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

Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60811-4-1:2004

Numérotation des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000. Ainsi, la CEI 34-1 devient la CEI 60034-1.

Editions consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Informations supplémentaires sur les publications de la CEI

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 cette publication, y compris sa validité, sont disponibles dans le Catalogue des publications de la CEI (voir ci-dessous) en plus des nouvelles éditions, amendements et corrigenda. Des informations sur les sujets à l'étude et l'avancement des travaux entrepris par le comité d'études qui a élaboré cette publication, ainsi que la liste des publications parues, sont également disponibles par l'intermédiaire de:

- **Site web de la CEI (www.iec.ch)**
- **Catalogue des publications de la CEI**

  Le catalogue en ligne sur le site web de la CEI (www.iec.ch/searchpub) vous permet de faire des recherches en utilisant de nombreux critères, comprenant des recherches textuelles, par comité d'études ou date de publication. Des informations en ligne sont également disponibles sur les nouvelles publications, les publications remplacées ou retirées, ainsi que sur les corrigenda.
- **IEC Just Published**

  Ce résumé des dernières publications parues (www.iec.ch/online_news/justpub) est aussi disponible par courrier électronique. Veuillez prendre contact avec le Service client (voir ci-dessous) pour plus d'informations.
- **Service clients**

  Si vous avez des questions au sujet de cette publication ou avez besoin de renseignements supplémentaires, prenez contact avec le Service clients:

  Email: custserv@iec.ch
  Tél: +41 22 919 02 11
  Fax: +41 22 919 03 00

Publication numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series. For example, IEC 34-1 is now referred to as IEC 60034-1.

Consolidated editions

The IEC is now publishing consolidated versions of its publications. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Further information on IEC publications

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 this publication, including its validity, is available in the IEC Catalogue of publications (see below) in addition to new editions, amendments and corrigenda. Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is also available from the following:

- **IEC Web Site (www.iec.ch)**
- **Catalogue of IEC publications**

  The on-line catalogue on the IEC web site (www.iec.ch/searchpub) enables you to search by a variety of criteria including text searches, technical committees and date of publication. On-line information is also available on recently issued publications, withdrawn and replaced publications, as well as corrigenda.
- **IEC Just Published**

  This summary of recently issued publications (www.iec.ch/online_news/justpub) is also available by email. Please contact the Customer Service Centre (see below) for further information.
- **Customer Service Centre**

  If you have any questions regarding this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre:

  Email: custserv@iec.ch
  Tel: +41 22 919 02 11
  Fax: +41 22 919 03 00

.

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*

2 Termes et définitions

Pour les besoins de ce document, la distinction entre le polyéthylène basse densité, moyenne densité et le PE haute densité est faite selon les explications présentées ci-dessous:

Type de polyéthylène	**Densité à 23 °C** [a] g/cm^3
Polyéthylène basse densité	≤ 0,925
Polyéthylène moyenne densité	> 0,925 ≤ 0,940
Polyéthylène haute densité	> 0,940
[a] Les densités se rapportent aux résines non chargées et sont déterminées au moyen de la méthode définie à l'Article 8 de la CEI 60811-1-3.	

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*

2 Terms and definitions

For the purposes of this document, a distinction is made between low-density, medium-density and high-density PE as shown below:

Type of polyethylene	Density at 23 °C [a] g/cm^3
Low-density polyethylene	≤0,925
Medium-density polyethylene	>0,925 ≤0,940
High-density polyethylene	>0,940
[a] These densities refer to unfilled resins as determined by the method specified in Clause 8 of IEC 60811-1-3.	