

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

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

Part 2: Procedures for irradiation and test

Matériaux isolants électriques – détermination des effets des rayonnements ionisants sur les matériaux isolants –

Partie 2: Méthodes d'irradiation et d'essai





THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2012 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
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

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It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.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

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

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

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: 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

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

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

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

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



IEC 60544-2

Edition 3.0 2012-07

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

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

**Matériaux isolants électriques – détermination des effets des rayonnements
ionisants sur les matériaux isolants –
Partie 2: Méthodes d'irradiation et d'essai**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

S

ICS 17.240; 29.035.01

ISBN 978-2-83220-223-4

**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.....	8
2 Normative references	8
3 Irradiation.....	9
3.1 Type of radiation and dosimetry	9
3.2 Irradiation conditions	10
3.3 Sample preparation	10
3.4 Irradiation procedures	10
3.4.1 Irradiation dose-rate control.....	10
3.4.2 Irradiation temperature control.....	10
3.4.3 Irradiation in air	11
3.4.4 Irradiation in a medium other than air	11
3.4.5 Irradiation in a vacuum	11
3.4.6 Irradiation at high pressure	12
3.4.7 Irradiation during mechanical stressing.....	12
3.4.8 Irradiation during electrical stressing	12
3.4.9 Combined irradiation procedures	12
3.5 Post-irradiation effects	12
3.6 Specified irradiation conditions.....	12
4 Test.....	12
4.1 General.....	12
4.2 Test procedures	13
4.3 Evaluation criteria	13
4.3.1 End-point criteria.....	13
4.3.2 Values of the absorbed dose	14
4.4 Evaluation	14
5 Report.....	15
5.1 General.....	15
5.2 Material.....	15
5.3 Irradiation.....	15
5.4 Test.....	15
5.5 Results.....	15
Annex A (informative) Examples of test reports.....	16
Bibliography.....	21
Figure A.1 – Change of mechanical properties as a function of absorbed dose for magnetic coil insulation.....	17
Figure A.2 – Breakdown voltage of insulating tape as a function of absorbed dose	20
Table 1 – Critical properties and end-point criteria to be considered in evaluating the classification of insulating materials in radiation environments.....	14
Table A.1 – Example 1 – Magnetic coil insulation	16
Table A.2 – Example 2 – Cable insulation.....	18

Table A.3 – Example 3 – Insulating tape	19
---	----

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

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

Part 2: Procedures for irradiation and test

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 60544-2 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 1991, and constitutes a technical revision.

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

- alignment with standards recently developed by SC 45A as well as with other parts in the IEC 60544 series.

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

FDIS	Report on voting
112/208/FDIS	112/216/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 of the IEC 60544 series can be found, under the general title *Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionizing radiation on insulating materials*, on the IEC website.

Future standards in this series will carry the new general title as cited above. Titles of existing standards in this series will be updated at the time of the next edition.

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

When selecting insulating materials for applications in radiation environments, the component designers should have available reliable test data to compare candidate materials. To be meaningful, the performance data should be obtained on each material by standardized procedures, and the procedures should be designed to demonstrate the influence that variations of the service conditions have on the significant properties. This point is of particular concern where in normal service conditions low dose rates exist and where the insulation materials have been selected from radiation endurance data obtained from tests conducted at high dose rates.

Environmental conditions 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, radiation-induced species can enter into reactions with oxygen that would not occur in its absence. This is responsible for an observed influence of the absorbed dose rate for certain types of polymers if irradiated in air. As a result, the resistance may be several orders of magnitude lower than when the sample is irradiated under vacuum or in the presence of inert gas. This is generally called the "dose-rate effect", which is described and reviewed in references [1] to [14]¹.

NOTE For the user of this Part of IEC 60544 who wants to go into more detail, the cited references are listed in the Bibliography. Where these are not publications in internationally available journals, addresses where the cited scientific reports can be obtained are given at the end of the references.

The irradiation time can become relevant because of time-dependent complications caused by:

- a) physical effects such as diffusion-limited oxidation [8], [10]; and
- b) chemical phenomena such as rate-determining hydroperoxide breakdown reactions [10], [14].

Typical diffusion-limited effects are commonly observed in radiation studies of polymers in air. Their importance depends upon the interrelationship of the geometry of the polymer with the oxygen permeation and consumption rates, both of which depend upon temperature [10]. This means that the irradiation of thick samples in air may result in oxidation only near the air-exposed surfaces of the sample, resulting in material property changes similar to those obtained by irradiation in an oxygen-free environment. Therefore, when the material is to be used in air for a long period of time at a low dose rate, depositing the same total dose at a high dose rate in a short exposure period may not determine its durability. Previous experiments or considerations of sample thickness combined with estimates of oxygen permeation and consumption rates [8], [10] may eliminate such concerns. A technique that may be useful for eliminating oxygen diffusion effects by increasing the surrounding oxygen pressure is under investigation [8].

Radiation-induced reactions will be influenced by temperature. An increase in reaction rate with temperature can result in a synergistic effect of radiation and heat. In the case of the more commonly used thermal ageing prediction, the Arrhenius method is employed; this makes use of an equation based on fundamental chemical kinetics. Despite considerable ongoing investigations of radiation ageing methodologies, this field is much less developed [9]. General equations involving dose, time, Arrhenius activation energy, dose rate and temperature are being tested for modelling of ageing experiments [10-12]. It should be noted that sequential application of radiation and heat, as it is frequently practised, can give very different results depending on the order in which they are performed, and that synergistic effects may not be properly simulated [13], [14].

The electrical and mechanical properties required of insulating materials and the acceptable amount of radiation-induced changes are so varied that it is not possible to establish

¹ References in square brackets refer to the bibliography.

acceptable properties within the framework of a recommendation. The same holds for the irradiation conditions. Therefore, this standard recommends only a few properties and irradiation conditions which previous experience has shown to be appropriate. The properties recommended are those that are especially sensitive to radiation. For a specific application, other properties may have to be selected.

Part 1 of IEC 60544 constitutes an introduction dealing very broadly with the problems involved in evaluating radiation effects. It also provides a guide to dosimetry terminology, several methods of determining the exposure and absorbed dose, and methods of calculating the absorbed dose in any specific material from the dosimetry method applied. The present part describes procedures for irradiation and test. Part 4 of IEC 60544 defines a classification system to categorize the radiation endurance of insulating materials. It provides a set of parameters characterizing the suitability for radiation service. It is a guide for the selection, indexing and specification of insulating materials. The earlier Part 3 of IEC 60544 has been incorporated into the present Part 2.

