



Métodos de ensaios comuns para os materiais de isolamento e de cobertura de cabos elétricos

Parte 8: Métodos específicos para os compostos de polietileno e polipropileno — Resistência à fissuração por ação de tensões ambientais — Ensaio de enrolamento após envelhecimento térmico no ar — Medição do índice de fluidez — Determinação do teor de negro de fumo e/ou de carga mineral em polietileno

APRESENTAÇÃO

1) Este Projeto foi elaborado pela Comissão de Estudo de Métodos de Ensaio para Cabos Elétricos (CE-003:020.006) do Comitê Brasileiro de Eletricidade (ABNT/CB-003), com número de Texto-Base 003:020.006-116/8, nas reuniões de:

13.09.2022	11.10.2022	20.12.2022
14.02.2023		

a) não tem valor normativo.

2) Aqueles que tiverem conhecimento de qualquer direito de patente devem apresentar esta informação em seus comentários, com documentação comprobatória.

3) Analista ABNT – Newton Ferraz.



Métodos de ensaios comuns para os materiais de isolamento e de cobertura de cabos elétricos

Parte 8: Métodos específicos para os compostos de polietileno e polipropileno — Resistência à fissuração por ação de tensões ambientais — Ensaio de enrolamento após envelhecimento térmico no ar — Medição do índice de fluidez — Determinação do teor de negro de fumo e/ou de carga mineral em polietileno

*Insulating and sheathing materials of electric cables — Common test methods
Part 8: Methods specific to polyethylene and polypropylene compounds — Resistance to environmental stress cracking — Measurement of the melt flow index — Carbon black and/or mineral filler content measurement in polyethylene by direct combustion — Measurement of carbon black by thermogravimetric analysis (TGA) – Assessment of carbon black dispersion in polyethylene using a microscope*

Prefácio

A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) é o Foro Nacional de Normalização. As Normas Brasileiras, cujo conteúdo é de responsabilidade dos Comitês Brasileiros (ABNT/CB), dos Organismos de Normalização Setorial (ABNT/ONS) e das Comissões de Estudo Especiais (ABNT/CEE), são elaboradas por Comissões de Estudo (CE), formadas pelas partes interessadas no tema objeto da normalização.

Os Documentos Técnicos ABNT são elaborados conforme as regras da ABNT Diretiva 2.

A ABNT chama a atenção para que, apesar de ter sido solicitada manifestação sobre eventuais direitos de patentes durante a Consulta Nacional, estes podem ocorrer e devem ser comunicados à ABNT a qualquer momento (Lei nº 9.279, de 14 de maio de 1996).

Os Documentos Técnicos ABNT, assim como as Normas Internacionais (ISO e IEC), são voluntários e não incluem requisitos contratuais, legais ou estatutários. Os Documentos Técnicos ABNT não substituem Leis, Decretos ou Regulamentos, aos quais os usuários devem atender, tendo precedência sobre qualquer Documento Técnico ABNT.

Ressalta-se que os Documentos Técnicos ABNT podem ser objeto de citação em Regulamentos Técnicos. Nestes casos, os órgãos responsáveis pelos Regulamentos Técnicos podem determinar as datas para exigência dos requisitos de quaisquer Documentos Técnicos ABNT.

A ABNT NBR 17173-8 foi elaborada no Comitê Brasileiro de Eletricidade (ABNT/CB-003), pela Comissão de Estudo de Métodos de Ensaio para Cabos Elétricos (CE-003:020.006). O Projeto circulou em Consulta Nacional conforme Edital nº XX, de XX.XX.XXXX a XX.XX.XXXX.



O Escopo em inglês da ABNT NBR 17173-8 é o seguinte:

Scope

This Part of ABNT NBR 17173 specifies the test methods for polymeric materials for insulation and sheathing of electrical cables for power distribution and for telecommunications, including cables for use on board ships and for offshore applications.

This Part of ABNT NBR 17173 provides the methods for measuring the resistance to cracking under ambient stresses, for testing the winding after thermal aging in air, for measuring the melt index and for determining the carbon black content. tobacco and/or mineral filler, which apply to polyethylene and polypropylene compounds, including cellular compounds and foam skin for insulation.



Métodos de ensaios comuns para os materiais de isolamento e de cobertura de cabos elétricos

Parte 8: Métodos específicos para os compostos de polietileno e polipropileno — Resistência à fissuração por ação de tensões ambientais — Ensaio de enrolamento após envelhecimento térmico no ar — Medição do índice de fluidez — Determinação do teor de negro de fumo e/ou de carga mineral em polietileno

1 Escopo

Esta Parte da ABNT NBR 17173 especifica os métodos de ensaios para materiais poliméricos de isolamento e cobertura de cabos elétricos para distribuição de energia e para telecomunicações, incluindo os cabos para uso a bordo de navios e para aplicações *offshore*

Esta Parte da ABNT NBR 17173 fornece os métodos para a medição da resistência à fissuração por ação de tensões ambientais, para o ensaio de enrolamento após envelhecimento térmico no ar, para a medição do índice de fluidez e para a determinação do teor de negro de fumo e/ou de carga mineral, que se aplicam aos compostos de polietileno e polipropileno, incluindo os compostos celulares e *foam skin* para isolamento.

2 Referências normativas

Os documentos a seguir são citados no texto de tal forma que seus conteúdos, totais ou parciais, constituem requisitos para este Documento. Para referências datadas, aplicam-se somente as edições citadas. Para referências não datadas, aplicam-se as edições mais recentes do referido documento (incluindo emendas).

