

# INTERNATIONAL STANDARD

## NORME INTERNATIONALE

**Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionizing radiation –**

**Part 1: Radiation interaction and dosimetry**

**Matériaux isolants électriques – Détermination des effets des rayonnements ionisants –**

**Partie 1: Interaction des rayonnements et dosimétrie**





## THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2013 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, 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 either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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 la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office  
3, rue de Varembé  
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)

### About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

### About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

#### Useful links:

IEC publications search - [www.iec.ch/searchpub](http://www.iec.ch/searchpub)

The advanced search enables you to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...).

It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - [webstore.iec.ch/justpublished](http://webstore.iec.ch/justpublished)

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available on-line and also once a month by email.

Electropedia - [www.electropedia.org](http://www.electropedia.org)

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) on-line.

Customer Service Centre - [webstore.iec.ch/csc](http://webstore.iec.ch/csc)

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: [csc@iec.ch](mailto:csc@iec.ch).

### A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

### A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

#### Liens utiles:

Recherche de publications CEI - [www.iec.ch/searchpub](http://www.iec.ch/searchpub)

La recherche avancée vous permet de trouver des publications CEI en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...).

Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

Just Published CEI - [webstore.iec.ch/justpublished](http://webstore.iec.ch/justpublished)

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - [www.electropedia.org](http://www.electropedia.org)

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) en ligne.

Service Clients - [webstore.iec.ch/csc](http://webstore.iec.ch/csc)

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: [csc@iec.ch](mailto:csc@iec.ch).

# INTERNATIONAL STANDARD

## NORME INTERNATIONALE

**Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionizing radiation –**

**Part 1: Radiation interaction and dosimetry**

**Matériaux isolants électriques – Détermination des effets des rayonnements ionisants –**

**Partie 1: Interaction des rayonnements et dosimétrie**

INTERNATIONAL  
ELECTROTECHNICAL  
COMMISSION

COMMISSION  
ELECTROTECHNIQUE  
INTERNATIONALE

PRICE CODE  
CODE PRIX

V

ICS 17.240; 29.035.01

ISBN 978-2-83220-894-6

**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.....                                                                                                                                                                         | 4  |
| INTRODUCTION.....                                                                                                                                                                     | 6  |
| 1 Scope.....                                                                                                                                                                          | 7  |
| 2 Normative references .....                                                                                                                                                          | 7  |
| 3 Terms and definitions .....                                                                                                                                                         | 7  |
| 4 Radiation-induced changes and their evaluation .....                                                                                                                                | 9  |
| 4.1 General .....                                                                                                                                                                     | 9  |
| 4.2 Permanent changes .....                                                                                                                                                           | 9  |
| 4.3 Environmental conditions and material geometry .....                                                                                                                              | 9  |
| 4.4 Post-irradiation effects .....                                                                                                                                                    | 9  |
| 4.5 Temporary effects .....                                                                                                                                                           | 9  |
| 5 Facilities for irradiation of material samples for evaluation of properties .....                                                                                                   | 10 |
| 5.1 General .....                                                                                                                                                                     | 10 |
| 5.2 Gamma-ray irradiators.....                                                                                                                                                        | 10 |
| 5.3 Electron-beam irradiators .....                                                                                                                                                   | 10 |
| 5.4 X-ray (Bremsstrahlung) irradiators.....                                                                                                                                           | 11 |
| 6 Dosimetry methods.....                                                                                                                                                              | 11 |
| 6.1 General .....                                                                                                                                                                     | 11 |
| 6.2 Absolute dosimetry methods.....                                                                                                                                                   | 12 |
| 6.2.1 Gamma-rays.....                                                                                                                                                                 | 12 |
| 6.2.2 Electron beams .....                                                                                                                                                            | 12 |
| 6.3 Dosimetry systems .....                                                                                                                                                           | 12 |
| 6.3.1 Reference standard dosimetry systems .....                                                                                                                                      | 12 |
| 6.3.2 Routine dosimetry systems.....                                                                                                                                                  | 13 |
| 6.3.3 Measurement uncertainty .....                                                                                                                                                   | 14 |
| 6.3.4 Dosimeter calibration.....                                                                                                                                                      | 15 |
| 6.3.5 Dosimeter selection .....                                                                                                                                                       | 15 |
| 7 Characterization of irradiation facilities .....                                                                                                                                    | 16 |
| 8 Dose mapping of samples for test.....                                                                                                                                               | 16 |
| 8.1 Charged particle equilibrium .....                                                                                                                                                | 16 |
| 8.2 Depth-dose distribution (limitations) .....                                                                                                                                       | 16 |
| 9 Monitoring of the irradiation .....                                                                                                                                                 | 17 |
| Annex A (informative) Radiation chemical aspects in interaction and dosimetry .....                                                                                                   | 18 |
| Bibliography.....                                                                                                                                                                     | 31 |
| Figure A.1 – Absorbed dose as a function of thickness .....                                                                                                                           | 19 |
| Figure A.2 – Absorber thickness for charged-particle equilibrium as a function of energy for a material with an electron density of $3,3 \times 10^{23} \text{ cm}^{-3}$ (water)..... | 20 |
| Figure A.3 – Thickness of water ( $1 \text{ g/cm}^3$ ) as a function of photon energy for a given attenuation of unidirectional X-ray or $\gamma$ -ray radiation .....                | 21 |
| Figure A.4 – Typical depth-dose distribution in a homogeneous material obtained with electron accelerators for radiation processing .....                                             | 25 |
| Figure A.5 – Example of calculated results of energy deposition function, $I(z')$ , for a slab layer of polyethylene exposed to 1 MeV electron .....                                  | 25 |
| Figure A.6 – Example of calculated results of energy deposition function, $I(z')$ , for typical organic insulators exposed to 1 MeV electron .....                                    | 26 |

|                                                                                                                                                                                               |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure A.7 – Two methods of arranging the irradiation samples in order to take into account the typical depth-dose distributions.....                                                         | 27 |
| Figure A.8 – Methods of arranging the irradiation samples for measuring electron depth-dose distributions with a stack of slab insulating materials and wedge-shape insulating materials..... | 28 |
| Figure A.9 – Scheme of radiation effects of polymers.....                                                                                                                                     | 29 |
| Table 1 – Examples of reference standard dosimeters .....                                                                                                                                     | 13 |
| Table 2 – Examples of routine dosimeter systems.....                                                                                                                                          | 14 |
| Table A.1 – Electron mass collision stopping powers, $S/\rho$ (MeV cm <sup>2</sup> /g).....                                                                                                   | 23 |
| Table A.2 – Photon mass energy absorption coefficients, $\mu_{\text{en}}/\rho$ (cm <sup>2</sup> /g) .....                                                                                     | 24 |

## INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**ELECTRICAL INSULATING MATERIALS –  
DETERMINATION OF THE EFFECTS OF IONIZING RADIATION –****Part 1: Radiation interaction and dosimetry****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 60544-1 has been prepared by IEC technical committee 112: Evaluation and qualification of electrical insulating materials and systems.

This third edition cancels and replaces the second edition published in 1994 and constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

- a) recent advances in simulation methods of radiation interaction with different matter enables the prediction of the energy-deposition profile in matter and design the irradiation procedure;
- b) many new dosimetry systems have become available.

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

| FDIS         | Report on voting |
|--------------|------------------|
| 112/254/FDIS | 112/262/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.

A list of all parts in the IEC 60544 series, published under the general title *Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionizing radiation*, 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 establishment of suitable criteria for the evaluation of the radiation resistance of insulating materials is very complex, since such criteria depend upon the conditions under which the materials are used. For instance, if an insulated cable is flexed during a refuelling operation in a reactor, the service life will be that time during which the cable receives a radiation dose sufficient to reduce to a specified value one or more of the relevant mechanical properties. Temperature of operation, composition of the surrounding atmosphere and the time interval during which the total dose is received (dose rate or flux) are important factors which also determine the rate and mechanisms of chemical changes. In some applications, temporary changes may be the limiting factor.

Given this, it becomes necessary to define the radiation fields in which materials are exposed and the radiation dose subsequently absorbed by the material. It is also necessary to establish procedures for testing the mechanical and electrical properties of materials which will define the radiation degradation and link those properties with application requirements in order to provide an appropriate classification system.

# ELECTRICAL INSULATING MATERIALS – DETERMINATION OF THE EFFECTS OF IONIZING RADIATION –

## Part 1: Radiation interaction and dosimetry

### 1 Scope

This part of IEC 60544 deals broadly with the aspects to be considered in evaluating the effects of ionizing radiation on all types of organic insulating materials. It also provides, for X-rays,  $\gamma$ -rays, and electrons, a guide to

- dosimetry terminology,
- methods for dose measurements,
- testing carried out at irradiation facilities,
- evaluation and testing of material characteristics and properties,
- documenting the irradiation process.

Dosimetry that might be carried out at locations of use of the material is not described in this standard.

### 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 60544-2, *Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionizing radiation on insulating materials – Part 2: Procedures for irradiation and test*

IEC 60544-4, *Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionizing radiation – Part 4: Classification system for service in radiation environments*

### 3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions in ICRU Report 33 [1]<sup>1</sup>, as well as the following definitions apply.

#### 3.1

##### exposure

$X$

measure of an electromagnetic radiation field (X- or  $\gamma$ -radiation) to which a material is exposed

Note 1 to entry: The exposure is the quotient obtained by dividing  $dQ$  by  $dm$ , where  $dQ$  is the absolute value of the total charge of the ions of one sign produced in the air when all of the electrons (and positrons) liberated by photons in air of mass  $dm$  are completely stopped in air:

---

<sup>1</sup> References in square brackets refer to the Bibliography.

$$X = \frac{dQ}{dm} \quad (1)$$

The SI unit of exposure is the coulomb (C) per kilogram: C/kg. The old unit is the roentgen R:  $1 \text{ R} = 2,58 \times 10^{-4} \text{ C/kg}$ .

The exposure thus describes the effect of an electromagnetic field on matter in terms of the ionization that the radiation produces in a standard reference material, air.

### 3.2 electron charge fluence

$Q'$

quotient obtained by dividing  $dQ$  by  $dA$ , where  $dQ$  is the electron charge impinging during the time  $t$  on the area  $dA$ :

$$Q' = \frac{dQ}{dA} \quad (2)$$

### 3.3 electron current density

$j$

quotient obtained by dividing  $dQ'$  by  $dt$ , where  $dQ'$  is the electron charge fluence during the time interval  $dt$ :

$$j = \frac{dQ'}{dt} = \frac{d^2 Q}{dA dt} \quad (3)$$

### 3.4 absorbed dose

$D$

measure of the energy imparted to the irradiated material, regardless of the nature of the radiation field

Note 1 to entry: The absorbed dose  $D$  is the quotient obtained by dividing  $d\bar{\varepsilon}$  by  $dm$  where  $d\bar{\varepsilon}$  is the mean energy imparted by ionizing radiation to matter of mass  $dm$ :

$$D = \frac{d\bar{\varepsilon}}{dm} \quad (4)$$

The SI unit is the gray (Gy). The old unit is the rad:

$$1 \text{ Gy} = 1 \text{ J} \times \text{kg}^{-1} (= 10^2 \text{ rad}).$$

Since this definition does not specify the absorbing material, the gray can be used only with reference to a specific material. The absorbed dose is determined in part by the composition of the irradiated material. When exposed to the same radiation field, therefore, different materials usually receive different absorbed doses.

Note 2 to entry: For purposes of dosimetry, it has been found convenient to specify dose in terms of dose to water. The dose to other materials can be found by applying cavity theory.

### 3.5 absorbed dose rate

$\dot{D}$

quotient obtained by dividing  $dD$  by  $dt$ , where  $dD$  is the increment of absorbed dose in the time interval  $dt$ :

$$\dot{D} = \frac{dD}{dt} \quad (5)$$

The SI unit of absorbed dose rate is the gray per second:

$$1 \text{ Gy} \times \text{s}^{-1} = 1 \text{ W} \times \text{kg}^{-1} (= 10^2 \text{ rad} \times \text{s}^{-1} = 0,36 \text{ Mrad} \times \text{h}^{-1})$$

## 4 Radiation-induced changes and their evaluation

### 4.1 General

Although the various types of radiation interact with matter in different ways, the primary process is the production of ions and electrically excited states of molecules which, in turn, may lead to the formation of free radicals. The technique to detect ions, excited states and radicals (short-lived intermediate species) are briefly described in Clause A.4. Radiation-generated mobile electrons, which become trapped at sites of low potential energy, are also produced. The first phenomenon leads to permanent chemical, mechanical, and electrical changes of the material; the second results in temporary electrical changes in performance [2].

### 4.2 Permanent changes

In polymeric materials, the formation of free radicals during irradiation leads to scission and cross-linking processes that modify the chemical structure of the insulation, generally leading to deterioration of the mechanical properties. This mechanical deterioration frequently gives rise to significant electrical property changes. However, important electrical property changes sometimes occur before mechanical degradation becomes serious. For example, a change in dissipation factor or in permittivity might become serious for the reliable functioning of a resonant circuit. The extent of scission and cross-linking processes depends on the absorbed dose, the absorbed dose rate, the material geometry and the environmental conditions present during the irradiation. Because the free radicals sometimes decay slowly, there may also be post-irradiation effects.

### 4.3 Environmental conditions and material geometry

Environmental conditions and test specimen geometry shall be well controlled and documented during the measurement of radiation effects. Important environmental parameters include temperature, reactive medium, and mechanical and electrical stresses present during the irradiation. If air is present, the irradiation time (flux and dose rate) has also been demonstrated to be a very important experimental parameter because of oxygen diffusion effects and hydroperoxide breakdown rate constants. Both factors are time dependent. The conditions that influence oxygen diffusion and equilibrium concentrations in the polymer shall be controlled. These include: temperature, oxygen pressure, material geometry and the time during which the dose is applied.

If the effect of simultaneous stresses, e.g. radiation at high temperature, is simulated by sequential stressing, other results are to be expected. Further, there can be differences in results if the sample is first irradiated and then heat aged or vice versa.

### 4.4 Post-irradiation effects

In organic polymers, there may be post-irradiation effects due to the gradual decay of various reactants, such as residual free radicals. Due allowance shall be made for this type of behaviour in any evaluation procedure. The tests shall be made at recorded intervals after irradiation, maintaining specimen storage in a standard laboratory atmosphere. The reaction of oxygen with residual free radicals can cause further degradation.

### 4.5 Temporary effects

**4.5.1** Performing measurements during irradiation is not within the scope of this part of IEC 60544. Despite this, some basic aspects will be discussed briefly. The temporary effects appear primarily as changes in electrical properties such as induced conductivity, both during and for some time after irradiation. Hence, measurement of the induced conductivity

could be used as an evaluation property to determine the temporary radiation effects. These effects are primarily dose-rate dependent.

**4.5.2** Experience has shown that the induced conductivity is usually not quite proportional to the absorbed dose rate  $\dot{D}$ , but varies as  $\dot{D}^\alpha$ , where  $\alpha$  is smaller than unity. Hence, the radiation sensitivity is described by the relation:

$$\sigma_i = k \dot{D}^\alpha \quad (6)$$

To determine  $k$  and  $\alpha$ , at least two measurements are needed. A further complication comes from the fact that  $k$  and  $\alpha$  also depend on the integrated dose absorbed by the sample.

The measurement of the induced conductivity is actually quite delicate, since photoelectrons and Compton electrons in the electrode materials will tend to perturb the intrinsic induced current of the specimen. Ionic currents through the ionized atmosphere will also introduce errors in the measurement if they are not eliminated. Experimental procedures eliminating most of the disturbing effects, while remaining relatively simple, shall be defined.

NOTE It is convenient to use a simple figure such as the induced conductivity  $\sigma_i$  or  $\sigma_i/\sigma_0$ , its ratio to the dark conductivity  $\sigma_0$  measured in the same experimental conditions, per unit dose rate to characterize the sensitivity of the materials to temporary effects.

## 5 Facilities for irradiation of material samples for evaluation of properties

### 5.1 General

Irradiation of material samples for evaluation of properties shall be performed at irradiation facilities that have undergone installation qualification, operational qualification and performance qualification, see e.g. ISO 11137 [3].

Three principal types of radiation sources are used:

- gamma radiation from radionuclides such as  $^{60}\text{Co}$  (1,25 MeV) and  $^{137}\text{Cs}$  (0,66 MeV);
- electrons from accelerators;
- X-rays generated from accelerated electrons.

The design and properties of an irradiation facility have implications for absorbed dose distribution in the samples and attainable absorbed dose range. Major considerations in the design of an irradiation facility are the uniformity of the distribution of absorbed dose in the given product, efficient utilization of radiation energy.

### 5.2 Gamma-ray irradiators

Large capacity gamma radiation facilities usually use  $^{60}\text{Co}$  as the radiation source. The sources are often in the form of individual source capsules arranged in an array to maximize the volume available for irradiations. The dose rates that are available will be dependent on the distance from the sources at which the samples are placed. Typically, dose rates in the range 10 kGy/h (2,78 Gy/s) down to 1 Gy/h (0,278 mGy/s) are possible. This covers the range of dose rates that are of particular interest for materials degradation testing.

### 5.3 Electron-beam irradiators

Electron beam irradiators use accelerators that generate electron beam in the energy-range of 300 KeV – 10 MeV. At present, various types of accelerating procedures are available; examples include electro-static type and high-frequency (radio-frequency) type. With respect to radiation resistance testing, electro-static type of (0,5 – 3) MeV is widely used. In an electro-static accelerating system, thermo-electrons are emitted from a cathode and the

emitted electrons are accelerated with high voltage applied between electrodes. Electron beams are electro-magnetically scanned in a scanning horn and taken out from the window (typically made of a thin foil of Titanium). The operation of electron accelerators is simple and safe, i.e. there is no radiation if the power is switched off, compared to a  $^{60}\text{Co}$  gamma irradiation facility. Depending on voltage (energy), beam current, scan width, distance between the window and samples, static or conveyor irradiation, the dose rate may change, but typically it is in the order of kGy/s, which is much higher compared with gamma irradiator. Penetration of the electron beam in samples shall be taken into account (see Clause A.3).

#### 5.4 X-ray (Bremsstrahlung) irradiators

X-rays (or Bremsstrahlung) are created when accelerated electrons are slowed down in an absorbing material. The fraction of kinetic energy of the electrons that is converted into X-rays (conversion efficiency) is higher for absorbers with a higher atomic number, and therefore materials such as tungsten are used as X-ray converters. The conversion efficiency also increases with increasing electron energy. At 5 MeV it is about 5 % in tungsten, increasing to about 12,5 % at 10 MeV, and the low conversion efficiency at this energy has limited the use of this type of irradiators. The advent of high-power electron accelerators in the range from 5 MeV to 10 MeV has renewed interest in the use of X-rays for irradiation of products.

In contrast to radionuclide sources, which emit nearly mono-energetic photons, X-ray sources emit a broad spectrum of photons from the maximum energy of the electrons to zero energy. For example, an X-ray beam generated by 5 MeV electrons has approximately the same penetration characteristics as  $^{60}\text{Co}$  radiation. Other characteristics of the X-ray beam, such as scanning and pulsing of the beam, are derived from the characteristics of the electron beam that generated the X-rays.

### 6 Dosimetry methods

#### 6.1 General

It is necessary to ensure that the correct absorbed dose is applied during irradiation. The dose shall be measured, and measurement systems have been developed for this purpose. Much of the development of these systems rests on the early development of dosimetry systems for personnel radiation protection and for medical treatment. However, the doses used in material testing are generally higher, ranging from a few kGy to 100 kGy or more and new dosimetry systems have been developed for measurements of these doses. Dose shall be measured with traceability to national standards, and the uncertainty known, including the effect of influencing parameters.

Absolute methods of dosimetry are maintained as national standards by a number of national laboratories. These dosimeters provide dose measurement by means of physical measurements that do not depend on calibration of the dosimeter in a known radiation field. Other dosimeters are calibrated against these national standard dosimeters, thereby providing measurement traceability to the national standard dosimeters.

A number of dosimeter systems are in use at irradiation facilities and laboratories for measurement of dose distribution for facility characterization and in products and samples to be irradiated. These dosimeters are also used for monitoring the irradiation process. Selection of a dosimeter system depends on the measurement task to be carried and of the properties of the dosimeter. Dosimetry methods and dosimeter systems are described in several ISO/ASTM standards and guides [4 – 18]. More details of several of these dosimetry systems are found in ICRU 80 [19].

## 6.2 Absolute dosimetry methods

### 6.2.1 Gamma-rays

Free-air ionization chambers are used to measure exposure  $X$  up to 3 MeV, i.e. they are designed to measure the quantity of charge  $dQ$  produced in air and the mass  $dm$  of air where the ionizing electrons are liberated. Ionization chambers can be used if the dose rate is not too high [20].

Calorimeters operate by absorbing energy from the radiation field in which they are placed; they retain this energy until it is converted to thermal energy and this heat quantity is evaluated by measuring the rise in temperature of the calorimetric absorber [21].

### 6.2.2 Electron beams

In addition to calorimetric methods, measurement of electron current density has been used to measure electron charge or current per unit area of radiation fields of electron accelerators. This method is not a dosimetric method, but enables the calibration of absorbed dose if the mean electron energy impinging on the charge absorber of the densitometer and the relative depth-dose distribution in the same absorber material are known.

## 6.3 Dosimetry systems

### 6.3.1 Reference standard dosimetry systems

Reference standard dosimetry systems are used as standards to calibrate the dosimetry systems that are used for routine measurements. The uncertainty of the reference standard dosimetry system will affect the uncertainty of the system being calibrated and it is therefore important that the reference standard dosimetry system is of high metrological quality. In this context, the concept of high metrological quality implies a system with low uncertainty and with traceability to appropriate national or international standards. It also implies that the response of the reference standard dosimeter is not significantly influenced by environment.

