

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60811-4-1

Deuxième édition
Second edition
2004-06

**Matériaux d'isolation et de gainage des câbles
électriques et optiques – Méthodes d'essais
communes –**

Partie 4-1:

**Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et
polypropylène – Résistance aux craquelures sous
contraintes dues à l'environnement – Mesure de l'indice de
fluidité à chaud – Mesure dans le polyéthylène du taux de
noir de carbone et/ou des charges minérales par méthode
de combustion directe – Mesure du taux de noir de carbone
par analyse thermogravimétrique – Evaluation de la
dispersion du noir de carbone dans le polyéthylène au
moyen d'un microscope**

**Insulating and sheathing materials of electric and
optical cables – Common test methods –**

Part 4-1:

**Methods specific to polyethylene and polypropylene
compounds – Resistance to environmental stress cracking –
Measurement of the melt flow index – Carbon black and/or
mineral filler content measurement in polyethylene by direct
combustion – Measurement of carbon black content by
thermogravimetric analysis (TGA) – Assessment of carbon
black dispersion in polyethylene using a microscope**

© IEC 2004 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.

International Electrotechnical Commission, 3, rue de Varembé, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: www.iec.ch



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

T

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	6
1 Généralités.....	10
1.1 Domaine d'application	10
1.2 Références normatives.....	10
2 Termes et définitions	10
3 Valeurs d'essais	12
4 Application	12
5 Essais de type et autres essais	12
6 Préconditionnement.....	12
7 Valeur médiane	12
8 Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement	12
8.1 Généralités.....	12
8.2 Appareillage	14
8.3 Préparation des plaques d'essai.....	22
8.4 Conditionnement des plaques d'essai.....	22
8.5 Examen visuel des plaquettes d'essai	22
8.6 Méthode d'essai	22
8.7 Evaluation des résultats	26
8.8 Résumé des conditions opératoires et des exigences relatives aux méthodes A et B.....	26
9 Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air	26
10 Mesure de l'indice de fluidité à chaud	26
10.1 Généralités.....	26
10.2 Appareillage	28
10.3 Echantillons.....	34
10.4 Nettoyage et entretien de l'appareil	34
10.5 Méthode A.....	34
10.6 Méthode C	36
11 Mesure dans le PE du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales – Méthode de combustion directe	38
11.1 Echantillonnage.....	38
11.2 Mode opératoire	38
11.3 Expression des résultats	40
12 Analyse du noir de carbone dans les mélanges à base de polyoléfine par thermogravimétrie	40
12.1 Principe.....	40
12.2 Réactifs.....	40
12.3 Appareillage	42
12.4 Procédé	42
13 Evaluation de la dispersion du noir de carbone dans le polyéthylène.....	42
13.1 Généralités.....	42
13.2 Mode opératoire	42
13.3 Expression des résultats	44
13.4 Exigences	44

CONTENTS

FOREWORD.....	4
1 General	11
1.1 Scope.....	11
1.2 Normative references	11
2 Terms and definitions	11
3 Test values.....	13
4 Applicability	13
5 Type tests and other tests	13
6 Pre-conditioning	13
7 Median value	13
8 Resistance to environmental stress cracking	13
8.1 General	13
8.2 Apparatus.....	15
8.3 Preparation of the test sheets.....	23
8.4 Conditioning of the test sheets	23
8.5 Visual examination of the test sheets	23
8.6 Test procedure	23
8.7 Evaluation of results.....	27
8.8 Summary of test conditions and requirements for procedures A and B.....	27
9 Wrapping test after thermal ageing in air	27
10 Measurement of the melt flow index.....	27
10.1 General	27
10.2 Apparatus.....	29
10.3 Test samples	35
10.4 Cleaning and maintenance of the apparatus	35
10.5 Method A.....	35
10.6 Method C	37
11 Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene – Direct combustion method	39
11.1 Sampling	39
11.2 Test procedure	39
11.3 Expression of results	41
12 Thermogravimetric analysis of the carbon black content in polyolefine compounds.....	41
12.1 Principle	41
12.2 Reagents.....	41
12.3 Apparatus.....	43
12.4 Procedure	43
13 Test for the assessment of carbon black dispersion in polyethylene	43
13.1 General	43
13.2 Procedure	43
13.3 Expression of results.....	45
13.4 Requirements	45

Annexe A (informative) Outils et réactifs	46
Bibliographie.....	48
Figure 1 – Appareil à entailler	14
Figure 2 – Lame.....	16
Figure 3 – Presse de pliage	16
Figure 4 – Outil de transfert	18
Figure 5 – Support d'échantillon en laiton	18
Figure 6 – Tube à essai contenant le support d'éprouvettes en laiton (voir 8.2.11) sur lequel sont maintenues dix éprouvettes	20
Figure 7 – Eprouvettes entaillées.....	24
Figure 8 – Appareil pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud (schéma montrant le cylindre extérieur à grand diamètre, la plaque de fixation A de la filière et la plaque isolante B)	30
Figure 9 – Filière (montrant le cylindre extérieur de petit diamètre avec un exemple de maintien de la filière)	32
Tableau 1 – Masse d'échantillon à introduire dans le cylindre, pour les Méthodes A et C et intervalles de temps pour couper les extrudats, en fonction des indices de fluidité	38