ABNT NBR 5456, *Eletricidade geral – Terminologia*

ABNT NBR 5471, *Condutores elétricos*

ABNT NBR 6251, *Cabos de potência com isolamento extrudada para tensões de 1 kV a 35 kV – Requisitos construtivos*

ISO 1133, *Plastics – Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and the melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics*

3 Termos e definições

Para os efeitos deste documento, aplicam-se os termos e definições das ABNT NBR 5456, ABNT NBR 5471 e ABNT NBR 6251, e os seguintes.

3.1

valor mediano

valor central, se o número de valores disponíveis for ímpar, ou a média aritmética dos dois valores centrais, se o número de valores for par, quando diversos resultados de ensaio são obtidos e ordenados em uma sucessão crescente ou decrescente



4 Condições gerais

4.1 Valores para os ensaios

- Esta Parte da ABNT NBR 17173 não inclui as condições completas dos ensaios (como temperaturas, durações etc.), nem os requisitos completos dos ensaios, que devem constar nas normas correspondentes a cada tipo de cabo.
- Qualquer requisito de ensaio estabelecido nesta Parte da ABNT NBR 17173 pode ser modificado pela norma correspondente ao cabo, para satisfazer seus requisitos particulares.

4.2 Aplicação

4.2.1 Os valores de condicionamento e os parâmetros de ensaio especificados nesta Parte da ABNT NBR 17173 aplicam-se aos tipos mais comuns de compostos para isolamento e cobertura, bem como aos tipos mais comuns de condutores, cabos e cordões flexíveis.

4.2.2 Para os efeitos destes ensaios, são feitas distinções entre polietileno de baixa média e alta densidade, conforme Tabela 1.

Tabela 1 – Classificação do Polietileno em função da densidade

Material	Densidade a 23 °C g/cm ³	
Polietileno de baixa densidade	≤ 0,925	
Polietileno de média densidade	> 0,925	≤ 0,940
Polietileno de alta densidade	> 0,940	

NOTA Essas densidades se referem às resinas não carregadas, determinadas de acordo com o método especificado na ABNT NBR 17173-3:2024, Seção 5.

4.3 Ensaios de tipo e outros ensaios

Os métodos de ensaios descritos nesta Parte da ABNT NBR 17173 destinam-se essencialmente ao uso em ensaios de tipo. Para determinados ensaios, podem existir diferenças importantes entre as condições para ensaios de tipo e para ensaios mais frequentes, como ensaios de rotina. Nestes casos, essas diferenças devem ser indicadas.

4.4 Precondicionamento

Todos os ensaios devem ser realizados, no mínimo, 16 h após a extrusão ou vulcanização (ou reticulação), se for o caso, do composto de isolamento ou cobertura.

4.5 Temperatura de ensaio

Exceto se especificado diferentemente, os ensaios devem ser realizados à temperatura ambiente.

5 Resistência à fissuração por ação de tensões ambientais

5.1 Generalidades

Os seguintes procedimentos de ensaio aplicam-se somente aos grânulos originais utilizados como materiais para cobertura:

- a) procedimento A: aplicável aos materiais sujeitos a condições e ambientes de sistemas de cabos menos severos;
- b) procedimento B: aplicável aos materiais sujeitos a condições e ambientes de sistemas de cabos mais severos.

5.2 Equipamento de ensaio

Para este ensaio são necessários os seguintes equipamentos:

- a) Prensa com aquecimento para preparação de placas moldadas para ensaio, provida de mesas maiores que as chapas metálicas de apoio do molde.
- b) Duas chapas metálicas rígidas de apoio do molde, com $6 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ de espessura e com lados de aproximadamente $200 \text{ mm} \times 230 \text{ mm}$, devendo cada uma conter um furo feito a partir de uma borda lateral, de modo que um sensor de temperatura possa ser localizado dentro de 5 mm do centro da chapa.
- c) Duas folhas de separação, com cerca de $200 \text{ mm} \times 230 \text{ mm}$, como, por exemplo, folhas de alumínio com espessura de $0,1 \text{ mm}$ a $0,2 \text{ mm}$.
- d) Quadros de moldagem apropriados para a produção de placas de ensaio, com dimensões de $150 \text{ mm} \times 180 \text{ mm} \times 3,3 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$, com os ângulos internos arredondados com um raio de 3 mm .
- e) Estufa a ar aquecida eletricamente, com circulação forçada de ar e com dispositivo de programação para abaixar a temperatura, a uma velocidade de $5 \text{ }^\circ\text{C/h} \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C/h}$.
- f) Estampo vazado polido, cortante e sem danos, com prensa apropriada para o corte de corpos de prova de $38,0 \text{ mm} \pm 2,5 \text{ mm} \times 13,0 \text{ mm} \pm 0,8 \text{ mm}$, ou outros dispositivos adequados.
- g) Micrômetro com relógio, com faces planas com diâmetro de 4 mm a 8 mm e pressão de medição de 5 N/cm^2 a 8 N/cm^2 .
- h) Dispositivo para entalhe, como mostrado na Figura 1, com lâminas conforme a Figura 2.

Dimensões em milímetros

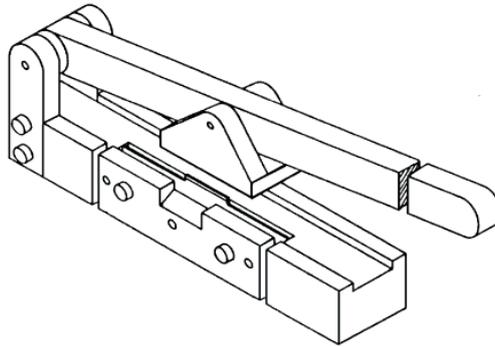
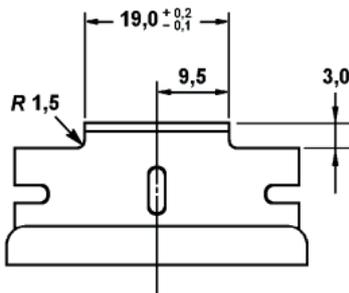


Figura 1 – Dispositivo para entalhe

Dimensões em milímetros



NOTA A lâmina é feita a partir de lâminas “Gem”, conforme a Figura 2 (ver Anexo A).