The expanded uncertainty achievable with measurements made using a reference standard dosimetry system is typically of the order of  $\pm 3\%$  ( $k = 2$ , which corresponds approximately to a 95 % level of confidence for normally distributed data). In certain specific applications, for example the use of electrons of energy below 1 MeV, practical limitations of the techniques may mean that the reference standard dosimetry systems have a larger uncertainty.

Examples of reference standard dosimetry systems are given in Table 1.

NOTE ASTM E 2628-09 "Standard practice for dosimetry for radiation processing" [22] is a valuable guideline concerning Table 1 and Table 2.

**Table 1 – Examples of reference standard dosimeters**

| Dosimeter                                                                                          | Description                                                                                                      | Reference              | Dose range<br>Gy                   | Dose rate range<br>Gy/s                                                         | Influencing parameters  |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|
| Fricke solution                                                                                    | Liquid solution of ferrous and ferric ions in 0,4 M sulphuric acid. Measured by spectrophotometry                | ASTM E1026<br>[23]     | 20 to $4 \times 10^2$              | $< 10^6$                                                                        | Temperature             |
| Alanine/EPR (electron paramagnetic resonance)                                                      | Pellet or film containing alanine. Measured by EPR spectroscopy of radiation induced radical                     | ISO/ASTM 51607<br>[8]  | 1 to $10^5$                        | $< 10^8$                                                                        | Temperature<br>Humidity |
| Dichromate                                                                                         | Liquid solution of chromium ions in 0,1 M perchloric acid. Measured by spectrophotometry.                        | ISO/ASTM 51401<br>[9]  | $2 \times 10^3$ to $5 \times 10^4$ | Pulsed:<br>$< 600$ Gy/pulse (12,5 pps)<br>Continuous:<br>$< 7,5 \times 10^{-3}$ | Temperature             |
| Ceric-cerous sulphate                                                                              | Liquid solution of ceric and cerous ions in 0,4 M sulphuric acid. Measured by spectrophotometry or potentiometry | ISO/ASTM 51205<br>[10] | $5 \times 10^2$ to $10^5$          | $< 10^6$                                                                        | Temperature             |
| Ethanol chlorobenzene (Classification dependent on solution composition and method of measurement) | Liquid solutions of various compositions containing chlorobenzene in ethanol. Measured by titration              | ISO/ASTM 51538<br>[11] | 10 to $2 \times 10^6$              | $< 10^6$                                                                        | Temperature             |

### 6.3.2 Routine dosimetry systems

The classification of a dosimetry system as a routine dosimetry system is based on its application i.e. routine absorbed dose measurements, including dose mapping and process monitoring. A routine dosimetry system comprises dosimeters and the associated measurement equipment and quality system documentation necessary to ensure traceability to appropriate national or international standards. The response of routine dosimeters is often influenced by the environment in a complex way.

The expanded uncertainty achievable with measurements made using a routine dosimetry system is typically of the order of  $\pm 6\%$  ( $k = 2$ ).

Examples of routine dosimetry systems are given in Table 2. Dosimeters in Table 1 can also be used as routine systems.

**Table 2 – Examples of routine dosimeter systems**

| Dosimeter                                                                                             | Description                                                                                                                 | Reference              | Dose range<br>Gy                      | Dose rate<br>range<br>Gy/s               | Influencing<br>parameters                |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|---------------------------------------|------------------------------------------|------------------------------------------|
| Calorimeter                                                                                           | Assembly consisting of calorimetric body (absorber), thermal insulation, and temperature sensor with wiring                 | ISO/ASTM 51631<br>[12] | $10^2$ to $10^5$                      | $> \sim 10$                              | Temperature                              |
| Cellulose triacetate                                                                                  | Untinted cellulose triacetate (CTA) film. Measured by spectrophotometry                                                     | ISO/ASTM 51650<br>[13] | $5 \times 10^3$ to $10^6$             | $3 \times 10^{-2}$ to $3 \times 10^{-7}$ | Temperature<br>Humidity                  |
| Ethanol chlorobenzene<br>(classification dependent on solution composition and method of measurement) | Liquid solutions of various compositions containing chlorobenzene in ethanol. Measured by spectrophotometry or oscillometry | ISO/ASTM 51538<br>[11] | 10 to $2 \times 10^6$                 | $< 10^6$                                 | Temperature                              |
| LiF photo-fluorescent                                                                                 | Lithium fluoride based photo-fluorescent film. Measured by photo-stimulated luminescence                                    | ASTM E2304<br>[24]     | $5 \times 10^{-2}$ to $3 \times 10^2$ | 0,3 to $2 \times 10^4$                   | Temperature<br>Humidity<br>Ambient light |
| PMMA (polymethylmethacrylate)                                                                         | Specially developed PMMA materials. Measured by spectrophotometry                                                           | ISO/ASTM 51276<br>[14] | $10^2$ to $10^5$                      | $10^{-2}$ to $10^7$                      | Temperature<br>Humidity<br>Ambient light |
| Radiochromic film                                                                                     | Specially prepared film containing dye precursors. Measured by spectrophotometry                                            | ISO/ASTM 51275<br>[15] | $10^0$ to $10^5$                      | $< 10^{13}$                              | Temperature<br>Humidity<br>Ambient light |
| Radiochromic liquid                                                                                   | Specially prepared solution containing dye precursors. Measured by spectrophotometry                                        | ISO/ASTM 51540<br>[16] | $5 \times 10^{-1}$ to $4 \times 10^4$ | $< 10^{-2}$ to $10^{11}$                 | Temperature<br>Ambient light             |
| Radiochromic optical waveguide                                                                        | Specially prepared optical waveguide containing dye precursors. Measured by spectrophotometry                               | ISO/ASTM 51310<br>[17] | $10^0$ to $10^4$                      | $10^{-3}$ to $10^3$                      | Temperature<br>Ambient light             |
| TLD (thermoluminescence detector)                                                                     | A phosphor, alone, or incorporated in a material. Measured by thermoluminescence                                            | ISO/ASTM 51956<br>[18] | $10^{-4}$ to $10^3$                   | $10^{-2}$ to $10^{10}$                   | Temperature<br>Humidity<br>Ambient light |

### 6.3.3 Measurement uncertainty

To be meaningful, a measurement of absorbed dose shall be accompanied by an estimate of uncertainty. Components of uncertainty should be identified as belonging to one of two categories:

Type A — those evaluated by statistical methods, or

Type B — those evaluated by other means.

Estimates of the expanded uncertainty of an absorbed dose measurement should be made with a coverage factor  $k = 2$ .

NOTE The identification of Type A and Type B uncertainties is based on the methodology published in 1995 by the International Organization for Standardization (ISO) in the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement [25]. The purpose of using this kind of characterization is to promote an understanding of how uncertainty statements are arrived at and to provide a basis for the international comparison of measurement results.

#### 6.3.4 Dosimeter calibration

The radiation induced response of dosimeters depends to a larger or smaller extent on the environment at which they are irradiated. For example, temperature, humidity and dose rate may affect the response, and it is therefore needed to calibrate dosimeters using conditions that are as close as possible to the conditions of use of the dosimeters.

Calibration of dosimeters should therefore be carried out using one of the following two methods:

- a) Irradiation of dosimeters at the irradiation facility where the dosimeters will be used (“in-plant”) together with transfer standard dosimeters issued and analysed by a national standards laboratory or an accredited dosimetry calibration laboratory.
- b) Irradiations of dosimeters at a national standards laboratory or an accredited dosimetry calibration laboratory. Calibration irradiations carried out in this way will result in a calibration curve generated under a single set of influencing parameters. The user of the dosimeter shall therefore evaluate the effect of influencing parameter values. This is most readily done by a verification irradiation “in-plant” at selected doses.

Measurement traceability is defined in the International vocabulary of metrology [26] as follows:

“the property of a result of a measurement whereby it can be related to appropriate standards, generally international or national standards, through an unbroken chain of comparisons.”

Calibration is an important step in obtaining measurement traceability.

#### 6.3.5 Dosimeter selection

The selection and use of a specific dosimetry system in a given application shall be justified taking into account at least the following:

- dose range;
- radiation type;
- effect of influencing parameters;
- required level of uncertainty;
- required spatial resolution.

The dosimetry system shall be calibrated in accordance with 6.3.4.

The uncertainty associated with measurements made with the dosimetry system shall be established and documented. All dose measurements shall be accompanied by an estimate of uncertainty.

Documentation shall be established and maintained to ensure compliance with the minimum requirements specified in standards for the dosimetry system. The user’s quality system might be more detailed than these minimum requirements.

Tables 1 and 2 gives a non-exhaustive list of reference and routine dosimetry methods with some of their characteristics, such as:

- range of absorbed doses and absorbed dose rates;
- influence of the radiation energy;

- influence of temperature or humidity;
- material and thickness of dosimeter material;
- type of measurement;
- observations of practical interest;
- bibliographical references.

Clause A.2 gives an example for calculation of absorbed dose.

## 7 Characterization of irradiation facilities

Irradiation facilities that are to be used for evaluating the behaviour of electrical insulating materials shall be characterized before use. The parameters that need to be determined will be dependent on the type of facility being used.

For a gamma irradiation facility, the following parameters shall be determined:

- The dose rate distribution shall be measured within the volume of the facility that will be used for sample exposure to radiation. This mapping shall be in sufficient detail to enable the locations available for a specific dose rate to be determined.
- The ambient temperature within the radiation facility shall be measured while the sources are in their normal operating position.
- The time for which samples are exposed shall be measured. The measurement method shall have the ability to take into account any interruptions to the irradiation, e.g. retraction of the sources to allow access for removal of samples.

For electron beam and X-ray facilities, the following parameters shall be determined:

- The dose as a function of the beam current, beam spot size and beam width shall be measured.
- If a conveyor system is used to transport samples through the radiation field, the dose as a function of conveyor speed shall also be measured.

NOTE There are a number of standards available for dosimetry and dose mapping specifically for use in radiation processing facilities [4 – 7, 27].

## 8 Dose mapping of samples for test

### 8.1 Charged particle equilibrium

For irradiation in gamma facilities it is recommend to provide secondary electron equilibrium in the irradiated sample leading to more uniform dose distribution throughout the sample, see Clause A.1.

### 8.2 Depth-dose distribution (limitations)

Since the absorbed dose distribution through the specimen being irradiated will vary and is a function of the thickness of the specimen, its density and the energy of the incident radiation, it is necessary to decide how much variation in dose one is willing to tolerate as the radiation penetrates the specimen. The most commonly used irradiation facilities have radiation sources in the energy range of 0,5 MeV to 1,5 MeV. If, for a point source, one arbitrarily sets a limit of 25 % for the difference between the absorbed dose at the front and rear of the specimen (25 % attenuation through the specimen), then the specimen thickness is limited to 2,8 cm for 0,5 MeV and 5,0 cm for 1,5 MeV radiation, assuming no build-up, a specimen of unit density equal to 1 g/cm<sup>3</sup> and unidirectional radiation (see Clause A.1). For other source geometries (e.g. slab sources) these thicknesses will be significantly different.

## 9 Monitoring of the irradiation

Irradiation testing of insulating materials can require long term testing under low dose rate conditions that are best carried out in a gamma irradiation facility. The decay of the radionuclide used in the sources shall be taken into account when performing such tests. It is recommended that dose rate mapping of gamma facilities (as described in Clause 7) be carried out at intervals not exceeding the half-life of the radionuclide in use.

In electron beam and X-ray facilities, the electron beam characteristics shall be monitored during irradiation and any interruptions or changes in characteristics shall be recorded, together with any actions taken.

## Annex A (informative)

### Radiation chemical aspects in interaction and dosimetry

#### A.1 Charged-particle equilibrium thickness

Whenever a material is irradiated from one side only with X- or  $\gamma$ -rays uncontaminated with secondary electrons, there is initially (in the first absorber) a build-up of energy deposition (absorbed dose) as the radiation penetrates the material. After some finite thickness, the radiation-energy deposition decreases. The thickness necessary to reach the maximum energy deposition is commonly called the charged-particle equilibrium thickness, and is a function of the radiation energy and the electron density of the material being irradiated. For larger thicknesses there is charged-particle equilibrium in the material.

Figure A.1 is a typical plot of energy deposition as a function of thickness. Whenever one is irradiating a specimen from all sides, it is necessary to surround the specimen with an absorber in order to ensure charged-particle equilibrium throughout the specimen. In practical cases with highly scattered radiation, build-up is not observed. It is recommended however to use built-up layers in order to provide well-defined irradiation conditions.

Figure A.2 is a plot of absorber thickness as a function of energy for material of electron density  $3,3 \times 10^{23} \text{ cm}^{-3}$ . Figure A.3 is a plot of thickness of water (or a material of the same electron density) as a function of energy for a given attenuation of unidirectional irradiation.

NOTE The electron density  $n$  of any material can be evaluated from:

$$n = \rho \frac{N_A}{M} \sum_i Z_i [\text{cm}^{-3}] = \frac{N_A}{M} \sum_i Z_i [\text{g}^{-1}] \quad (\text{A.1})$$

where

- $\rho$  is the density of material ( $\text{g/cm}^3$ );
- $N_A$  is the  $6,023 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ , Avogadro's constant;
- $M$  is the molar mass ( $\text{g/mol}$ );
- $Z_i$  is the atomic number of element  $i$ ;
- $\sum_i Z_i$  is the total number of electrons per molecule.

Since  $1/M (\sum_i Z_i)$  is about  $1/2$  for elements up to  $Z = 17$  (excluding H), for organic materials, this equation can be simplified to read:

$$n = \rho \frac{N_A}{2} 3 \times 10^{23} \rho [\text{cm}^{-3}] = 3 \times 10^{23} [\text{g}^{-1}] \quad (\text{A.2})$$

Figures A.1 to A.3 are calculated with this approximation.

The curve in Figure A.2 will shift to the left as the electron density of the absorber increases above this calculated value and to the right for materials of lesser electron density. Therefore, an equivalent thickness to use is that obtained from Figure A.2 divided by the ratio of the electron density of the absorber to  $3,3 \times 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  (electron density of water).

For example, it is required to irradiate polytetrafluoroethylene (PTFE) film with 1,1 MeV photons. Referring to Figure A.2, it is noted that 0,5 cm of material of electron density of

$3,3 \times 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  is needed to ensure charged-particle equilibrium. Therefore, this thickness of water shall surround the film.

For PTFE with a density of  $\rho = 2,2 \text{ g/cm}^3$  one calculates:

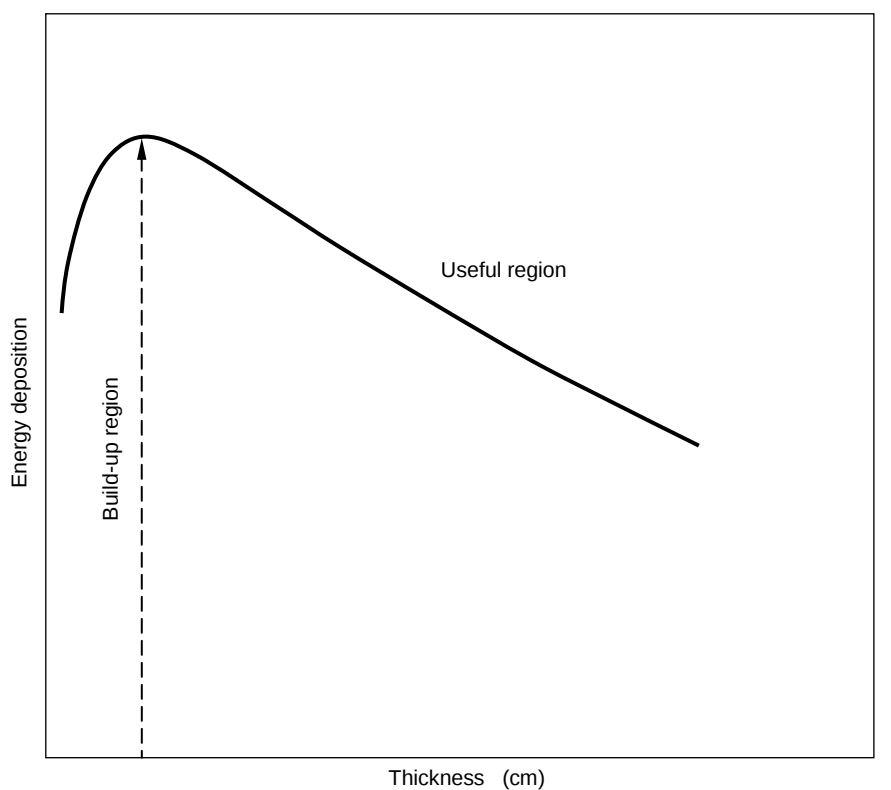
$$\frac{n_{\text{PTFE}}}{n_{\text{H}_2\text{O}}} = \frac{3 \times 10^{23} \times 2,2}{3,3 \times 10^{23}} = 2 \quad (\text{A.3})$$

and

$$d_{\text{PTFE}} = \frac{d_{\text{H}_2\text{O}}}{n_{\text{PTFE}}/n_{\text{H}_2\text{O}}} = 0,25 \text{ cm} \quad (\text{A.4})$$

This means that 0,25 cm of PTFE has to surround the film.

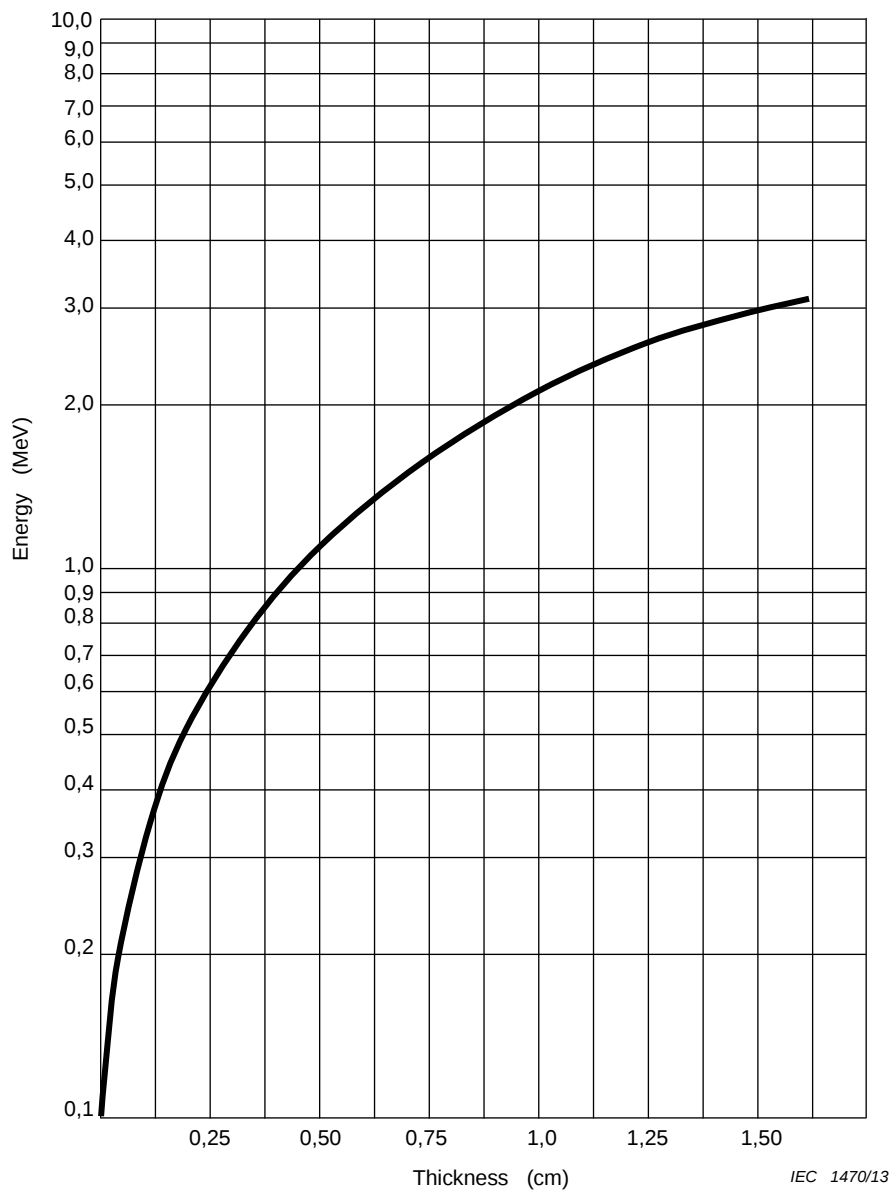
Figure A.3 is a plot of thickness as a function of energy of a sample for 10 % and 25 % attenuation through a specimen of unit density equal to  $1 \text{ g/cm}^3$  for unidirectional radiation. The curves will shift to the left for higher-density material and to the right for lower-density material. The accurate thickness for 10 % or 25 % attenuation in the specimen will be the value obtained from Figure A.3 divided by the ratio of the electron density of the specimen to  $3,3 \times 10^{23} \text{ g}^{-1}$ . Since the curves are calculated on the basis of attenuation only, and build-up in the thicker specimens is neglected, the curves represent a maximum attenuation for a given energy and thickness, and for unidirectional radiation. Non-unidirectional radiation results in larger attenuation.



