



IEC 60811-403

Edition 1.0 2012-03

# INTERNATIONAL STANDARD

## NORME INTERNATIONALE

**Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials –  
Part 403: Miscellaneous tests – Ozone resistance test on cross-linked  
compounds**

**Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux  
non-métalliques –  
Partie 403: Essais divers – Essai de résistance à l'ozone sur les mélanges  
réticulés**

INTERNATIONAL  
ELECTROTECHNICAL  
COMMISSION

COMMISSION  
ELECTROTECHNIQUE  
INTERNATIONALE

PRICE CODE  
CODE PRIX

M

ICS 29.035.01; 29.060.20

ISBN 978-2-88912-963-8

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.  
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

## CONTENTS

FOREWORD.....	3
INTRODUCTION.....	5
1 Scope.....	6
2 Normative references .....	6
3 Terms and definitions .....	6
4 Test method .....	6
4.1 General .....	6
4.2 Apparatus.....	6
4.3 Pre-conditioning of the samples .....	7
4.4 Sampling and preparation of test pieces .....	7
4.4.1 Sampling of insulation .....	7
4.4.2 Sampling of sheath.....	7
4.4.3 Preparation of test pieces from insulation .....	7
4.4.4 Preparation of test pieces from sheath .....	7
4.5 Conditioning and deformation procedure of test pieces.....	7
4.5.1 Test pieces of insulation .....	7
4.5.2 Test pieces of sheath .....	8
4.6 Exposure to ozone .....	8
4.7 Evaluation of results .....	9
4.8 Determination of ozone concentration .....	9
4.8.1 Chemical analysis.....	9
4.8.2 Direct measurement with an ozone meter .....	10
5 Test report.....	11
Bibliography.....	12
Table 1 – Mandrel diameters.....	8

## INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**ELECTRIC AND OPTICAL FIBRE CABLES –  
TEST METHODS FOR NON-METALLIC MATERIALS –****Part 403: Miscellaneous tests –  
Ozone resistance test on cross-linked compounds**

## 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 itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 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 60811-403 has been prepared by IEC technical committee 20: Electric cables.

This Part 403 of IEC 60811 cancels and replaces Clause 8 of IEC 60811-2-1:1998, which is withdrawn. Full details of the replacements are shown in Annex A of IEC 60811-100:2012.

There are no specific technical changes with respect to the previous edition, but see the Foreword to IEC 60811-100:2012.

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

FDIS	Report on voting
20/1287/FDIS	20/1336/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.

This part of IEC 60811 shall be used in conjunction with IEC 60811-100.

A list of all the parts in the IEC 60811 series, published under the general title *Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability 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.

## INTRODUCTION

The IEC 60811 series specifies the test methods to be used for testing non-metallic materials of all types of cables. These test methods are intended to be referenced in standards for cable construction and for cable materials.

NOTE 1 Non-metallic materials are typically used for insulating, sheathing, bedding, filling or taping within cables.

NOTE 2 These test methods are accepted as basic and fundamental and have been developed and used over many years principally for the materials in all energy cables. They have also been widely accepted and used for other cables, in particular optical fibre cables, communication and control cables and cables for ships and offshore applications.



# **ELECTRIC AND OPTICAL FIBRE CABLES – TEST METHODS FOR NON-METALLIC MATERIALS –**

## **Part 403: Miscellaneous tests – Ozone resistance test on cross-linked compounds**

### **1 Scope**

This Part 403 of IEC 60811 specifies the method for the ozone resistance test, which typically applies to cross-linked compounds.

### **2 Normative references**

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

IEC 60811-100:2012, *Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials – Part 100: General*

IEC 60811-501, *Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials – Part 501: Mechanical tests – Tests for determining the mechanical properties of insulation and sheathing compounds*

### **3 Terms and definitions**

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 60811-100 apply.

### **4 Test method**

#### **4.1 General**

This part of IEC 60811 shall be used in conjunction with IEC 60811-100.

**WARNING** Attention is drawn to the toxicity of ozone. Precautions should be taken to minimize exposure of personnel to it at all times and the concentration in the workroom environment should not be allowed to exceed  $1 \times 10^{-5}$  % by volume, or the value in the current industrial hygienic standard, whichever is the lower.