Figura 2 – Lâmina do dispositivo para entalhe

- i) Conjunto de garra de dobramento, como mostrado na Figura 3, compreendendo um torno ou outro dispositivo que permita obter um fechamento simétrico das garras.

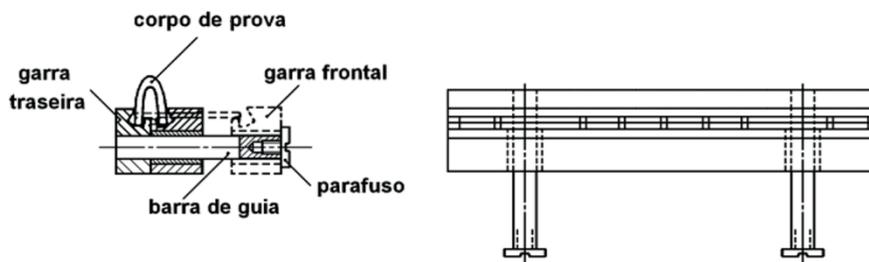


Figura 3 – Conjunto de garra de dobramento

- j) Conjunto de ferramentas de transferência, como mostrado na Figura 4, para transportar, em uma única operação, o(s) corpo(s) de prova dobrado(s) da garra de dobramento para o suporte de latão.

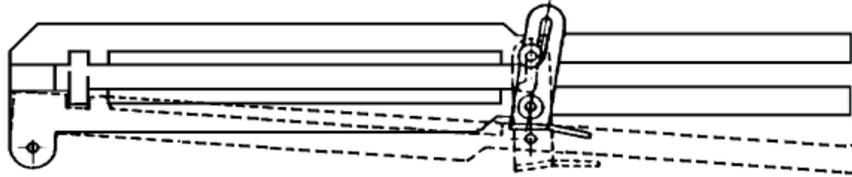


Figura 4 – Conjunto de ferramentas de transferência

- k) Canal de suporte de latão, como mostrado na Figura 5, para acomodação de dez corpos de prova dobrados.

Dimensões em milímetros

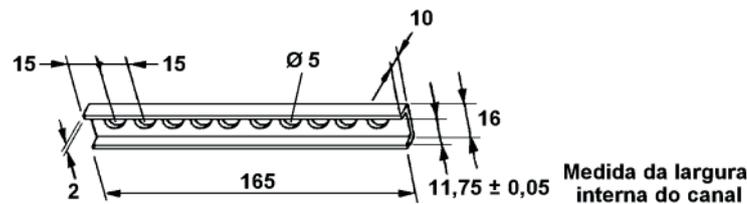


Figura 5 – Canal do suporte de latão

- l) Tubos de ensaio de vidro duro, de 200 mm × 32 mm, para acomodar o canal de suporte de latão, com os corpos de prova dobrados em posição correta. Os tubos são fechados por meio de rolhas de cortiça envolvidas com folha de alumínio (ver Figura 6).

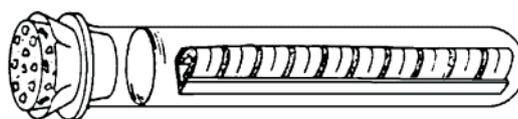


Figura 6 – Tubo de ensaio contendo o canal de suporte de latão dos corpos de prova, conforme 5.2.11, contendo 10 corpos de prova

- m) Recipiente com tamanho e profundidade suficientes para receber os suportes com os tubos de ensaio preenchidos (ver Figura 6). Este recipiente deve ter equipamento apropriado a fim de manter a temperatura a 50 °C + 0,5 °C. A capacidade térmica desse equipamento deve ser suficientemente alta para assegurar que a temperatura não caia abaixo de 49 °C, mesmo quando os tubos de ensaio são introduzidos.



5.3 Reagente químico

Em função do procedimento de ensaio a ser adotado, deve ser utilizado um dos reagentes a seguir:

- a) procedimento A: Igepal¹⁾ CO-630 a 100 % (Antarox¹⁾ CO-630) ou outro reagente qualquer que tenha a mesma composição química (ver notas 1 e 2 e Anexo A);
- b) procedimento B: solução de 10 % (em volume) de Igepal CO-630 (Antarox CO-630) em água ou outro reagente qualquer que tenha a mesma composição química (ver notas 1, 2 e 3 e Anexo A).

NOTA 1 Recomenda-se não usar o reagente mais de uma vez.

NOTA 2 No caso de tempos de falha inesperadamente curtos, convém verificar o conteúdo de água no reagente, visto que pequenos aumentos no conteúdo de água, além do máximo especificado de 1 %, causam significativos acréscimos na atividade do reagente.

NOTA 3 Recomenda-se que a solução aquosa de Igepal CO-630 ou material similar seja preparada agitando a mistura a uma temperatura entre 60 °C e 70 °C, durante pelo menos 1 h. Recomenda-se que a solução seja utilizada até a semana seguinte à preparação.

