

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC

811-4-2

Première édition
First edition
1990-02

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

Quatrième partie:

Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène
et polypropylène. Section deux — Allongement à la rupture
après préconditionnement — Essai d'enroulement
après préconditionnement — Essai d'enroulement
après vieillissement thermique dans l'air — Mesure de l'augmentation
de masse — Essai de stabilité à long terme (annexe A) —
Méthode d'essai pour l'oxydation catalytique par le cuivre (annexe B)

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

Part 4:

Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds.
Section Two — Elongation at break after pre-conditioning —
Wrapping test after pre-conditioning — Wrapping test after
thermal ageing in air — Measurement of mass increase —
Long-term stability test (Appendix A) — Test method for copper-
catalysed oxidative degradation (Appendix B)



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 811-4-2: 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 électrotechnique*;
- la CEI 417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*;
- la CEI 617: *Symboles graphiques pour schémas*;

et pour les appareils électromédicaux,

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

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

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

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

Validity of this publication

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

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

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

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

Terminology

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

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

Graphical and letter symbols

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

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

and for medical electrical equipment,

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

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

IEC publications prepared by the same technical committee

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

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC
811-4-2

Première édition
First edition
1990-02

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

Quatrième partie:

Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène
et polypropylène. Section deux — Allongement à la rupture
après préconditionnement — Essai d'enroulement
après préconditionnement — Essai d'enroulement
après vieillissement thermique dans l'air — Mesure de l'augmentation
de masse — Essai de stabilité à long terme (annexe A) —
Méthode d'essai pour l'oxydation catalytique par le cuivre (annexe B)

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

Part 4:

Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds.
Section Two — Elongation at break after pre-conditioning —
Wrapping test after pre-conditioning — Wrapping test after
thermal ageing in air — Measurement of mass increase —
Long-term stability test (Appendix A) — Test method for copper-
catalysed oxidative degradation (Appendix B)

© 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

Q

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

SOMMAIRE

	Pages
PREAMBULE	4
PREFACE	4
 Articles	
1. Domaine d'application	8
2. Valeurs prescrites pour les essais	8
3. Application	8
4. Définitions	8
5. Essais de type et autres essais	10
6. Préconditionnement	10
7. Valeur médiane	10
8. Allongement à la rupture après preconditionnement	10
8.1 Généralités	10
8.2 Méthode de preconditionnement	10
8.3 Appareillage	10
8.4 Echantillonnage et préparation des éprouvettes	12
8.5 Essai d'allongement après preconditionnement	12
8.6 Expression des résultats	12
9. Essai d'enroulement après preconditionnement	12
9.1 Généralités	12
9.2 Méthode d'essai	12
9.3 Evaluation des résultats	14
10. Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air ...	14
10.1 Généralités	14
10.2 Appareillage	14
10.3 Echantillonnage	14
10.4 Méthode de vieillissement	16
10.5 Méthode d'essai	16
10.6 Evaluation des résultats	16
11. Augmentation de masse des enveloppes isolantes	16
11.1 Généralités	16
11.2 Echantillonnage	16
11.3 Méthode d'essai	18
11.4 Calcul	18
 ANNEXE A - Essai de stabilité à long terme	 20
ANNEXE B - Méthode d'essai pour la mesure de la dégradation par oxydation catalytique, par le cuivre, des fils isolés aux polyoléfines	 26

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
1. Scope	9
2. Test values	9
3. Applicability	9
4. Definitions	9
5. Type tests and other tests	11
6. Pre-conditioning	11
7. Median value	11
8. Elongation at break after pre-conditioning	11
8.1 General	11
8.2 Pre-conditioning procedure	11
8.3 Apparatus	11
8.4 Sampling and preparation of test pieces	13
8.5 Elongation test after pre-conditioning	13
8.6 Expression of results	13
9. Wrapping test after pre-conditioning	13
9.1 General	13
9.2 Test procedure	13
9.3 Evaluation of results	15
10. Wrapping test after thermal ageing in air	15
10.1 General	15
10.2 Apparatus	15
10.3 Sampling	15
10.4 Ageing procedure	17
10.5 Test procedure	17
10.6 Evaluation of results	17
11. Mass increase of insulation	17
11.1 General	17
11.2 Sampling	17
11.3 Test procedure	19
11.4 Calculation	19
ANNEXE A - Long-term stability test	21
ANNEXE B - Test method for copper-catalysed oxidative degradation of polyolefin insulated conductors	27

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

Quatrième partie: Méthodes spécifiques pour les mélanges
polyéthylène et polypropylène
Section deux - Allongement à la rupture après préconditionnement -
Essai d'enroulement après préconditionnement -
Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air -
Mesure de l'augmentation de masse -
Essai de stabilité à long terme (annexe A) -
Méthode d'essai pour l'oxydation catalytique par le cuivre (annexe B)

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° 20 de la CEI: Câbles électriques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

Règle des Six Mois	Rapports de vote	Procédure des Deux Mois	Rapport de vote
46(BC)28* 46/20(BC)32/176 46/20(BC)33/177	46(BC)31 46/20(BC)36/185 46/20(BC)37/186	46/20(BC)41/190	46/20(BC)42/194

* partiellement

Les rapports de vote indiqués dans le tableau ci-dessus donnent toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

COMMON TEST METHODS FOR INSULATING AND SHEATHING
MATERIALS OF ELECTRIC CABLES

- Part 4: Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds
 Section Two - Elongation at break after pre-conditioning -
 Wrapping test after pre-conditioning -
 Wrapping test after thermal ageing in air -
 Measurement of mass increase - Long-term stability test (Appendix A) -
 Test method for copper-catalysed oxidative degradation (Appendix B)

FOREWORD

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

PREFACE

This standard has been prepared by IEC Technical Committee No. 20: Electric cables.