Unless otherwise specified, tests shall be carried out at room temperature.

#### **4.2 Apparatus**

The following apparatus shall be used:

- a) a device for generating a controlled amount of ozone;
- b) a means for circulating ozonized air under controlled conditions of humidity and temperature through a chamber containing the test pieces to be tested;
- c) a means for determination of ozone concentration;
- d) a suitable device for the clamping and elongation of test pieces;
- e) cylindrical mandrels consisting of wood or metal;

- f) a desiccator filled with silica gel or equivalent material;
- g) an accurate laboratory balance reading to 0,1 mg.

### **4.3 Pre-conditioning of the samples**

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

If the test is carried out at ambient temperature, the test pieces shall be kept for at least 3 h at a temperature of  $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .

### **4.4 Sampling and preparation of test pieces**

#### **4.4.1 Sampling of insulation**

Whether the cable is single or multicore, only one core needs to be tested. Sufficient length of core shall be cut from a position not less than 1,5 m from the end of the length of cable to provide two test pieces, unless the core has an extruded semi-conductor layer on the outside, in which case sufficient length for four test pieces shall be taken.

Any sample that shows signs of mechanical damage shall not be used for the tests.

#### **4.4.2 Sampling of sheath**

One sample of the cable or cord to be tested, or of the sheath removed from the cable, shall be taken of sufficient size to provide a minimum of two test pieces.

Any sample that shows signs of mechanical damage shall not be used for the tests.

#### **4.4.3 Preparation of test pieces from insulation**

Any protective coverings present on the core shall be removed without damaging the insulation, unless they were applied directly to the insulation prior to vulcanization and are adherent to it.

If the core has a semi-conducting layer in the form of tape on the outside, this shall be removed.

If the core has an extruded semi-conducting screen on the outside, this shall be removed from two test pieces and left in position on the other two.

#### **4.4.4 Preparation of test pieces from sheath**

Two dumb-bell test pieces shall be prepared in accordance with IEC 60811-501. The minimum test piece thickness shall be 0,6 mm.

In the case of cables of such small size that it is not possible to prepare dumb-bell test pieces, the test method used shall be that specified for insulation.

### **4.5 Conditioning and deformation procedure of test pieces**

#### **4.5.1 Test pieces of insulation**

If the core does not have an extruded semi-conducting screen, one test piece shall be bent in the direction and plane of its existing curvature, without twisting, for one complete turn around a mandrel, and bound with twine or tape where the ends cross, and a second test piece of the same core shall be bent similarly in the plane of its existing curvature but in the opposite direction.

If the core as manufactured has an extruded core screen on the outside, two test pieces, one with the semi-conducting layer removed and one with the semi-conducting layer left in position, shall be bent, as above, in each direction.

The bending shall be carried out at temperature 20 °C to 28 °C using a brass, aluminium or suitably treated wooden mandrel with a diameter according to Table 1.

**Table 1 – Mandrel diameters**

Outside diameter of insulated core $d$ mm	Mandrel diameter (as a multiple of the outside diameter of insulated core)
$d \leq 12,5$	$4 \pm 0,1$
$12,5 < d \leq 20$	$5 \pm 0,1$
$20 < d \leq 30$	$6 \pm 0,1$
$30 < d \leq 45$	$8 \pm 0,1$
$45 < d$	$10 \pm 0,1$

If the test piece is too rigid to permit the ends to be crossed, it shall be bent and tied so that at least 180° bend round a mandrel of the specified diameter is obtained.

The surface of each test piece shall be wiped with a clean cloth to remove dirt or moisture. The bent test pieces on their mandrels shall be kept in air at ambient temperature without any further treatment for 30 min to 45 min before being tested.

#### 4.5.2 Test pieces of sheath

The surface of each test piece shall be wiped with a clean cloth to remove dirt or moisture. The test piece shall then be stored in the desiccator for at least 16 h at  $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .

Clamp both ends of the test piece in the clamping device, and elongate it by  $(33 \pm 2) \%$  and keep the test piece elongated in the clamping device.

NOTE To avoid possible ozone cracks near the clamps, the test pieces may be covered locally by a suitable ozone resistance lacquer.

#### 4.6 Exposure to ozone

The conditioned test pieces prepared as in 4.4 shall be placed in the middle of the test chamber fitted with a test cock; the test pieces shall be at least 20 mm from each other.

