours.

Après cette période, le bécher est retiré de l'enceinte préchauffée et est laissé à refroidir jusqu'à température ambiante. Les bandes de métal sont retirées, essuyées pour enlever le surplus et lavées, d'abord avec du pétrole, et ensuite avec du diéthyléther.

La surface des échantillons est examinée avec une vue normale ou corrigée sans grossissement, à la recherche de trace de décapage, de piqûres ou de variation de coloration.

8.4 Expression des résultats

Les bandes de métal ne doivent pas présenter de corrosion.

9. Permittivité à 23 °C

9.1 Généralités

Cet essai est utilisé pour déterminer la permittivité relative de la matière de remplissage.

L'essai doit être effectué conformément à la méthode spécifiée dans la CEI 247 avec une cellule à trois bornes.

9.2 Additif à la méthode de la CEI 247.

La matière de remplissage doit être chauffée jusqu'à son point de fusion et être versée dans une cellule préchauffée jusqu'à la même température. Veiller à ne pas introduire de bulles d'air dans la cellule.

La température d'essai doit être de 23 ± 2 °C.

8.2 Apparatus

A sheet of aluminium strip not less than 0.5 mm thick and of purity of at least 99.5%. The sheet shall be cut into pieces 50 mm long and 20 mm wide.

A sheet of commercial cold rolled copper strip not less than 0.5 mm thick, cut into pieces 50 mm long and 20 mm wide.

Note.- The three grades of copper in common use: toughpitch, high-conductivity copper, phosphorized, deoxidized copper, and oxygen-free, high-conductivity copper give comparable results.

8.3 Test procedure

Polish each strip on its two faces to obtain a uniform finish free from defects. Wash each strip with diethyl ether and allow it to dry. Use clean forceps for all further handling of the strips.

Approximately 120 g of the filling compound shall be preheated at 80 ± 2 °C in a tall glass beaker of at least 200 ml capacity. The freshly prepared metal strips, one of aluminium and the other of copper, shall be fully immersed in the compound without touching each other or the sides of the beaker. Then the beaker shall be stored for 14 days in an oven at a temperature of 80 ± 2 °C.

When the specified period of time has elapsed, remove the beaker from the oven and allow it to cool to room temperature. Withdraw the metallic strips, wipe the surplus compound from them and wash them first with petroleum spirit and then with diethyl ether.

Examine the surface condition of the strips with normal or corrected vision without magnification for etching, pitting or discolouration.

8.4 Expression of results

The metal strips shall show no corrosion.

9. Permittivity at 23 °C

9.1 General

This test is to determine the relative permittivity of the filling compound.

The test shall be carried out in accordance with the method specified in IEC 247 for a three-terminal cell.

9.2 Additions to the method of IEC 247

The filling compound shall be heated to its clarify point and poured into the cell which has been preheated to the same temperature. Care shall be taken that no air bubbles are introduced into the cell.

The test temperature shall be 23 ± 2 °C.

10. Résistivité en courant continu à 23 °C et 100 °C

10.1 Généralités

Cet essai est utilisé pour déterminer la résistance en courant continu des matières de remplissage en cas de variation de température.

L'essai doit être effectué conformément à la méthode spécifiée dans la CEI 247 avec une cellule à trois bornes.

10.2 Additif à la méthode de la CEI 247

La cellule doit être remplie avec de la matière de remplissage conformément au paragraphe 9.2 de cette publication.

L'essai doit être effectué à 23 ± 2 °C et à 100 ± 3 °C.

La tension d'essai en courant continu doit être de 100 V.

Withdrawing
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60815-1:1990

10. D.C. resistivity at 23 °C and 100 °C

10.1 General

This test is used to examine the d.c. resistance of the filling compound for a temperature change.

The test shall be carried out in accordance with the method specified in IEC 247 for a three-terminal cell.

10.2 Additions to the method of IEC 247

The cell shall be filled with filling compound in accordance with Sub-clause 9.2 of this publication.

The test shall be carried out at temperatures of 23 ± 2 °C and 100 ± 3 °C.

The d.c. test voltage shall be 100 V.

Withdrawing
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60811-5-1:1990

ANNEXE A

SPECIFICATION DE LA PARANAPHTOLBENZEINE

A1. Aspect

La paranaphtolbenzéine doit se présenter sous forme de poudre amorphe rouge.

A2. Chlorures

Elle doit contenir moins de 0,5% de chlorure.