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

Six Months' Rule	Reports on Voting	Two Months' Procedure	Report on Voting
46(C0)28* 46/20(C0)32/176 46/20(C0)33/177	46(C0)31 46/20(C0)36/185 46/20(C0)37/186	46/20(C0)41/190	46/20(C0)42/194

* partially

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

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

Publications n^{os} 811-1-3 (1985): Méthodes d'essais communes pour les matériaux d'isolation et de gainage des câbles électriques, Première partie: Méthodes d'application générale. Section trois - Méthodes de détermination de la masse volumique - Essais d'absorption d'eau - Essai de rétraction.

811-4-1 (1985): Quatrième partie: Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et polypropylène. Section un - Résistance aux craquelures sous contraintes dues à l'environnement - Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air - Mesure de l'indice de fluidité à chaud - Mesure dans le PE du taux de noir de carbone et/ou des charges minérales.

811-5-1 (1989): 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.

Autre publication citée:

Norme ISO 188-1982: Caoutchouc vulcanisé - Essais de résistance au vieillissement accéléré ou à la chaleur.

The following IEC publications are quoted in this standard:

Publications Nos. 811-1-3 (1985): Common test methods for insulating and sheathing materials of electric cables, Part 1: Methods for general application. Section Three - Methods for determining the density - Water absorption tests - Shrinkage test.

811-4-1 (1985): Part 4: Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds. Section One - Resistance to environmental stress cracking - Wrapping test after thermal ageing in air - Measurement of the melt flow index - Carbon black and/or mineral filler content measurement in PE.

811-5-1 (1989): 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.

Other publication quoted:

ISO Standard 188-1982: Rubber, vulcanized - Accelerated ageing or heat-resistance tests.

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

Quatrième partie: Méthodes spécifiques pour les mélanges polyéthylène et polypropylène

Section deux - Allongement à la rupture après préconditionnement -

Essai d'enroulement après préconditionnement -

Essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air -

Mesure de l'augmentation de masse -

Essai de stabilité à long terme (annexe A) -

Méthode d'essai pour l'oxydation catalytique par le cuivre (annexe B)

1. Domaine d'application

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

Cette section deux de la quatrième partie donne les méthodes pour la mesure de l'allongement à la rupture après préconditionnement, pour l'essai d'enroulement après préconditionnement, pour l'essai d'enroulement après vieillissement thermique dans l'air, pour la mesure de l'augmentation de masse pour l'essai de stabilité à long terme et pour la mesure de la dégradation par oxydation catalytique, par le cuivre, des fils isolés aux polyoléfines.

2. Valeurs prescrites pour les essais

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

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

3. Application

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

4. Définitions

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

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

Note.- Ces masses volumiques se rapportent aux résines non chargées et déterminées au moyen de la méthode définie à l'article 8 de la Publication 811-1-3.

COMMON TEST METHODS FOR INSULATING AND SHEATHING MATERIALS OF ELECTRIC CABLES

Part 4: Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds

Section Two - Elongation at break after pre-conditioning -

Wrapping test after pre-conditioning -

Wrapping test after thermal ageing in air -

Measurement of mass increase - Long-term stability test (Appendix A) -

Test method for copper-catalysed oxidative degradation (Appendix B)

1. Scope

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

This Section Two of Part 4 gives the methods for measurement of elongation at break after pre-conditioning, for wrapping test after pre-conditioning, for wrapping test after thermal ageing in air, for measurement of mass increase, for long-term stability test and for measurement of copper-catalysed oxidative degradation, which apply to polyolefin insulations.

2. Test values

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

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

3. Applicability

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

4. Definitions

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

Low-density polyethylene	$\leq 0,925 \text{ g/cm}^3$	} at 23 °C
Medium-density polyethylene	$> 0,925 \leq 0,940 \text{ g/cm}^3$	
High-density polyethylene	$> 0,940 \text{ g/cm}^3$	

Note.- These densities refer to unfilled resins as determined by the method specified in Clause 8 of Publication 811-1-3.

5. Essais de type et autres essais

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

6. Préconditionnement

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

7. Valeur médiane

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

8. Allongement à la rupture après preconditionnement

8.1 Généralités

Cet essai s'applique aux enveloppes isolantes polyoléfiniques d'épaisseur inférieure à 0,8 mm des câbles remplis.

8.2 Méthode de preconditionnement

Un échantillon de câble terminé et de longueur suffisante doit être preconditionné dans l'air (c'est-à-dire suspendu dans une étuve). La durée de l'essai et la température maintenue constante de l'air doivent être de:

- 7 x 24 h à 60 °C pour les matières de remplissage ayant un point de goutte nominal supérieur à 50 °C et inférieur ou égal à 70 °C.
- 7 x 24 h à 70 °C pour les matières de remplissage ayant un point de goutte nominal supérieur à 70 °C.