The test pieces shall be maintained at a temperature of  $(25 \pm 2) ^\circ\text{C}$ , unless otherwise specified in the cable standard, and exposed to a circulating current of dry air with the required ozone concentration.

The ozone concentration and the exposure time shall be as specified in the relevant cable standard.

The ozone concentration shall be measured inside of the test chamber in accordance with 4.8.

The air with the required ozone concentration shall have a flow rate of between 280 l/h and 560 l/h, and the air pressure shall be maintained slightly above atmospheric pressure.



## 4.7 Evaluation of results

After the specified test duration, the test pieces shall be removed from the test chamber and examined with normal or corrected vision without magnification.

The insulation in the 180° section of the bent portion furthest from the tie shall be free from cracks.

The surfaces of the central narrow portions of the dumb-bell test pieces shall be free from cracks.

Any cracks near the clamps shall be disregarded.

## 4.8 Determination of ozone concentration

### 4.8.1 Chemical analysis

#### 4.8.1.1 Reagents

The reagents shall be of a recognized analytical reagent quality.

Distilled water shall be used throughout the test.

- a) Starch indicator solution: 1 g of soluble starch shall be stirred into 40 ml of cold water and heated to boiling point with constant stirring until the starch is completely dissolved. This dissolution shall be diluted with cold water to about 200 ml and 2 g of crystallized zinc chloride added. The solution shall be allowed to settle and the supernatant liquid poured off for use. If being used repeatedly, the solution shall be renewed every two or three days.

Alternatively, a fresh solution of 1 g of soluble starch in 100 ml of boiling water may be prepared.

When either of these starch solutions is used as indicator, a few drops of 10 % acetic acid shall be added to the solution being titrated.

- b) Standard iodine solution: 2 g of potassium iodide (KI) and 10 ml of water shall be placed in a weighing tube, which shall then be weighed. Iodine shall be added directly to the solution in the tube on the balance pan until the total iodine in solution is about 0,1 g. The solution with the added iodine shall be accurately weighed and the amount of added iodine determined. The solution shall then be poured into a beaker; the weighing tube, held over the beaker, shall be washed with water. The solution shall be poured from the beaker into a flask calibrated at 1 000 ml, the beaker rinsed with water into a flask and the solution in the flask diluted to 1 000 ml.

NOTE This solution is fairly stable if kept in a cool dark place in a well-stoppered brown bottle.

- c) Sodium thiosulphate solution: Sodium thiosulphate ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) solution of approximately the same strength as the standard iodine solution shall be prepared by placing about 0,24 g of  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  in a 1 000 ml flask and diluting to 1 000 ml. Since it gradually loses its strength, the solution shall be standardized against the iodine solution on the day of the ozone test.

The strength,  $E$ , of the  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  solution, calculated as iodine equivalence and expressed as milligrams of iodine per millilitre of the solution is:

$$\frac{F \times C}{S}$$

where

$F$  is the volume of the iodine solution in millilitres;

$C$  is the concentration of iodine in milligrams per millilitre;

$S$  is the volume of the  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  solution used to titrate the solution.

- d) Potassium iodide solution: about 20 g of pure KI shall be dissolved in 2 000 ml of water.
- e) Acetic acid: a 10 % solution (by volume) shall be prepared.

#### 4.8.1.2 Procedure

A measured volume of the air containing ozone shall be bubbled from the test chamber through the KI solution, or a measured volume of the air containing ozone shall be collected and mixed with the KI solution by a suitable means.

Two alternative methods which may be employed are described below:

- a) A sampling bottle containing 100 ml of KI solution is connected to the sampling cock of the test chamber on one side and to a 500 ml gas burette on the other. The glass tube connecting the sampling bottle to the sampling cock of the gas chamber reaches well below the level of the KI solution in the sampling bottle. The two-way stop-cock on the burette is opened to the atmosphere and the burette filled to its full mark with water by lifting the aspirator connected to the bottom of the burette. The stop-cock on the burette is then closed to the atmosphere and opened to the sampling bottle and the sampling cock on the test chamber is opened to the bottle. The aspirator is then lowered until the water is emptied from the burette. When this point is reached, 500 ml of the gas from the test chamber will have bubbled through the KI solution. The stop-cocks are then closed and the bottle withdrawn for titration.
- b) A separating funnel of 400 ml capacity is filled with the KI solution and the filling hole is connected to the test cock of the test chamber. The test cock and the stop-cock on the bottom of the separating funnel are opened simultaneously until about 200 ml of the KI solution have drained into a graduated cylinder placed below it. The test cock and stop-cock are quickly closed and the separating funnel, which then contains a volume of gas equal to the volume of KI solution in the measuring cylinder, is removed and stoppered. The separating funnel shall be shaken to produce complete reaction with the KI solution. The solution in the graduated cylinder shall be tested with a starch indicator for the presence of free iodine and if any is detected, the gas sample shall be rejected and another collected.

The KI solution which has reacted with a known volume of gas from the test chamber, by whatever method adopted, shall be titrated with the standardized  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  solutions using the starch indicator.

#### 4.8.1.3 Calculation

Since 1 mg of iodine is equivalent to 0,1 ml of ozone at room temperature and pressure (within the accuracy of this method of analysis at average room temperature and pressure), the ozone concentration can be calculated as follows:

$$\text{Ozone \% by volume} = \frac{10 \times S \times E}{V}$$

where

$S$  is the volume of the  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  solution used to titrate the solution in millimetres;

$E$  is the iodine equivalent of the  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  solution in milligrams of iodine per millilitre of  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;

$V$  is the volume of the gas sample collected in millilitres.

#### 4.8.2 Direct measurement with an ozone meter

As an alternative to the chemical analysis, the ozone concentration may be measured directly with an ozone meter which has been calibrated by comparison with results obtained by the chemical method.

## **5 Test report**

The test report shall be in accordance with that given in IEC 60811-100.

## Bibliography

IEC 60811-2-1:1998, *Insulating and sheathing materials of electric and optical cables – Common test methods – Part 2-1: Methods specific to elastomeric compounds – Ozone resistance, hot set and mineral oil immersion test*  
(withdrawn)

---



Copyright International Electrotechnical Commission

## SOMMAIRE

AVANT-PROPOS .....	15
INTRODUCTION .....	17
1 Domaine d'application .....	18
2 Références normatives .....	18
3 Termes et définitions .....	18
4 Méthode d'essai .....	18
4.1 Généralités .....	18
4.2 Appareillage .....	18
4.3 Préconditionnement des échantillons .....	19
4.4 Echantillon et préparation des éprouvettes .....	19
4.4.1 Prélèvement d'enveloppe isolante .....	19
4.4.2 Prélèvement de gaine .....	19
4.4.3 Préparation des éprouvettes provenant de l'enveloppe isolante .....	19
4.4.4 Préparation des éprouvettes provenant de la gaine .....	19
4.5 Mode opératoire pour le conditionnement et la déformation des éprouvettes .....	20
4.5.1 Eprouvettes prélevées sur l'enveloppe isolante .....	20
4.5.2 Eprouvettes prélevées sur la gaine .....	20
4.6 Exposition à l'ozone .....	20
4.7 Evaluation des résultats .....	21
4.8 Détermination de la concentration en ozone .....	21
4.8.1 Analyse chimique .....	21
4.8.2 Mesure directe avec ozonimètre .....	23
5 Rapport d'essai .....	23
Bibliographie .....	24
Tableau 1 – Diamètres du mandrin .....	20

## COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**CÂBLES ÉLECTRIQUES ET À FIBRES OPTIQUES –  
MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX NON-MÉTALLIQUES –****Partie 403: Essais divers –  
Essai de résistance à l'ozone sur les mélanges réticulés**

## 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 elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 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 brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60811-403 a été établie par le comité d'études 20 de la CEI: Câbles électriques.

La présente Partie 403 de la CEI 60811 annule et remplace l'Article 8 de la CEI 60811-2-1:1998, qui est supprimée. L'ensemble des informations relatives aux remplacements figure dans l'Annexe A de la CEI 60811-100:2012.

Aucune modification technique n'a été effectuée par rapport à l'édition précédente; voir cependant l'avant-propos de la CEI 60811-100:2012.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
20/1287/FDIS	20/1336/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.