A3. Solubilité

Une quantité de 10 g doit être entièrement dissoute dans un litre de solvant de titrage défini au paragraphe 7.3.3.

A4. Absorption minimale

Après avoir dissous exactement 0,1000 g de l'échantillon dans 250 ml de méthanol et porté 5 ml de cette solution à 100 ml à l'aide d'une solution tampon de pH 12, la dilution finale doit avoir une absorption minimale de 1,20 la lecture étant faite à 6,50 μ m, un spectromètre UV Beckmann ou un appareil similaire étant utilisé, la référence étant une cellule d'eau de 1 cm.

A5. Echelle de pH

Par la méthode de l'échelle des pHr utilisant la paranaphtolbenzéine définie au paragraphe 7.3.2, l'indicateur doit virer au vert clair pour un pH de $11 \pm 0,5$.

Avec au maximum 0,5 ml de KOH à 0,01 N de plus que la référence, le réactif doit virer au vert clair. Avec un maximum 1,0 ml de KOH à 0,01 N de plus que la référence, le réactif doit virer au bleu.

Le pHr initial du réactif doit être au moins aussi haut que celui de la référence.

APPENDIX A

SPECIFICATION FOR P-NAPHTHOLBENZEIN

A1. Appearance

p-Naphtholbenzein shall be red amorphous powder.

A2. Chlorides

It shall contain less than 0.5% chlorides.

A3. Solubility

A quantity of 10 g shall dissolve completely in 1 litre of titration solvent defined in Sub-clause 7.3.3.

A4. Minimum absorbance

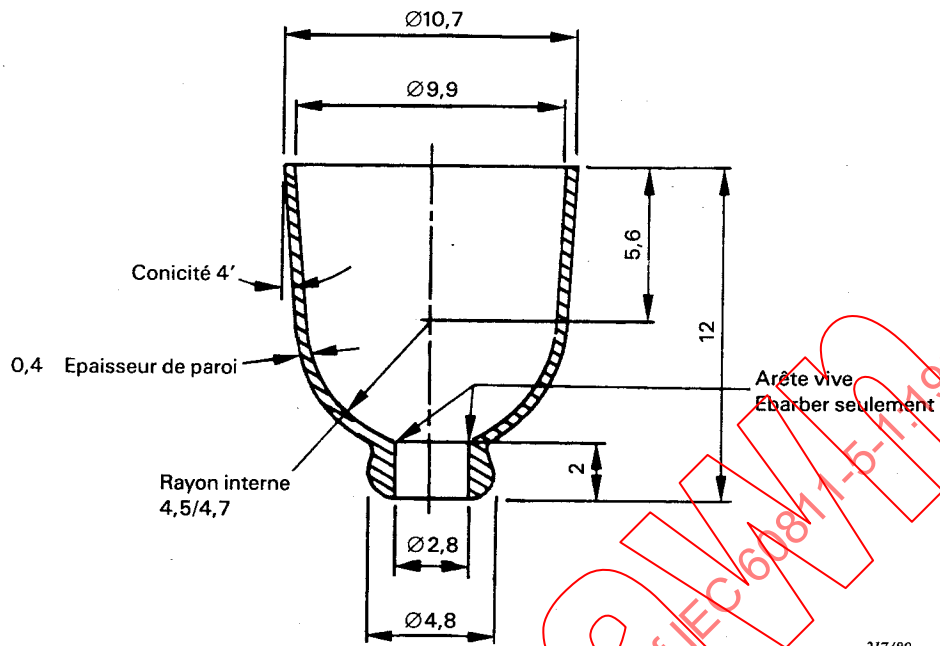
After having dissolved exactly 0.1000 g of the sample in 250 ml of methanol and having converted 5 ml of this solution to 100 ml with the aid of a pH 12 buffer, the final dilution shall have a minimum absorbance of 1.20 when read at 6.50 μ m peak using a Beckmann DU or alternative type spectrophotometer, 1 cm cells and water serving as the blank.

A5. pH range

The indicator shall turn to the first clear green at a relative pH of 11 ± 0.5 when tested by the method for pHr range of the p-naptholbenzein indicator defined in Sub-clause 7.3.2.

Not more than 0.5 ml of 0.01 N KOH above that for the blank shall bring the indicator solution to the first clear green. Not more than 1.0 ml of 0.01 N KOH above that for the blank shall bring the indicator solution to a blue colour.

The initial pHr of the indicator solution shall be at least as high as that of the blank.



Dimensions en millimètres

Fig. 1. - Coupelle.