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

Part 2: Procedures for irradiation and test

1 Scope

This Part of IEC 60544 specifies the controls maintained over the exposure conditions during and after the irradiation of insulating materials with ionizing radiation prior to the determination of radiation-induced changes in physical or chemical properties.

This standard specifies a number of potentially significant irradiation conditions as well as various parameters which can influence the radiation-induced reactions under these conditions.

The objective of this standard is to emphasize the importance of selecting suitable specimens, exposure conditions and test methods for determining the effect of radiation on appropriately chosen properties. Since many materials are used either in air or in inert environments, standard exposure conditions are recommended for both of these situations.

It should be noted that this standard does not consider measurements which are performed during the irradiation.

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 60093, *Methods of test for volume resistivity and surface resistivity of solid electrical insulating materials*

IEC 60167, *Methods of test for the determination of the insulation resistance of solid insulating materials*

IEC 60212, *Standard conditions for use prior to and during the testing of solid electrical insulating materials*

IEC 60243-1, *Electrical strength of insulating materials – Test methods – Part 1: Tests at power frequencies*

IEC 60544-1, *Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionizing radiation – Part 1: Radiation interaction and dosimetry*

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

ISO 37, *Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of tensile stress-strain properties*

ISO 48, *Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of hardness (hardness between 10 IRHD and 100 IRHD)*

ISO 178, *Plastics – Determination of flexural properties*

ISO 179 (all parts), *Plastics – Determination of Charpy impact properties*

ISO 527 (all parts), *Plastics – Determination of tensile properties*

ISO 815 (all parts), *Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of compression set*

ISO 868, *Plastics and ebonite – Determination of indentation hardness by means of a durometer (Shore hardness)*

3 Irradiation

3.1 Type of radiation and dosimetry

The following types of radiation are covered by the standard:

- X- and γ -rays;
- electrons;
- protons;
- neutrons;
- combined γ -rays and neutrons ("reactor" radiation).

In general, the radiation effects may be different for different types of radiation. However, in many practical applications, it has been found that with analogous experimental conditions, equal absorbed dose and equal linear energy transfer, the changes in properties will be only slightly dependent on the type of radiation [15-17]. Thus, the preferred type of radiation should be one for which the absorbed dose measurement is simple and precise, for example ^{60}Co γ -rays or fast electrons. For a comparison of the effect of reactor radiation with γ -rays or fast electrons, specimens with the same chemical composition can be irradiated with these various types of radiation and the radiation-induced changes can be compared.

Radiation-induced changes are related to the absorbed radiation energy, expressed by the absorbed dose. Recommended methods of dosimetry are listed in IEC 60544-1. The definitions of absorbed dose, absorbed dose rate and the units are also given in IEC 60544-1 and repeated here for convenience.

The absorbed dose, D , is the quotient of $d\bar{\epsilon}$ by dm , where $d\bar{\epsilon}$ is the mean energy imparted by ionizing radiation to the matter in a volume element and dm is the mass of the matter in that volume element.

$$D = \frac{d\bar{\epsilon}}{dm}$$

The absorbed dose rate, $\dot{D}$, is the increment of the absorbed dose dD in the time interval dt .

$$\dot{D} = \frac{dD}{dt}$$

Units

The SI unit of absorbed dose is the gray (Gy);

1 Gy = 1 J/kg (= 10^2 rad).

Usual multiples for higher doses are the kilogray (kGy) or megagray (MGy).

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

1 Gy/s = 1 W/kg (= 10^2 rad/s = 0,36 Mrad/h).

3.2 Irradiation conditions

The irradiation conditions which must be established are as follows:

- type and energy of the radiation;
- absorbed dose;
- absorbed dose rate;
- surrounding medium;
- temperature;
- mechanical, electrical and other stresses;
- sample thickness.

It is preferable to use γ -rays, X-rays or electrons for the irradiation (see 3.1). Their energy should be so chosen that the homogeneity of the absorbed dose in the sample is within ± 15 %.

3.3 Sample preparation

The test specimens shall be carefully prepared in accordance with the appropriate IEC and ISO standards, because a variation in test results may be due to differences in the quality of test specimens.

Because the effect of radiation can depend on the dimensions of the specimens, these shall be uniform for all comparison studies. It is preferable to irradiate the test specimens in the geometry needed for subsequent tests. If, however, the test specimens have to be cut from a larger irradiated test piece, the position of the specimen in the test piece shall be reported.

Non-irradiated control specimens shall be produced in the same manner and subjected to the same conditioning and post-irradiation treatment as the irradiated specimens.

3.4 Irradiation procedures

3.4.1 Irradiation dose-rate control

The exposure rate is usually non-uniform in the radiation field. In addition, it is reduced by the energy absorption in the specimen itself. Therefore, the absorbed dose cannot be homogeneous. Improvements in homogeneity may be achieved by filtering methods, by irradiation of the specimens from several directions, by traversing the radiation field at a constant rate or by scanning the specimen with the radiation beam. The homogeneity of the absorbed dose rate should be improved rotating or moving the sample during the irradiation, for example, by means of suitable equipments. It is expected that variations in dose rate within ± 15 % will not appreciably affect the results (see 3.2); variations outside this recommended value shall be reported.

3.4.2 Irradiation temperature control

The specimens shall be conditioned at the irradiation temperature for 48 h, or until an approximate equilibrium with the irradiation temperature is ensured.

The temperatures shall be chosen from the standardized series given in IEC 60212.

The temperature of the specimens during irradiation shall be determined by the use of a supplementary specimen containing a temperature-measuring device, irradiated under the same conditions as the other specimens. The measuring device and its position in the specimen have to be carefully chosen so to avoid that the irradiation influences the temperature measurements.

The temperature variations are a function of the actual temperature of the experiment. Larger tolerances (e.g. ± 5 K) are allowed at ambient temperatures up to approximately 40 °C, smaller tolerances (e.g. ± 2 K) are reasonable at higher temperatures where temperature control is used. Deviations of more than ± 2 K shall be reported.

Irradiation at high dose rates may cause the temperature to rise. The temperature may be controlled in any way that does not affect the material properties or radiation conditions.

Irradiations in the region of a transition (e.g. melting, glass or secondary transition) shall be noted, since degradation behaviour can change significantly as a material passes through such a transition.

3.4.3 Irradiation in air

Specimens to be irradiated in air shall be arranged so that free access to air is ensured on all sides. The build-up of radiation-induced reaction products is to be prevented (e.g. by a flow of fresh air over the specimen), except in cases where it is desirable to determine whether the products (e.g. O_3 or HCl) affect the material properties.