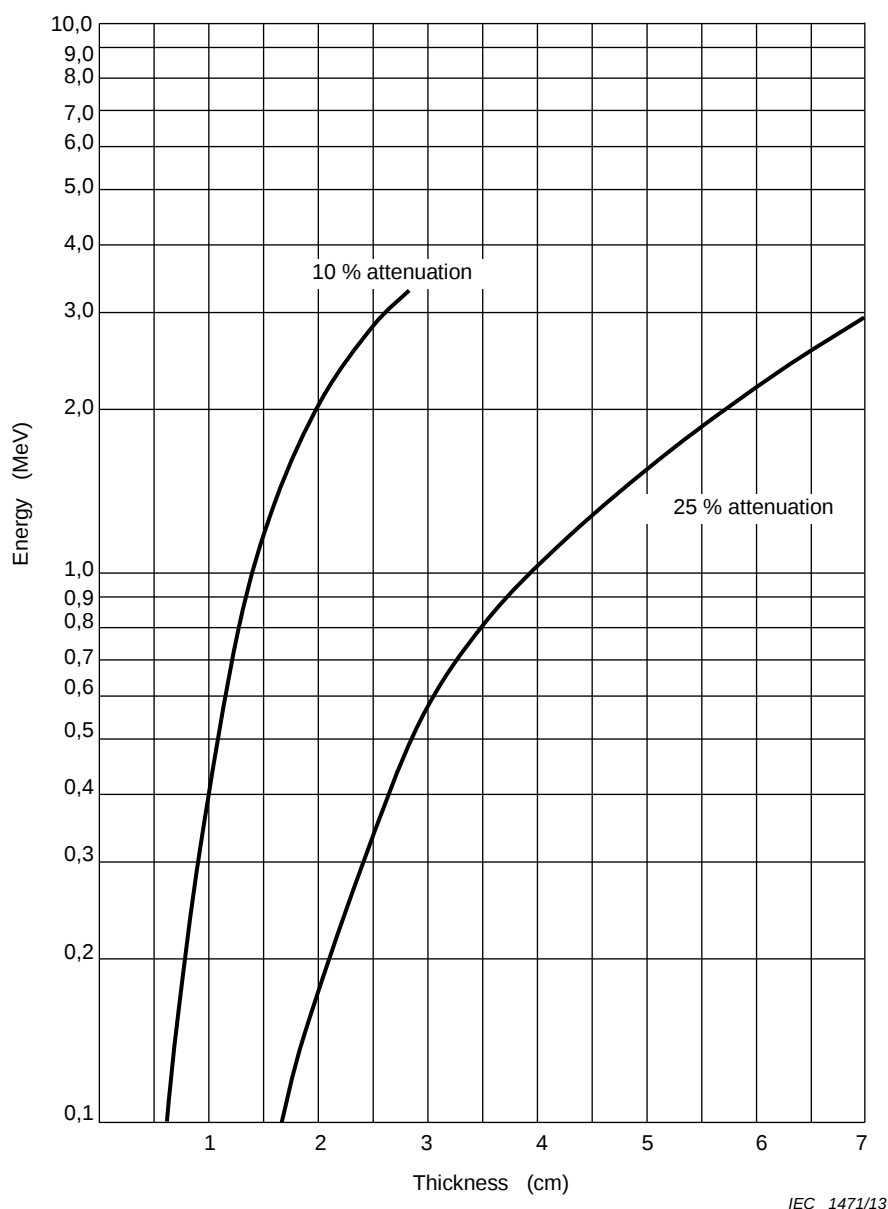
IEC 1469/13

**Figure A.1 – Absorbed dose as a function of thickness**

The part of the curve to the left of the maximum is not well known; therefore, it is necessary to have a sample of sufficient thickness to fall either at or to the right of the maximum.



**Figure A.2 – Absorber thickness for charged-particle equilibrium as a function of energy for a material with an electron density of  $3,3 \times 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  (water)**



**Figure A.3 – Thickness of water (1 g/cm<sup>3</sup>) as a function of photon energy for a given attenuation of unidirectional X-ray or  $\gamma$ -ray radiation**

## A.2 Calculation of absorbed dose

For irradiations using a photon source, the dosimeter may be considered as a cavity in the material interest and the interpretation of absorbed dose in materials is as follows:

If the sensitive region of the dosimeter is very thin compared to the range of the highest energy secondary electrons, then most of the energy deposited in the dosimeter and in the material surrounding it results from secondary electrons produced outside the dosimeter (that is, in the equilibrium layer of material). Thus, the absorbed dose in the material,  $D_m$  is given by:

$$D_m = (S/\rho)_m / (S/\rho)_d \times D_d \quad (\text{A.5})$$

where

$(S/\rho)_m$  and  $(S/\rho)_d$  is the mass collision stopping power for the surrounding material and dosimeter, respectively;

$D_d$  is the absorbed dose in the dosimeter.

Values of mass collision stopping powers are given in Table A.1.

If the sensitive region of the dosimeter has a thickness much greater than the range of the highest energy secondary electrons, then most of the energy deposited in it results from the secondary electrons produced within the dosimeter itself. Thus, the absorbed dose in the material is given by:

$$D_m = (\mu_{en}/\rho)_m / (\mu_{en}/\rho)_d \times D_d \quad (\text{A.6})$$

where

$(\mu_{en}/\rho)_m$  and  $(\mu_{en}/\rho)_d$  are the mass energy-absorption coefficients for the material and dosimeter, respectively.

Values of mass energy absorption coefficient are given in Table A.2.

If the sensitive region of the dosimeter has a thickness between the two limits discussed above then the equations may be combined with appropriate weighing factors to reflect the relative contribution of each term.

The collision stopping powers and energy absorption coefficients are energy dependent. Ratios of mass energy absorption coefficients can be plotted. Similarly, ratios of mass collision stopping powers can be plotted.

NOTE Such tables and figures are available, for example, at the following web sites: Stopping power (electrons): <http://physics.nist.gov/PhysRefData/Star/Text/ESTAR.html> Energy absorption (x-ray): <http://srdata.nist.gov/gateway/gateway?keyword=mass+energy+absorption+coefficient>.

For a photon energy spectrum including energies down to 50 keV, the ratios of mass energy absorption coefficient are essentially equal to unity for most polymer materials compared to water.

A correction for radiation energy dependence may be necessary in the case of materials having photon absorption properties greatly different from water (such as bone or metal). If the photon energy spectrum at the point of interest has a significant component below 0,2 MeV and if the spectrum is known, then a more accurate absorbed dose value can be obtained by integration of Equation (A.6) over the entire photon energy spectrum.

For irradiations using an electron source, the absorbed dose in the material can be interpreted as follows:

At any given depth in a material of interest, the dose may be determined with a dosimeter that is thin compared to the range of the incident electrons. The absorbed dose may be calculated using Equation (A.5). However, all of the following conditions are necessary:

- a) the depth in the material shall be less than the incident electron range;
- b) the ratio of mass collision stopping powers (material/dosimeter) shall be essentially constant;
- c) the degraded electrons at a given depth shall have sufficient energy to traverse the dosimeter thickness.

Therefore, for materials considered in this standard, Equation (A.5) is valid for electron energies from about 0,05 MeV to 0,1 MeV.

For most cases, this method of absorbed dose interpretation requires an incident beam energy of at least 0,5 MeV. However, energies down to 0,1 MeV may be used for surface irradiation products. Measurements of absorbed dose in a material at such low incident energies may be difficult to interpret.

**Table A.1 – Electron mass collision stopping powers,  $S/\rho$  (MeV cm<sup>2</sup>/g)**

| <b>Electron energy<br/>MeV</b> | <b>Air</b> | <b>Water</b> | <b>Polystyrene</b> | <b>LiF</b>   |
|--------------------------------|------------|--------------|--------------------|--------------|
| 0,01                           | 19,75      | 22,56        | 22,23              | <b>17,96</b> |
| 0,02                           | 11,57      | 13,17        | 12,96              | <b>10,55</b> |
| 0,04                           | 6,848      | 7,777        | 7,637              | <b>6,252</b> |
| 0,06                           | 5,111      | 5,797        | 5,688              | <b>4,670</b> |
| 0,08                           | 4,198      | 4,757        | 4,666              | <b>3,838</b> |
| 0,1                            | 3,633      | 4,115        | 4,034              | <b>3,323</b> |
| 0,2                            | 2,470      | 2,793        | 2,735              | <b>2,261</b> |
| 0,4                            | 1,902      | 2,145        | 2,101              | <b>1,737</b> |
| 0,6                            | 1,743      | 1,956        | 1,911              | <b>1,583</b> |
| 0,8                            | 1,683      | 1,879        | 1,832              | <b>1,521</b> |
| 1                              | 1,661      | 1,844        | 1,794              | <b>1,491</b> |
| 2                              | 1,684      | 1,825        | 1,768              | <b>1,474</b> |
| 4                              | 1,790      | 1,877        | 1,816              | <b>1,513</b> |
| 6                              | 1,870      | 1,919        | 1,859              | <b>1,547</b> |
| 8                              | 1,931      | 1,951        | 1,891              | <b>1,572</b> |
| 10                             | 1,979      | 1,976        | 1,916              | <b>1,592</b> |
| 20                             | 2,134      | 2,051        | 1,989              | <b>1,654</b> |
| 40                             | 2,282      | 2,120        | 2,053              | <b>1,711</b> |
| 60                             | 2,347      | 2,157        | 2,089              | <b>1,742</b> |

**Table A.2 – Photon mass energy absorption coefficients,  $\mu_{\text{en}}/\rho$  (cm<sup>2</sup>/g)**

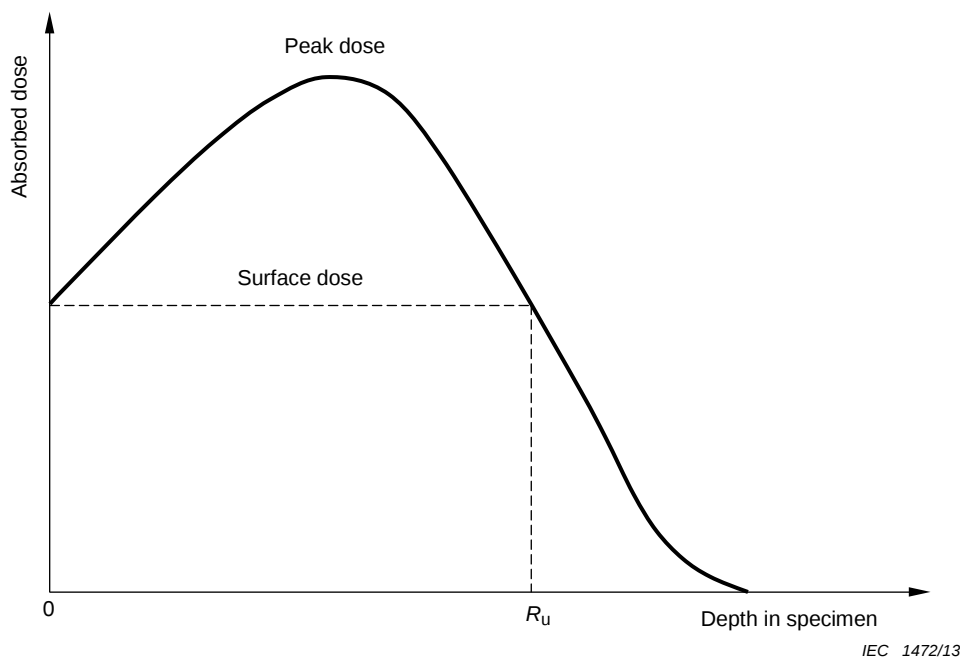
| Photon energy MeV | Air      | Water    | Polystyrene | LiF             |
|-------------------|----------|----------|-------------|-----------------|
| 0,01              | 4,742    | 4,944    | 1,918       | <b>5,733</b>    |
| 0,02              | 0,538 9  | 0,550 3  | 0,207 5     | <b>0,649 4</b>  |
| 0,04              | 0,068 33 | 0,069 47 | 0,032 64    | <b>0,078 90</b> |
| 0,06              | 0,030 41 | 0,031 90 | 0,021 72    | <b>0,032 23</b> |
| 0,08              | 0,024 07 | 0,025 97 | 0,021 60    | <b>0,023 85</b> |
| 0,1               | 0,023 25 | 0,025 46 | 0,022 96    | <b>0,022 29</b> |
| 0,2               | 0,026 72 | 0,031 92 | 0,028 57    | <b>0,024 84</b> |
| 0,4               | 0,029 49 | 0,032 79 | 0,031 75    | <b>0,027 34</b> |
| 0,6               | 0,029 53 | 0,032 84 | 0,031 82    | <b>0,027 36</b> |
| 0,8               | 0,028 82 | 0,032 06 | 0,031 06    | <b>0,026 71</b> |
| 1                 | 0,027 89 | 0,031 03 | 0,030 06    | <b>0,025 85</b> |
| 2                 | 0,023 45 | 0,026 08 | 0,025 24    | <b>0,021 73</b> |
| 4                 | 0,018 70 | 0,020 66 | 0,019 79    | <b>0,017 33</b> |
| 6                 | 0,016 47 | 0,018 06 | 0,017 08    | <b>0,015 28</b> |
| 8                 | 0,015 25 | 0,016 58 | 0,015 50    | <b>0,014 14</b> |
| 10                | 0,014 50 | 0,015 66 | 0,014 48    | <b>0,013 45</b> |
| 20                | 0,013 11 | 0,013 82 | 0,012 32    | <b>0,012 11</b> |
| 40                | 0,012 62 | 0,012 98 | 0,011 28    | <b>0,011 54</b> |
| 60                | 0,012 42 | 0,012 61 | 0,010 86    | <b>0,011 23</b> |

### A.3 Depth-dose distribution for electron beam irradiation

Recently, many calculation codes have become available to estimate energy deposition of electrons in materials as a function of depth. The examples include free or commercial software such as ED MULTI, EGS 5 (Electron gamma shower, version 5), PENELOPE (penetration and energy loss of positron and electron) etc. By using these codes, depth-dose distribution curves such as those shown in Figures A.4 to Figure A.6 would be obtained. Comparisons between simulation and experimental results (with stack of thin film, as indicated Figures A.7 and Figure A.8) show reasonably sufficient agreement. These codes would be useful to design irradiation conditions.

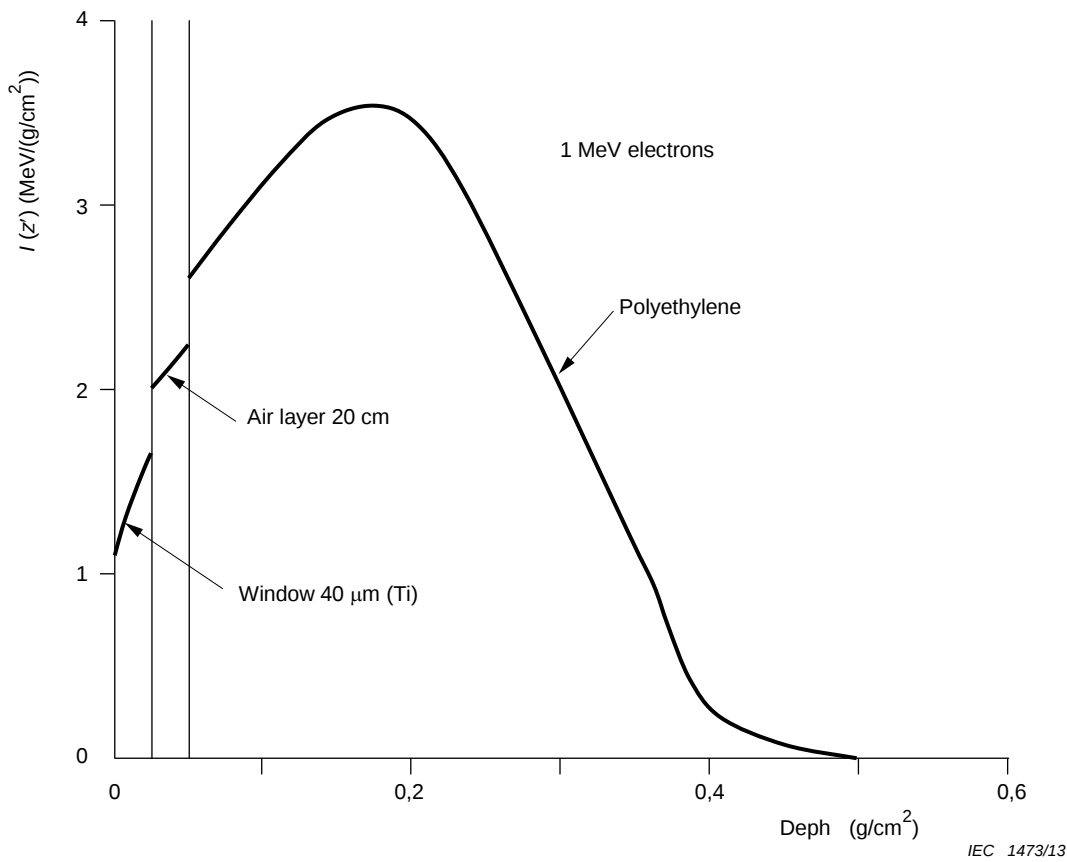
NOTE 1 ED MULTI and PENELOPE are OECD (Organisation for Economic Cooperation and Development)/NEA (Nuclear Energy Agency) codes, available through: <http://www.oecd-neo.org/dbprog/>.

NOTE 2 EGS 5 is a free software, see URL at <http://rcwww.kek.jp/research/egs/egs5.html>



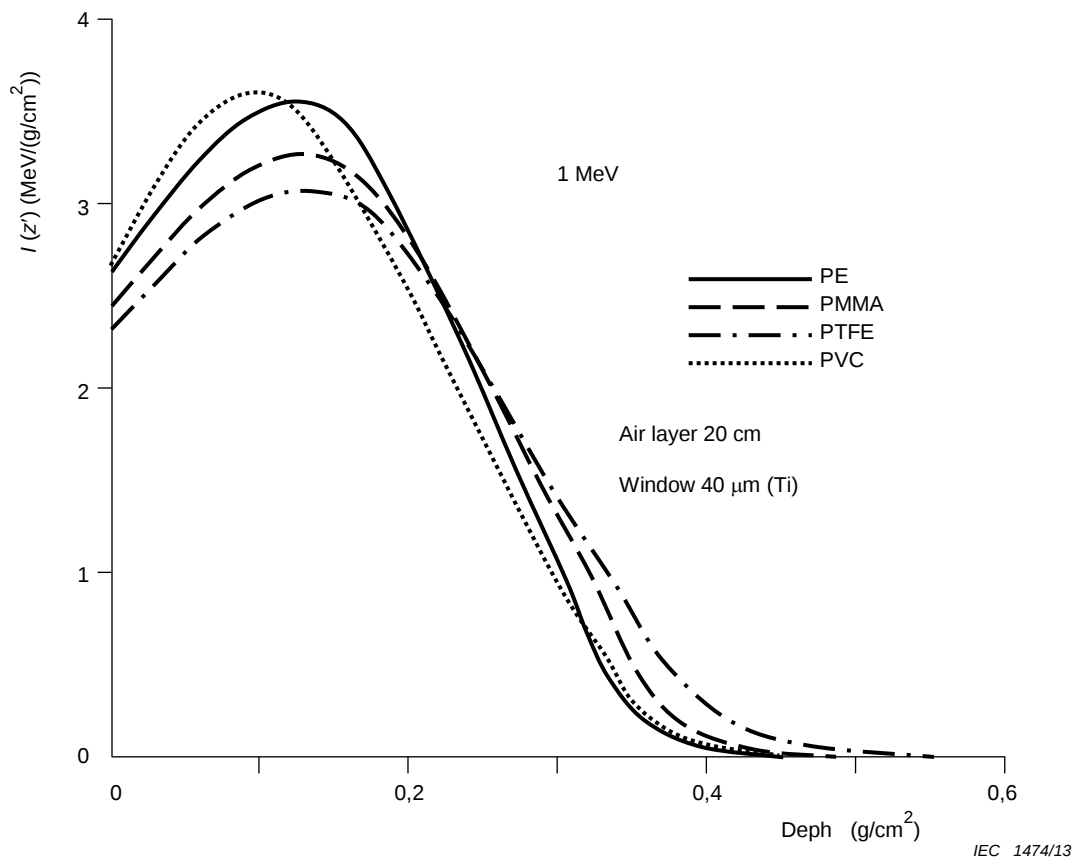
NOTE Acceleration voltage > 0,5 MV,  $R_U$  = useful range.

**Figure A.4 – Typical depth-dose distribution in a homogeneous material obtained with electron accelerators for radiation processing**



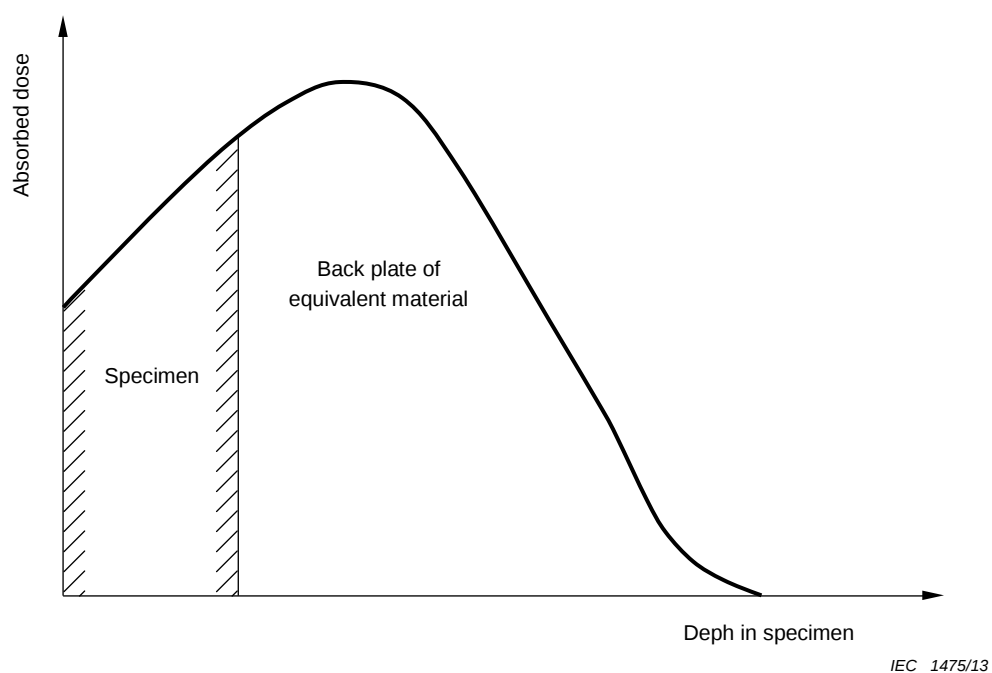
NOTE  $z'$ : total depth in three-layer absorber consisting of beam window, air gap, and polyethylene layer.