Après le preconditionnement, l'échantillon de câble doit être laissé à température ambiante, sans exposition directe au rayonnement solaire, pendant au moins 16 h. Ensuite la gaine doit être enlevée et les éléments doivent être nettoyés par un moyen approprié.

8.3 Appareillage

Machine de traction avec mors autoserrants ou non pour les éprouvettes tubulaires.

5. Type tests and other tests

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

6. Pre-conditioning

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

7. Median value

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

8. Elongation at break after pre-conditioning

8.1 General

This test is intended for polyolefin insulations with a wall thickness of less than 0.8 mm of filled cables.

8.2 Pre-conditioning procedure

A sample of complete cable of sufficient length shall be pre-conditioned in air (i.e. suspended in an oven). The temperature of the air shall be maintained continuously at a temperature and duration as follows:

- 7 x 24 h at 60 °C for filling compound having a nominal drop-point above 50 °C and up to and including 70 °C.
- 7 x 24 h at 70 °C for filling compound having a nominal drop-point above 70 °C.

After pre-conditioning, the cable sample shall be left at ambient temperature for at least 16 h without being exposed to direct sunlight. Then the sheath shall be removed and the cores shall be cleaned by suitable means.

8.3 Apparatus

A tensile strength testing machine with grips either of a self-tightening type or of a non self-tightening type for tubular test pieces.

8.4 *Echantillonnage et préparation des éprouvettes*

Le comportement au vieillissement doit être vérifié sur deux éprouvettes au moins.

Un tube d'au moins 100 mm de longueur est prélevé sur un conducteur, en prenant soin de ne pas endommager l'enveloppe isolante.

S'il est difficile d'extraire l'âme, on l'étire par un moyen approprié.

On délimite une longueur de 20 mm à l'aide de deux traits de repère parallèles, tracés sur la partie médiane de chaque éprouvette, juste avant l'essai d'allongement.

Note.- Il convient d'insister sur le fait que dans certains cas, comme avec des âmes toronnées ayant une enveloppe isolante relativement mince, il peut être impossible de retirer l'âme sans détériorer l'enveloppe isolante.

8.5 *Essai d'allongement après préconditionnement*

Les éprouvettes préconditionnées conformément au paragraphe 8.2 et préparées conformément au paragraphe 8.4 doivent être soumises à l'essai d'allongement à température ambiante. En cas de doute, l'essai doit être recommencé à 23 ± 2 °C.

La longueur totale entre les mâchoires doit être d'environ:

- 50 mm si les essais sont effectués avec des mors autoserrants;
- 85 mm si les essais sont effectués avec des mors non autoserrants.

La vitesse de séparation doit être de 25 ± 5 mm/min.

Pour des essais de contrôle courant, une vitesse de séparation jusqu'à 250 ± 50 mm/min est admise.

8.6 *Expression des résultats*

La valeur médiane des valeurs d'allongement à la rupture doit être considérée comme l'allongement à la rupture.

9. *Essai d'enroulement après préconditionnement*

9.1 *Généralités*

Cet essai s'applique aux enveloppes isolantes polyoléfiniques des câbles remplis ayant une épaisseur radiale inférieure à 0,8 mm.

9.2 *Méthode d'essai*

L'essai doit être effectué conformément à la méthode spécifiée au paragraphe 9.5 de la Publication 811-4-1 de la CEI, excepté pour la méthode de vieillissement qui doit être conforme au paragraphe 10.4 de la présente norme.

8.4 Sampling and preparation of test pieces

The ageing behaviour shall be tested on at least two test pieces.

A tube not less than 100 mm long is obtained from a wire, care being taken not to damage the insulation.

If withdrawal of the conductor is difficult, it should be stretched by any suitable means.

A length of 20 mm is marked by two parallel lines, centrally to each piece, immediately before the elongation test.

Note.- It should be emphasized that, in certain cases, such as that of stranded conductors having relatively thin insulation, it may be impossible to withdraw the conductor without damaging the insulation.

8.5 Elongation test after pre-conditioning

Test pieces, pre-conditioned according to Sub-clause 8.2 and prepared according to Sub-clause 8.4, shall be subjected to an elongation test at ambient temperature. In case of doubt, the test shall be repeated at 23 ± 2 °C.

The total length between the grips shall be about:

- 50 mm if tested with self-tightening grips;
- 85 mm if tested with non self-tightening grips.

The rate of separation shall be 25 ± 5 mm/min.

For routine tests, separation rates up to 250 ± 50 mm/min are permitted.

8.6 Expression of results

The median of the values of elongation at break shall be recorded as the elongation at break.

9. Wrapping test after pre-conditioning

9.1 General

This test is intended for samples from filled cables of polyolefin insulation having a wall thickness of less than 0,8 mm.

9.2 Test procedure

The test shall be carried out in accordance with the method specified in Sub-clause 9.5 of IEC Publication 811-4-1 except that the ageing procedure shall be in accordance with Sub-clause 10.4 of this standard.

Pour les enveloppes isolantes cellulaires d'épaisseur inférieure ou égale à 0,2 mm, l'effort de traction exercé sur le conducteur dénudé doit être ramené, en fonction de la section du conducteur à environ 7,5 N/mm².