If the nature of the radiation source requires that the specimens be enclosed in a container, package the specimens in the standard atmosphere. In general, the conditions in the container (e.g. pressure and chemical composition of atmosphere) will be changed by irradiation. This could seriously affect the results. Therefore, the air within the container should be changed frequently. It shall be stated in the report that irradiation was made in a closed container, the material of which the container was made, the ratio between the volumes of specimens and air, and how often the air was renewed. The possibility of a pressure rise by heating or by reaction products is to be considered in the design of the container so that this effect is minimized.

3.4.4 Irradiation in a medium other than air

Specimens to be irradiated in a gas other than air shall be conditioned in a container at a pressure of ≤ 1 Pa (10^{-5} bar) for at least 8 h, followed by three flushes with the gas. After flushing, the specimens shall remain in the container filled with gas at the temperature of the irradiation until an approximate equilibrium of the specimens with the gas is ensured. During irradiation it is best to maintain a continuous flow of gas through the specimen container. When necessary, a sealed container may be used if the gas is changed periodically. Sealing the container for the entire exposure is permitted only if it is unavoidable due to the nature of the source. The details of the method shall be reported.

Specimens to be irradiated in a liquid medium shall be immersed for a sufficient period of time to reach approximate equilibrium with the liquid before the irradiation. The radiation resistance may be influenced by swelling induced during the conditioning time. During the entire period of irradiation the specimens shall be completely immersed in the liquid. Stirring of the liquid, streaming or other methods used to supply new liquid to the specimen shall be reported.

3.4.5 Irradiation in a vacuum

Specimens to be irradiated in a vacuum shall be conditioned in a container at a pressure of ≤ 1 Pa (10^{-5} bar) for at least 24 h and that pressure shall not be exceeded throughout the irradiation.

3.4.6 Irradiation at high pressure

Specimens to be irradiated at high pressure shall be conditioned in a container at that pressure for sufficient lengths of time to reach approximate equilibrium, and the selected pressure shall be maintained throughout the irradiation. A possible technique for irradiation under oxygen pressure is described in [8]. Details of the exposure conditions shall be reported.

3.4.7 Irradiation during mechanical stressing

The specimens shall be arranged on a suitable fixture so that they will be subject to a mechanical stress during irradiation. A description of the method shall be reported.

3.4.8 Irradiation during electrical stressing

The specimens shall be arranged on a suitable fixture so that they will be subject to an electrical stress during irradiation. A description of the method shall be reported.

3.4.9 Combined irradiation procedures

When any combination of two or more of the variables listed in the above procedures is used, the combined procedure shall incorporate all the appropriate features of the separate procedures involved.

3.5 Post-irradiation effects

The irradiation of polymers results in the formation of free radicals or other reactive species. The rate at which some of these are formed may be much greater than their reaction rate; this leads to the accumulation of reactive species within the irradiated material and to the possibility of continuing reactions after the specimen has been removed from the radiation field. Because of this effect, specimens shall be tested as soon as possible (preferably within one week) after the end of irradiation.

3.6 Specified irradiation conditions

Problems related to assessing the effects at long-term service conditions by short-term laboratory tests are discussed in the Introduction. Two irradiation conditions are given below which are intended to provide a measure of the time-related oxygen effects:

- Short time exposure in non-oxidizing conditions, e.g. either in the absence of oxygen or for thick samples at high absorbed dose rates usually in excess of 1 Gy/s.
Since radiation heating can occur at high dose rates, the upper limit is governed by the specified test temperature.
- Long time exposure conditions in the presence of oxygen (ambient air) at low dose rates up to 3×10^{-2} Gy/s.

NOTE The recommended long time exposure employs a dose rate that was chosen as a compromise between long-term field service conditions and practical test durations. It can still be several orders of magnitude higher than the dose rate that occurs in many long-term applications of interest. Further significant dose rate effects may apply due to these differences, and the size will depend on the polymer type and sample thickness. At present, test procedures predicting life times at much lower dose rates than 3×10^{-2} Gy/s are subject to research [9 – 12].

For application in nuclear reactor service, it is preferable to irradiate the specimens at two temperatures: room temperature (23 ± 5) °C and 80 °C. Consideration should be given to 3.4.2.

4 Test

4.1 General

The radiation resistance can be characterized by:

- the absorbed dose required to produce a predetermined change in a property (see 4.3.1), or
- the amount of change in a property produced by a fixed value of absorbed dose (see 4.3.2).

To establish radiation resistance the following points shall be defined:

- irradiation conditions (see Clause 3);
- properties whose changes may be evaluated (see 4.2);
- end-point criteria of properties and/or values of absorbed dose (see 4.3).

The tests are intended to determine permanent changes in the properties of the material. Transient changes occurring during the irradiation are not dealt with in this standard.

4.2 Test procedures

Some properties which may be considered for monitoring radiation effects are listed in Table 1 together with the appropriate test procedures. Although electrical properties can change drastically when a material fails, they are much less sensitive than mechanical properties for monitoring damage built up before failure [18], [19]. Mechanical properties may be improved initially in plastics which crosslink, but with higher absorbed doses most plastics become brittle and technically unusable. This process of becoming brittle should be considered when the properties to be tested are chosen.

For normal application, experience has shown that the most appropriate mechanical properties are

- the flexural stress at maximum load for rigid plastics, and
- the percentage elongation at break for flexible plastics and elastomers.

Should the application warrant it, the user may specify an alternative property taken from Table 1 or any alternative procedure. Also, since the radiation source and container have a limited volume over which the radiation field is sufficiently uniform, this may imply restrictions in sample size.

4.3 Evaluation criteria

4.3.1 End-point criteria

The end-point criterion may be expressed as an absolute property value or a percentage of the initial value. Either method may be used to classify materials for radiation resistance. Table 1 provides examples of ranking materials using a percentage of the initial value. The assessment of a radiation index is given in IEC 60544-4.

For a specific application or service condition, a more appropriate end-point value may be selected that will reflect end-use requirements.