**Figure A.5 – Example of calculated results of energy deposition function,  $I(z')$ , for a slab layer of polyethylene exposed to 1 MeV electron**

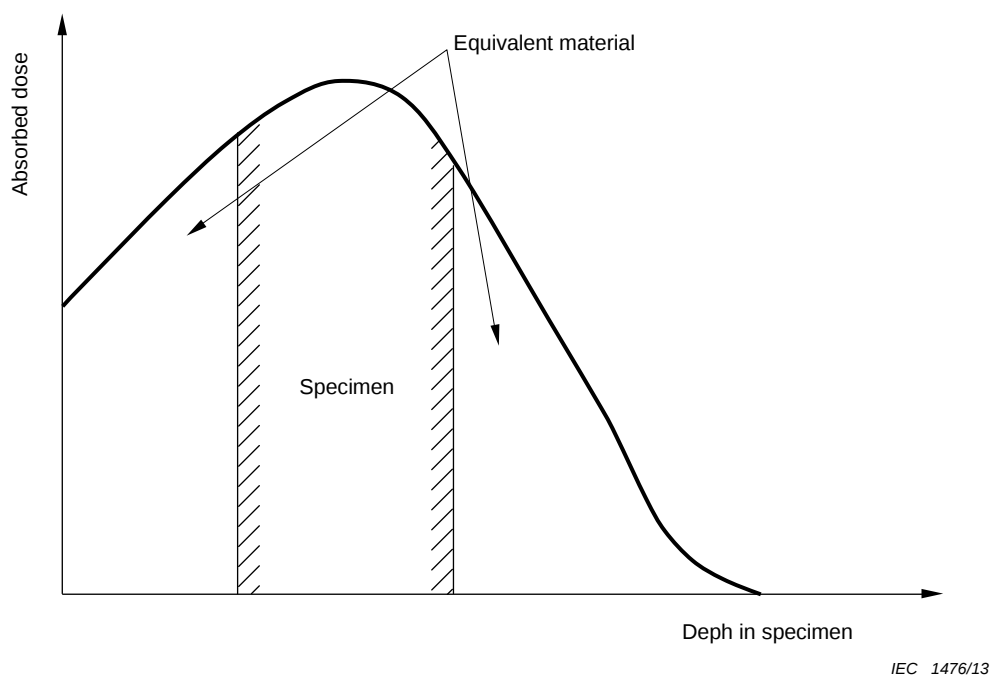


NOTE  $z'$ : total depth in three-layer absorber consisting of beam window, air gap and insulating material layer.

**Figure A.6 – Example of calculated results of energy deposition function,  $I(z')$ , for typical organic insulators exposed to 1 MeV electron**

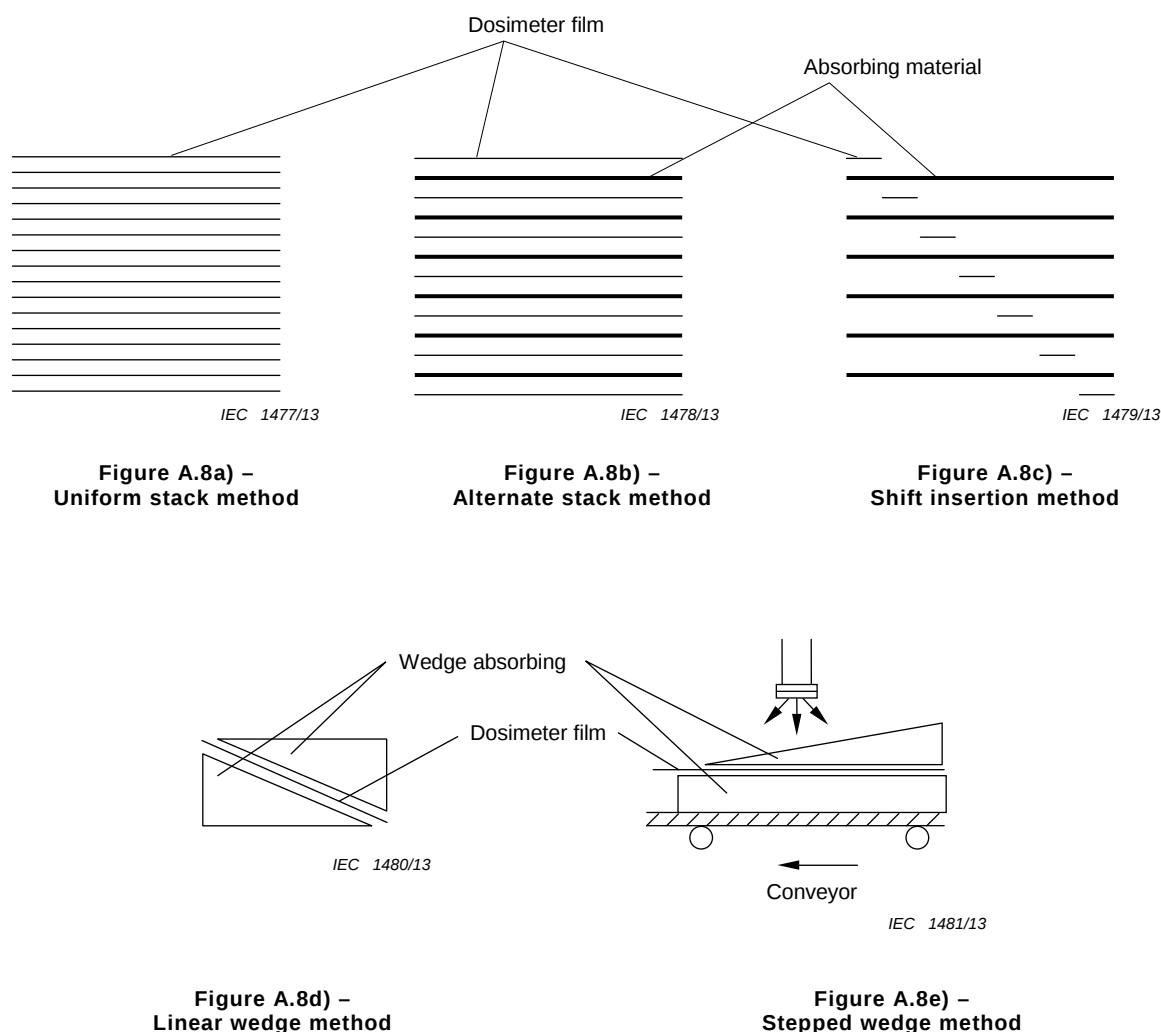


**Figure A.7a) – Specimen and a backplate of the equivalent material**



**Figure A.7b) – Specimen sandwiched between two plates of the equivalent material**

**Figure A.7 – Two methods of arranging the irradiation samples in order to take into account the typical depth-dose distributions**



**Figure A.8 – Methods of arranging the irradiation samples for measuring electron depth-dose distributions with a stack of slab insulating materials and wedge-shape insulating materials**

## A.4 Fundamental aspect of radiation chemistry

### A.4.1 Radiation and materials

The definition of radiation is, typically, electro-magnetic waves or corpuscular beams that can ionise material (in a typical case, air), that is, eject an electron.

Examples of radiation include

- alpha-ray (nucleus of helium He from radioisotope),
- beta-ray (electron from radio-isotope),
- gamma-ray (electro-magnetic wave resulting from transition between energy levels of a nucleus),
- X-ray (electro-magnetic wave resulting from transition between energy levels of an atom),
- neutron beam,
- electron beam (accelerated with a particle-accelerator),

- g) ion beam (such as proton, helium and other heavier nuclei accelerated with a particle-accelerator), etc.

Among them, from the viewpoint of current radiation resistance test, the most widely used radiations are gamma-rays and electron beams.

#### A.4.2 Interactions of radiation with materials

Interaction of radiation with materials depends on the energy of radiation; the interaction scheme varies from implantation (when the energy of incident electro-magnetic wave/particle is low), sputtering, excitation, ionization and nuclear reaction (when the energy of incident radiation is sufficiently high). In radiation chemical degradation, ionization and excitation are most fundamental events. In the case of Co-60 gamma ray irradiation, secondary electrons are ejected through the Compton effect, and these secondary electrons can interact with the material. In the case of electron beam irradiation, the incident electrons can interact with the material directly. High energy (incident and secondary) electrons interact directly or indirectly with electrons (of the irradiated material) through Coulomb interaction, and results in ionization and excitation. Ionized or excited species can form radicals (chemically reactive atoms or molecules having an unpaired electron) and the radicals induce subsequent reactions. The analysing technique is described in A.4.3. In the case of polymer, the final events are cross-linking (new bond formation between two polymer chains), scission (fragmentation into two or more smaller pieces), un-saturation (formation of double bond, other functional bonds, etc.) and graft-polymerization. With respect to radiation resistance test, cross-linking and scission are of primary interest. This scheme is illustrated in Figure A.9.



Figure A.9a) – Cross-linking

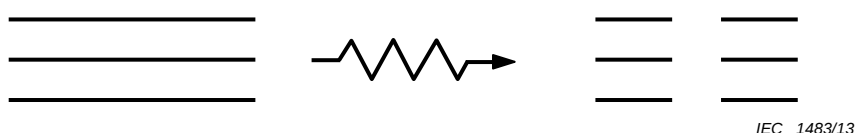


Figure A.9b) – Degradation

**Figure A.9 – Scheme of radiation effects of polymers**

NOTE Some concerns may exist on the effect of beta-rays relative to gamma rays, especially in the case of accidents. However, since the beta rays are electrons having energies in the range of keV – MeV, the effect can be sufficiently represented by electron beams.

#### A.4.3 Techniques to analyse intermediate short-lived species

##### A.4.3.1 ESR (electron spin resonance)

Polymers undergo radical formation upon irradiation. If radicals, having an un-paired electron, are placed in an electro-magnetic field, their energy levels split in two stages of higher and lower energy, known as the Zeeman effect. This splitting width is proportional to the magnetic field applied. If the sample is subjected to microwaves and the magnetic field is scanned, the resonant condition is satisfied as follows:

$$h \times \nu = g \times \beta \times H$$

where

$h$  is Planck's constant ( $6,6 \times 10^{-34}$  Js);

- $\nu$  is the frequency of microwave (in  $\text{s}^{-1}$ );  
 $g$  is the g-factor of the radical;  
 $\beta$  is Bohr's magneton ( $9,3 \times 10^{-24}$  J/T; Tesla);  
 $H$  is the magnetic field (in T), respectively.

At this resonant condition, the microwave is absorbed by radicals to transit from lower energy level towards a higher one. Depending on the structure of the radical, especially the presence and distance of H and/or C atoms having nuclear spin, fine and/or super-fine structure are often observed and can be indicative of specific chemical structure. Interpretation of the absorption spectra and assignments of radicals are sometimes not an easy task. Stability of radicals is evaluated through annealing at a fixed temperature as a function of storage time or at a fixed storage time with raising the temperature.

#### A.4.3.2 Laser flash photolysis and pulse radiolysis

Laser flash photolysis uses excimer laser (excited dimer laser, such as from Ar-F or Kr-F) that provides pulsed laser light and pulse radiolysis uses a linear electron accelerator (linac, typically in MeV) that generates a pulsed electron beam. Analysing light from Xe flash lamp, it generates pulsed light in the wide wavelength of 200 – 900 nm, but pulse width is much longer than that of subsequent pulsed laser light or electron; Xe light can be presumed as stable. When pulsed laser or electron beam are applied to the samples as a solution in a quartz glass cell, it causes ionization and excitation within a very short time, and subsequent diffusion and chemical reaction takes place. This technique focuses on a rather shorter time region than the ESR.

The intermediates absorb analysing light according to Lambert-Beer's law:  $\log_{10}(I_0/I)$  (defined as absorbance or optical density) =  $\epsilon C(t)l$

where

- $I_0$  is the intensity of the incident analysing light;  
 $I$  is the intensity of out-coming light through the cell;  
 $\epsilon$  is the molar absorption coefficient (in  $\text{l mol}^{-1}\text{cm}^{-1}$ ) unique to the chemicals and function of wavelength;  
 $l$  is the length of the glass cell (in cm).

By scanning the wavelength, the absorption band specific to intermediate species of interest can be found. Through observing the change of absorbance at the wavelength as a function of time, the change in concentration, and therefore life-time or reactivity, as well as the rate constant with other chemicals or additives, if any, can be evaluated. Time resolution, according to the state-of-the-art is in the order of femto ( $10^{-15}$ ) s or faster, from the moment of energy deposition from radiation to material.

## Bibliography

- [1] ICRU Report 33:1980, *Radiation quantities and units*
- [2] DOLE, M., *The radiation-chemistry of macromolecules*, Academic Press, Volume 1 (1972), Volume II, 1973
- [3] ISO 11137, *Sterilization of health care products – Radiation*
- [4] ISO/ASTM 51702, *Practice for dosimetry in gamma irradiation facilities for radiation processing*
- [5] ISO/ASTM 51649, *Practice for dosimetry in an electron beam facility for radiation processing at energies between 300 keV and 25 MeV*
- [6] ISO/ASTM 51818, *Practice for dosimetry in an electron beam facility for radiation processing at energies between 80 and 300 keV*
- [7] ISO/ASTM 51608, *Practice for dosimetry in an X-ray (Bremsstrahlung) facility for radiation processing*
- [8] ISO/ASTM 51607, *Practice for use of the alanine-EPR dosimetry system*
- [9] ISO/ASTM 51401, *Practice for use of a dichromate dosimetry system*
- [10] ISO/ASTM 51205, *Practice for use of a ceric-cerous sulfate dosimetry system*
- [11] ISO/ASTM 51538, *Practice for use of the ethanol-chlorobenzene dosimetry system*
- [12] ISO/ASTM 51631, *Practice for use of calorimetric dosimetry systems for electron beam dose measurements and dosimeter calibrations*
- [13] ISO/ASTM 51650, *Practice for use of a cellulose triacetate dosimetry system*
- [14] ISO/ASTM 51276, *Practice for use of a polymethylmethacrylate dosimetry system*
- [15] ISO/ASTM 51275, *Practice for use of a radiochromic film dosimetry system*
- [16] ISO/ASTM 51540, *Practice for use of a radiochromic liquid dosimetry system*
- [17] ISO/ASTM 51310, *Practice for use of a radiochromic optical waveguide dosimetry system*
- [18] ISO/ASTM 51956, *Practice for use of thermoluminescence dosimetry (TLD) systems for radiation processing*
- [19] ICRU 80:2008, *Dosimetry system for use in radiation processing*
- [20] DIN 6800, *Methods for dose measurements by radiological technique*, Beuth-Vertrieb GmbH (Berlin)
- [21] ATTIX, F.H. and ROESCH, W.C., *Radiation dosimetry*, Academic Press, Vol. I (1968), Vol. II (1966), Vol. III (1969)
- [22] ASTM E2628-09, *Standard practice for dosimetry for radiation processing*

- [23] ASTM E1026, *Standard practice for using the Fricke reference – Standard dosimetry system*
  - [24] ASTM E2304-03, *Standard practice for use of a LiF photo-fluorescent film dosimetry system*
  - [25] ISO 51707, *Guide for estimating uncertainties in dosimetry for radiation processing*
  - [26] JCGM 200, *International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)*
  - [27] ASTM E 2303-03, *Standard guide for absorbed-dose mapping in radiation processing facilities*
-



## SOMMAIRE

|                                                                                                                                                                                                        |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| AVANT-PROPOS .....                                                                                                                                                                                     | 36 |
| INTRODUCTION.....                                                                                                                                                                                      | 38 |
| 1 Domaine d'application .....                                                                                                                                                                          | 39 |
| 2 Références normatives .....                                                                                                                                                                          | 39 |
| 3 Termes et définitions .....                                                                                                                                                                          | 39 |
| 4 Modifications provoquées par le rayonnement et leur évaluation .....                                                                                                                                 | 41 |
| 4.1 Généralités.....                                                                                                                                                                                   | 41 |
| 4.2 Modifications permanentes .....                                                                                                                                                                    | 41 |
| 4.3 Conditions environnementales et géométrie du matériau .....                                                                                                                                        | 41 |
| 4.4 Effets post-irradiation .....                                                                                                                                                                      | 41 |
| 4.5 Effets temporaires .....                                                                                                                                                                           | 42 |
| 5 Installations d'irradiation des éprouvettes de matériau pour l'évaluation des propriétés .....                                                                                                       | 42 |
| 5.1 Généralités.....                                                                                                                                                                                   | 42 |
| 5.2 Sources de rayonnement gamma .....                                                                                                                                                                 | 43 |
| 5.3 Sources de faisceaux d'électrons .....                                                                                                                                                             | 43 |
| 5.4 Sources de rayonnement X (Bremsstrahlung) .....                                                                                                                                                    | 43 |
| 6 Méthodes de dosimétrie .....                                                                                                                                                                         | 43 |
| 6.1 Généralités.....                                                                                                                                                                                   | 43 |
| 6.2 Méthodes de dosimétrie absolues .....                                                                                                                                                              | 44 |
| 6.2.1 Rayonnements gamma .....                                                                                                                                                                         | 44 |
| 6.2.2 Faisceaux d'électrons .....                                                                                                                                                                      | 44 |
| 6.3 Systèmes de dosimétrie .....                                                                                                                                                                       | 44 |
| 6.3.1 Systèmes de dosimétrie étalons de référence .....                                                                                                                                                | 44 |
| 6.3.2 Systèmes de dosimétrie courants .....                                                                                                                                                            | 45 |
| 6.3.3 Incertitude de mesure .....                                                                                                                                                                      | 46 |
| 6.3.4 Etalonnage des dosimètres .....                                                                                                                                                                  | 47 |
| 6.3.5 Choix des dosimètres .....                                                                                                                                                                       | 47 |
| 7 Caractérisation des installations d'irradiation.....                                                                                                                                                 | 48 |
| 8 Cartographie dosimétrique des éprouvettes pour l'essai .....                                                                                                                                         | 48 |
| 8.1 Equilibre des particules chargées .....                                                                                                                                                            | 48 |
| 8.2 Distribution de dose en profondeur (limites) .....                                                                                                                                                 | 49 |
| 9 Surveillance de l'irradiation .....                                                                                                                                                                  | 49 |
| Annexe A (informative) Aspects chimiques du rayonnement en interaction et dosimétrie.....                                                                                                              | 50 |
| Bibliographie.....                                                                                                                                                                                     | 65 |
| Figure A.1 – Dose absorbée en fonction de l'épaisseur .....                                                                                                                                            | 52 |
| Figure A.2 – Epaisseur d'absorbant pour l'équilibre de particules chargées en fonction de l'énergie pour un matériau ayant une densité d'électrons de $3,3 \times 10^{23} \text{ cm}^{-3}$ (eau) ..... | 53 |
| Figure A.3 – Epaisseur d'eau ( $1 \text{ g/cm}^3$ ) en fonction de l'énergie des photons pour une atténuation donnée des rayons X ou $\gamma$ unidirectionnels .....                                   | 54 |
| Figure A.4 – Distribution type de dose en profondeur dans un matériau homogène obtenue avec des accélérateurs à électrons pour le traitement par rayonnement .....                                     | 58 |
| Figure A.5 – Exemple de résultats calculés de la fonction de dépôt d'énergie, $I(z')$ , pour une plaque de polyéthylène exposée à un faisceau d'électrons de 1 MeV .....                               | 58 |

|                                                                                                                                                                                                       |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure A.6 – Exemple de résultats calculés de la fonction de dépôt d'énergie, $I(z')$ , pour des isolants organiques types exposés à un faisceau d'électrons de 1 MeV.....                            | 59 |
| Figure A.7 – Deux façons de disposer les éprouvettes à irradier afin de tenir compte des distributions de dose en profondeur types .....                                                              | 60 |
| Figure A.8 – Différentes façons de disposer les éprouvettes à irradier pour mesurer les distributions de dose d'électrons en profondeur dans une pile d'isolants en forme de plaques et de coins..... | 61 |
| Figure A.9 – Schéma des effets du rayonnement sur les polymères.....                                                                                                                                  | 62 |
| Tableau 1 – Exemples de dosimètres étalons de référence.....                                                                                                                                          | 45 |
| Tableau 2 – Exemples de systèmes de dosimètre courants.....                                                                                                                                           | 46 |
| Tableau A.1 – Pouvoirs massiques d'arrêt par collision des électrons, $S/\rho$ (MeV cm <sup>2</sup> /g) .....                                                                                         | 56 |
| Tableau A.2 – Coefficients d'absorption massique d'énergie des photons, $\mu_{en}/\rho$ (cm <sup>2</sup> /g) .....                                                                                    | 57 |

# COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

## MATÉRIAUX ISOLANTS ÉLECTRIQUES – DÉTERMINATION DES EFFETS DES RAYONNEMENTS IONISANTS –

### Partie 1: Interaction des rayonnements et dosimétrie

#### 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. Toute divergence entre toute Publication de la CEI et la publication nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 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 60544-1 a été établie par le comité d'études 112 de la CEI: Évaluation et qualification des systèmes et matériaux d'isolement électrique.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition, publiée en 1994, dont elle constitue une révision technique.

Cette édition inclut les changements techniques majeurs suivants par rapport à l'édition précédente:

- a) des avancées récentes au niveau des méthodes de simulation de l'interaction des rayonnements avec des types de matière différents permettent de prédire le profil de dépôt d'énergie dans la matière et de concevoir la procédure d'irradiation;
- b) de nombreux nouveaux systèmes de dosimétrie sont actuellement disponibles.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

| FDIS         | Rapport de vote |
|--------------|-----------------|
| 112/254/FDIS | 112/262/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.