La présente partie de la CEI 60811 doit être utilisée conjointement avec la CEI 60811-100.

Une liste de toutes les parties de la série CEI 60811, publiées sous le titre général *Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux non-métalliques*, peut être consultée sur le site web de la CEI.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité 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.



## INTRODUCTION

La série CEI 60811 précise les méthodes à employer pour les essais des matériaux non-métalliques sur tous les types de câbles. Ces méthodes d'essai seront citées en référence dans les normes relatives à la construction des câbles et aux matériaux des câbles.

NOTE 1 Les matériaux non-métalliques sont généralement utilisés pour l'isolation, le gainage, le matelassage, le remplissage ou le rubanage des câbles.

NOTE 2 Ces méthodes d'essai sont reconnues comme fondamentales; elles ont été développées et utilisées durant de nombreuses années, principalement pour les matériaux dans tous les câbles de distribution d'énergie. Elles ont aussi été largement reconnues et utilisées pour d'autres types de câbles, en particulier les câbles à fibres optiques, les câbles de communication et de commande, ainsi que les câbles utilisés à bord des navires et dans les applications offshore.

# **CÂBLES ÉLECTRIQUES ET À FIBRES OPTIQUES – MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX NON-MÉTALLIQUES –**

## **Partie 403: Essais divers – Essai de résistance à l'ozone sur les mélanges réticulés**

### **1 Domaine d'application**

La présente Partie 403 de la CEI 60811 spécifie la méthode pour l'essai de résistance à l'ozone, qui s'applique généralement aux mélanges réticulés.

### **2 Références normatives**

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 60811-100:2012, *Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux non-métalliques – Partie 100: Généralités*

CEI 60811-501, *Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux non-métalliques – Partie 501: Essais mécaniques – Détermination des propriétés mécaniques des mélanges pour enveloppes isolantes et gaines*

### **3 Termes et définitions**

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans la CEI 60811-100 s'appliquent.

### **4 Méthode d'essai**

#### **4.1 Généralités**

La présente partie de la CEI 60811 doit être utilisée conjointement avec la CEI 60811-100.

**AVERTISSEMENT** On attire l'attention sur la toxicité de l'ozone. Il convient de prendre des précautions pour limiter l'exposition du personnel à tout moment, et il convient que la concentration dans la salle d'essais et son environnement ne dépasse pas  $1 \times 10^{-5}$  % en volume, ni la valeur figurant dans la norme d'hygiène industrielle actuellement en vigueur, la plus petite de ces deux valeurs étant applicable.

Les essais doivent être effectués à la température ambiante, sauf spécification contraire.

#### **4.2 Appareillage**

Les appareils suivants doivent être utilisés:

- a) un générateur assurant une production contrôlée d'ozone;
- b) un dispositif pour faire circuler de l'air ozonisé, dans des conditions contrôlées d'humidité et de température, à travers une chambre contenant les éprouvettes à soumettre aux essais;
- c) un dispositif de détermination de la concentration en ozone;

- d) un dispositif approprié de fixation et d'extension des éprouvettes;
- e) des mandrins cylindriques de bois ou de métal;
- f) un dessiccateur rempli de gel de silice ou de matériau équivalent;
- g) une balance de laboratoire précise à 0,1 mg près.

### **4.3 Préconditionnement des échantillons**

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

Si l'essai est effectué à la température ambiante, les éprouvettes doivent être conservées pendant au moins 3 h à une température de  $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .

### **4.4 Echantillon et préparation des éprouvettes**

#### **4.4.1 Prélèvement d'enveloppe isolante**

Que le câble soit monoconducteur ou non, un seul conducteur isolé doit être soumis aux essais. Une longueur suffisante de conducteur doit être prélevée à au moins 1,5 m de l'extrémité du câble pour réaliser deux éprouvettes, sauf si le conducteur comporte une couche semi-conductrice externe extrudée, auquel cas la longueur doit être suffisante pour préparer quatre éprouvettes.

Tout échantillon présentant des marques de dommage mécanique doit être éliminé avant l'essai.

#### **4.4.2 Prélèvement de gaine**

On prélève un échantillon sur le câble à soumettre aux essais, ou encore sur la gaine enlevée du câble; la dimension de cet échantillon doit être suffisante pour préparer au moins deux éprouvettes.