Table 1 – Critical properties and end-point criteria to be considered in evaluating the classification of insulating materials in radiation environments

Type of material	Properties to be tested	Test procedures	End-point criteria ^a
Rigid plastics	– Flexural strength	ISO 178	50 %
	– Tensile strength at yield	ISO 527	50 %
	– Tensile strength at break	ISO 527	50 %
	– Impact strength	ISO 179	50 %
	– Volume and surface resistivity	IEC 60093	10 %
	– Insulation resistance	IEC 60167	10 %
	– Electrical strength	IEC 60243-1	50 %
Flexible plastics	– Elongation at break	ISO 527	50 %
	– Tensile strength at yield	ISO 527	50 %
	– Tensile strength at break	ISO 527	50 %
	– Impact strength	ISO 179	50 %
	– Volume and surface resistivity	IEC 60093	10 %
	– Insulation resistance	IEC 60167	10 %
	– Electrical strength	IEC 60243-1	50 %
Elastomer	– Elongation at break	ISO 37	50 %
	– Tensile strength at break	ISO 37	50 %
	– Hardness/IRHD	ISO 48	} Change of 10 units
	– Hardness/Shore A	ISO 868	
	– Compression set	ISO 815	50 %
	– Volume and surface resistivity	IEC 60093	10 %
	– Insulation resistance	IEC 60167	10 %
	– Electrical strength	IEC 60243-1	50 %
^a The values given in per cent are expressed as a percentage of the initial value.			

4.3.2 Values of the absorbed dose

Radiation resistance may also be determined by exposing a material to a specified absorbed dose which has been agreed upon or has been established in a material standard. In such a case the end-point criteria may not be reached at the final dose.

The recommended absorbed dose values to use when following property changes are

$$10^3, 10^4, 10^5, 3 \times 10^5, 10^6, 3 \times 10^6, 10^7, 3 \times 10^7, 10^8 \text{ Gy.}$$

NOTE In many cases, it is expedient to use as a limit the absorbed dose of 10^7 Gy, or in special cases 10^8 Gy.

4.4 Evaluation

The properties of the irradiated and control specimens are determined according to the relevant standards, and the changes are reported as the difference in or ratio between the values of the property in the irradiated and in the control specimens.

To determine the absorbed dose which produces a given change in a property (end-point criterion, see 4.3), the values of the property or changes in the values are plotted against the absorbed dose. The absorbed dose corresponding to the end-point criterion for a property is then determined by interpolation (see Example 1 in Annex A).

NOTE Determination by extrapolation of an absorbed dose which produces a given change is possible only in a very limited way because the values of the properties do not change with increasing absorbed dose according to any simple mathematical expression.

5 Report

5.1 General

The report shall include a reference to this standard, report any deviations from the recommended procedures of this standard and list the following information:

5.2 Material

The description of the material under test shall include as much of the following information as is available:

- type of polymer and preparation method;
- supplier;
- formulation and compounding data, such as: fillers (including size and form), plasticizers, stabilizing agents, light absorbers, etc.;
- physical properties: density, melting point, glass transition temperature, crystallinity, orientation, solubility, etc.

5.3 Irradiation

- Description of the radiation source:
Type, activity or beam power, kind and energy spectrum of radiation. For reactor irradiation, the proportion of γ -rays, thermal, epithermal and fast neutrons.
- Specification of the absorbed dose:
Method of dosimetry, absorbed dose rates (with tolerances), period of irradiation and absorbed dose of the different specimens. For accelerators, list pulse repetition rate, pulse length and maximum flux density. Also list the traverse cycle of the specimen and "in-time" and "out-time".
For reactors and other neutron sources, make the calculation of absorbed dose rate on the basis of the flux density, determined separately for thermal, epithermal and fast neutrons, and for γ -rays.
- Conditioning and irradiation procedure, including pertinent details, for example temperature, atmosphere or medium, pressure, stress on specimen, container.
- Special post-irradiation treatment.
- Date of irradiation.

5.4 Test

Properties tested and relevant test standards and, as appropriate (see 4.3):

- end-point criteria;
- specified absorbed dose.

5.5 Results

As appropriate (see 4.4):

- absorbed dose required to reach the specified end-point criterion, or a graph;
- values of the properties in the irradiated specimens and control specimens, as well as the property changes.

Date of property test.

Examples of test reports are given in Annex A for (1) magnet coil insulation, (2) cable insulation, (3) insulating tape.

Annex A (informative)

Examples of test reports

EXAMPLE 1 – Magnet coil insulation

Radiation test report according to the IEC 60544 series

1. Material: Epoxy – Phenol – Novolac – Bisphenol A resin
 Composition: Resin EPN 1138 + MY745 + CY221 (50:50:20),
 hardener: HY905 (120),
 accelerator: XB2687 (0,3)
 Curing: 24 h at 120 °C
 Application: Magnet coil insulation
 Supplier: NN

2. Irradiation
 Pool reactor, in water, 40 °C
 Fast neutron flux ($E > 1 \text{ MeV}$): $3 \times 10^{12} \text{ n/cm}^2 \text{ s}$
 Thermal neutron flux: $5 \times 10^{12} \text{ n/cm}^2 \text{ s}$
 Gamma dose rate: 400 Gy/s
 Absorbed doses: 5×10^6 , 1×10^7 , $2,5 \times 10^7$, $5 \times 10^7 \text{ Gy}$
 Dosimetry method: Calorimeter and activation detectors
 Irradiation date: xy

3. Test
 Method: Flexural strength ISO 178
 Sample size: 80 mm × 10 mm × 4 mm
 Critical property: Flexural strength at maximum load
 End-point criterion: 50 % of initial value
 Test date: xy

4. Results: See Table A.1 and Figure A.1.

Table A.1 – Example 1 – Magnetic coil insulation

N°	Characteristics			Mechanical properties		
	Composition	Curing conditions	Absorbed dose Gy	Flexural strength S MPa	Deflection at break D mm	Tangent modulus of elasticity M GPa
297	EPN 1138/MY 745/CY 221/HY 905/XB 2687	24 h at 120 °C	0	127	12,4	3,8
			5×10^6	94	6,4	3,9
			1×10^7	70	4,5	4,1
			$2,5 \times 10^7$	14	1,2	4,3
			5×10^7	2	0,7	0,5