5.4 Preparação das placas de ensaio

5.4.1 Para a preparação das placas de ensaio, intercalar uma folha de separação limpa, conforme 5.2-c), entre a chapa de apoio, conforme 5.2-b), e o quadro de moldagem, conforme 5.2-d) Preencher o quadro com 90 g + 1 g de material em grânulos ou calandrado, formando uma camada uniforme, sobre a qual devem ser colocadas a segunda folha de separação e a segunda chapa de apoio. Não utilizar agente desmoldante.

5.4.2 Colocar o conjunto de moldagem na prensa de moldagem, conforme 5.2-a), preaquecida a 170 °C. Fechar a prensa com a aplicação de uma força ≤ 1 kN.

5.4.3 Quando a temperatura indicada pelos sensores colocados nas chapas metálicas de apoio tiver atingido 165 °C a 170 °C, aplicar uma força plena entre 50 kN e 200 kN ao molde, por meio da prensa, por um período de 2 min, durante o qual é conveniente que os sensores continuem a indicar valores na faixa de 165 °C a 170 °C. Após a aplicação da força plena, interromper o aquecimento do conjunto de moldagem mediante sua remoção da prensa ou por meio de resfriamento rápido na prensa mantida sob a ação da força plena.

5.5 Condicionamento das placas de ensaio

5.5.1 O condicionamento dos corpos de prova deve ser acordado entre as partes interessadas, considerando que ele pode afetar substancialmente os resultados. Se este acordo não existir, utilizar o procedimento descrito em 5.5.2 a 5.5.4 como condicionamento de referência.

5.5.2 Após a remoção das chapas de apoio, sem deteriorar as folhas de separação, colocar a placa moldada de ensaio em uma estufa, conforme 5.2-e), de modo a permitir circulação livre de ar ao seu redor, de forma que o molde seja bem suportado sobre as superfícies horizontais condutoras de calor e que seja mantido um bom contato entre as folhas de separação e o polietileno.

¹⁾ Igepal e Antarox são nomes comerciais de produtos fornecidos pela Rhodia e Solvay, respectivamente. Esta informação é dada para facilitar aos usuários deste documento e não constitui um endosso por parte da ABNT aos produtos citados. Podem ser utilizados produtos similares, desde que conduzam aos mesmos resultados.

5.5.3 Controlar a temperatura, medida a uma distância não superior a 5 mm acima do centro da superfície horizontal da placa moldada, como descrito em 5.5.4.

5.5.4 Manter a temperatura de ensaio da estufa por 1 h, a $145\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, para polietileno de baixa densidade, a $155\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, para polietileno de média densidade, e a $165\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, para polietileno de alta densidade. Realizar o resfriamento a uma velocidade de $5\text{ °C/h} \pm 2\text{ °C/h}$, até atingir a temperatura de $29\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$. É também permitido resfriar as placas moldadas enquanto ainda estiverem na prensa. Registrar a velocidade efetiva de resfriamento por meio de registrador gráfico.

NOTA Recomenda-se que o condicionamento das placas seja considerado opcional. Em caso de contestação, recomenda-se utilizar corpo de prova condicionado.

5.6 Exame visual das placas de ensaio

A placa deve apresentar uma superfície lisa e não pode conter qualquer bolha, protuberância ou marca de depressão, a menos que estejam situadas em uma distância de 10 mm a partir das bordas.

5.7 Procedimento de ensaio

5.7.1 Preparação dos corpos de prova

5.7.1.1 Usando o estampo vazado e a prensa conforme 5.2-f), ou outros dispositivos apropriados, cortar dez corpos de prova, conforme 5.7.2, de uma placa de ensaio, a partir de uma distância superior a 25 mm das bordas da placa, de modo que as tiras de material entre os furos, após a remoção dos corpos de prova, não sejam danificadas durante o manuseio.

5.7.1.2 A espessura dos corpos de prova, determinada com auxílio de micrômetro com relógio, conforme 5.2-g), deve ser conforme Figura 7. Cortar os corpos de prova com cantos retos. Cantos chanfrados podem conduzir a resultados errôneos.

5.7.2 Execução do entalhe e inserção dos corpos de prova

5.7.2.1 Pouco tempo antes da imersão no reagente, produzir um entalhe em cada um dos corpos de prova (ver Figura 7), utilizando o dispositivo de entalhe conforme 5.2-h). A lâmina não pode estar sem corte nem danificada, devendo ser substituída quando necessário. Mesmo em condições favoráveis, convém não utilizar a lâmina para mais de 100 entalhes. A profundidade do entalhe D deve ser uniforme em todo o seu comprimento e ter dimensões conforme Tabela 2

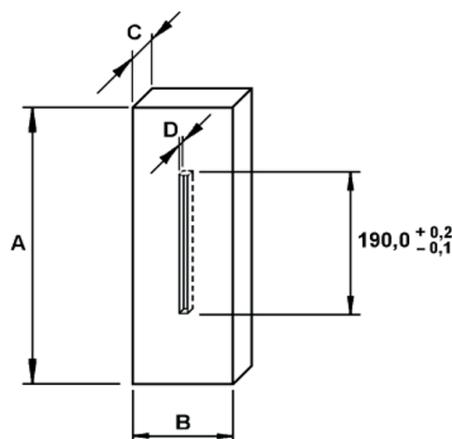


Figura 7 – Entalhe do corpo de prova



Tabela 2 – Dimensões para preparação dos corpos de prova

Densidade dos compostos de cobertura de PE	A mm	B mm	C mm	D mm
$\leq 0,940 \text{ g/cm}^3$	$38 \pm 2,5$	$13,0 \pm 0,8$	3,00 a 3,30	0,50 a 0,65
$> 0,940 \text{ g/cm}^3$	$38 \pm 2,5$	$13,0 \pm 0,8$	1,75 a 2,0	0,30 a 0,40

5.7.2.2 Colocar dez corpos de prova, com o entalhe para cima, na garra de dobramento descrita em 5.2-i). Fechar a garra durante 30 s a 35 s, com a ajuda de um torno ou de uma prensa motorizada, a velocidade constante.