Une liste de toutes les parties de la série CEI 60544, publiées sous le titre général *Matériaux isolants électriques – Détermination des effets des rayonnements ionisants*, 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 définition de critères appropriés pour l'évaluation de la tenue aux rayonnements des matériaux isolants est très complexe, car de tels critères dépendent des conditions d'utilisation de ces matériaux. Par exemple, si un câble isolé est plié pendant le rechargement en combustible d'un réacteur, sa durée de vie est la période durant laquelle il reçoit une dose de rayonnement suffisante pour réduire à une valeur spécifiée une ou plusieurs des propriétés mécaniques correspondantes. La température de fonctionnement, la composition de l'atmosphère environnante et le temps pendant lequel la dose totale est reçue (débit de dose ou flux) sont des facteurs importants qui déterminent également la vitesse et les mécanismes des transformations chimiques. Pour certaines applications, les modifications temporaires peuvent constituer le facteur limitatif.

De ce fait, il s'avère nécessaire de définir les champs de rayonnement auxquels les matériaux sont exposés et la dose de rayonnement qu'ils sont susceptibles d'absorber. Il est également nécessaire d'établir les méthodes d'essai des propriétés mécaniques et électriques des matériaux qui permettront de définir les détériorations dues au rayonnement et de relier ces propriétés aux exigences d'application afin de mettre sur pied un système de classification approprié.

# MATÉRIAUX ISOLANTS ÉLECTRIQUES – DÉTERMINATION DES EFFETS DES RAYONNEMENTS IONISANTS –

## Partie 1: Interaction des rayonnements et dosimétrie

### 1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 60544 traite de manière générale des aspects à envisager lors de l'évaluation des effets des rayonnements ionisants sur tous les types de matériaux isolants organiques. Elle fournit également pour les rayons X, les rayons  $\gamma$  et les électrons, un guide

- de terminologie en dosimétrie,
- des méthodes de mesure des doses,
- des essais réalisés au niveau des dispositifs d'irradiation,
- relatif à l'évaluation et aux essais des caractéristiques et propriétés des matériaux,
- de documentation du phénomène d'irradiation.

La dosimétrie susceptible d'être réalisée au niveau des emplacements d'utilisation du matériau n'est pas décrite dans la présente norme.

### 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 60544-2, *Matériaux isolants électriques – Détermination des effets des rayonnements ionisants sur les matériaux isolants – Partie 2: Méthodes d'irradiation et d'essai*

CEI 60544-4, *Matériaux isolants électriques – Détermination des effets des rayonnements ionisants sur les matériaux isolants – Partie 4: Système de classification pour l'utilisation dans un environnement sous rayonnement*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions du rapport 33 de l'ICRU [1]<sup>1</sup>, ainsi que les définitions suivantes s'appliquent.

#### 3.1 exposition

X

mesure d'un champ de rayonnement électromagnétique (rayonnement X ou  $\gamma$ ) auquel un matériau est exposé

Note 1 à l'article: L'exposition est le quotient de  $dQ$  par  $dm$ , où  $dQ$  est la valeur absolue de la charge totale des ions de même signe produits dans l'air lorsque tous les électrons (négatifs et positrons) libérés par les photons dans un élément de volume d'air de masse  $dm$  sont complètement arrêtés dans l'air:

<sup>1</sup> Les références entre crochets se réfèrent à la Bibliographie.

$$X = \frac{dQ}{dm} \quad (1)$$

L'unité SI d'exposition est le coulomb (C) par kilogramme: C/kg. L'ancienne unité est le roentgen R: 1 R = 2,58 × 10<sup>-4</sup> C/kg.

L'exposition décrit donc l'effet d'un champ électromagnétique sur la matière en termes de l'ionisation que le rayonnement produit dans un matériau de référence normalisé, l'air.

### 3.2

#### fluence de charge électronique

$Q'$

quotient obtenu en divisant  $dQ$  par  $dA$ , dont  $dQ$  est la charge des électrons qui frappent pendant l'intervalle de temps  $t$  sur la surface  $dA$ :

$$Q' = \frac{dQ}{dA} \quad (2)$$

### 3.3

#### densité de courant électronique

$j$

quotient obtenu en divisant  $dQ'$  par  $dt$ , dont  $dQ'$  est la fluence de la charge électronique pendant l'intervalle de temps  $dt$ :

$$j = \frac{dQ'}{dt} = \frac{d^2 Q}{dA dt} \quad (3)$$

### 3.4

#### dose absorbée

$D$

mesure de l'énergie communiquée au matériau irradié, quelle que soit la nature du champ de rayonnement

Note 1 à l'article: La dose absorbée  $D$  est égale au quotient de  $d\bar{\varepsilon}$  par  $dm$  où  $d\bar{\varepsilon}$  est l'énergie moyenne communiquée par le rayonnement ionisant à une masse de matière  $dm$ :

$$D = \frac{d\bar{\varepsilon}}{dm} \quad (4)$$

L'unité SI est le gray (Gy). L'ancienne unité est le rad:

$$1 \text{ Gy} = 1 \text{ J} \times \text{kg}^{-1} (= 10^2 \text{ rad}).$$

Etant donné que cette définition ne spécifie pas le matériau absorbant, le gray peut être utilisé seulement pour un matériau spécifique. La dose absorbée est déterminée en partie par la composition du matériau irradié. Par conséquent, lorsque différents matériaux sont exposés à un même champ de rayonnement, ils reçoivent habituellement des doses absorbées différentes.

Note 2 à l'article: Pour les besoins de la dosimétrie, il s'est avéré pratique de spécifier la dose en termes de dose dans l'eau. La dose par rapport à d'autres matériaux peut être obtenue en appliquant la théorie de la cavité.

### 3.5

#### débit de dose absorbée

$\dot{D}$

quotient obtenu en divisant  $dD$  par  $dt$ , dont  $dD$  est l'accroissement de la dose absorbée pendant l'intervalle de temps  $dt$ :

$$\dot{D} = \frac{dD}{dt} \quad (5)$$

L'unité SI de débit de dose absorbée est le gray par seconde:

$$1 \text{ Gy} \times \text{s}^{-1} = 1 \text{ W} \times \text{kg}^{-1} (= 10^2 \text{ rad} \times \text{s}^{-1} = 0,36 \text{ Mrad} \times \text{h}^{-1})$$

## 4 Modifications provoquées par le rayonnement et leur évaluation

### 4.1 Généralités

Bien que les différents types de rayonnement et la matière interagissent de différentes façons, le phénomène essentiel consiste dans la production d'ions et d'états d'excitation électrique des molécules qui, à leur tour, peuvent entraîner la formation de radicaux libres. Les techniques permettant la détection des ions, des états d'excitation et des radicaux (espèces intermédiaires à vie courte) sont décrites brièvement dans l'Article A.4. Il y a aussi production, par le rayonnement, d'électrons mobiles qui sont piégés sur des sites de faible énergie potentielle. Le premier phénomène entraîne des modifications chimiques, mécaniques et électriques permanentes du matériau; le second se traduit par des modifications temporaires des propriétés électriques [2].

### 4.2 Modifications permanentes

Dans les matériaux polymériques, la formation de radicaux libres pendant l'irradiation entraîne des phénomènes de scission et de réticulation qui modifient la structure chimique de l'isolant, conduisant généralement à une détérioration des propriétés mécaniques. Cette détérioration des propriétés mécaniques donne souvent lieu à des modifications importantes des propriétés électriques. Cependant, il arrive parfois que des modifications considérables des propriétés électriques surviennent avant que la dégradation mécanique ne devienne importante. Par exemple, une modification du facteur de dissipation ou de la permittivité peut nuire au bon fonctionnement d'un circuit résonant. L'intensité des phénomènes de scission et de réticulation dépend de la dose absorbée, du débit de dose absorbée, de la géométrie du matériau et des conditions environnementales pendant l'irradiation. Etant donné que les radicaux libres décroissent parfois lentement, il peut aussi y avoir des effets post-irradiation.

### 4.3 Conditions environnementales et géométrie du matériau

Les conditions environnementales et la géométrie de l'éprouvette doivent être bien contrôlées et documentées durant la mesure des effets des rayonnements. Les principaux paramètres environnementaux sont notamment la température, le milieu réactif, et les contraintes mécaniques et électriques durant l'irradiation. En présence d'air, la durée d'irradiation (flux et débit de dose) constitue aussi un paramètre expérimental très important à cause des effets de diffusion de l'oxygène et des constantes de vitesse de décomposition de l'hydroperoxyde. Ces deux facteurs varient en fonction du temps. Les facteurs qui influent sur la diffusion et sur les concentrations d'équilibre de l'oxygène dans le polymère doivent être contrôlés. Ces facteurs sont: la température, la pression de l'oxygène, la géométrie du matériau et la durée d'irradiation.

Si l'effet de contraintes simultanées, par exemple une irradiation à haute température, est simulé par une application séquentielle des contraintes, on peut s'attendre à d'autres résultats. En outre, les résultats peuvent être différents si l'éprouvette est d'abord irradiée puis soumise à un vieillissement thermique ou vice versa.

### 4.4 Effets post-irradiation

Dans les polymères organiques, il peut se produire des effets post-irradiation imputables à la décroissance progressive de divers réactifs, tels que les radicaux libres résiduels. Lors de chaque évaluation, on doit tenir compte de ce type de comportement. Les essais doivent être effectués à des intervalles déterminés après l'irradiation, en maintenant l'éprouvette dans une

atmosphère normalisée de laboratoire. La réaction de l'oxygène avec les radicaux libres résiduels peut causer une dégradation supplémentaire.

## 4.5 Effets temporaires

**4.5.1** La conduite de mesures pendant l'irradiation est hors du domaine d'application de la présente partie de la CEI 60544. Malgré cela, certains aspects fondamentaux seront brièvement examinés. Les effets temporaires consistent avant tout en modifications des propriétés électriques telles que la conductivité induite, à la fois pendant l'irradiation et pendant un certain temps après l'irradiation. Par conséquent, la mesure de la conductivité induite pourrait être utilisée comme critère pour déterminer les effets temporaires du rayonnement. Ces effets sont avant tout fonction du débit de dose.

**4.5.2** L'expérience a montré que la conductivité induite n'était généralement pas tout à fait proportionnelle au débit de dose absorbée  $\dot{D}$ , mais qu'elle variait comme  $\dot{D}^\alpha$ , où  $\alpha$  est inférieur à l'unité. Par conséquent, la sensibilité au rayonnement est définie par la relation:

$$\sigma_i = k \dot{D}^\alpha \quad (6)$$

Pour déterminer  $k$  et  $\alpha$ , au moins deux mesures sont nécessaires. Une autre difficulté provient du fait que  $k$  et  $\alpha$  dépendent également de la dose intégrée absorbée par l'éprouvette.

La mesure de la conductivité induite est en fait très délicate car les photoélectrons et les électrons Compton dans les matériaux constituant l'électrode ont tendance à perturber le courant induit dans l'éprouvette elle-même. Les courants ioniques dans l'atmosphère ionisée introduisent également des erreurs de mesure s'ils ne sont pas éliminés. On doit définir des méthodes de laboratoire qui éliminent la plupart des effets perturbateurs tout en restant relativement simples.

NOTE Il est commode d'utiliser une grandeur simple, telle que la conductivité induite  $\sigma_i$  ou  $\sigma_i/\sigma_0$ , son rapport à la conductivité d'obscurité  $\sigma_0$  mesurée dans les mêmes conditions expérimentales, par unité de débit de dose, pour caractériser la sensibilité des matériaux aux effets temporaires.

## 5 Installations d'irradiation des éprouvettes de matériau pour l'évaluation des propriétés

### 5.1 Généralités

L'irradiation des éprouvettes de matériau pour l'évaluation des propriétés doit être réalisée dans des installations d'irradiation ayant fait l'objet d'une qualification d'installation, d'une qualification opérationnelle et d'une qualification des performances, voir par exemple l'ISO 11137 [3].

Trois principaux types de sources de rayonnement sont utilisés:

- les rayonnements gamma provenant de radionucléides tels que  $^{60}\text{Co}$  (1,25 MeV) et  $^{137}\text{Cs}$  (0,66 MeV);
- les électrons émis par des accélérateurs;
- les rayons X produits par des électrons accélérés.

La conception et les propriétés d'une installation d'irradiation ont des conséquences sur la distribution de dose absorbée dans les éprouvettes et la plage de doses absorbées réalisable. Les points importants à prendre en considération lors de la conception d'une installation d'irradiation sont l'uniformité de la distribution de dose absorbée dans le produit donné, et l'utilisation efficace de l'énergie de rayonnement.

## 5.2 Sources de rayonnement gamma

Les installations de rayonnement gamma de grande capacité utilisent généralement  $^{60}\text{Co}$  comme source de rayonnement. Ces sources prennent souvent la forme de capsules de source individuelles disposées suivant une rangée afin d'optimiser le volume disponible pour les irradiations. Les débits de dose disponibles dépendront de la distance qui sépare les sources des éprouvettes. Généralement, les débits de dose situés dans la plage comprise entre 10 kGy/h (2,78 Gy/s) et 1 Gy/h (0,278 mGy/s) sont possibles. Cet intervalle couvre la plage de débits de dose présentant un intérêt particulier pour les essais de dégradation des matériaux.

## 5.3 Sources de faisceaux d'électrons

Les sources de faisceaux d'électrons utilisent des accélérateurs qui génèrent un faisceau d'électrons dans la plage d'énergies de 300 KeV – 10 MeV. Aujourd'hui, il existe différents types de procédures d'accélération: par exemple, on peut citer le type électrostatique et le type haute fréquence (radiofréquence). Pour les essais de tenue aux rayonnements, le type électrostatique de (0,5 – 3) MeV est couramment utilisé. Dans un système d'accélération électrostatique, des thermo-électrons sont émis par une cathode et les électrons émis sont accélérés en appliquant une tension élevée entre les électrodes. Les faisceaux d'électrons sont balayés électro-magnétiquement dans un cornet de balayage et éjectés par la fenêtre (généralement constituée d'une fine feuille de titane). Le fonctionnement des accélérateurs d'électrons est simple et sûr, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de rayonnement si l'appareil est arrêté, par comparaison avec une installation d'irradiation gamma  $^{60}\text{Co}$ .

En fonction de la tension (énergie), du courant de faisceau, de la largeur de balayage, de la distance entre la fenêtre et les éprouvettes, de l'irradiation statique ou avec un transporteur, le débit de dose peut varier, mais, généralement, il est de l'ordre du kGy/s, ce qui est largement supérieur au niveau obtenu avec une source de rayonnement gamma. La pénétration du faisceau d'électrons dans les éprouvettes doit être prise en compte (voir Article A.3).

## 5.4 Sources de rayonnement X (Bremsstrahlung)

Des rayons X (ou Bremsstrahlung) sont créés lorsque des électrons accélérés sont ralentis dans un matériau absorbant. La part d'énergie cinétique des électrons convertie en rayonnement X (rendement de conversion) est supérieure pour les absorbants possédant un numéro atomique plus élevé, ce qui explique que des matériaux tels que le tungstène soient utilisés comme convertisseurs de rayons X. Le rendement de conversion augmente aussi avec l'accroissement de l'énergie des électrons. A 5 MeV, il est d'environ 5 % dans le tungstène, augmentant pour atteindre approximativement 12,5 % à 10 MeV, et le faible rendement de conversion à ce niveau d'énergie a limité l'utilisation de ce type de sources de rayonnement. L'apparition des accélérateurs d'électrons à haute puissance dans la plage comprise entre 5 MeV et 10 MeV a ravivé l'intérêt concernant l'utilisation des rayons X pour l'irradiation des produits.

Contrairement aux sources de radionucléides, qui émettent des photons presque mono-énergétiques, les sources de rayonnement X émettent un large spectre de photons, depuis l'énergie maximale des électrons jusqu'à l'énergie nulle. Par exemple, un faisceau de rayons X généré par des électrons à 5 MeV possède approximativement les mêmes caractéristiques de pénétration que le rayonnement de  $^{60}\text{Co}$ . D'autres caractéristiques du faisceau de rayons X, telles que le balayage et l'impulsion du faisceau, sont dérivées des caractéristiques du faisceau d'électrons ayant généré les rayons X.

# 6 Méthodes de dosimétrie

## 6.1 Généralités

Il est nécessaire de veiller à appliquer la dose absorbée correcte durant l'irradiation. Cette dose doit être mesurée, et des systèmes de mesure ont été mis au point à cette fin. Le

développement de ces systèmes repose en grande partie sur les premiers développements de systèmes de dosimétrie destinés à la radioprotection des personnels et aux traitements médicaux. Cependant, les doses utilisées dans le cadre des essais de matériaux sont généralement supérieures, variant de quelques kGy à 100 kGy ou plus, et de nouveaux systèmes de dosimétrie ont été mis au point pour la mesure de ces doses. Une dose doit être mesurée en assurant la traçabilité aux normes nationales, et en connaissant l'incertitude, y compris l'effet des paramètres d'influence.

Des méthodes absolues de dosimétrie sont appliquées en tant qu'étalons nationaux par un certain nombre de laboratoires nationaux. Ces dosimètres permettent une mesure de dose au moyen de mesures physiques qui ne dépendent pas de l'étalonnage du dosimètre dans un champ de rayonnement connu. D'autres dosimètres sont étalonnés à l'aide de ces dosimètres étalons nationaux, permettant ainsi d'assurer une traçabilité de mesure aux dosimètres étalons nationaux.

Un certain nombre de systèmes de dosimètre sont utilisés dans les installations d'irradiation et les laboratoires de mesure de distribution de dose pour la caractérisation de l'installation et pour les produits et éprouvettes à irradier. Ces dosimètres sont également utilisés pour surveiller le processus d'irradiation. Le choix d'un système de dosimétrie dépend du mesurage à effectuer et des propriétés du dosimètre. Les méthodes de dosimétrie et les systèmes de dosimètre sont décrits dans plusieurs normes et guides ISO/ASTM [4 – 18]. Des informations supplémentaires concernant plusieurs de ces systèmes de dosimétrie figurent dans l'ICRU 80 [19].

## **6.2 Méthodes de dosimétrie absolues**

### **6.2.1 Rayonnements gamma**

Les chambres d'ionisation à l'air libre sont utilisées pour mesurer une exposition  $X$  inférieure ou égale à 3 MeV, c'est-à-dire qu'elles sont conçues pour mesurer la charge  $dQ$  produite dans l'air et la masse  $dm$  d'air où les électrons ionisants sont libérés. Les chambres d'ionisation peuvent être utilisées si le débit de dose n'est pas trop élevé [20].

Les calorimètres fonctionnent en absorbant l'énergie du champ de rayonnement dans lequel ils sont disposés; ils retiennent cette énergie jusqu'à ce qu'elle soit transformée en énergie thermique et on évalue cette quantité d'énergie en mesurant le réchauffement de l'absorbant calorimétrique [21].

### **6.2.2 Faisceaux d'électrons**

Outre les méthodes calorimétriques, on utilise la mesure de densité de courant électronique pour mesurer la charge électronique ou le courant par unité de surface des champs de rayonnement des accélérateurs à électrons. Cette méthode n'est pas une méthode dosimétrique, mais elle permet d'étalonner la dose absorbée, si l'énergie moyenne des électrons communiquée à l'absorbant de charges du densitomètre et la distribution relative de la dose en profondeur dans le même matériau absorbant sont connues.

## **6.3 Systèmes de dosimétrie**

### **6.3.1 Systèmes de dosimétrie étalons de référence**

Les systèmes étalons de dosimétrie de référence sont utilisés en tant que normes pour l'étalonnage des systèmes de dosimétrie employés pour les mesures courantes. L'incertitude du système étalon de dosimétrie de référence affectera l'incertitude du système étalonné; par conséquent, il est important que le système étalon de dosimétrie de référence présente une qualité métrologique élevée. Dans ce contexte, le concept de qualité métrologique élevée implique l'existence d'un système présentant une faible incertitude et assurant une traçabilité aux étalons nationaux ou internationaux appropriés. Il implique également que la réponse du dosimètre étalon de référence ne soit pas influencée de manière significative par l'environnement.

L'incertitude étendue réalisable en effectuant les mesures à l'aide d'un système de dosimétrie étalon de référence est généralement de l'ordre de  $\pm 3 \%$  ( $k = 2$ , ce qui correspond approximativement à un niveau de confiance de 95 % pour des données normalement distribuées). Dans certaines applications spécifiques, par exemple l'utilisation d'électrons d'énergie inférieure à 1 MeV, les limites pratiques des techniques peuvent engendrer une plus grande incertitude des systèmes de dosimétrie étalons de référence.

Des exemples de systèmes de dosimétrie étalons de référence sont donnés dans le Tableau 1.

NOTE La norme ASTM E 2628-09 "Pratique standard pour dosimétrie au traitement par irradiation" [22] fournit des indications utiles concernant le Tableau 1 et le Tableau 2.