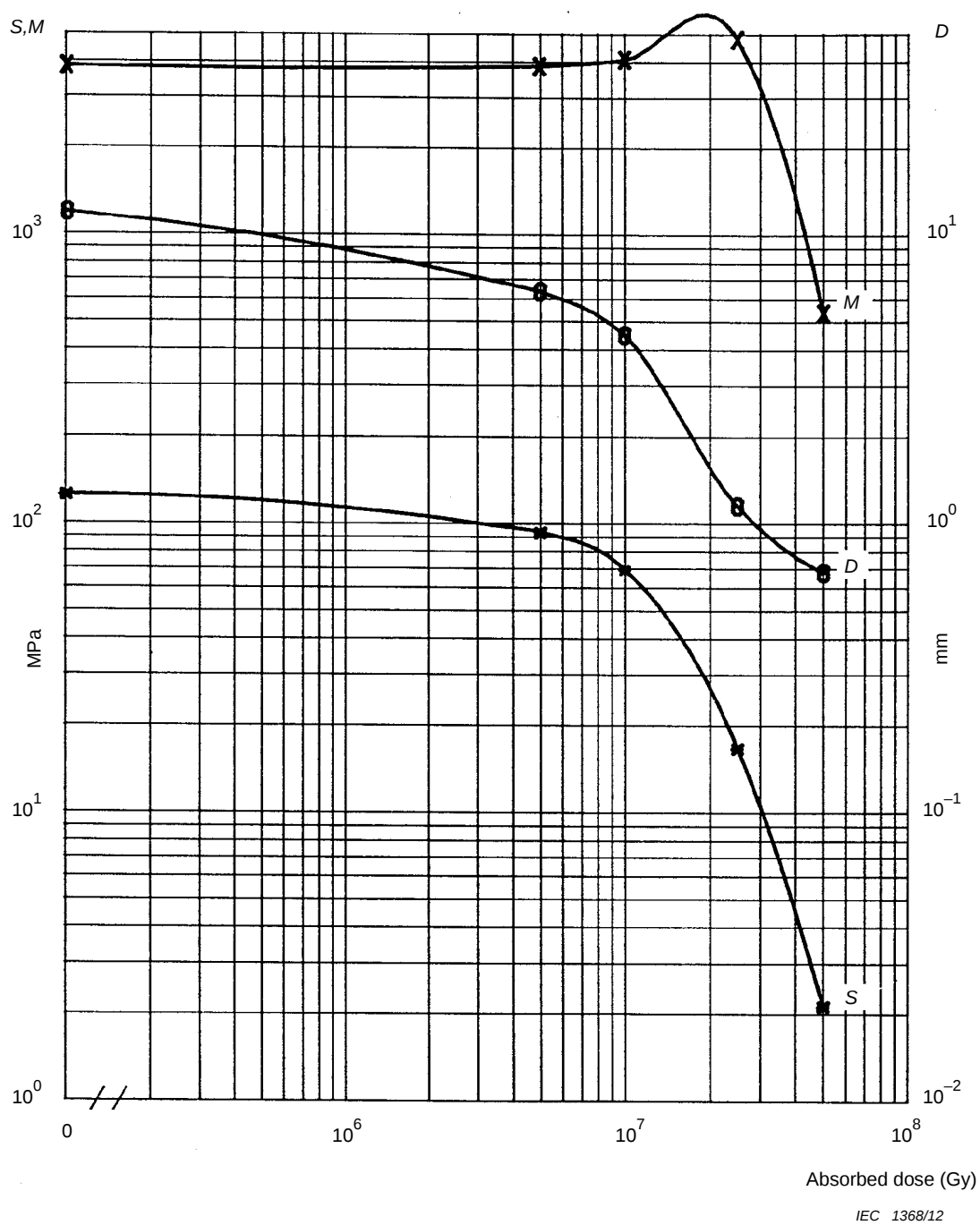


Figure A.1 – Change of mechanical properties as a function of absorbed dose for magnetic coil insulation

EXAMPLE 2 – Cable insulation

Radiation test report according to the IEC 60544 series

1. Material: Low-density polyethylene. Thermoplastic cable insulation, 0,08 % phenolic type stabilizer, density 0,936 g/cm³.

Supplier: NN
2. Irradiation

Series A, B, C, D: Pool-reactor, position E1, in air, 25 °C
Absorbed doses: 5×10^5 , 1×10^6 , 2×10^6 , 5×10^6 , Gy
Dose rate: 7 to 70 Gy/s
Irradiation date: xy

Series E, F: ⁶⁰Co source in air, 20 °C
Absorbed doses: 5×10^5 , 1×10^6 Gy
Dose rate: 0,03 Gy/s
Irradiation date: xy
3. Test

Method: Tensile test, ISO 527, Hardness test ISO 868
Sample: Type S2 taken from moulded plates (2 mm thickness)
Critical property: Elongation at break
End-point criterion: 50 % of initial value
Test date: (Series A, B, C, D) xy
(Series E, F) xy
4. Results: See Table A.2.

Table A.2 – Example 2 – Cable insulation

No.	Material, Type,	Source, Series	Dose Gy	Dose rate Gy/s	Traction		Hardness Shore D
					Strength <i>R</i> MPa	Elongation <i>E</i> %	
524	PE-LD insulation thermoplastic Stabilized T/0,08	Reactor	0,0	0,0	13,7 ± 1,4	588 ± 36,0	44,0
		A	$5,0 \times 10^5$	70,0	18,1 ± 1,0	391,0 ± 4,5	45,0
		B	$1,0 \times 10^6$	56,0	10,1 ± 0,5	214,0 ± 6,0	47,5
		C	$1,9 \times 10^6$	7,8	11,8 ± 0,6	61,0 ± 2,0	52,0
		D	$5,0 \times 10^6$	56,0	9,6 ± 0,5	19,0 ± 2,2	47,0
	Idem	Cobalt 60	0,0	0,0	13,7 ± 1,4	588 ± 36,0	44,0
		E	$5,0 \times 10^5$	0,03	10,3 ± 0,5	80,1 ± 9,0	50,5
		F	$1,0 \times 10^6$	0,03	10,9 ± 0,5	55,0 ± 5,0	51,0

EXAMPLE 3 – Insulating tape**Radiation test report according to the IEC 60544 series**

1. Material: Insulation tape for high-voltage machines
Silicone resin + samica + glass cloth

Supplier: NN

2. Irradiation

Spent-fuel element, in air, 45 °C

Dose rate: 2,7 Gy/s

Absorbed doses: 5×10^6 , $9,2 \times 10^6$, 5×10^7 Gy

Irradiation date: xy

3. Test

Method: Breakdown voltage at straight and 45° bent sample (IEC 60243-1)