5.7.2.3 Retirar os corpos de prova da garra de dobramento com a ferramenta de transferência, conforme 5.2-j), e colocá-los no suporte de latão, conforme 5.2-k). Se alguns corpos de prova forem colocados em posição relativa muito elevada no suporte, forçá-los para baixo com pressão manual.

5.7.2.4 Inserir o suporte em um tubo de ensaio, conforme 5.2-l), dentro de 5 min a 10 min após o dobramento dos corpos de prova. Preencher o tubo de ensaio com o reagente apropriado, conforme 5.3, até que todos os corpos de prova estejam cobertos pelo líquido, e fechar com uma rolha.

5.7.2.5 Colocar o tubo de ensaio cheio imediatamente em uma estante para tubos, dentro do recipiente aquecido, conforme 5.2-m). Tomar cuidado para que os corpos de prova não toquem o tubo durante o ensaio. Registrar o momento da inserção dos tubos no recipiente aquecido.

5.8 Avaliação dos resultados

5.8.1 Geralmente, a fissuração por ação de tensões ambientais inicia-se no entalhe e se prolonga em um ângulo reto a ele. O primeiro sinal de fissuração, quando examinado com visão normal ou corrigida sem aumento, constitui uma falha do corpo de prova.

5.8.2 A avaliação quanto a ocorrência de fissuração deve ser realizada conforme o procedimento de ensaio escolhido a seguir:

- procedimento A: após 24 h no recipiente aquecido, o número de corpos de prova com falhas não pode exceder cinco. Se seis corpos de prova falharem, o resultado do ensaio deve ser considerado negativo. O ensaio pode ser repetido uma vez, utilizando-se dez corpos de prova retirados de uma nova placa, não sendo aceita a falha de mais de cinco corpos de prova;
- procedimento B: após 48 h no recipiente aquecido, nenhum corpo de prova deve falhar. Se um corpo de prova falhar, o resultado do ensaio deve ser considerado negativo. O ensaio pode ser repetido uma vez, utilizando-se dez corpos de prova retirados de uma nova placa e nenhum corpo de prova deve falhar.

5.8.3 A Tabela 3 apresenta um sumário das condições de ensaio e requisitos para os procedimentos A e B.



Tabela 3 – Sumário das condições de ensaio e requisitos para os procedimentos A e B

Condições e/ou requisitos	Método A	Método B
Preparação das placas de ensaio:		
Temperatura	165 °C a 170 °C	
Força	50 kN a 200 kN	
Tempo	2 min	
Condicionamento das placas de ensaio:		
Faixa de temperatura	De (145 ± 2) °C a (29 ± 1) °C	
Velocidade de resfriamento	5 °C/h ± 2 °C/h	
Condições de ensaio:		
Reagentes ^a – Concentração	100 %	10 %
Temperatura	50 °C ± 0,5 °C	
Duração mínima	24 h	48 h
Taxa de falhas máxima	Cinco corpos de prova (F 50)	Nenhum corpo de prova (F0)
^a Igepal CO-630 ou qualquer outro reagente com a mesma composição química.		

6 Ensaio de enrolamento após envelhecimento térmico no ar

6.1 Geral

O objetivo deste ensaio é demonstrar que o composto de polietileno utilizado como isolamento é protegido contra oxidação. Este ensaio aplica-se aos produtos com diâmetro ≤ 10 mm e/ou com espessura radial inferior a 0,8 mm, e aos materiais com densidade ≤ 0,940 g/cm³.

NOTA 1 Para materiais com densidade > 0,940 g/cm³, o ensaio está em estudo.

NOTA 2 Um ensaio de estabilidade de longa duração está em estudo.

6.2 Equipamento de ensaio

Para este ensaio são necessários os seguintes equipamentos:

- mandril em metal polido e elementos de carga;
- dispositivo para enrolar, de preferência com mandril acionado mecanicamente;
- câmara aquecida eletricamente, com circulação natural de ar.

6.3 Amostragem

- Realizar o ensaio em quatro corpos de prova para cada comprimento de cabo ou veias a serem ensaiados.
- Coletar uma amostra com 2 m de comprimento e cortá-la em quatro pedaços com comprimentos iguais.



- c) Remover cuidadosamente as proteções e tranças, se existentes, dos corpos de prova e qualquer material de enchimento que possa aderir às veias.
- d) Manter o condutor dentro da isolação. Em seguida, endireitar os corpos de prova.

6.4 Procedimento de envelhecimento

Suspender verticalmente os corpos de prova, preparados conforme 6.3, durante 14 dias, a $(100 + 2) ^\circ\text{C}$, no centro da câmara de aquecimento, conforme 6.2.3, de modo que cada corpo de prova fique a uma distância mínima de 20 mm de qualquer outro corpo de prova. Não ocupar mais de 2 % do volume da câmara com os corpos de prova. Imediatamente após o período de envelhecimento, retirar os corpos de prova da câmara e deixá-los à temperatura ambiente, sem exposição à luz solar direta, durante pelo menos 16 h.

NOTA O tempo e/ou a temperatura de envelhecimento podem ser aumentados, se isso for requerido pela norma correspondente ao cabo.