Tout échantillon présentant des marques de dommage mécanique doit être éliminé avant l'essai.

#### **4.4.3 Préparation des éprouvettes provenant de l'enveloppe isolante**

Les revêtements de protection éventuels doivent être enlevés du conducteur sans endommager l'enveloppe isolante, sauf s'ils sont appliqués directement sur cette dernière avant la vulcanisation et s'ils adhèrent à cette enveloppe isolante.

Si le conducteur comporte une couche semi-conductrice externe rubanée, celle-ci doit être enlevée.

Si le conducteur comporte un écran semi-conducteur externe extrudé, celui-ci doit être enlevé sur deux éprouvettes et conservé tel quel sur les deux autres.

#### **4.4.4 Préparation des éprouvettes provenant de la gaine**

Deux éprouvettes en forme d'haltère doivent être préparées conformément à la CEI 60811-501. Leur épaisseur minimale ne doit pas être inférieure à 0,6 mm.

Si la dimension des câbles est insuffisante pour préparer les éprouvettes en forme d'haltère, on doit utiliser la méthode d'essai applicable à l'enveloppe isolante.

## 4.5 Mode opératoire pour le conditionnement et la déformation des éprouvettes

### 4.5.1 Eprouvettes prélevées sur l'enveloppe isolante

Si le conducteur n'a pas d'écran semi-conducteur extrudé, une éprouvette doit être enroulée dans le sens et le plan de sa courbure initiale, sans rotation, autour d'un mandrin, sur un tour, et attachée avec de la ficelle ou un ruban à l'endroit où les extrémités se croisent. La seconde éprouvette doit être enroulée de la même façon mais dans le sens opposé à sa courbure initiale.

Si le conducteur comporte un écran semi-conducteur externe extrudé, deux éprouvettes, l'une avec la couche semi-conductrice enlevée et l'autre avec la couche semi-conductrice conservée, doivent être enroulées comme ci-dessus dans chaque sens.

L'enroulement doit être effectué à une température de 20 °C à 28 °C, autour d'un mandrin de laiton, d'aluminium ou de bois, convenablement traité et ayant un diamètre conforme au Tableau 1.

**Tableau 1 – Diamètres du mandrin**

Diamètre extérieur du conducteur isolé $d$ mm	Diamètre du mandrin (exprimé en multiple du diamètre extérieur du conducteur isolé correspondant)
$d \leq 12,5$	$4 \pm 0,1$
$12,5 < d \leq 20$	$5 \pm 0,1$
$20 < d \leq 30$	$6 \pm 0,1$
$30 < d \leq 45$	$8 \pm 0,1$
$45 < d$	$10 \pm 0,1$

Si l'éprouvette est trop rigide pour permettre de croiser les extrémités, elle doit être enroulée et liée de telle sorte que la partie enroulée représente au moins 180° autour du mandrin de diamètre spécifié.

La surface de chaque éprouvette doit être essuyée avec un chiffon propre pour enlever les poussières et l'humidité. Les éprouvettes enroulées sur leurs mandrins doivent être conservées à l'air à la température ambiante sans aucun traitement complémentaire, pendant 30 min à 45 min, avant de procéder à l'essai.

### 4.5.2 Eprouvettes prélevées sur la gaine

La surface de chaque éprouvette doit être essuyée avec un chiffon propre pour enlever les poussières et l'humidité. L'éprouvette doit ensuite être placée dans un dessiccateur pendant au moins 16 h à  $(23 \pm 5)$  °C.

Les deux extrémités de l'éprouvette sont fixées dans une pince de serrage, puis étirées de  $(33 \pm 2)$  % et maintenues en l'état dans le dispositif de serrage et d'extension.

NOTE Pour éviter les craquelures éventuelles dues à l'ozone, à proximité des pinces de serrage, les éprouvettes peuvent être revêtues localement d'un vernis approprié résistant à l'ozone.

## 4.6 Exposition à l'ozone

Les éprouvettes conditionnées préparées conformément à 4.4 doivent être disposées au centre de la chambre d'essai munie d'un robinet; les éprouvettes doivent être distantes l'une de l'autre d'au moins 20 mm.