Critical property: Breakdown voltage on straight sample

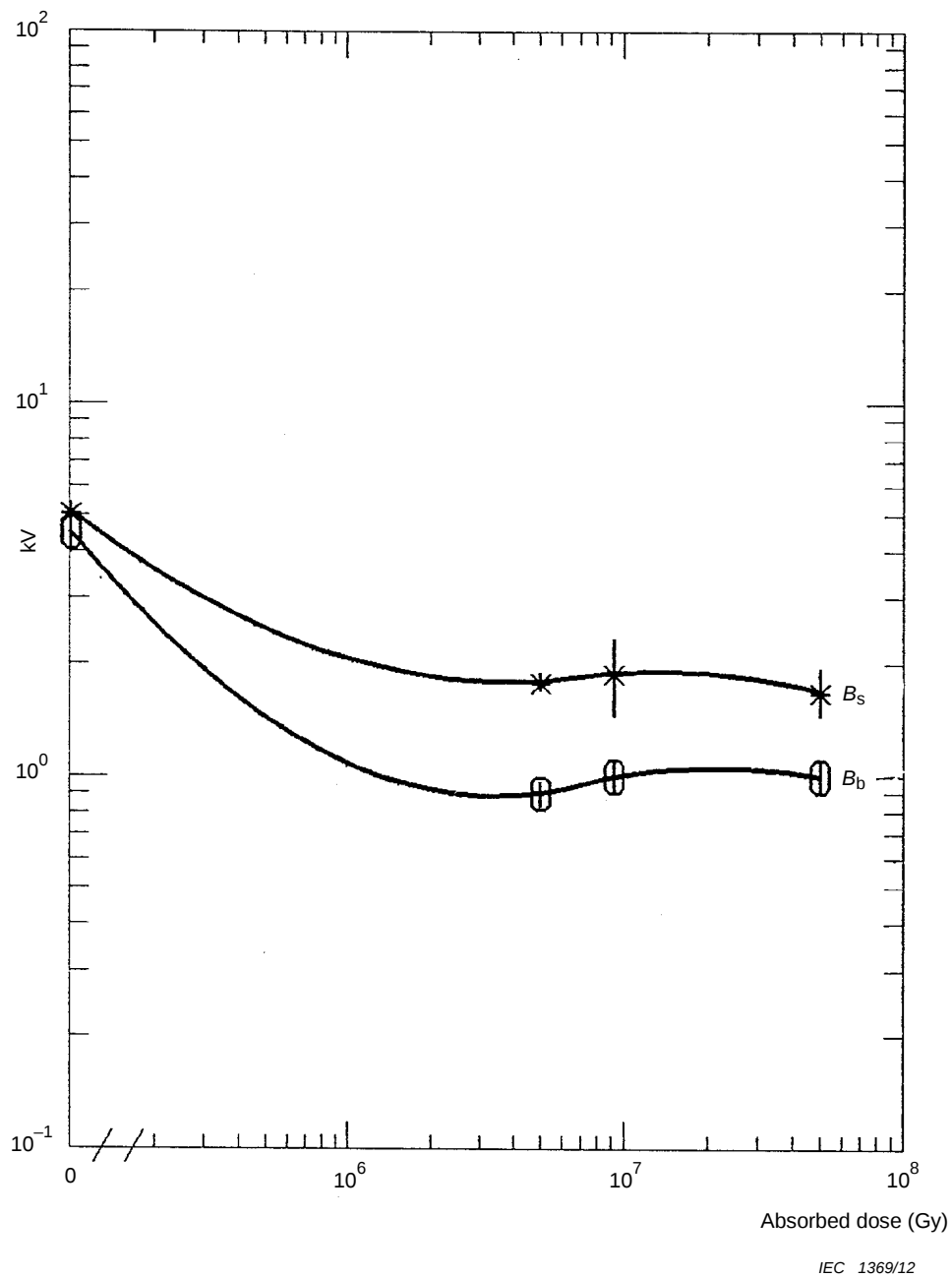
End-point criterion: 50 % of initial value

Test date: xy

4. Results: See Table A.3 and Figure A.2.

Table A.3 – Example 3 – Insulating tape

No.	Material Type Supplier Remarks	Dose Gy	Breakdown voltage kV		Radiation index at 10^5 Gy/h IEC 60544-4
			Straight	Bent 45°	
E 07	Silicone + Samica + glass cloth + PC film Insulating tape for Class F, HV machines	0,0	$5,10 \pm 0,30$	$4,50 \pm 0,54$	<6,0
		5×10^6	$1,80 \pm 0,10$	$0,90 \pm 0,07$	
		$9,2 \times 10^6$	$1,90 \pm 0,45$	$1,00 \pm 0,10$	
		5×10^7	$1,70 \pm 0,25$	$1,00 \pm 0,10$	



Key

- B_s straight sample
- B_b bent sample

Figure A.2 – Breakdown voltage of insulating tape as a function of absorbed dose

Bibliography

- [1] WILSKI, H., "Long-duration irradiation of plastics at low dose rate, *Radiation Effects in Physics, Chemistry and Biology*", Proc. 2nd Int. Congr. on Radiation Research, Harrogate (1962), eds. M. Ebert and A. Howard (North-Holland Publ. Co., Amsterdam, 1963).
- [2] GILLEN, K.T. and CLOUGH, R.L., "Occurrence and implications of radiation dose rate effects for material ageing studies", *Rad. Phys. Chem.* 18 (3-4), 661-669 (1981).
- [3] ARAKAWA, K., SEGUCHI, T., WATANABE, Y., HAYAKAWA, N., KURIYAMA, I. and MACHI, S. "Dose-rate effect on radiation-induced oxidization of polyethylene and ethylene-propylene copolymer", *J. Polym. Sci., Polym. Chem. Ed.* 19, 2123 (1981).
- [4] MAIER, P. and STOLARZ, A., "Long-term radiation effects on commercial cable insulating materials irradiated at CERN", CERN Report 83-08 (1983).
- [5] WILSKI, H. "Review: The radiation-induced degradation of polymers", *Rad. Phys. Chem.* 29, No. 1, pp. 1-14 (1987).
- [6] WÜNDRICH, K., "A review of radiation resistance for plastic and elastomeric materials", *Rad. Phys. Chem.* 24, No. 5/6, pp. 503-510 (1985).
- [7] CLOUGH, R.L., "Radiation resistant polymers", in: *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, Volume 13, Second Edition, Wiley, New York.
- [8] SEGUCHI, T. and ARAKAWA, K., "Oxidation region in polymer materials irradiated in oxygen under pressure", Report JAERI-M-9671, Japan Atomic Energy Research Institute (1981)(in Japanese).
- [9] CLOUGH, R.L., GILLEN, K.T., CAMPAN, J.L., GAUSSENS, G., SCHÖNBACHER, H., SEGUCHI, T., WILSKI, H. and MACHI, S. "Accelerated aging tests for predicting radiation degradation of organic materials", *Nuclear Safety* 25, 238-254 (1984).
- [10] GILLEN, K.T., and CLOUGH, R.L., "A kinetic model for predicting oxidative degradation rates in combined radiation-thermal environments", *J. Polym. Sci., Polym. Chem. Ed.* 23, 2683 (1985).
- [11] SEGUCHI, T., "Analysis of dose rate dependence on radiation-thermal combined aging of polymer materials", Proceedings Int. ANS/ENS Topical Meeting "Operability of Nuclear Power Systems in Normal and Adverse Environments", Albuquerque, NM, October 1986.
- [12] BURNAY, S.G. and HITCHON, J.W. "Prediction of service lifetimes of elastomeric seals during radiation aging", *J. Nucl. Mater.* 131, 197 (1985).
- [13] SEGUCHI, T., ARAKAWA, K., HAYAKAWA, N., MACHI, S., YAGYU, H., SORIMACHI, M., YAMAMOTO, Y. "Radiation-thermal combined degradation of cable insulating materials", The Institute of Electrical Engineers of Japan (IEEJ), paper presented at IEEJ technical meeting on electrical insulation, 1980, Tokyo, EIM-80-94, Tokyo(1980) (in Japanese) .
- [14] CLOUGH, R.L. and GILLEN, K.T. "Combined environment aging effects", *Jour. Polym. Sci., Polym. Chem. Ed.* 19 (8), 2041-2051 (1981).
- [15] SEGUCHI, T., HAYAKAWA, N., YOSHIDA, K., TAMURA, N., KATSUMURA, Y. and TABATA, Y. "Fast neutron irradiation effects-II. Crosslinking of polyethylene, ethylen-