9.3 *Evaluation des résultats*

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

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

Cette méthode d'essai doit être considérée comme une méthode de vieillissement pour les isolations polyoléfiniques et est donc comprise dans la présente section.

Note. - On devrait faire référence à cet article plutôt qu'à l'article 9 de la section un de la Publication 811-4-1 de la CEI, car cet article 9 devra être supprimé ultérieurement de la section un.

10.1 *Généralités*

Cet essai s'applique aux enveloppes isolantes polyoléfiniques des câbles non remplis et des assemblages de conducteurs destinés aux câbles remplis ayant une épaisseur radiale inférieure à 0,8 mm.

10.2 *Appareillage*

10.2.1 Mandrin en métal poli et poids.

10.2.2 Enrouleur, mécanique de préférence.

10.2.3 Enceinte chauffée électriquement avec circulation d'air naturelle.

10.3 *Echantillonnage*

L'essai doit être effectué sur quatre éprouvettes.

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

Enlever soigneusement les revêtements et les tresses des éprouvettes, si nécessaire, ainsi que les matières de remplissage qui peuvent adhérer aux fils.

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

For cellular insulations having a wall thickness below or equal to 0,2 mm, the pull exerted on the exposed conductor shall be reduced to about 7,5 N/mm² with respect to the conductor cross-section.

9.3 Evaluation of results

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

10. Wrapping test after thermal ageing in air

This test method shall be considered as an ageing method for polyolefin insulations and is therefore included in this section.

Note. - For cross-references this clause should be preferred to Clause 9 in Section One of IEC Publication 811-4-1, since Clause 9 will be deleted from Section One in the future.

10.1 General

This test is intended for polyolefin insulations of unfilled cables and of dry cores for filled cables having a wall thickness of less than 0,8 mm.

10.2 Apparatus

10.2.1 Smooth metal mandrel and loading elements.

10.2.2 Winding device, preferably with mechanically driven mandrel.

10.2.3 Electrically heated cabinet with natural air flow.

10.3 Sampling

The test shall be carried out on four test pieces for each length of cable or core to be tested.

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

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

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

10.4 Méthode de vieillissement

Les éprouvettes préparées suivant le paragraphe 10.3 doivent être suspendues verticalement pendant 14×24 h à 100 ± 2 °C au milieu de l'enceinte chauffante suivant le paragraphe 10.2.3, de manière que chaque éprouvette soit au moins à 20 mm de l'autre. Le volume occupé par les éprouvettes ne doit pas dépasser 2% du volume total de l'enceinte. Immédiatement après la période de vieillissement, les éprouvettes sont retirées de l'enceinte et laissées à la température ambiante pendant au moins 16 h, en évitant de les exposer à la lumière solaire.

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

10.5 Méthode d'essai

Les éprouvettes conformes au paragraphe 10.3 sont soumises, après vieillissement suivant le paragraphe 10.4, à un essai d'enroulement à la température ambiante. A cette fin, le conducteur doit être dénudé à une extrémité sur laquelle doit être appliquée une traction d'environ $15 \text{ N/mm}^2 \pm 20\%$ selon la section de l'âme. L'autre extrémité doit être enroulée dix fois sur un mandrin métallique, à l'aide du dispositif décrit au paragraphe 10.2.2, à la vitesse d'environ un tour toutes les 5 s. Le diamètre d'enroulement doit être de 1 à 1,5 fois le diamètre de l'éprouvette. Les éprouvettes enroulées doivent être ensuite séparées du mandrin sans déroulement et maintenues en hélice pendant 24 h à 70 ± 2 °C en position verticale, bien au milieu de l'enceinte chauffante décrite au paragraphe 10.2.3.

10.6 Evaluation des résultats

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

11. Augmentation de masse des enveloppes isolantes

11.1 Généralités

Cet essai est utilisé pour étudier les interactions possibles entre les matériaux d'isolation et les matières de remplissage des câbles remplis. Il n'est appliqué que pour la sélection des matériaux.

11.2 Echantillonnage

Trois échantillons de chacune des différentes couleurs de fils isolés sont prélevés sur un câble avant l'opération de remplissage. Chaque échantillon d'environ 2 m est coupé en trois éprouvettes de 600 mm, 800 mm et 600 mm.

10.4 Ageing procedure

The test pieces prepared in accordance with Sub-clause 10.3 shall be suspended vertically for 14 x 24 h at 100 ± 2 °C in the middle of the heating chamber in accordance with Sub-clause 10.2.3, so that each test piece is at least 20 mm from any other test piece. Not more than 2% of the chamber volume shall be occupied by the test pieces. Immediately after the ageing period, the test pieces are taken out of the chamber and left at ambient temperature, without being exposed to direct sunlight, for at least 16 h.

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

10.5 Test procedure

Test pieces according to Sub-clause 10.3 shall be subjected, after ageing in accordance with Sub-clause 10.4, to a winding test at ambient temperature. For this purpose, the conductor shall be laid bare at one end. A weight shall be applied to the exposed conductor end, exerting a pull of about $15 \text{ N/mm}^2 \pm 20\%$ with respect to the conductor cross-section. Ten windings shall be made on the other end of the test piece by means of a winding device in accordance with Sub-clause 10.2.2 on a metal mandrel at a speed of about one revolution/5 s. The winding diameter shall be 1 to 1,5 times the test piece diameter. Subsequently, the test pieces wound on the mandrel shall be removed from the latter and shall be kept in their helical form for 24 h at 70 ± 2 °C in the vertical position, substantially in the middle of the heating chamber in accordance with Sub-clause 10.2.3.