6.5 Procedimento de ensaio

Submeter os corpos de prova conforme 6.3, após o envelhecimento conforme 6.4, a um ensaio de enrolamento à temperatura ambiente. Desnudar o condutor em uma das extremidades. Aplicar um peso sobre a extremidade com o condutor nu, exercendo uma tração de aproximadamente $15 \text{ N/mm}^2 \pm 20 \%$ em relação à seção transversal do condutor. Enrolar a outra extremidade do corpo de prova dez vezes, por meio de um dispositivo de enrolar conforme 6.2 b), sobre um mandril metálico, a uma velocidade de aproximadamente uma revolução a cada 5 s. O diâmetro de enrolamento deve ser igual a 1 a 1,5 vez o diâmetro do corpo de prova. Em seguida, remover os corpos de prova enrolados do mandril e deixá-los em sua forma helicoidal durante 24 h, a $(70 \pm 2) ^\circ\text{C}$, na posição vertical, substancialmente centralizados na câmara de aquecimento, de acordo com 6.2 c).

6.6 Avaliação dos resultados

Após o resfriamento até a temperatura ambiente, os corpos de prova não podem apresentar rachaduras, quando examinados com visão normal ou corrigida sem aumento. O ensaio pode ser repetido uma vez, se um corpo de prova falhar no ensaio.

7 Medição do índice de fluidez

7.1 Geral

O índice de fluidez (*IF*) do polietileno ou de compostos de polietileno é a quantidade de material extrudada em 2,5 min ou 10 min, a $190 ^\circ\text{C}$, por meio de uma matriz especificada, sob a ação de uma carga determinada pelo método utilizado.

NOTA 1 O mesmo método é também especificado na ISO 1133.

NOTA 2 O índice de fluidez não se aplica ao polietileno retardante da chama.

7.2 Equipamento de ensaio

Utilizar equipamento que consista basicamente em um plastômetro à extrusão, cujo projeto geral é mostrado na Figura 8. O polietileno contido em um cilindro metálico vertical é extrudado por uma matriz, por meio de um pistão sob carga, em condições controladas de temperatura. Todas as superfícies



do aparelho em contato com o material submetido ao ensaio devem ter um alto grau de polimento. O equipamento consiste nas seguintes partes essenciais:

- a) cilindro de aço:
 - um cilindro de aço fixado na posição vertical e termicamente isolado para operação a 190 °C. O cilindro deve ter no mínimo 115 mm de comprimento, com diâmetro interno entre 9,5 mm e 10 mm, satisfazendo os requisitos de 7.2.2-b). A base do cilindro deve ser termicamente isolada, se a área metálica exposta exceder 4 cm². Recomenda-se que o material isolante usado seja o politetrafluoretileno, com espessura de aproximadamente 3 mm, a fim de evitar a aderência do material extrudado;
- b) pistão oco de aço:
 - um pistão oco de aço, com comprimento pelo menos igual ao do cilindro. Os eixos do cilindro e do pistão devem coincidir, e o comprimento útil máximo do pistão deve ser de 135 mm. Deve existir uma cabeça com comprimento de 6,35 mm ± 0,10 mm. Entre o diâmetro da cabeça e o diâmetro interno do cilindro, em todos os pontos ao longo do comprimento de trabalho, deve existir uma folga igual a 0,075 mm ± 0,015 mm. Adicionalmente, para calcular a carga [ver 7.2.2-c)], o diâmetro da cabeça deve ser conhecido com exatidão de ± 0,025 mm. A borda inferior da cabeça deve ser arredondada, com um raio de 0,4 mm, e a borda superior deve ter sua borda viva removida. O pistão deve ter seu diâmetro reduzido, acima da cabeça, para cerca de 9 mm. Um batente pode ser adicionado ao topo do pistão para acomodar a carga removível, mas o pistão deve estar termicamente isolado dessa carga;
- c) carga removível no topo do pistão:
 - as massas combinadas da carga e do pistão devem ser tais que a força P aplicada seja igual a:
 $P = 21,2 \text{ N}$, no caso do método A (ver 7.5); $P = 49,1 \text{ N}$, no caso do método C (ver 7.6).
- d) aquecedor:
 - um aquecedor para manter o polietileno no cilindro à temperatura de 190 °C ± 0,5 °C. Recomenda-se utilizar um controle automático de temperatura;
- e) dispositivo para medição de temperatura:
 - um dispositivo para medição da temperatura, localizado tão próximo da matriz quanto possível, porém localizado dentro do corpo do cilindro, calibrado para permitir a medição da temperatura com exatidão de ± 0,1 °C;
- f) matriz:
 - uma matriz com comprimento de 8,000 mm ± 0,025 mm, fabricado com aço temperado e com diâmetro interno médio entre 2,090 mm e 2,100 mm, uniforme ao longo de seu comprimento, dentro de uma variação máxima de ± 0,005 mm (ver Figura 9). O estampo não pode projetar-se além da base do cilindro;
- g) balança:
 - balança com exatidão de ± 0,000 5 g.



7.3 Amostras

Retirar uma amostra da isolação ou da cobertura, com massa suficiente, de uma extremidade do condutor isolado ou cabo. Cortar a amostra em pedaços, com dimensão que não exceda 3 mm em qualquer direção.

7.4 Limpeza e manutenção da aparelhagem

- a) Limpar o aparelho após cada ensaio.
- b) Não utilizar abrasivos ou materiais suscetíveis de danificar a superfície do pistão, cilindro ou matriz na remoção de polietileno residual de sua superfície ou na manipulação de qualquer parte do aparelho.
- c) Os solventes adequados para limpar o aparelho são xilol, tetra-hidronaftaleno ou querosene sem odor. Limpar o pistão ainda quente, com um tecido embebido no solvente. Limpar o cilindro, também ainda quente, com uma haste, tendo em sua extremidade uma mecha embebida em solvente. Limpar a matriz com um mandril de latão ou uma cavilha de madeira bem justos e, em seguida, imergi-la em solvente em ebulição.
- d) Recomenda-se que, em intervalos razoavelmente frequentes, por exemplo, uma vez por semana para aparelhos de uso constante, a placa isolante e a placa de retenção da matriz, quando prevista (ver Figura 8), sejam removidas e que o cilindro seja completamente limpo.