**Tableau 1 – Exemples de dosimètres étalons de référence**

| Dosimètre                                                                                                    | Description                                                                                                                | Référence              | Plage de doses Gy                 | Plage de débits de dose Gy/s                                                      | Paramètres d'influence  |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|
| Solution de Fricke                                                                                           | Solution liquide d'ions ferreux et ferriques dans l'acide sulfurique (0,4M). Mesure par spectrophotométrie                 | ASTM E1026<br>[23]     | 20 à $4 \times 10^2$              | $< 10^6$                                                                          | Température             |
| Alanine/EPR (Résonance Paramagnétique Electronique)                                                          | Granule ou film contenant de l'alanine. Mesure par spectroscopie RPE du radical radio-induit                               | ISO/ASTM 51607<br>[8]  | 1 à $10^5$                        | $< 10^8$                                                                          | Température<br>Humidité |
| Dichromate                                                                                                   | Solution liquide d'ions chrome dans l'acide perchlorique (0,1M). Mesure par spectrophotométrie.                            | ISO/ASTM 51401<br>[9]  | $2 \times 10^3$ à $5 \times 10^4$ | Pulsée:<br>$< 600$ Gy/impulsion (12,5 pps)<br>Continue:<br>$< 7,5 \times 10^{-3}$ | Température             |
| Sulfate cérique-céreux                                                                                       | Solution liquide d'ions cériques et céreux dans l'acide sulfurique (0,4M). Mesure par spectrophotométrie ou potentiométrie | ISO/ASTM 51205<br>[10] | $5 \times 10^2$ à $10^5$          | $< 10^6$                                                                          | Température             |
| Ethanol chlorobenzène (Classification dépendant de la composition de la solution et de la méthode de mesure) | Solutions liquides de compositions diverses contenant du chlorobenzène dans l'éthanol. Mesure par titrage                  | ISO/ASTM 51538<br>[11] | 10 à $2 \times 10^6$              | $< 10^6$                                                                          | Température             |

### 6.3.2 Systèmes de dosimétrie courants

La classification d'un système de dosimétrie en tant que système courant est établie en fonction de son application, c'est-à-dire des mesures de doses absorbées courantes, incluant la cartographie dosimétrique et la surveillance du processus. Un système de dosimétrie courant comprend des dosimètres et les équipements de mesure associés ainsi que la documentation sur le système qualité nécessaire pour garantir la traçabilité aux étalons nationaux et internationaux appropriés. La réponse des dosimètres courants est souvent influencée par l'environnement de manière complexe.

L'incertitude étendue réalisable avec les mesures effectuées à l'aide d'un système de dosimétrie courant est généralement de l'ordre de  $\pm 6 \%$  ( $k = 2$ ).

Des exemples de systèmes de dosimétrie courants sont donnés dans le Tableau 2. Les dosimètres du Tableau 1 peuvent également être utilisés en tant que systèmes courants.

**Tableau 2 – Exemples de systèmes de dosimètre courants**

| Dosimètre                                                                                                       | Description                                                                                                                           | Référence              | Plage de doses<br>Gy                 | Plage de débits de dose<br>Gy/s         | Paramètres d'influence                      |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|--------------------------------------|-----------------------------------------|---------------------------------------------|
| Calorimètre                                                                                                     | Ensemble constitué d'un corps calorimétrique (absorbant), d'une isolation thermique, et d'un capteur de température avec câblage      | ISO/ASTM 51631<br>[12] | $10^2$ à $10^5$                      | $> \sim 10$                             | Température                                 |
| Triacétate de cellulose                                                                                         | Film au triacétate de cellulose (CTA) non coloré. Mesure par spectrophotométrie                                                       | ISO/ASTM 51650<br>[13] | $5 \times 10^3$ à $10^6$             | $3 \times 10^{-2}$ à $3 \times 10^{-7}$ | Température<br>Humidité                     |
| Ethanol chlorobenzène<br>(Classification dépendant de la composition de la solution et de la méthode de mesure) | Solutions liquides de compositions diverses contenant du chlorobenzène dans l'éthanol. Mesure par spectrophotométrie ou oscillométrie | ISO/ASTM 51538<br>[11] | 10 à $2 \times 10^6$                 | $< 10^6$                                | Température                                 |
| LiF photo-fluorescent                                                                                           | Film photofluorescent à base de fluorure de lithium. Mesure par luminescence photostimulée                                            | ASTM E2304<br>[24]     | $5 \times 10^{-2}$ à $3 \times 10^2$ | 0,3 à $2 \times 10^4$                   | Température<br>Humidité<br>Lumière ambiante |
| PMMA (polyméthacrylate de méthyle)                                                                              | Matériaux PMMA spécialement mis au point. Mesure par spectrophotométrie                                                               | ISO/ASTM 51276<br>[14] | $10^2$ à $10^5$                      | $10^{-2}$ à $10^7$                      | Température<br>Humidité<br>Lumière ambiante |
| Film radiochromique                                                                                             | Film spécialement conçu, contenant des précurseurs de colorant. Mesure par spectrophotométrie                                         | ISO/ASTM 51275<br>[15] | $10^0$ à $10^5$                      | $< 10^{13}$                             | Température<br>Humidité<br>Lumière ambiante |
| Liquide radiochromique                                                                                          | Solution spécialement préparée, contenant des précurseurs de colorant. Mesure par spectrophotométrie                                  | ISO/ASTM 51540<br>[16] | $5 \times 10^{-1}$ à $4 \times 10^4$ | $< 10^{-2}$ à $10^{11}$                 | Température<br>Lumière ambiante             |
| Guide d'ondes optique                                                                                           | Guide d'ondes optique spécialement préparé, contenant des précurseurs de colorant. Mesure par spectrophotométrie                      | ISO/ASTM 51310<br>[17] | $10^0$ à $10^4$                      | $10^{-3}$ à $10^3$                      | Température<br>Lumière ambiante             |
| TLD (DéTECTEUR thermoluminescent)                                                                               | Un phosphore, seul, ou incorporé dans un matériau. Mesure par thermoluminescence                                                      | ISO/ASTM 51956<br>[18] | $10^{-4}$ à $10^3$                   | $10^{-2}$ à $10^{10}$                   | Température<br>Humidité<br>Lumière ambiante |

### 6.3.3 Incertitude de mesure

Pour être significative, une mesure de dose absorbée doit être accompagnée d'une estimation de l'incertitude. Il convient d'identifier les composantes de l'incertitude en fonction de leur appartenance à l'une des deux catégories suivantes:

Type A — celles évaluées par des méthodes statistiques, ou

Type B — celles évaluées par d'autres moyens.

Il convient de réaliser les estimations de l'incertitude étendue d'une dose absorbée en utilisant un facteur de couverture  $k = 2$ .

NOTE L'identification des incertitudes de Type A et de Type B repose sur la méthodologie publiée en 1995 par l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO) dans le Guide pour l'Expression de l'Incertainitude de Mesure [25]. L'utilisation de ce type de caractérisation vise à favoriser la compréhension du processus d'établissement des déclarations d'incertitude et à fournir une base pour la comparaison des résultats de mesure sur le plan international.

#### 6.3.4 Etalonnage des dosimètres

La réponse radio-induite des dosimètres dépend dans une mesure plus ou moins grande de l'environnement dans lequel ils sont irradiés. Par exemple, la température, l'humidité et le débit de dose peuvent affecter la réponse, et il est donc nécessaire d'étalonner les dosimètres en appliquant des conditions aussi proches que possible des conditions d'utilisation des dosimètres.

Par conséquent, il convient de procéder à l'étalonnage des dosimètres à l'aide d'une des deux méthodes suivantes:

- a) Irradiation des dosimètres dans l'installation d'irradiation où les dosimètres seront utilisés ("sur site") et dosimètres étalons de transfert produits et analysés par un laboratoire national d'étalonnage ou un laboratoire d'étalonnage de dosimétrie accrédité.
- b) Irradiations des dosimètres dans un laboratoire national d'étalonnage ou un laboratoire d'étalonnage de dosimétrie accrédité. Les irradiations d'étalonnage réalisées de cette manière produiront une courbe d'étalonnage générée suivant une seule série de paramètres d'influence. L'utilisateur du dosimètre doit donc évaluer l'effet des valeurs des paramètres d'influence, ce qui s'effectue de la manière la plus simple par une irradiation de vérification "sur site" à des doses sélectionnées.

La traçabilité de mesure est définie dans le Vocabulaire international de métrologie [26] comme suit:

"propriété d'un résultat de mesure selon laquelle ce résultat peut être relié à des normes appropriées, généralement des normes internationales ou nationales, par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue de comparaisons."

L'étalonnage constitue une étape importante pour l'obtention de la traçabilité de mesure.

#### 6.3.5 Choix des dosimètres

Le choix et l'utilisation d'un système de dosimétrie spécifique dans une application donnée doivent être justifiés en tenant compte au minimum des critères suivants:

- plage de doses;
- type de rayonnement;
- effet des paramètres d'influence;
- niveau d'incertitude exigé;
- résolution spatiale exigée.

Le système de dosimétrie doit être étalonné conformément à 6.3.4.

L'incertitude associée aux mesures réalisées avec le système de dosimétrie doit être établie et documentée. Toutes les mesures de dose doivent être accompagnées d'une estimation de l'incertitude.

La documentation doit être établie et tenue à jour afin d'assurer la conformité avec les exigences minimales spécifiées dans les normes relatives au système de dosimétrie. Le

système qualité de l'utilisateur est susceptible d'être plus détaillé que ces exigences minimales.

Les Tableaux 1 et 2 fournissent une liste non exhaustive de méthodes de dosimétrie de référence et de méthodes courantes accompagnées de certaines de leurs caractéristiques, telles que:

- plage de doses absorbées et de débits de doses absorbées;
- influence de l'énergie de rayonnement;
- influence de la température ou de l'humidité;
- matériau et épaisseur du matériau du dosimètre;
- type de mesure;
- observations d'ordre pratique;
- références bibliographiques.

L'Article A.2 donne un exemple de calcul de la dose absorbée.

## **7 Caractérisation des installations d'irradiation**

Les installations d'irradiation qui doivent être utilisées pour l'évaluation du comportement des matériaux d'isolation électrique doivent être caractérisées avant utilisation. Les paramètres à déterminer seront dépendants du type d'installation utilisé.

Pour une installation d'irradiation gamma, les paramètres suivants doivent être déterminés:

- La distribution du débit de dose doit être mesurée dans le volume de l'installation destiné à être utilisé pour l'exposition des éprouvettes au rayonnement. Cette cartographie doit être suffisamment détaillée pour permettre de déterminer les emplacements disponibles pour un débit de dose spécifique.
- La température ambiante au sein de l'installation de rayonnement doit être mesurée lorsque les sources sont placées dans leur position normale de fonctionnement.
- La durée pendant laquelle les éprouvettes sont exposées doit être mesurée. La méthode de mesure doit pouvoir prendre en compte toute interruption de l'irradiation, par exemple la rétractation des sources pour accéder aux éprouvettes et les retirer.

Pour les installations de traitement par faisceau d'électrons et rayons X, les paramètres suivants doivent être déterminés:

- La dose en fonction du courant de faisceau, de la taille du point du faisceau et de la largeur du faisceau doit être mesurée.
- Si l'on utilise un système de transporteur pour le transport des éprouvettes à travers le champ de rayonnement, on doit également mesurer la dose en fonction de la vitesse du transporteur.

NOTE Il existe un certain nombre de normes relatives à la dosimétrie et la cartographie dosimétrique qui sont spécifiquement applicables aux installations de traitement par rayonnement [4 – 7, 27].

## **8 Cartographie dosimétrique des éprouvettes pour l'essai**

### **8.1 Equilibre des particules chargées**

Pour l'irradiation dans les installations gamma, il est recommandé de fournir un équilibre des électrons secondaires dans l'éprouvette irradiée permettant une distribution de dose plus uniforme dans l'éprouvette, voir l'Article A.1.

## 8.2 Distribution de dose en profondeur (limites)

Etant donné que la distribution de dose absorbée dans l'éprouvette soumise à l'irradiation varie et qu'elle est fonction de l'épaisseur de l'éprouvette, de sa masse volumique ainsi que de l'énergie du rayonnement incident, il est nécessaire de fixer la variation de dose que l'on peut admettre lorsqu'il y a pénétration du rayonnement dans l'éprouvette. Les dispositifs d'irradiation utilisés le plus couramment ont des sources de rayonnement d'énergie comprise entre 0,5 MeV et 1,5 MeV. Si, pour une source ponctuelle, on fixe arbitrairement une limite de 25 % pour la différence entre la dose absorbée à l'entrée et la dose absorbée à la sortie de l'éprouvette (25 % d'atténuation à travers l'éprouvette), l'épaisseur de l'éprouvette est limitée à 2,8 cm pour 0,5 MeV et 5,0 cm pour un rayonnement de 1,5 MeV, en admettant qu'il n'y a pas de facteur d'accroissement, une éprouvette de masse volumique égale à 1 g/cm<sup>3</sup> et un rayonnement unidirectionnel (voir Article A.1). Pour d'autres géométries de source (par exemple, les sources en plaque), ces épaisseurs seront significativement différentes.

## 9 Surveillance de l'irradiation

Les essais d'irradiation des matériaux isolants peuvent nécessiter des essais à long terme dans des conditions de faible débit de dose qu'il est préférable de réaliser dans une installation d'irradiation gamma. La décroissance du radionucléide utilisé dans les sources doit être prise en compte lors de la réalisation de ces essais. Il est recommandé d'effectuer la cartographie dosimétrique des installations gamma (selon la description de l'Article 7) selon des intervalles ne dépassant pas la demi-vie du radionucléide utilisé.

Dans les installations à faisceau d'électrons et rayons X, les caractéristiques du faisceau d'électrons doivent être surveillées durant l'irradiation et toute interruption ou variation des caractéristiques doit être enregistrée ainsi que toute action entreprise.

## Annexe A (informative)

### Aspects chimiques du rayonnement en interaction et dosimétrie

#### A.1 Épaisseur d'équilibre de particules chargées

Chaque fois qu'un matériau est irradié d'un seul côté par des rayons X ou  $\gamma$  non contaminés par des électrons secondaires, il se produit (dans un premier absorbant) une accumulation d'énergie (dose absorbée) à mesure que le rayonnement pénètre dans le matériau. Au-dessus d'une épaisseur déterminée, le dépôt d'énergie de rayonnement diminue. L'épaisseur nécessaire pour obtenir le dépôt d'énergie maximal est habituellement appelée épaisseur d'équilibre de particules chargées, et elle est fonction de l'énergie de rayonnement et de la densité d'électrons du matériau irradié. Pour de plus grandes épaisseurs, il y a équilibre de particules chargées dans le matériau.

La Figure A.1 donne une courbe type du dépôt d'énergie en fonction de l'épaisseur. Chaque fois qu'on irradie une éprouvette de tous les côtés, il est nécessaire de l'entourer d'un absorbant pour assurer l'équilibre des particules chargées dans toute l'éprouvette. En pratique, avec un rayonnement très diffusé, on n'observe pas d'accumulation. Cependant, il est recommandé d'utiliser des couches d'accumulation afin d'obtenir des conditions d'irradiation bien définies.

La Figure A.2 donne un diagramme de l'épaisseur de l'absorbant en fonction de l'énergie pour un matériau de densité d'électrons de  $3,3 \times 10^{23} \text{ cm}^{-3}$ . La Figure A.3 donne le diagramme de l'épaisseur de l'eau (ou d'un matériau de même densité d'électrons) en fonction de l'énergie pour une atténuation donnée d'une irradiation unidirectionnelle.

NOTE La densité d'électrons  $n$  pour un matériau quelconque peut être évaluée à partir de:

$$n = \rho \frac{N_A}{M} \sum_i Z_i [\text{cm}^{-3}] = \frac{N_A}{M} \sum_i Z_i [\text{g}^{-1}] \quad (\text{A.1})$$

où

$\rho$  est la masse volumique du matériau ( $\text{g/cm}^3$ );

$N_A$  est égal à  $6,023 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ , (nombre d'Avogadro);

$M$  est la masse moléculaire ( $\text{g/mol}$ );

$Z_i$  est le numéro atomique de l'élément  $i$ ;

$\sum_i Z_i$  est le nombre total d'électrons par molécule.

Etant donné que  $1/M (\sum_i Z_i)$  est égal à environ  $1/2$  pour tous les éléments jusqu'à  $Z = 17$  (à l'exclusion de H), pour les matériaux organiques, cette équation peut être simplifiée comme suit:

$$n = \rho \frac{N_A}{2} 3 \times 10^{23} [\text{cm}^{-3}] = 3 \times 10^{23} [\text{g}^{-1}] \quad (\text{A.2})$$

Les Figures A.1 à A.3 ont été obtenues avec cette approximation.

La courbe de la Figure A.2 se déplace vers la gauche lorsque la densité électronique de l'absorbant dépasse cette valeur calculée et vers la droite pour des matériaux de densité électronique inférieure. Par conséquent, l'épaisseur équivalente à utiliser est le quotient de la

valeur obtenue à la Figure A.2 par le rapport entre la densité électronique de l'absorbant et  $3,3 \times 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  (densité électronique de l'eau).

Par exemple, il est exigé d'irradier un film de polytétrafluoroéthylène (PTFE) par des photons de 1,1 MeV. En se reportant à la Figure A.2, on note qu'il faut 0,5 cm de matériau ayant une densité d'électrons de  $3,3 \times 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  pour assurer l'équilibre des particules chargées. Par conséquent, c'est cette épaisseur d'eau qui doit entourer le film.

Pour le PTFE, avec une masse volumique  $\rho = 2,2 \text{ g/cm}^3$ , on calcule:

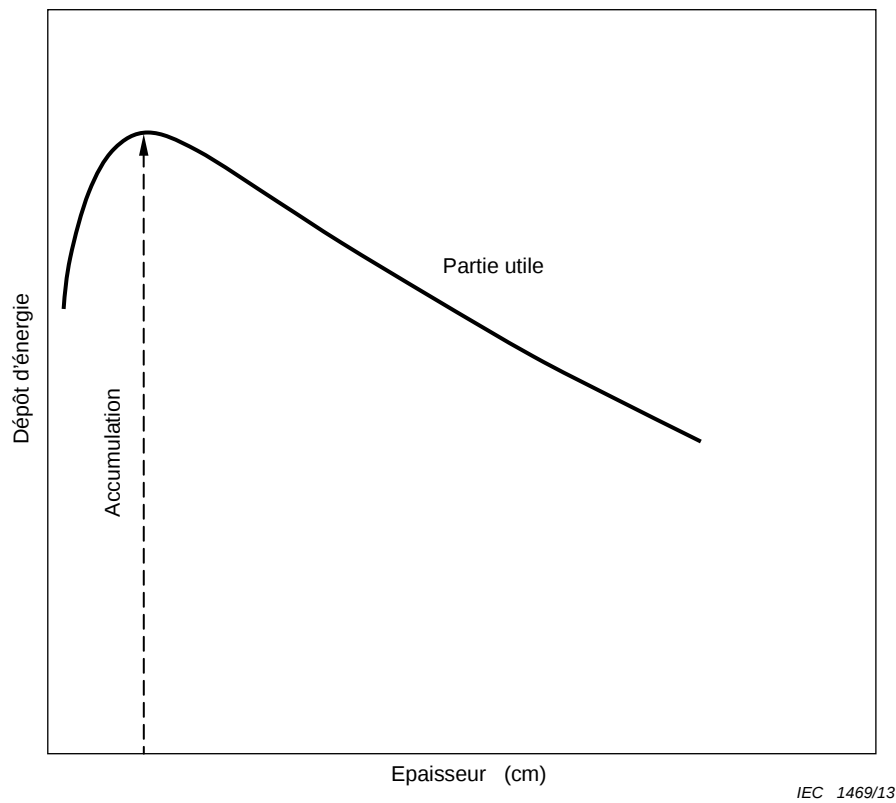
$$\frac{n_{\text{PTFE}}}{n_{\text{H}_2\text{O}}} = \frac{3 \times 10^{23} \times 2,2}{3,3 \times 10^{23}} = 2 \quad (\text{A.3})$$

et

$$d_{\text{PTFE}} = \frac{d_{\text{H}_2\text{O}}}{n_{\text{PTFE}}/n_{\text{H}_2\text{O}}} = 0,25 \text{ cm} \quad (\text{A.4})$$

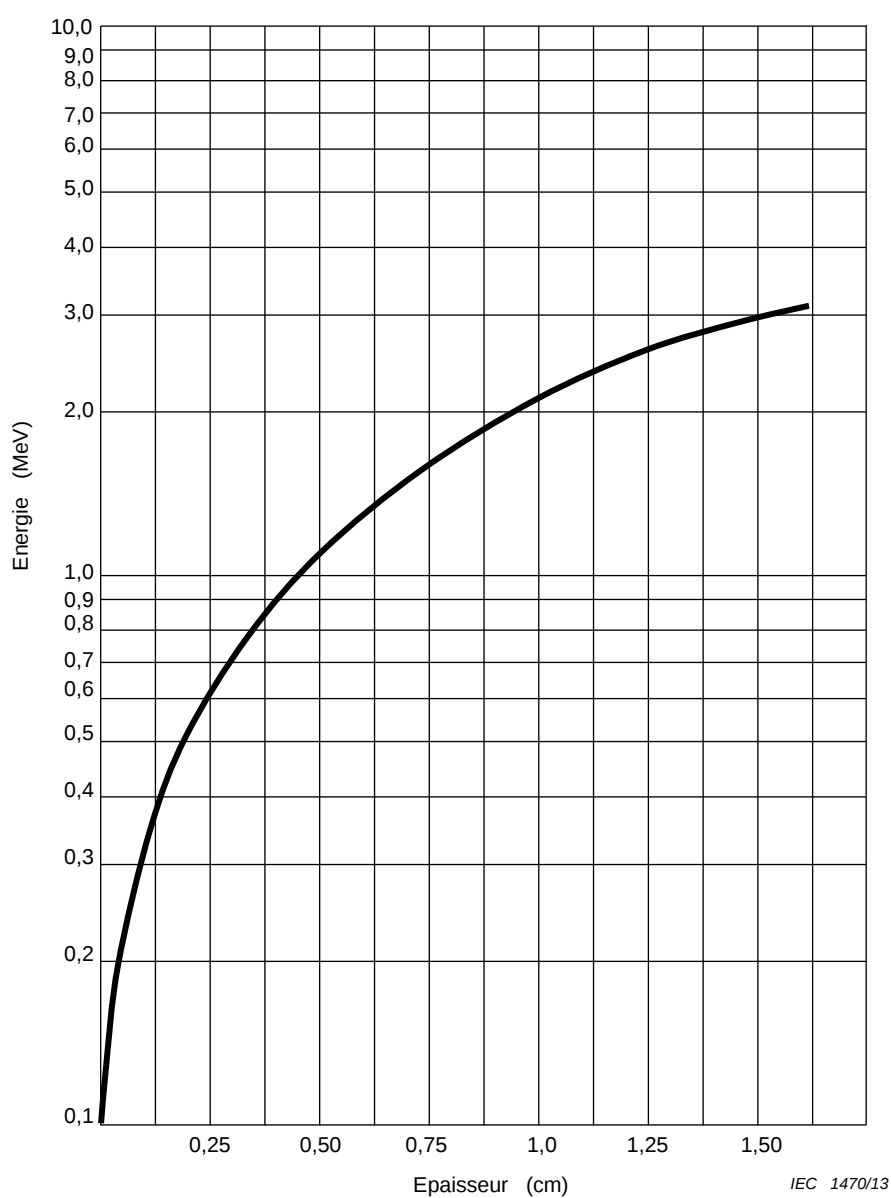
Cela signifie que le film doit être entouré de 0,25 cm de PTFE.