10.6 Evaluation of results

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

11. Mass increase of insulation

11.1 General

This test is used to examine possible interaction between insulation material and filling compound of filled cable. It is intended only for the purpose of material selection.

11.2 Sampling

Three samples of each colour of core are taken from a cable before the filling process. Each sample of about 2 m is cut into three pieces of length 600 mm, 800 mm and 600 mm.

11.3 Méthode d'essai

L'éprouvette de 800 mm est introduite dans un b cher en verre contenant 200 g de mati re de remplissage et pr chauff e aux temp ratures suivantes:

60 ± 1  C pour les mati res de remplissage ayant un point de goutte sup rieur   50  C et inf rieur ou  gal   70  C;

70 ± 1  C pour les mati res de remplissage ayant un point de goutte sup rieur   70  C.

Sur une longueur d'au moins 500 mm, la partie centrale de l' prouvette doit  tre immerg e dans la mati re de remplissage et sans contact avec le b cher ou d'autres  prouvettes. Les extr mit s de chaque  prouvette ne doivent pas  tre immerg es.

Le b cher en verre doit  tre stock  pendant 10 x 24 h dans une enceinte et la temp rature doit  tre maintenue constante   la valeur sp cifi e ci-dessus en fonction de la mati re de remplissage.

Apr s cette p riode en enceinte, l' prouvette doit  tre soigneusement nettoy e avec un papier absorbant. Ensuite, les extr mit s de l' prouvette doivent  tre coup es de fa on   conserver au moins 500 mm de la partie centrale expos e   la mati re de remplissage. Les deux  prouvettes de 600 mm non expos es   la mati re de remplissage doivent  tre ramen es   la m me longueur que l' prouvette immerg e et les conducteurs doivent  tre retir s des trois  prouvettes. Les trois  prouvettes ainsi pr par es doivent  tre pes es   temp rature ambiante   0,5 mg pr s.

11.4 Calcul

L'augmentation de masse W doit  tre d termin e par la formule suivante:

$$W = \frac{M_2 - M_1}{M_1} \times 100$$

o :

M_1 = masse moyenne des deux  prouvettes non expos es   la mati re de remplissage.

M_2 = masse de l' prouvette expos e   la mati re de remplissage.

11.3 Test procedure

The 800 mm test piece is immersed in about 200 g of filling compound contained in a glass vessel and pre-heated to the following temperature:

60 ± 1 °C for filling compound having a drop-point above 50 °C and up to and including 70 °C;

70 ± 1 °C for filling compound having a drop-point above 70 °C.

At least 500 mm of the middle part of this test piece shall be immersed in the compound without contact with the glass vessel or another specimen. The ends of the test piece shall be kept out of the compound.

The glass vessel shall be stored for 10 x 24 h in an oven and the temperature shall be maintained continuously at the value specified above for the relevant filling compound.

At the end of this period, the test piece shall be removed from the filling compound and carefully cleaned with absorbent paper. Then the ends of the test piece shall be cut away leaving at least 500 mm of the middle part immersed in the filling compound. The two dry 600 mm pieces shall be cut back to the same length as the immersed test piece and the conductor shall be removed from all three. The three test pieces shall be weighed at ambient temperature to the nearest 0,5 mg.

11.4 Calculation

The mass increase W shall be determined as:

$$W = \frac{M_2 - M_1}{M_1} \times 100$$

where:

M_1 = mean mass of the two dry test pieces.

M_2 = mass of test piece immersed in the filling compound.

ANNEXE A

ESSAI DE STABILITE A LONG TERME

Note.- Cette méthode d'essai est uniquement applicable aux câbles destinés aux télécommunications. Une méthode semblable pour les câbles électriques destinés à la distribution d'énergie est à l'étude.

A1. Généralités

Le besoin de déterminer si la qualité des composants d'un câble est suffisante pour sa durée de vie envisagée est bien reconnu. En particulier, les isolants au polyéthylène doivent avoir une résistance suffisante au vieillissement en service. Pour les câbles remplis au polyéthylène, la compatibilité entre l'isolant et la matière de remplissage doit être vérifiée.

La définition de la durée de l'essai, de la température, de l'atmosphère, ainsi que les critères de défectuosité doivent être soigneusement choisis. Une méthode jugée satisfaisante pour la sélection des matériaux est donnée dans cette annexe. La durée de l'essai rend le test impraticable pour un contrôle de qualité courant. Par conséquent, cet essai doit être envisagé seulement pour la sélection des matériaux afin de s'assurer de leur intégrité pendant la durée de vie envisagée du câble.

Pour les contrôles de qualité courants, des essais de courte durée sont requis.

A2. Appareillage

A2.1 Une étuve conforme dans son ensemble à la Norme ISO 188 et satisfaisant aux conditions particulières suivantes:

- température d'essai: 105 ± 1 °C

Note.- La température d'essai devra faire l'objet d'études complémentaires.