7.5 Método A

7.5.1 Geral

O método A é adequado para a determinação do índice de fluidez (*IF*) de uma amostra de polietileno cujo *IF* seja desconhecido.

7.5.2 Procedimento de ensaio

7.5.2.1 Limpar o aparelho conforme 7.4. Antes de se iniciar uma série de ensaios, recomenda-se que a temperatura do cilindro e do pistão esteja a $190\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$, por 15 min, e que seja mantida durante a extrusão do polietileno.

7.5.2.2 Recomenda-se que o dispositivo de medição da temperatura [ver 7.2.2-e)] seja um termômetro de mercúrio em vidro alojado permanentemente dentro da massa do cilindro (ver NOTA). Uma liga de baixo ponto de fusão, como o metal de *Wood*, melhora o contato térmico, sendo o seu uso recomendado.

NOTA Se qualquer outro dispositivo de medição da temperatura for utilizado, recomenda-se que ele seja calibrado, antes de se iniciar cada série de ensaios, com um termômetro de mercúrio em vidro a $190\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$, conforme 7.2.2-e), alojado dentro do cilindro e imerso em polietileno a uma profundidade de imersão conveniente.

7.5.2.3 Colocar uma fração da amostra (ver Tabela 4) no cilindro e reinserir o pistão sem carga no topo do cilindro.

7.5.2.4 Em 6 min após a introdução do polietileno, tempo durante o qual a temperatura do cilindro já deve ter retornado a $190\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$, colocar a carga no pistão para extrudar o polietileno pela matriz. Medir a taxa de extrusão cortando-se o material extrudado em intervalos de tempo regulares,



na saída da matriz, com um instrumento apropriado, de gume afiado, de modo a se obterem pequenos comprimentos de material extrudado, denominados “extrudados”. O intervalo de tempo no qual o extrudado deve ser coletado é dado na Tabela 4.

7.5.2.5 Coletar diversos extrudados dentro do intervalo de 20 min a partir da introdução da amostra no cilindro. Desconsiderar o primeiro extrudado e qualquer outro contendo bolhas. Pesar individualmente, ao miligrama mais próximo, os extrudados sucessivos restantes, que devem ser em número mínimo de três, e determinar a massa média. Se a diferença entre o valor máximo e o valor mínimo resultantes das medições individuais efetuadas exceder 10 % do valor médio, descartar o resultado do ensaio e repeti-lo em uma nova porção da amostra.

7.5.3 Expressão dos resultados

Exprimir o *IF* com dois algarismos significativos (ver NOTA 1) e pelo símbolo *IF.190.20.A* (ver NOTA 2):

$$IF.190.20.A = \frac{600 \times m}{t}$$

onde

IF é o índice de fluidez, expresso em gramas (g), por 10 min;

m é a massa média dos extrudados, expressa em gramas (g);

t é o tempo de extrusão dos extrudados, expresso em segundos (s).

NOTA 1 O *IF* do polietileno pode ser afetado por tratamentos térmicos e mecânicos anteriores. Particularmente, a oxidação tende a reduzir o *IF*. A oxidação que ocorre durante o ensaio geralmente causa uma redução sistemática da massa dos sucessivos extrudados. Este fenômeno não ocorre em compostos de polietileno contendo um antioxidante.

NOTA 2 *IF* = Índice de fluidez; 190 = temperatura de ensaio, expressa em graus Celsius; 20 (ou 50) = carga aproximada, expressa em newtons, aplicada ao material fundido.

7.6 Método B

Não utilizado.

NOTA Incluído apenas para esclarecimentos, pois este método é referenciado na norma ISO 1133.

7.7 Método C

7.7.1 Geral

O método C é adequado para a determinação do índice de fluidez (*IF*) de uma amostra de polietileno cujo *IF*, medido em conformidade com a método A, é inferior a 1.

7.7.2 Procedimento de ensaio

O procedimento de ensaio é o mesmo do método A.

Os intervalos de tempo utilizados para a obtenção dos extrudados e a massa de material colocada no cilindro são dados na Tabela 4.



7.7.3 Expressão dos resultados

Exprimir o *IF* com dois algarismos significativos (ver NOTA 1 de 7.5.3) e pelo símbolo *IF.190.50.C* (ver NOTA 2 de 7.5.3):

$$IF.190.50.A = \frac{150 \times m}{t}$$

NOTA A utilização de intervalos de tempo menores para obtenção do extrudado (150 s), com uma carga mais elevada (50 N), fornece resultados expressos na escala C, que coincidem aproximadamente com os resultados que seriam obtidos com o método A e a escala A. Entretanto, não existe correlação entre as escalas A e C.

Tabela 4 – Intervalos de tempo em função do índice de fluidez, utilizados na obtenção dos extrudados, e massa de material introduzida no cilindro para os métodos A e C

Índice de fluidez (IF)	Massa de material a ser introduzida no cilindro g	Intervalos de tempo s
0,1 a 0,5	4 a 5	240
0,5 a 1	4 a 5	120

8 Determinação do teor de negro de fumo e/ou de carga mineral em polietileno

8.1 Amostragem

Retirar uma amostra da isolação ou cobertura com massa suficiente de uma extremidade do cabo. Cortar a amostra em pedaços cujas dimensões não excedam 5 mm em qualquer direção.