Annex A (informative) Tools and reagents.....	47
Bibliography.....	49
Figure 1 – Notching device	15
Figure 2 – Blade	17
Figure 3 – Bend clamp assembly	17
Figure 4 – Transfer tool assembly.....	19
Figure 5 – Brass channel specimen holder.....	19
Figure 6 – Test tube with inserted brass channel specimen holder as in 8.2.11, containing ten test specimens.....	21
Figure 7 – Notched test pieces	25
Figure 8 – Apparatus for determining melt flow index (showing large external diameter cylinder, die-retaining plate A and insulating plate B).....	31
Figure 9 – Die (showing small external diameter cylinder with an example method of retaining the die).....	33
Table 1 – 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	39

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MATÉRIAUX D'ISOLATION ET DE GAINAGE DES CÂBLES ÉLECTRIQUES ET OPTIQUES – MÉTHODES D'ESSAIS COMMUNES –

Partie 4-1: Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et polypropylène – Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement – Mesure de l'indice de fluidité à chaud – Mesure dans le polyéthylène du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales par méthode de combustion directe – Mesure du taux de noir de carbone par analyse thermogravimétrique – Evaluation de la dispersion du noir de carbone dans le polyéthylène au moyen d'un microscope

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60811-4-1 a été établie par le comité d'études 20 de la CEI: Câbles électriques.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, publiée en 1985, l'amendement 1 (1988) et l'amendement 2 (1993), et constitue une révision technique.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**INSULATING AND SHEATHING MATERIALS OF ELECTRIC
AND OPTICAL CABLES – COMMON TEST METHODS –****Part 4-1: Methods specific to polyethylene and
polypropylene compounds –
Resistance to environmental stress cracking –
Measurement of the melt flow index –
Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene
by direct combustion – Measurement of carbon black content by
thermogravimetric analysis (TGA) –
Assessment of carbon black dispersion in polyethylene
using a microscope**

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with an IEC Publication.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60811-4-1 has been prepared by IEC technical committee 20: Electric cables.

This second edition cancels and replaces the first edition, published in 1985, amendment 1 (1988) and amendment 2 (1993), and constitutes a technical revision.

Les principaux changements par rapport à l'édition précédente sont les suivants:

- a) l'essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air est supprimé de cette partie de la CEI 60811. Il est maintenant décrit uniquement dans la CEI 60811-4-2;
- b) une méthode thermogravimétrique pour la détermination de la teneur en noir de carbone est ajoutée;
- c) une méthode d'évaluation de la dispersion du noir de carbone est introduite.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
20/687/FDIS	20/701/RVD

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

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de maintenance indiquée sur le site web de la CEI sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

The principal changes with respect to the previous edition are listed below:

- a) the wrapping test after thermal ageing in air is deleted from this part of IEC 60811. It is now given only in IEC 60811-4-2;
- b) a thermogravimetric method is added for determination of carbon black content;
- c) a method is introduced for assessment of carbon black dispersion.

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

FDIS	Report on voting
20/687/FDIS	20/701/RVD

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

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the maintenance result date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

MATÉRIAUX D'ISOLATION ET DE GAINAGE DES CÂBLES ÉLECTRIQUES ET OPTIQUES – MÉTHODES D'ESSAIS COMMUNES –

Partie 4-1: Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et polypropylène – Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement – Mesure de l'indice de fluidité à chaud – Mesure dans le polyéthylène du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales par méthode de combustion directe – Mesure du taux de noir de carbone par analyse thermogravimétrique – Evaluation de la dispersion du noir de carbone dans le polyéthylène au moyen d'un microscope

1 Généralités

1.1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 60811 précise les méthodes d'essais à employer pour l'essai des matériaux d'isolation et de gainage polymère des câbles électriques et optiques pour la distribution d'énergie et les télécommunications, y compris les câbles à bord des navires et pour les applications offshore. Ces méthodes d'essais s'appliquent spécifiquement aux mélanges PE et PP, y compris les mélanges d'isolation cellulaire avec ou sans peau.

1.2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60811-1-3:1993, *Matériaux d'isolation et de gainage des câbles électriques – Méthodes d'essais communes – Partie 1: Application générale – Section 3: Méthodes de détermination de la masse volumique – Essais d'absorption d'eau – Essai de rétraction*

ISO 18553:2002, *Méthode d'estimation de la dispersion du pigment et du noir de carbone dans les tubes, raccords et compositions à base de polyoléfines*

INSULATING AND SHEATHING MATERIALS OF ELECTRIC AND OPTICAL CABLES – COMMON TEST METHODS –

Part 4-1: Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds – Resistance to environmental stress cracking – Measurement of the melt flow index – Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene by direct combustion – Measurement of carbon black content by thermogravimetric analysis (TGA) – Assessment of carbon black dispersion in polyethylene using a microscope

1 General

1.1 Scope

This part of IEC 60811 specifies the test methods to be used for testing polymeric insulating and sheathing materials of electric and optical fibre cables for power distribution and telecommunications, including cables used on ships and in offshore applications. These test methods apply specifically to PE and PP compounds, including cellular compounds and foam skin for insulation.

1.2 Normative references

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

IEC 60811-1-3:1993, *Insulating and sheathing materials of electric cables – Common test methods – Part 1: General application – Section 3: Methods for determining the density – Water absorption tests – Shrinkage test*

ISO 18553:2002, *Method for the assessment of the degree of pigment or carbon black dispersion in polyolefin pipes, fittings and compounds*