- renouvellement d'air sec et propre: minimum 6 volumes d'air par heure; en cas de contestation, le maximum doit être de 10 volumes par heure.

Note.- En variante, un appareil d'essai comportant une ou plusieurs cellules ayant les dimensions indiquées ci-après peut être utilisé, pourvu que les critères cités ci-dessus soient respectés.

Hauteur de la cellule:	minimum 250 mm.
Diamètre de la cellule:	minimum 75 mm.
Rapport hauteur/diamètre:	entre 3:1 et 4:1.

APPENDIX A

LONG-TERM STABILITY TEST

Note.— This test method is only applicable to telecommunications cables. A similar test method applicable to electric cables for power distribution is under consideration.

A1. General

The need to establish whether or not the quality of a cable's components will be satisfactory over the proposed life of the cable is well recognized. In particular, the polyethylene insulation must have sufficient resistance to ageing in service. For polyethylene-filled cables, the compatibility of the combination of the insulation and filling compound shall be assessed.

The definition of test duration, temperature, atmosphere and failure criteria shall be carefully chosen. One method found suitable for material selection is given in this appendix. The test duration makes the test unsuitable for routine quality control testing. Therefore, the test should be considered only as a material selection test to ensure that the chosen materials are satisfactory for the intended life of the cable.

For routine quality control purposes, short duration tests are required.

A2. Apparatus

A2.1 An air oven generally in accordance with ISO 188 and complying especially with the following criteria:

- test temperature: 105 ± 1 °C

Note.— The test temperature should be further studied.

- exchange of clean, dry air: at least 6 changes of air per hour; in case of dispute, the maximum rate of change shall be 10 changes per hour.

Note.— Alternatively, a testing apparatus consisting of one or more cells having the following dimensions may be used, provided that the above criteria are followed.

Cell height:	at least 250 mm.
Cell diameter:	at least 75 mm.
Height diameter ratio:	between 3:1 and 4:1.

A2.2 Un débitmètre avec une étendue de mesure dépendant de la taille de l'étuve conformément au paragraphe A2.1.

A2.3 Un thermocouple ou un thermomètre d'une précision de 0,2 °C.

A2.4 Une balance exacte à $\pm 0,0005$ g près, lisible et fidèle à 0,1 mg près.

A3. Echantillonnage

Trois échantillons de chaque couleur, de 2 m de longueur, doivent être prélevés de l'âme d'un câble rempli ou non. Chaque longueur constitue une éprouvette.

A4. Méthode d'essai

A4.1 *Pour les câbles non remplis*

A4.1.1 L'éprouvette doit être enroulée en couronne lâche d'environ 60 mm de diamètre. Dans l'éprouvette, il ne doit y avoir ni torsion ni noeud. Si nécessaire, la couronne peut être attachée avec deux fils d'aluminium non serrés.

A4.1.2 L'éprouvette doit être pesée à 0,1 mg près et doit être suspendue dans la partie inférieure de l'étuve à l'aide d'un crochet d'aluminium attaché au couvercle. Un thermocouple ou un thermomètre approprié doit être utilisé pour vérifier que la température de l'air au centre de la couronne est maintenue à 105 ± 1 °C.

Les trois échantillons de chaque couleur doivent être essayés. Si on utilise un appareil équipé de cellules de vieillissement, il serait préférable de vieillir chaque éprouvette dans une cellule séparée. Cependant, on peut vieillir jusqu'à trois éprouvettes dans la même cellule à condition de les séparer de 3 à 5 mm de façon qu'elles ne se touchent pas entre elles ni avec les parois de la cellule.

A4.1.3 A la fin de la période d'essai de 42 jours, les éprouvettes doivent être retirées de l'étuve, refroidies à la température ambiante et:

1. Examinées à l'oeil nu afin de vérifier qu'il n'y a pas de fissures ou craquelures ni d'autres signes de dégradation du polymère; les couleurs doivent être facilement identifiables.
2. Après pesée à 0,1 mg près, l'augmentation de masse ne doit pas être supérieure à 1 mg.

A4.1.4 Les éprouvettes, ayant subi la procédure décrite dans le paragraphe A4.1.3, doivent subir ensuite l'essai suivant:

Cinq longueurs de 200 mm doivent être prélevées sur l'éprouvette. Elles doivent être coupées à intervalles réguliers, la première étant prise à 0,2 m d'une extrémité de l'éprouvette. Une extrémité de chaque longueur de 200 mm doit être enroulée manuellement sur l'autre extrémité afin de constituer au moins 10 spires jointives. La présence d'éventuelles craquelures ou fissures doit être vérifiée à l'oeil nu. Les cinq éprouvettes ainsi préparées doivent être suspendues dans une étuve à 60 ± 1 °C pendant sept jours.

A2.2 An air flow meter with a measuring range dependent on the size of the air oven according to Sub-clause A2.1.

A2.3 A thermocouple or thermometer allowing a reading of 0,2 °C.

A2.4 A balance accurate to $\pm 0,0005$ g and readable and repeatable to 0,1 mg.

A3. Sampling

Three samples of each colour and 2 m in length shall be taken either from an unfilled or from a filled cable core. Each length constitutes a test piece.