La Figure A.3 donne une courbe de l'épaisseur en fonction de l'énergie pour une atténuation de 10 % et 25 % à travers une éprouvette de masse volumique égale à  $1 \text{ g/cm}^3$  pour un rayonnement unidirectionnel. Les courbes se déplacent vers la gauche pour des matériaux de masse volumique plus élevée et vers la droite pour des matériaux de masse volumique plus faible. L'épaisseur exacte pour une atténuation de 10 % ou 25 % dans l'éprouvette est le quotient de la valeur obtenue à la Figure A.3 par le rapport entre la densité d'électrons de l'éprouvette et  $3,3 \times 10^{23} \text{ g}^{-1}$ . Etant donné que les courbes sont calculées à partir de la seule atténuation et que l'on néglige le facteur géométrique d'accroissement dans les éprouvettes de plus grande épaisseur, les courbes représentent l'atténuation maximale pour une énergie et une épaisseur données, et pour un rayonnement unidirectionnel. Un rayonnement non unidirectionnel donne une plus grande atténuation.

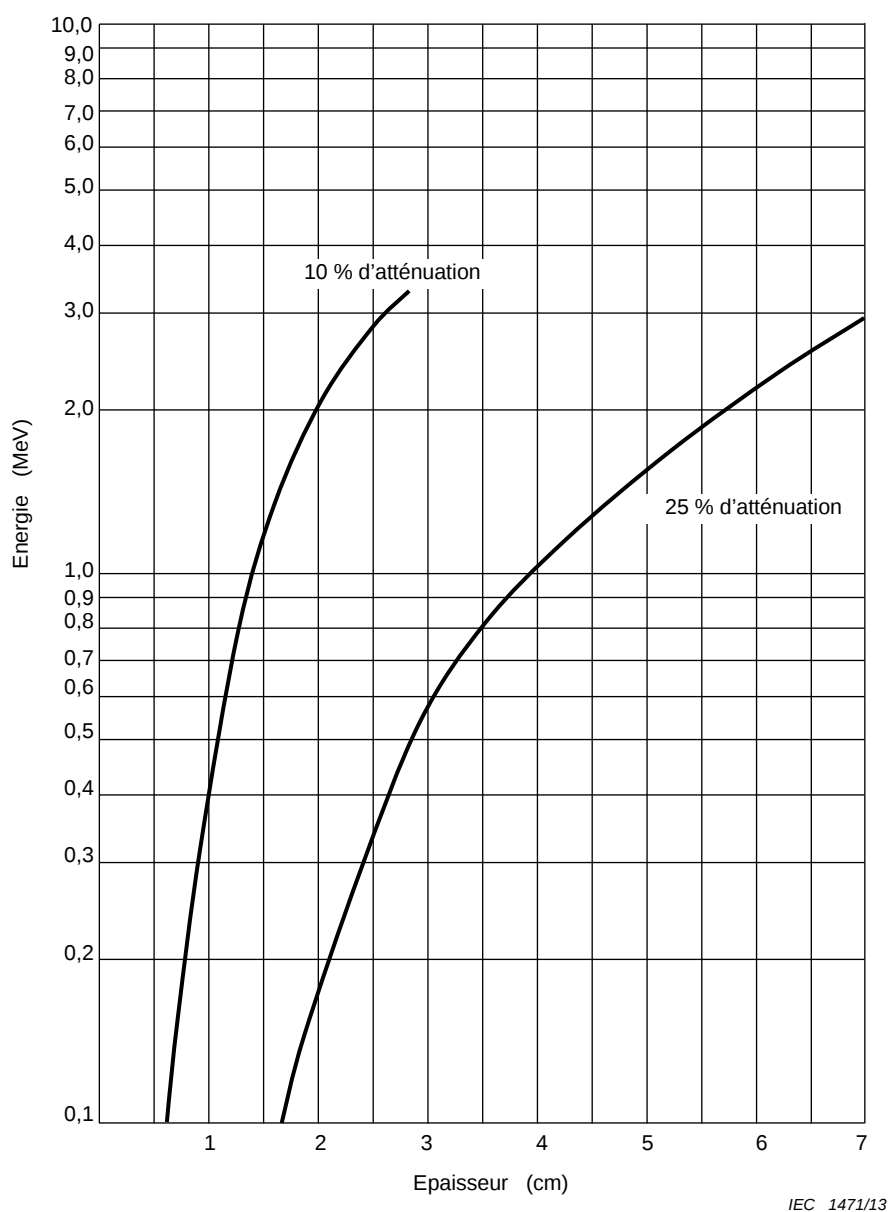


**Figure A.1 – Dose absorbée en fonction de l'épaisseur**

La partie de la courbe à gauche du maximum n'est pas bien connue; il est donc nécessaire d'employer une éprouvette ayant une épaisseur suffisante pour tomber sur la valeur maximale ou à droite de celle-ci.



**Figure A.2 – Epaisseur d'absorbant pour l'équilibre de particules chargées en fonction de l'énergie pour un matériau ayant une densité d'électrons de  $3,3 \times 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  (eau)**



**Figure A.3 – Épaisseur d'eau (1 g/cm<sup>3</sup>) en fonction de l'énergie des photons pour une atténuation donnée des rayons X ou  $\gamma$  unidirectionnels**

## A.2 Calcul de la dose absorbée

Pour les irradiations utilisant une source de photons, le dosimètre peut être considéré comme une cavité dans le matériau étudié et l'interprétation de la dose absorbée dans les matériaux est la suivante:

Si la région sensible du dosimètre est très mince en comparaison de la plage des électrons secondaires à plus haute énergie, alors la majeure partie de l'énergie induite dans le dosimètre et dans le matériau qui l'entoure résulte des électrons secondaires produits à l'extérieur du dosimètre (c'est-à-dire, dans la couche d'équilibre du matériau). Ainsi, la dose absorbée dans le matériau,  $D_m$  est donnée par la formule suivante:

$$D_m = (S/\rho)_m / (S/\rho)_d \times D_d \quad (\text{A.5})$$

où

$(S/\rho)_m$  et  $(S/\rho)_d$  est le pouvoir massique d'arrêt par collision respectivement pour le matériau environnant et le dosimètre;

$D_d$  est la dose absorbée dans le dosimètre.

Les valeurs des pouvoirs massiques d'arrêt par collision sont indiquées dans le Tableau A.1.

Si la région sensible du dosimètre possède une épaisseur largement supérieure à la plage des électrons secondaires à plus haute énergie, alors la majeure partie de l'énergie induite dans le dosimètre résulte des électrons secondaires produits à l'intérieur du dosimètre lui-même. Ainsi, la dose absorbée dans le matériau est donnée par la formule suivante:

$$D_m = (\mu_{en}/\rho)_m / (\mu_{en}/\rho)_d \times D_d \quad (\text{A.6})$$

où

$(\mu_{en}/\rho)_m$  et  $(\mu_{en}/\rho)_d$  sont les coefficients d'absorption massique d'énergie respectivement pour le matériau et le dosimètre.

Les valeurs du coefficient d'absorption massique d'énergie sont indiquées dans le Tableau A.2.

Si la région sensible du dosimètre a une épaisseur située entre les deux limites décrites ci-dessus, alors les équations peuvent être combinées avec les facteurs de pondération appropriés pour refléter la contribution relative de chaque terme.

Les pouvoirs d'arrêt par collision et les coefficients d'absorption d'énergie sont dépendants de l'énergie. Les rapports des coefficients d'absorption massique d'énergie peuvent être représentés sous forme graphique. De même, les rapports des pouvoirs massiques d'arrêt par collision peuvent être représentés par des diagrammes.

NOTE Ces tableaux et figures sont disponibles, par exemple, sur les sites web suivants: Pouvoir d'arrêt (électrons): <http://physics.nist.gov/PhysRefData/Star/Text/ESTAR.html> Absorption d'énergie (rayons X): <http://srdata.nist.gov/gateway/gateway?keyword=mass+energy+absorption+coefficient>.

Pour un spectre d'énergie des photons incluant des énergies jusqu'à 50 keV, les rapports de coefficient d'absorption massique d'énergie sont essentiellement égaux à 1 pour la plupart des matériaux polymères comparés à l'eau.

Une correction relative à la dépendance de l'énergie de rayonnement peut être nécessaire dans le cas de matériaux ayant des propriétés d'absorption des photons très différentes de l'eau (tels que l'os ou le métal). Si le spectre d'énergie des photons au point étudié possède une composante importante inférieure à 0,2 MeV et, si le spectre est connu, on peut alors obtenir une valeur de dose absorbée plus précise par l'intégration de l'Equation (A.6) sur tout le spectre d'énergie des photons.

Pour les irradiations utilisant une source d'électrons, la dose absorbée dans le matériau peut être interprétée comme suit:

A toute profondeur donnée d'un matériau étudié, la dose peut être déterminée avec un dosimètre comparativement mince par rapport à la plage d'électrons incidents. La dose absorbée peut être calculée en utilisant l'Equation (A.5). Cependant, l'ensemble des conditions suivantes sont nécessaires:

- la profondeur du matériau doit être inférieure à la plage d'électrons incidents;
- le rapport des pouvoirs massiques d'arrêt par collision (matériau/dosimètre) doit être essentiellement constant;

- c) les électrons dégradés à une profondeur donnée doivent avoir une énergie suffisante pour traverser l'épaisseur du dosimètre.

Par conséquent, pour les matériaux à l'étude dans la présente norme, l'Equation (A.5) est utilisable pour des énergies d'électrons comprises entre environ 0,05 MeV et 0,1 MeV.

Dans la plupart des cas, cette méthode d'interprétation de la dose absorbée nécessite une énergie du faisceau incident au moins égale à 0,5 MeV. Cependant, des énergies jusqu'à 0,1 MeV peuvent être utilisées pour les produits traités par irradiation en surface. Les mesures de dose absorbée réalisées dans un matériau pour des énergies incidentes aussi faibles peuvent être difficiles à interpréter.

**Tableau A.1 – Pouvoirs massiques d'arrêt par collision des électrons,  $S/\rho$  (MeV cm<sup>2</sup>/g)**

| Energie des électrons MeV | Air   | Eau   | Polystyrène | LiF          |
|---------------------------|-------|-------|-------------|--------------|
| 0,01                      | 19,75 | 22,56 | 22,23       | <b>17,96</b> |
| 0,02                      | 11,57 | 13,17 | 12,96       | <b>10,55</b> |
| 0,04                      | 6,848 | 7,777 | 7,637       | <b>6,252</b> |
| 0,06                      | 5,111 | 5,797 | 5,688       | <b>4,670</b> |
| 0,08                      | 4,198 | 4,757 | 4,666       | <b>3,838</b> |
| 0,1                       | 3,633 | 4,115 | 4,034       | <b>3,323</b> |
| 0,2                       | 2,470 | 2,793 | 2,735       | <b>2,261</b> |
| 0,4                       | 1,902 | 2,145 | 2,101       | <b>1,737</b> |
| 0,6                       | 1,743 | 1,956 | 1,911       | <b>1,583</b> |
| 0,8                       | 1,683 | 1,879 | 1,832       | <b>1,521</b> |
| 1                         | 1,661 | 1,844 | 1,794       | <b>1,491</b> |
| 2                         | 1,684 | 1,825 | 1,768       | <b>1,474</b> |
| 4                         | 1,790 | 1,877 | 1,816       | <b>1,513</b> |
| 6                         | 1,870 | 1,919 | 1,859       | <b>1,547</b> |
| 8                         | 1,931 | 1,951 | 1,891       | <b>1,572</b> |
| 10                        | 1,979 | 1,976 | 1,916       | <b>1,592</b> |
| 20                        | 2,134 | 2,051 | 1,989       | <b>1,654</b> |
| 40                        | 2,282 | 2,120 | 2,053       | <b>1,711</b> |
| 60                        | 2,347 | 2,157 | 2,089       | <b>1,742</b> |

**Tableau A.2 – Coefficients d'absorption massique d'énergie des photons,  $\mu_{\text{en}} / \rho$  (cm<sup>2</sup>/g)**

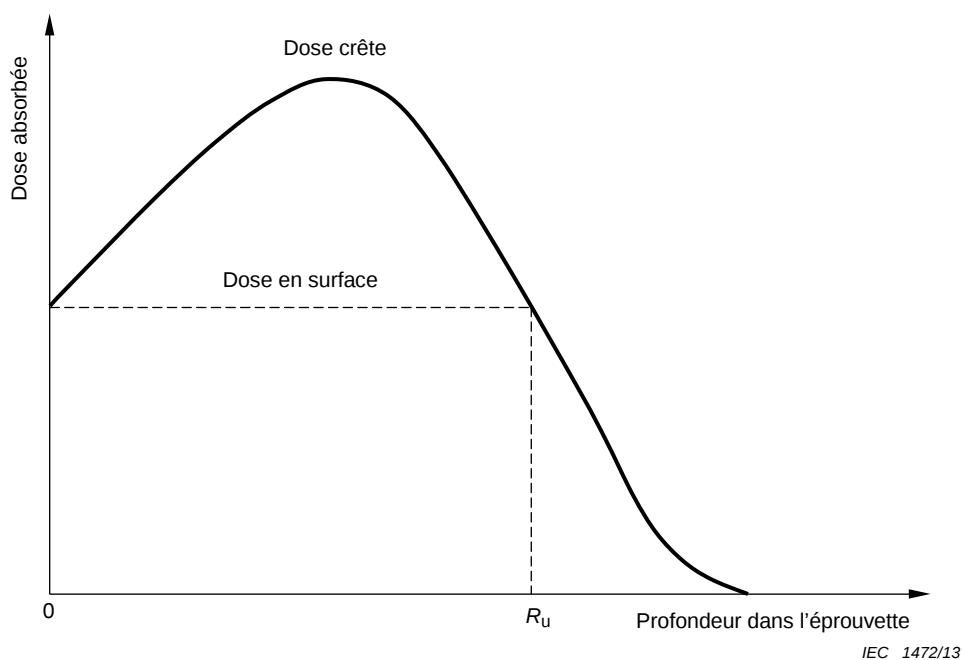
| Energie des photons<br>MeV | Air      | Eau      | Polystyrène | LiF             |
|----------------------------|----------|----------|-------------|-----------------|
| 0,01                       | 4,742    | 4,944    | 1,918       | <b>5,733</b>    |
| 0,02                       | 0,538 9  | 0,550 3  | 0,207 5     | <b>0,649 4</b>  |
| 0,04                       | 0,068 33 | 0,069 47 | 0,032 64    | <b>0,078 90</b> |
| 0,06                       | 0,030 41 | 0,031 90 | 0,021 72    | <b>0,032 23</b> |
| 0,08                       | 0,024 07 | 0,025 97 | 0,021 60    | <b>0,023 85</b> |
| 0,1                        | 0,023 25 | 0,025 46 | 0,022 96    | <b>0,022 29</b> |
| 0,2                        | 0,026 72 | 0,031 92 | 0,028 57    | <b>0,024 84</b> |
| 0,4                        | 0,029 49 | 0,032 79 | 0,031 75    | <b>0,027 34</b> |
| 0,6                        | 0,029 53 | 0,032 84 | 0,031 82    | <b>0,027 36</b> |
| 0,8                        | 0,028 82 | 0,032 06 | 0,031 06    | <b>0,026 71</b> |
| 1                          | 0,027 89 | 0,031 03 | 0,030 06    | <b>0,025 85</b> |
| 2                          | 0,023 45 | 0,026 08 | 0,025 24    | <b>0,021 73</b> |
| 4                          | 0,018 70 | 0,020 66 | 0,019 79    | <b>0,017 33</b> |
| 6                          | 0,016 47 | 0,018 06 | 0,017 08    | <b>0,015 28</b> |
| 8                          | 0,015 25 | 0,016 58 | 0,015 50    | <b>0,014 14</b> |
| 10                         | 0,014 50 | 0,015 66 | 0,014 48    | <b>0,013 45</b> |
| 20                         | 0,013 11 | 0,013 82 | 0,012 32    | <b>0,012 11</b> |
| 40                         | 0,012 62 | 0,012 98 | 0,011 28    | <b>0,011 54</b> |
| 60                         | 0,012 42 | 0,012 61 | 0,010 86    | <b>0,011 23</b> |

### A.3 Distribution de dose en profondeur pour l'irradiation avec un faisceau d'électrons

Récemment, de nombreux codes de calculs sont apparus, permettant d'estimer le dépôt d'énergie des électrons dans les matériaux en fonction de la profondeur. A titre d'exemple, on peut citer des logiciels libres ou commerciaux tels qu'ED MULTI, EGS 5 (Electron gamma shower, version 5), PENELOPE (penetration and energy loss of positron and electron) etc. L'utilisation de ces codes permet d'obtenir des courbes de distribution de dose en profondeur telles que celles représentées de la Figure A.4 à la Figure A.6. Des comparaisons entre les résultats de simulation et les résultats expérimentaux (avec un empilement de films minces, comme indiqué sur les Figures A.7 et A.8) font apparaître suffisamment de points de concordance. Ces codes seraient utiles pour concevoir les conditions d'irradiation.

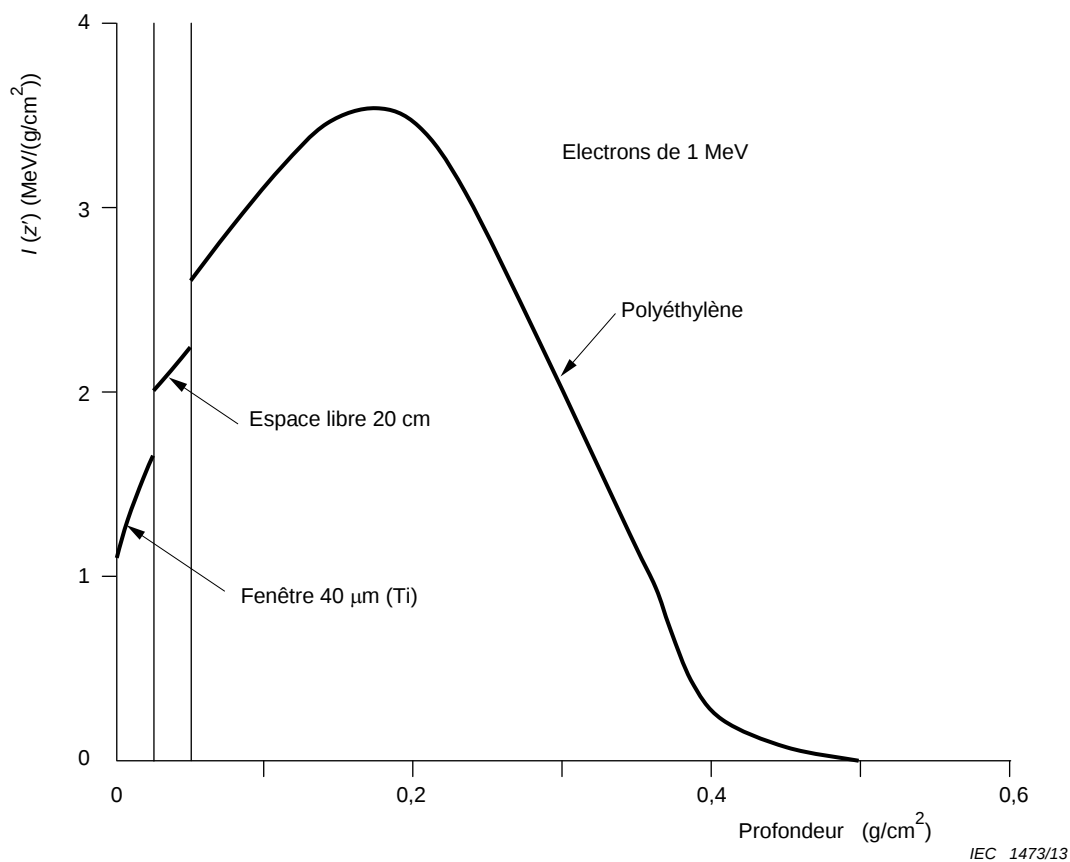
NOTE 1 ED MULTI et PENELOPE sont des codes de l'OCDE (Organisation de Coopération et de Développement Economiques) / AEN (Agence pour l'Energie Nucléaire) disponibles sur: <http://www.oecd-nea.org/dbprog/> .