8.2 Procedimento de ensaio

- Aquecer ao rubro uma navícula de combustão com aproximadamente 75 mm de comprimento, deixar resfriar no dessecador durante pelo menos 30 min e pesar ao 0,000 1 g mais próximo. Colocar uma amostra de polietileno pesando 1,0 g ± 0,1 g na navícula e pesar o conjunto ao 0,000 1 g mais próximo. Subtrair a massa da navícula, obtendo-se a massa de polietileno ao 0,000 1 g mais próximo (quantidade A).
- Colocar a navícula e a amostra no meio de um tubo de combustão de vidro duro, sílica ou porcelana, com diâmetro interno aproximado de 30 mm e comprimento de 400 mm ± 50 mm. Inserir um tubo para admissão de nitrogênio e um tampão portando um termômetro para medições de temperaturas de 300 °C a 550 °C em uma extremidade do tubo de combustão, de modo que a extremidade do termômetro mantenha contato com a navícula. Introduzir nitrogênio com um teor de oxigênio inferior a 0,5 % no tubo, com uma vazão de 1,7 L/min ± 0,3 L/min. Manter essa vazão durante o aquecimento subsequente.

NOTA Em caso de dúvida, recomenda-se que o teor de oxigênio seja limitado a 0,01 %.

- Colocar o tubo de combustão em um forno e conectar a sua saída a dois sifões frios em série, devendo ambos conter tricloroetileno, sendo o primeiro resfriado com dióxido de carbono sólido. Conduzir o tubo de saída do segundo sifão para uma capela ou para a atmosfera externa. Alternativamente, é admissível que a saída do tubo de combustão seja conduzida diretamente para a atmosfera.

- d) Aquecer o forno de modo que a temperatura atinja 300 °C a 350 °C em cerca de 10 min; aproximadamente 450 °C, após os 10 min posteriores; e 500 °C ± 5 °C, após um terceiro período de 10 min. Manter esta temperatura durante 10 min e, no final deste período, desconectar o tubo de saída dos sifões frios, se estes forem utilizados, e retirar o tubo contendo a navícula do forno, deixando-o resfriar durante 5 min, com o fluxo de nitrogênio mantido com a mesma vazão anterior.
- e) Retirar a navícula do tubo de combustão pela extremidade de entrada do nitrogênio, deixar resfriar no dessecador durante 20 min a 30 min e pesar novamente. Determinar a massa do resíduo ao 0,000 1 g mais próximo (quantidade B de resíduo).
- f) Introduzir a navícula novamente no tubo de combustão. Em lugar do nitrogênio, injetar ar ou oxigênio pelo tubo com uma vazão apropriada, a uma temperatura de 500 °C ± 20 °C. Queimar o negro de fumo remanescente. Após a navícula ter sido resfriada no equipamento de ensaio, removê-la e pesá-la novamente, sendo a massa residual determinada ao 0,000 1 g mais próximo (quantidade C de resíduo).

8.3 Expressão dos resultados

Os resultados devem ser expressos em percentual, conforme a seguir:

$$\text{Teor de negro de fumo} = \frac{B - C}{A} \cdot 100 \%$$

$$\text{Teor de carga mineral} = \frac{C}{A} \cdot 100 \%$$

$$\text{Teor de carga} = \frac{B}{A} \cdot 100 \%$$

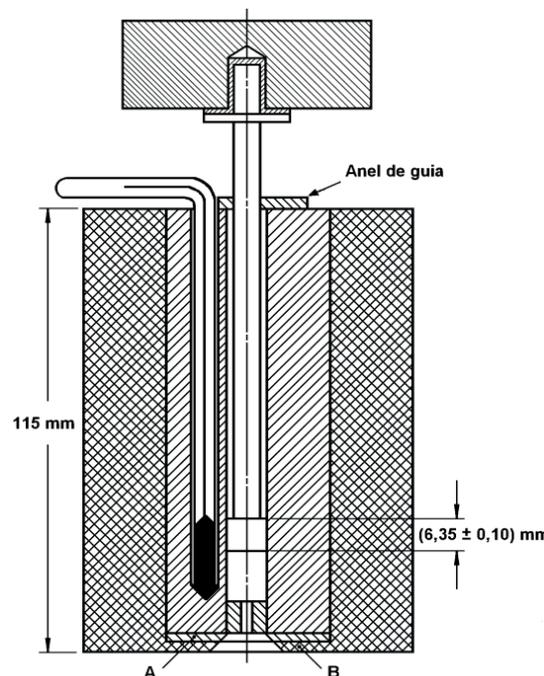


Figura 8 – Aparelho para determinação do índice de fluidez, mostrando o cilindro de grande diâmetro externo, a placa de retenção da matriz A e a placa isolante B

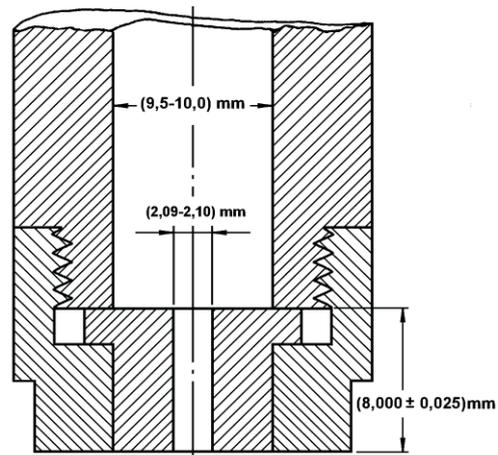


Figura 9 – Matriz mostrando o cilindro de pequeno diâmetro externo, com um exemplo de método de retenção da matriz