A4. Test procedure

A4.1 *For unfilled cables*

A4.1.1 The test piece shall be wound into a loose coil of about 60 mm diameter. There shall be no twists or kinks in the test piece. If necessary, the coil may be secured with two loose ties of aluminium wire.

A4.1.2 The test piece shall be weighed to the nearest 0,1 mg and shall be suspended in the lower part of the air oven by means of an aluminium wire hook attached to the lid. A thermocouple or a suitable thermometer shall be used to check that the air temperature at the centre of the coil is maintained at 105 ± 1 °C.

The three samples of each colour shall be tested. If an apparatus consisting of ageing cells is used, it would be preferable to age each test piece in a separate cell. However, if necessary, up to three test pieces may be aged together in one cell, provided they are suspended 3 to 5 mm apart so as not to touch each other or the cell wall.

A4.1.3 At the end of the test period of 42 days, the test piece shall be removed from the air oven, cooled to ambient temperature and:

1. Visually examined for splits or cracks in the insulation and for other signs of polymer breakdown; the colours shall be readily identifiable.
2. The mass increase shall not be greater than 1 mg, when reweighed to the nearest 0,1 mg.

A4.1.4 The test pieces, having undergone the procedure described in Sub-clause A4.1.3, shall then be subjected to the following test:

Five 200 mm lengths shall be cut from the test piece. These shall be cut at equidistant intervals, the first being taken at 0,2 m from one end of the test piece. One end of each 200 mm length shall be wound manually around the other end to give at least ten contiguous turns, and shall be visually examined for cracks and splits. The five test pieces so formed shall be suspended in an air-circulating oven at 60 ± 1 °C for seven days.

A la fin de cette période d'essai, les éprouvettes doivent être examinées à l'oeil nu afin de vérifier qu'il n'y a pas de fissures ou craquelures.

A4.2 Pour les câbles remplis

A4.2.1 Les éprouvettes doivent être préconditionnées pendant sept jours dans la matière de remplissage associée, aux températures suivantes:

60 ± 1 °C pour les matières de remplissage ayant un point de goutte supérieur à 50 °C et inférieur ou égal à 70 °C.

70 ± 1 °C pour les matières de remplissage ayant un point de goutte supérieur à 70 °C.

Note.- Concernant la définition du point de goutte, voir l'article 4 de la Publication 811-5-1 de la CEI.

Le préconditionnement peut s'effectuer soit sur de simples éprouvettes immergées dans un récipient en verre contenant environ 200 g de matière de remplissage (sauf aux extrémités), soit sur un câble. Si un câble est utilisé, veiller au retrait des éprouvettes après préconditionnement.

A4.2.2 Après préconditionnement, les éprouvettes doivent être soigneusement nettoyées avec du papier absorbant. Les extrémités n'ayant pas été immergées dans la matière de remplissage doivent être éliminées, et les éprouvettes doivent être coupées en longueur comme spécifié à l'article A3.

A4.2.3 La méthode d'essai décrite aux paragraphes A4.1.1 à A4.1.4 doit être ensuite appliquée.

At the end of this period, the test pieces shall be visually examined for cracks and splits.

A4.2 *For fully filled cables*

A4.2.1 The test pieces shall be pre-conditioned for seven days in the associated filling compound at the following temperatures:

60 ± 1 °C for filling compounds having a drop-point above 50 °C and up to and including 70 °C.

70 ± 1 °C for filling compounds having a drop-point above 70 °C.

Note.- For the definition of the drop-point, see Clause 4 of IEC Publication 811-5-1.

Pre-conditioning may be performed either on single samples by immersion in about 200 g of filling compound (except for the ends) contained in a glass vessel, or on a cable. If a cable is used, care shall be taken in removing the test pieces after pre-conditioning.

A4.2.2 After pre-conditioning, the test pieces shall be carefully wiped free of excess filling compound using an absorbent lint-free tissue. The ends which were not immersed in the filling compound shall be discarded, and the test pieces shall be cut to length as specified in Clause A3.

A4.2.3 The test procedure described in Sub-clauses A4.1.1 to A4.1.4 shall then be followed.

ANNEXE B

METHODE D'ESSAI POUR LA MESURE DE LA DEGRADATION PAR OXYDATION CATALYTIQUE, PAR LE CUIVRE, DES FILS ISOLES AUX POLYOLEFINES (CONTROLE DU TIT)

B1. Généralités

Le besoin pour un fabricant de contrôler sa production de câbles afin de s'assurer de leur bonne résistance à l'oxydation est bien établi. Les matériaux appropriés ayant été choisis, l'essai du temps d'induction (contrôle du TIT) a été jugé satisfaisant pour contrôler les matières premières et les câbles afin de vérifier leur conformité à cette exigence. L'essai du TIT n'est pas approprié à la sélection des matériaux. Pour cette sélection, les essais de vieillissement thermique à long terme sont préférables.

L'aptitude des matériaux et leur compatibilité ayant été déterminées par un essai de stabilité à long terme, la performance de ces matériaux peut alors être vérifiée par la mesure du TIT. Afin de s'assurer de la conformité des matériaux avec l'essai de stabilité à long terme, une relation entre l'essai du TIT et l'essai de stabilité à long terme doit être établie.