NOTE 2 EGS 5 est un logiciel libre, voir URL sur <http://rcwww.kek.jp/research/egs/egs5.html>



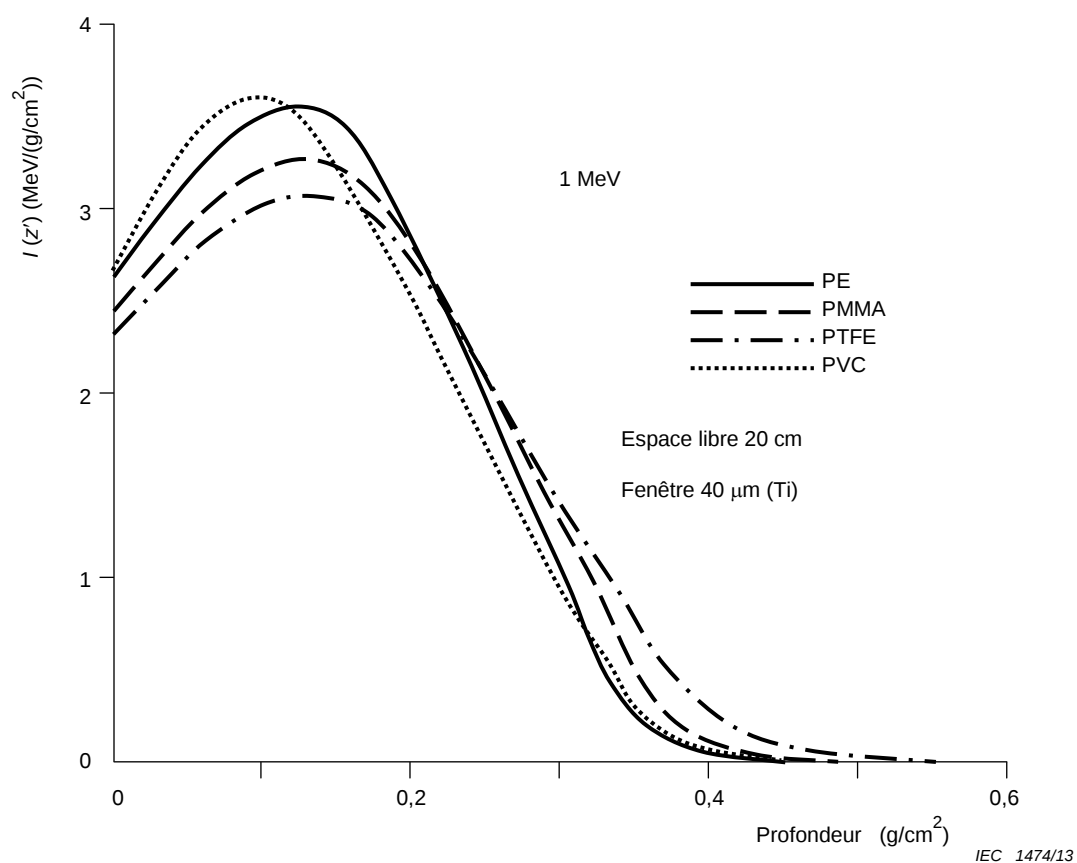
NOTE Tension d'accélération > 0,5 MV,  $R_u$  = portée utile.

**Figure A.4 – Distribution type de dose en profondeur dans un matériau homogène obtenue avec des accélérateurs à électrons pour le traitement par rayonnement**



NOTE  $z'$ : épaisseur totale d'un absorbant à trois couches constituées de la fenêtre, de l'espace libre et de la plaque de polyéthylène.

**Figure A.5 – Exemple de résultats calculés de la fonction de dépôt d'énergie,  $I(z')$ , pour une plaque de polyéthylène exposée à un faisceau d'électrons de 1 MeV**



NOTE  $z'$ : épaisseur totale d'un absorbant à trois couches constituées de la fenêtre, de l'espace libre et de la plaque de matériau isolant.

**Figure A.6 – Exemple de résultats calculés de la fonction de dépôt d'énergie,  $I(z')$ , pour des isolants organiques types exposés à un faisceau d'électrons de 1 MeV**

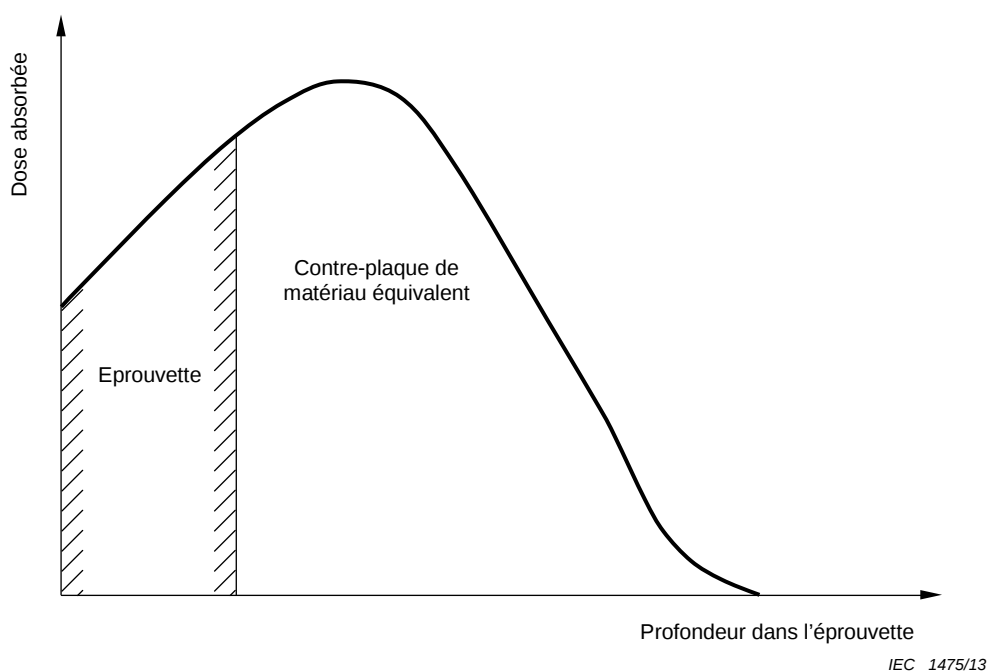


Figure A.7a) – Eprouvette et contre-plaque de matériau équivalent

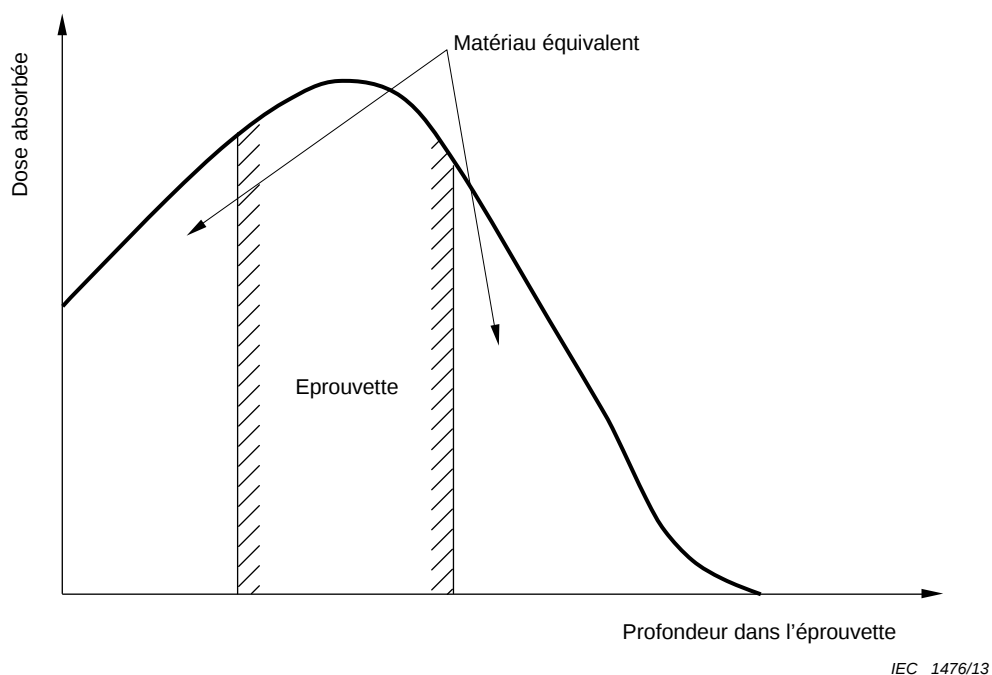
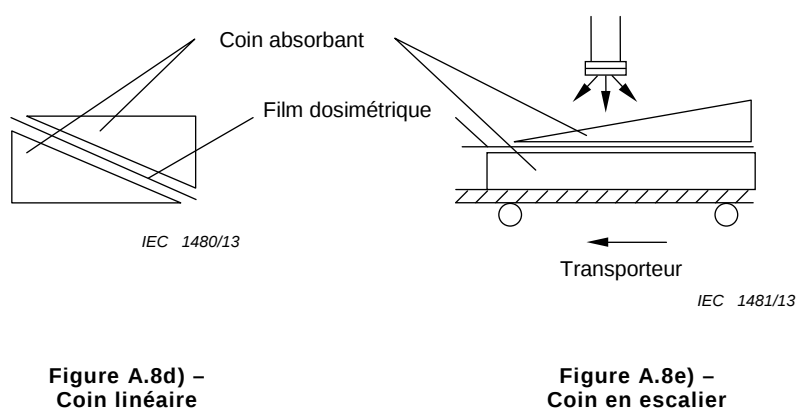
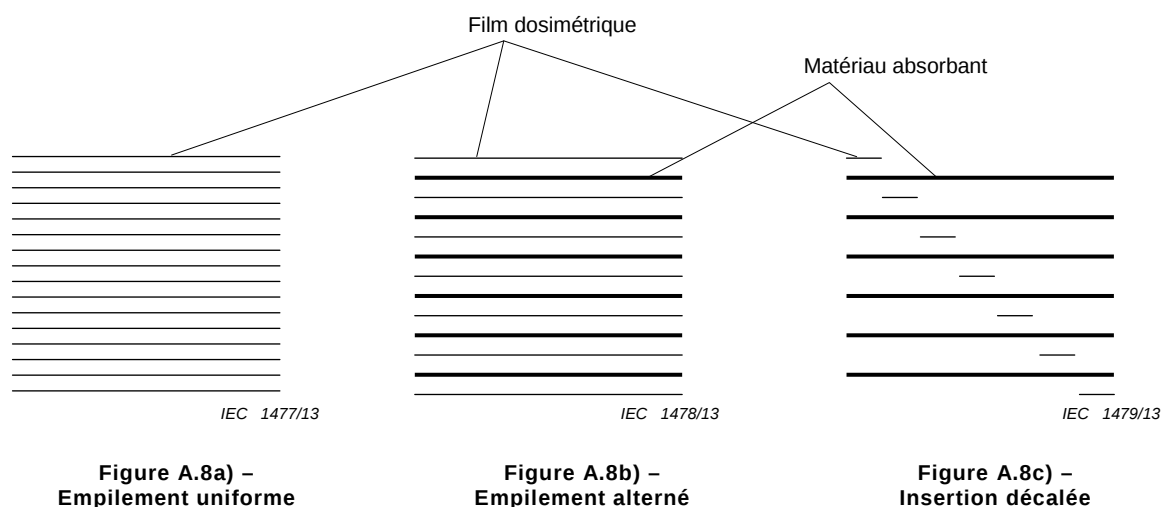


Figure A.7b) – Eprouvette intercalée entre deux plaques de matériau équivalent

**Figure A.7 – Deux façons de disposer les éprouvettes à irradier afin de tenir compte des distributions de dose en profondeur types**



**Figure A.8 – Différentes façons de disposer les éprouvettes à irradier pour mesurer les distributions de dose d'électrons en profondeur dans une pile d'isolants en forme de plaques et de coins**

## A.4 Aspects fondamentaux de la chimie du rayonnement

### A.4.1 Rayonnement et matériaux

On définit généralement le rayonnement comme des ondes électromagnétiques ou des faisceaux corpusculaires pouvant ioniser un matériau (typiquement, l'air), c'est-à-dire éjecter un électron.

Parmi les exemples de rayonnement, on peut citer

- le rayonnement alpha, (noyau d'hélium He émis par un radio-isotope),
- le rayonnement bêta (électron émis par un radio-isotope),
- le rayonnement gamma (onde électromagnétique résultant de la transition entre les niveaux d'énergie d'un noyau),
- le rayonnement X (onde électromagnétique résultant de la transition entre les niveaux d'énergie d'un atome),
- le faisceau de neutrons,

- f) le faisceau d'électrons (accélééré avec un accélérateur de particules),
- g) le faisceau d'ions (tel que les protons, l'hélium et d'autres noyaux plus lourds accélérés avec un accélérateur de particules), etc.

Parmi ces rayonnements, du point de vue de l'essai actuel de tenue aux rayonnements, les rayonnements les plus couramment utilisés sont les rayonnements gamma et les faisceaux d'électrons.

#### A.4.2 Interactions du rayonnement avec les matériaux

L'interaction du rayonnement avec les matériaux dépend de l'énergie du rayonnement; le schéma d'interaction varie entre l'implantation (lorsque l'énergie de l'onde/de la particule électromagnétique incidente est faible), la pulvérisation cathodique, l'excitation, l'ionisation, et la réaction nucléaire (lorsque l'énergie du rayonnement incident est suffisamment élevée). Au cours de la dégradation chimique par rayonnement, l'ionisation et l'excitation constituent les étapes les plus fondamentales. Dans le cas d'une irradiation par rayonnement gamma de Co-60, des électrons secondaires sont éjectés par effet Compton, et ces électrons secondaires peuvent interagir avec le matériau. Dans le cas d'une irradiation par faisceau d'électrons, les électrons incidents peuvent interagir avec le matériau directement. Les électrons (incidents et secondaires) à haute énergie interagissent directement ou indirectement avec les électrons (du matériau irradié) par effet interactif de Coulomb et produisent une ionisation et une excitation. Les espèces ionisées ou excitées peuvent former des radicaux (atomes chimiquement réactifs ou molécules ayant un électron non apparié) et ces radicaux induisent des réactions subséquentes. La technique d'analyse est décrite en A.4.3. Dans le cas d'un polymère, les étapes finales sont la réticulation (formation de nouvelles liaisons entre deux chaînes de polymères), la scission (fragmentation en deux segments plus petits ou plus), l'insaturation (formation d'une double liaison, d'autres liaisons fonctionnelles, etc.) et la polymérisation par greffage. Concernant l'essai de tenue aux rayonnements, la réticulation et la scission constituent les étapes présentant le plus d'intérêt. Ce schéma est illustré à la Figure A.9.



Figure A.9a) – Réticulation



Figure A.9b) – Dégradation

**Figure A.9 – Schéma des effets du rayonnement sur les polymères**

NOTE On peut s'inquiéter de l'effet des rayonnements bêta par rapport aux rayonnements gamma, particulièrement en cas d'accident. Cependant, étant donné que les rayonnements bêta sont des électrons dont l'énergie est comprise dans la plage de keV – MeV, l'effet peut être suffisamment représenté par des faisceaux d'électrons.

#### A.4.3 Techniques d'analyse des espèces intermédiaires à courte durée de vie

##### A.4.3.1 RSE (résonance de spin électronique)

Sous l'effet d'une irradiation, les polymères subissent la formation de radicaux. Si des radicaux, possédant un électron non apparié, sont placés dans un champ électromagnétique,

leurs niveaux d'énergie se séparent en deux niveaux d'énergie supérieure et inférieure, phénomène connu sous le nom d'effet Zeeman. Cette largeur de séparation est proportionnelle au champ magnétique appliqué. Si l'éprouvette est soumise à un champ micro-onde et que le champ magnétique est balayé, la condition de résonance est satisfaite de la façon suivante:

$$h \times \nu = g \times \beta \times H$$

où

- $h$  est la constante de Planck ( $6,6 \times 10^{-34}$  Js);
- $\nu$  est la fréquence du champ micro-onde (en  $s^{-1}$ );
- $g$  est le facteur  $g$  du radical;
- $\beta$  est le magnéton de Bohr ( $9,3 \times 10^{-24}$  J/T; Tesla);
- $H$  est le champ magnétique (en T), respectivement.

Dans cette condition de résonance, le champ micro-onde est absorbé par les radicaux pour transiter d'un niveau d'énergie inférieur à un niveau supérieur. En fonction de la structure du radical, en particulier de la présence et de la distance des atomes de H et/ou C ayant un spin nucléaire, une structure fine et/ou hyperfine est souvent observée et peut être indicative d'une structure chimique spécifique. L'interprétation des spectres d'absorption et des affectations des radicaux n'est parfois pas une tâche facile. On évalue la stabilité des radicaux en effectuant un traitement de recuit à température fixe en fonction de la durée de stockage ou pour une durée de stockage fixe en augmentant la température.

#### A.4.3.2 Photolyse par éclair laser et radiolyse pulsée

La photolyse par éclair laser utilise un laser à excimère (laser à dimère excité, tel que Ar-F ou Kr-F) qui fournit une lumière laser pulsée et la radiolyse pulsée utilise un accélérateur linéaire à électrons (linac, généralement en MeV) qui génère un faisceau d'électrons pulsé. Analysant la lumière émise par une lampe flash au xénon, il génère une lumière pulsée dans la longueur d'onde large comprise entre 200 – 900 nm, mais la largeur d'impulsion est beaucoup plus grande que celle de la lumière laser pulsée ou de l'électron pulsé subséquent; la lumière au xénon peut être présumée stable. Lorsqu'un faisceau laser pulsé ou un faisceau d'électrons pulsé est appliqué sur les éprouvettes, sous forme de solution dans une cuvette en verre de quartz, il provoque une ionisation et une excitation dans un laps de temps très court, et une diffusion ainsi qu'une réaction chimique se produisent ultérieurement. Cette technique se concentre sur une région de temps relativement plus courte que la RSE.

Les intermédiaires absorbent la lumière d'analyse suivant la loi de Berr-Lambert:  $\log_{10}(I_0/I)$  (définie comme l'absorbance ou la densité optique) =  $\varepsilon C(t)\ell$

où

- $I_0$  est l'intensité de la lumière d'analyse incidente;
- $I$  est l'intensité de la lumière sortante au-travers de la cuvette;
- $\varepsilon$  est le coefficient molaire d'absorption (in  $\ell \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ ) unique pour les produits chimiques et fonction de la longueur d'onde;
- $\ell$  est la longueur de la cuvette de verre (en cm).

En balayant la longueur d'onde, on peut trouver la bande d'absorption spécifique aux espèces intermédiaires considérées. En observant la variation d'absorbance au niveau de la longueur d'onde en fonction du temps, on peut évaluer la variation de concentration, et par conséquent la durée de vie ou la réactivité, ainsi que la constante de vitesse avec d'autres produits chimiques ou additifs, le cas échéant. La résolution temporelle, selon l'état de la technique, est de l'ordre de la femtoseconde ( $10^{-15}$ ) s ou plus rapide depuis le moment du dépôt d'énergie de rayonnement sur le matériau.

## Bibliographie

- [1] ICRU Report 33:1980, *Radiation quantities and units* (disponible en anglais seulement)
- [2] DOLE, M., *The radiation-chemistry of macromolecules*, Academic Press, Volume 1 (1972), Volume II, 1973 (disponible en anglais seulement)
- [3] ISO 11137, *Stérilisation des produits de santé – Irradiation*
- [4] ISO/ASTM 51702, *Pratique de la dosimétrie dans les installations de traitement par irradiation gamma*
- [5] ISO/ASTM 51649, *Pratique de la dosimétrie dans une installation de traitement par irradiation utilisant un faisceau d'électrons d'énergies comprises entre 300 keV et 25 MeV*
- [6] ISO/ASTM 51818, *Pratique de la dosimétrie dans une installation de traitement par irradiation utilisant un faisceau d'électrons d'énergies comprises entre 80 et 300 keV*
- [7] ISO/ASTM 51608, *Pratique de la dosimétrie dans une installation de traitement par des rayons X (Bremsstrahlung)*
- [8] ISO/ASTM 51607, *Pratique de l'utilisation d'un système dosimétrique à l'alanine utilisant la résonance paramagnétique électronique*
- [9] ISO/ASTM 51401, *Pratique de l'utilisation d'un système dosimétrique au dichromate*
- [10] ISO/ASTM 51205, *Pratique de l'utilisation d'un système dosimétrique au sulfate cérique-céreuse*
- [11] ISO/ASTM 51538, *Pratique de l'utilisation d'un système dosimétrique à l'éthanol chlorobenzène*
- [12] ISO/ASTM 51631, *Pratique de l'utilisation des systèmes dosimétriques calorimétriques pour des mesures de dose délivrée par un faisceau d'électrons et pour l'étalonnage de dosimètres*
- [13] ISO/ASTM 51650, *Pratique de l'utilisation d'un système dosimétrique au triacétate de cellulose*
- [14] ISO/ASTM 51276, *Pratique de l'utilisation d'un système dosimétrique au polyméthylméthacrylate*
- [15] ISO/ASTM 51275, *Pratique de l'utilisation d'un système dosimétrique à film radiochromique*
- [16] ISO/ASTM 51540, *Pratique de l'utilisation d'un système dosimétrique radiochromique liquide*
- [17] ISO/ASTM 51310, *Pratique de l'utilisation d'un système dosimétrique à guide d'ondes optiques radiochromiques*
- [18] ISO/ASTM 51956, *Pratique de l'utilisation des systèmes dosimétriques à thermoluminescence pour le traitement par irradiation*

- [19] ICRU 80:2008, *Dosimetry system for use in radiation processing*  
(disponible en anglais seulement)
  - [20] DIN 6800, *Procédés de dosimétrie en technique radiologique*, Beuth-Vertrieb GmbH (Berlin)
  - [21] ATTIX, F.H. and ROESCH, W.C., *Radiation dosimetry*, Academic Press, Vol. I (1968), Vol. II (1966), Vol. III (1969)  
(disponible en anglais seulement)
  - [22] ASTM E2628-09, *Standard practice for dosimetry for radiation processing*  
(disponible en anglais seulement)
  - [23] ASTM E1026, *Standard practice for using the Fricke reference – Standard dosimetry system*  
(disponible en anglais seulement)
  - [24] ASTM E2304-03, *Standard practice for use of a LiF photo-fluorescent film dosimetry system*  
(disponible en anglais seulement)
  - [25] ISO 51707, *Guide pour l'estimation des incertitudes en dosimétrie pour le traitement par irradiation*
  - [26] JCGM 200, *Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*
  - [27] ASTM E 2303-03, *Standard guide for absorbed-dose mapping in radiation processing facilities*  
(disponible en anglais seulement)
-



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)