propylene copolymer, and tetrafluoroethylene-propylene copolymer", Rad. Phys. Chem. 26, 221-225 (1985).

- [16] HANISCH, F., MAIER, P. , OKADA, S. and SCHÖNBACHER, H. "*The effects of radiation types and dose rates on selected cable insulating materials*", Radiat., Phys., Chem., Vol. 30, No. 1, pp 1-9 (1987).
- [17] WYANT, F., BUCKALEW, H.W., CHENION, J., CARLIN, F., GAUSSENS, G., LE TUTOUR, P. and LE MEUR, M. "*US/French Joint Research Program regarding the behaviour of polymer base materials subjected to beta radiation*", Sandia Report SAND 86-0366, NUREG/CR-4530 (1986).
- [18] STUETZER, O. "*Correlation of electric cable failure with mechanical degradation*", Sandia Report SAND 83-2622, NUREG/CR 3623 (1984).
- [19] LIPTAK, G., SCHULER, R., MAIER, P., Schönbacher, H., HABERTHÜR, B., MÜLLER, H. and ZEIER, W. "*Radiation tests on selected electrical insulating materials for high power and high voltage application*", CERN Report 85-02 (1985).
- [20] IEC 60544-3, *Guide for determining the effects of ionizing radiation on insulating materials – Part 3: Test procedures for permanent effects* (withdrawn 1991)

NOTE 1 CERN reports can be obtained from: Scientific Information Service CERN, CH-1211 Geneva 23, Switzerland.

NOTE 2 JAERI reports can be obtained from: Takasaki Radiation Chemistry Research Establishment JAEA, Takasaki, Watanuki-machi, Gunma-ken 370-1292 Japan

NOTE 3 SANDIA reports can be obtained from: National Technical Information Service Springfield, Virginia 22161, USA.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	26
INTRODUCTION.....	28
1 Domaine d'application	30
2 Références normatives.....	30
3 Irradiation.....	31
3.1 Type de rayonnement et dosimétrie.....	31
3.2 Conditions d'irradiation.....	32
3.3 Préparation de l'échantillon	32
3.4 Méthodes d'irradiation	32
3.4.1 Régulation du débit de dose d'irradiation	32
3.4.2 Régulation de la température d'irradiation	33
3.4.3 Irradiation dans l'air.....	33
3.4.4 Irradiation dans un milieu autre que l'air	33
3.4.5 Irradiation sous vide	34
3.4.6 Irradiation sous haute pression.....	34
3.4.7 Irradiation sous contrainte mécanique	34
3.4.8 Irradiation sous contrainte électrique	34
3.4.9 Méthodes combinées d'irradiation.....	34
3.5 Effets de post-irradiation	34
3.6 Conditions spécifiées d'irradiation	34
4 Essai.....	35
4.1 Généralités.....	35
4.2 Méthodes d'essai	35
4.3 Critères d'évaluation.....	36
4.3.1 Critères de point limite.....	36
4.3.2 Valeurs de la dose absorbée	36
4.4 Évaluation	37
5 Rapport.....	37
5.1 Généralités.....	37
5.2 Matériau.....	37
5.3 Irradiation.....	37
5.4 Essai.....	38
5.5 Résultats.....	38
Annexe A (informative) Exemples des rapports d'essai	39
Bibliographie.....	44
Figure A.1 – Modification des propriétés mécaniques en fonction de la dose absorbée pour une isolation de bobine magnétique	40
Figure A.2 – Tension de claquage d'un ruban isolant en fonction de la dose absorbée	43
Tableau 1 – Propriétés critiques et critères de point limite à considérer dans l'évaluation de la classification des matériaux isolants placés dans des environnements sous rayonnement.....	36
Tableau A.1 – Exemple 1 – Isolation de bobine d'électro-aimant.....	39

Tableau A.2 – Exemple 2 – Isolant de câble	41
Tableau A.3 – Exemple 3 – Ruban isolant.....	42

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MATÉRIAUX ISOLANTS ÉLECTRIQUES – DÉTERMINATION DES EFFETS DES RAYONNEMENTS IONISANTS SUR LES MATÉRIAUX ISOLANTS –

Partie 2: Méthodes d'irradiation et d'essai

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60544-2 a été établie par le comité d'études 112 de la CEI: Evaluation et qualification des systèmes et matériaux d'isolement électrique.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition parue en 1991. Elle constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente:

- alignement avec des normes récemment élaborées au sein du SC 45A, ainsi qu'avec d'autres parties de la série CEI 60544.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
112/208/FDIS	112/216/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, présentées sous le titre général *Matériaux isolants électriques – Détermination des effets des rayonnements ionisants sur les matériaux isolants*, peut être consultée sur le site web de la CEI.

Les futures normes de cette série porteront dorénavant le nouveau titre général cité ci-dessus. Le titre des normes existant déjà dans cette série sera mis à jour lors de la prochaine édition.

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

Dans le choix des matériaux isolants destinés à des applications sous rayonnement, il convient que les concepteurs de composants disposent de résultats d'essais fiables pour pouvoir comparer les différents matériaux. Pour être significatives, il convient que les données sur la performance de chacun des matériaux aient été obtenues par des méthodes normalisées; il convient que ces méthodes aient été conçues pour mettre en évidence l'incidence des variations des conditions d'utilisation sur les propriétés significatives. Ce dernier point est particulièrement important lorsque des conditions normales d'utilisation à faibles débits de dose existent et que les matériaux d'isolation ont été sélectionnés d'après des données de tenue aux rayonnements issues d'essais réalisés à hauts débits de dose.