Cette relation est utilisée pour contrôler les matériaux et la production et peut varier d'un laboratoire à l'autre.

Tous les isolants et tous les couples isolants/matières de remplissage utilisés dans la fabrication des câbles doivent être vérifiés dans ce sens.

Une procédure de contrôle du TIT, jugée convenable pour vérifier la dégradation due à l'oxydation catalytique du cuivre, est donnée dans cette annexe.

B2. Appareillage

B2.1 Un analyseur thermique différentiel ou un calorimètre enthalpique différentiel, capables de chauffer à une vitesse minimale de 20 ± 1 K/min et d'enregistrer automatiquement des différences de température (ou des différences en transfert de chaleur) entre l'échantillon et le matériau de référence aux sensibilités et précisions prescrites.

B2.2 Un enregistreur capable de présenter la différence d'enthalpie ou de température en ordonnées et le temps en abscisse. La précision de la base de temps doit être de $\pm 1\%$ avec une lisibilité de 1 min.

B2.3 Un sélecteur de gaz et des régulateurs pour azote et oxygène très purs.

B2.4 Une balance d'analyse permettant de peser un échantillon de 30 g, et lisible et fidèle à $\pm 0,1$ mg près.

APPENDIX B

TEST METHOD FOR COPPER-CATALYSED OXIDATIVE DEGRADATION
OF POLYOLEFIN INSULATED CONDUCTORS (OIT-TEST)**B1. General**

The need for a manufacturer to monitor his cable production to ensure that it has adequate resistance to oxidation is well established. The OIT test has been found suitable for monitoring both raw materials and cables for compliance with this requirement, once suitable materials have been selected. The OIT test is not suitable for the selection of materials. For this purpose, long-term thermal ageing tests are preferred.

Having established the suitability of materials and material compatibility by a long-term stability test, the performance of the material may then be determined by the OIT test. To ensure material compliance with long-term stability behaviour, a relationship between the OIT test and the long-term stability test must be established.

This relationship is used to monitor materials and production, and may vary from laboratory to laboratory.

All insulation and insulation/filling compound combinations used in cable manufacture need to be assessed in this way.

An OIT testing procedure found suitable for testing copper-catalysed oxidative degradation is given in this appendix.

B2. Apparatus

- B2.1 A differential thermal analyser or differential scanning calorimeter, capable of heating at rates of up to at least 20 ± 1 K/min and of automatic recording of differences in temperature (or differences in heat transfer) between the sample and a reference material to the required sensitivity and precision.
- B2.2 A recorder capable of displaying heat flow or temperature difference on the Y-axis, and time on the X-axis. The time base must be accurate to $\pm 1\%$ and be readable to 1 min.
- B2.3 A gas-selector switch and regulators for high-purity nitrogen and oxygen.
- B2.4 An analytical balance capable of weighing 30 g, and readable and repeatable to $\pm 0,1$ mg sample.

B2.5 Des capsules à échantillons: capsules d'aluminium d'environ 6 ou 7 mm chacune, ou de dimensions voisines, fournies par le fabricant de l'appareillage.

B3. Echantillonnage

Un nombre approprié d'éprouvettes de 4 mm environ de long avec le conducteur sont coupées sur un conducteur isolé afin que le poids d'isolant soit de 3 à 5 mg.

B4. Etalonnage de l'appareil

B4.1 Etalonner l'appareil selon les instructions du fabricant avant de commencer la manipulation. Utiliser l'indium de pureté analytique comme référence de température.

B4.2 Placer $2 \pm 0,5$ mg d'indium de pureté analytique dans une capsule d'aluminium munie d'un couvercle d'aluminium. Placer l'échantillon ainsi préparé et une capsule de référence avec couvercle dans la cellule.

S'il est nécessaire de nettoyer l'échantillon et la capsule et le couvercle d'aluminium, utiliser de l'éther de pétrole ou un autre solvant convenable pour éliminer les souillures.

B4.3 Programmer la température de 145°C à 165°C à la vitesse de 1 K/min en enregistrant le thermogramme.

B4.4 Etalonner l'appareil suivant les instructions du fabricant afin d'obtenir une température de transition du premier ordre de l'indium à $156,6^{\circ}\text{C}$. Pour cet étalonnage, le point de fusion $156,6^{\circ}\text{C}$ est défini comme l'intersection de la tangente prolongée de la première pente du pic endothermique et de la ligne de base extrapolée (voir figure B1).

B5. Préparation de l'appareil

B5.1 Ouvrir les deux vannes d'azote et d'oxygène. Placer le sélecteur de gaz en position azote (N_2) et ajuster le débit à 50 ± 5 ml/min à l'aide du débitmètre.

B5.2 Introduire l'échantillon de fil conforme aux prescriptions de l'article B3 dans une capsule d'aluminium (voir paragraphe B4.2).

B5.3 Placer l'éprouvette de fil ainsi préparée dans le porte-échantillon de l'appareil et une capsule d'aluminium vide au point de référence.

Note. - Si on le désire, on peut sertir l'échantillon à l'aide d'un tamis en aluminium ou en acier inoxydable. Cela favorise le contact avec la capsule.

B5.4 Purger à l'azote pendant 5 min. Vérifier le débit, et si nécessaire le régler à 50 ± 5 ml/min.