Les éprouvettes doivent être maintenues à une température de  $(25 \pm 2) ^\circ\text{C}$ , sauf indication contraire dans la norme du câble, et exposées à un courant de circulation d'air sec ayant la concentration en ozone spécifiée.

La concentration en ozone et le temps d'exposition doivent être spécifiés dans la norme de câble applicable.

Cette concentration en ozone à l'intérieur de la chambre d'essai doit être mesurée conformément à 4.8.

Le débit de l'air comportant la concentration en ozone spécifiée doit être compris entre 280 l/h et 560 l/h, et une pression légèrement supérieure à la pression atmosphérique doit être maintenue.

#### **4.7 Evaluation des résultats**

Après la durée d'essai spécifiée, les éprouvettes doivent être retirées de la chambre d'essai, et examinées en vision normale ou corrigée, sans appareil grossissant.

L'enveloppe isolante sur la section circulaire de  $180^\circ$ , la plus éloignée de l'attache, ne doit présenter aucune craquelure.

Les surfaces des parties étroites, centrales, des éprouvettes en forme d'haltère, doivent être dépourvues de craquelures.

Les craquelures éventuelles observées à proximité des pinces de serrage ne doivent pas être prises en considération.

#### **4.8 Détermination de la concentration en ozone**

##### **4.8.1 Analyse chimique**

##### **4.8.1.1 Réactifs**

Les réactifs doivent être d'une qualité dite «pour analyse».

De l'eau distillée doit être utilisée d'un bout à l'autre de l'essai.

- a) Solution indicatrice à l'amidon: On doit mélanger, en agitant, 1 g d'amidon soluble dans 40 ml d'eau froide, et chauffer à ébullition en agitant constamment, jusqu'à ce que l'amidon soit complètement dissous. Cette dissolution doit être diluée avec de l'eau froide à 200 ml environ, et on doit ajouter 2 g de chlorure de zinc cristallisé. La solution doit reposer, puis le liquide surnageant doit être décanté pour l'utiliser. En cas d'utilisation répétée, la solution doit être renouvelée tous les deux ou trois jours.

On peut également utiliser une solution fraîche de 1 g d'amidon soluble dans 100 ml d'eau bouillante.

Lorsqu'on utilise ces solutions d'amidon comme indicateur, on doit ajouter quelques gouttes d'acide acétique (10 %) à la solution que l'on titre.

- b) Solution étalon d'iode: On doit placer 2 g d'iodure de potassium (KI) et 10 ml d'eau dans un flacon taré, et on doit peser le flacon et la solution. De l'iode doit être ajouté directement à la solution, dans le flacon placé sur le plateau de la balance, jusqu'à ce que la quantité totale d'iode en solution soit voisine de 0,1 g. On doit peser avec soin la solution à laquelle on a ajouté l'iode, et déterminer la quantité d'iode ajoutée à la solution. La solution doit ensuite être versée dans un bécher; le flacon tenu au-dessus du bécher doit être lavé avec de l'eau. La solution doit être versée dans un flacon jaugé à 1 000 ml, le bécher rincé avec de l'eau dans un flacon, et la solution dans le flacon diluée jusqu'à 1 000 ml.

NOTE Cette solution est assez stable si elle est conservée dans un emplacement frais et obscur, dans une bouteille brune bien bouchée.

- c) Solution de thiosulfate de sodium: Une solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) de concentration approximativement égale à celle de la solution étalon d'iode doit être préparée en plaçant environ 0,24 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  dans un flacon jaugé à 1 000 ml et en diluant à 1 000 ml. Comme cette solution perd graduellement de sa force, on doit la titrer par rapport à la solution normale d'iode les jours où on procède à des essais.

La concentration,  $E$ , de la solution  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  calculée en équivalent en iode et exprimée en milligrammes d'iode par millilitre de solution est:

$$\frac{F \times C}{S}$$

où

$F$  est le volume de la solution d'iode, en millilitres;

$C$  est la concentration d'iode, en milligrammes par millilitre;

$S$  est le volume de la solution de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  utilisé pour titrer la solution.

- d) Solution d'iodure de potassium: on doit dissoudre environ 20 g de KI pur dans 2 000 ml d'eau.
- e) Acide acétique: on doit préparer une solution à 10 % en volume.

#### 4.8.1.2 Mode opératoire

On doit faire barboter un volume d'air ozonisé mesuré provenant de la chambre à ozone, dans la solution de KI, ou on doit recueillir un volume d'air ozonisé mesuré et on doit le mélanger à la solution de KI, par un moyen approprié.

Les deux méthodes qui peuvent être utilisées sont décrites ci-après:

- a) On relie une bouteille d'échantillonnage contenant 100 ml de la solution de KI, d'un côté au robinet de prélèvement de la chambre d'essai, et de l'autre côté à une burette à gaz de 500 ml. Le tube de verre reliant la bouteille d'échantillonnage au robinet de prélèvement de la chambre d'essai arrive bien au-dessous du niveau de la solution de KI dans la bouteille d'échantillonnage. On ouvre le robinet à deux voies de la burette à gaz à l'atmosphère, et on remplit la burette jusqu'à son trait de repère avec de l'eau, en levant la bouteille d'aspiration reliée au bas de la burette. Le robinet de la burette est alors fermé sur l'atmosphère et ouvert sur la bouteille d'échantillonnage, et le robinet de prélèvement de la chambre d'essai est ouvert sur la bouteille d'échantillonnage. On abaisse alors la bouteille d'aspiration jusqu'à ce que l'eau ait quitté la burette. Lorsque cela sera réalisé, 500 ml de gaz de la chambre d'essai auront barboté à travers la solution de KI. Les robinets sont alors fermés et la bouteille d'échantillonnage est enlevée pour le titrage.
- b) On remplit une ampoule à décantation de 400 ml avec la solution de KI, et le trou de remplissage est relié au robinet de prélèvement de la chambre d'essai. Le robinet de prélèvement et le robinet d'arrêt au bas de l'ampoule sont ouverts simultanément jusqu'à ce que 200 ml environ de la solution de KI se soient écoulés dans une éprouvette graduée placée sous l'ampoule. Le robinet de prélèvement et le robinet d'arrêt sont fermés rapidement et l'ampoule, qui contient alors un volume de gaz égal au volume de la solution de KI dans l'éprouvette graduée, est enlevée et bouchée. L'ampoule doit être agitée pour produire la réaction complète avec la solution de KI. La solution dans l'éprouvette graduée doit être soumise aux essais avec la solution indicative à l'amidon pour la présence d'iode libre et, si on en détecte, l'échantillon de gaz doit être rejeté et un autre prélevé.

La solution de KI qui a réagi avec un volume connu de gaz de la chambre d'essai, quelle que soit la méthode adoptée, doit être titrée avec la solution étalonnée au  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  en utilisant la solution indicatrice à l'amidon.

#### 4.8.1.3 Calculs

Comme 1 mg d'iode équivaut à 0,1 ml d'ozone à la température et à la pression ambiantes (à la température et à la pression ambiantes moyennes dans les limites de la précision de cette méthode d'analyse), on peut calculer la teneur en ozone comme suit:

$$\% \text{ ozone par volume} = \frac{10 \times S \times E}{V}$$

où

$S$  est le volume de la solution de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  utilisé pour titrer la solution, en millilitres;

$E$  est l'équivalent en iode de la solution de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , en milligrammes d'iode par millilitre de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;

$V$  est le volume de l'échantillon de gaz prélevé, en millilitres.

#### 4.8.2 Mesure directe avec ozonimètre

A titre de variante de l'analyse chimique, la concentration d'ozone peut être mesurée directement avec un ozonimètre qui a été étalonné par comparaison avec les valeurs obtenues par la méthode chimique.

### 5 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit être conforme à celui figurant dans la CEI 60811-100.

## Bibliographie

CEI 60811-2-1:1998, *Matériaux d'isolation et de gainage des câbles électriques et optiques – Méthodes d'essais communes – Partie 2-1: Méthodes spécifiques pour les mélanges élastomères – Essais relatifs à la résistance à l'ozone, à l'allongement à chaud et à la résistance à l'huile*  
(retirée)

---





INTERNATIONAL  
ELECTROTECHNICAL  
COMMISSION

3, rue de Varembé  
PO Box 131  
CH-1211 Geneva 20  
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11  
Fax: + 41 22 919 03 00  
[info@iec.ch](mailto:info@iec.ch)  
[www.iec.ch](http://www.iec.ch)