Les conditions de l'environnement doivent être bien contrôlées et documentées durant la mesure des effets des rayonnements. Les principaux paramètres de l'environnement sont notamment la température, le milieu réactif et les contraintes mécaniques et électriques durant l'irradiation. Dans l'air, les espèces induites par rayonnement peuvent participer à des réactions avec l'oxygène, qui ne se produiraient pas en l'absence d'oxygène. Ce phénomène est responsable de l'effet du débit de dose absorbée que l'on observe lorsque certains types de polymères sont irradiés dans l'air. Par conséquent, la résistance peut être de plusieurs ordres de grandeur inférieure à celle obtenue lorsque l'échantillon est irradié sous vide ou dans un gaz inerte. C'est ce qu'on appelle généralement « l'effet du débit de dose » qui est présenté et analysé dans les références [1] à [14]¹.

NOTE Pour de plus amples renseignements, les utilisateurs de la présente Partie de la CEI 60544 se reporteront aux documents cités en référence dans la Bibliographie. Les documents qui ne sont pas publiés dans des revues diffusées à l'échelle internationale sont disponibles aux adresses indiquées à la fin des références.

La durée d'irradiation peut devenir un facteur pertinent à cause de complications variant en fonction du temps et causées par:

- a) des effets physiques tels que l'oxydation limitée par diffusion [8], [10]; et
- b) des phénomènes chimiques tels que les réactions de décomposition de l'hydroperoxyde qui déterminent le débit [10], [14].

Les effets types limités par diffusion s'observent généralement dans les études de l'irradiation dans l'air de polymères. Leur importance est fonction de la relation existant entre la géométrie du polymère et les taux de pénétration et de consommation de l'oxygène, qui dépendent tous deux de la température [10]. Cela signifie que l'irradiation dans l'air d'échantillons épais peut produire une oxydation près des surfaces exposées à l'air seulement de l'échantillon, ce qui donne lieu à des changements de propriété du matériau, semblables à ceux obtenus par irradiation dans un environnement sans oxygène. Par conséquent, si le matériau est sensé être exposé dans l'air pendant une longue période à un faible débit de dose, il n'est pas sûr que l'application de la même dose totale, à fort débit de dose, en un temps court, permette de déterminer sa durabilité. Pour résoudre ce problème, on peut se baser sur les résultats d'expériences antérieures ou prendre en compte l'épaisseur de l'échantillon et les taux de pénétration et de consommation de l'oxygène [8], [10]. Une technique permettant d'éliminer les effets de la diffusion de l'oxygène en augmentant la pression de l'oxygène environnant est à l'étude [8].

Les réactions induites par rayonnement dépendent de la température. Une augmentation de la vitesse de réaction en fonction de la température peut se traduire par un effet synergique du rayonnement et de la chaleur. Les prévisions du vieillissement thermique les plus couramment utilisées proviennent de la méthode d'Arrhenius, qui repose sur une équation fondamentale de la cinétique chimique. Malgré les recherches considérables qui sont réalisées sans relâche sur les méthodes de vieillissement sous rayonnement, ce domaine est beaucoup moins développé [9]. On vérifie si des équations générales faisant intervenir la dose, le temps, l'énergie d'activation d'Arrhenius, le débit de dose et la température

¹ Les références entre crochets se réfèrent à la bibliographie.

permettraient de modéliser des expériences de vieillissement [10-12]. Il convient de noter qu'une application séquentielle de rayonnement et de chaleur, comme cela est souvent le cas, peut donner des résultats très différents selon l'ordre d'application et que les effets synergiques peuvent ne pas être simulés correctement [13], [14].

Les propriétés électriques et mécaniques exigées pour les matériaux isolants, et les niveaux acceptables des changements dus à une irradiation sont si variés qu'il est impossible de définir, dans le cadre d'une recommandation, ce qu'on entend par propriétés acceptables. La même remarque vaut pour les conditions d'irradiation. En conséquence, la présente norme ne fait que recommander quelques propriétés et conditions d'irradiation qui, par l'expérience, se sont avérées pertinentes. Les propriétés recommandées sont celles qui sont particulièrement sensibles aux rayonnements. Pour une application spécifique, d'autres propriétés peuvent devoir être choisies.

La Partie 1 de la CEI 60544 constitue une introduction traitant, d'un point de vue très général, des problèmes liés à l'évaluation des effets des rayonnements. Elle fournit également un guide terminologique en dosimétrie, plusieurs méthodes de détermination de la dose d'exposition et de la dose absorbée, ainsi que des méthodes de calcul de la dose absorbée dans tout matériau spécifique selon la méthode de dosimétrie utilisée. La présente partie décrit des méthodes d'irradiation et d'essai. La Partie 4 de la CEI 60544 donne une définition d'un système de classification par catégories de la tenue aux rayonnements des matériaux isolants. Ce système comporte une série de paramètres caractérisant l'aptitude à l'emploi de tels matériaux sous rayonnement. Il s'agit d'un guide de sélection, de classement et de spécification des matériaux isolants. La précédente Partie 3 de la CEI 60544 a été incorporée à la présente Partie 2.

MATÉRIAUX ISOLANTS ÉLECTRIQUES – DÉTERMINATION DES EFFETS DES RAYONNEMENTS IONISANTS SUR LES MATÉRIAUX ISOLANTS –

Partie 2: Méthodes d'irradiation et d'essai

1 Domaine d'application

Cette Partie de la CEI 60544 spécifie d'abord les contrôles exercés sur les conditions d'exposition pendant et après l'irradiation de matériaux isolants par des rayonnements ionisants, avant de déterminer les changements de propriétés physiques ou chimiques induits par rayonnement.

Cette norme discute certaines des principales conditions d'irradiation possibles d'une importance significative et spécifie les divers paramètres qui peuvent influencer sur les réactions induites par rayonnement dans ces conditions.

L'objectif de la présente norme est de démontrer l'importance du choix d'échantillons, de conditions d'exposition et de méthodes d'essai appropriés pour déterminer les effets des rayonnements sur des propriétés convenablement choisies. Comme un grand nombre de matériaux peuvent être utilisés soit dans l'air, soit dans des environnements inertes, des conditions normales d'exposition sont recommandées pour chacune de ces situations.

Il convient de noter que cette norme ne prend pas en compte les mesures réalisées pendant l'irradiation.

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 60093, *Méthodes pour la mesure de la résistivité transversale et de la résistivité superficielle des matériaux isolants électriques solides*

CEI 60167, *Méthodes d'essai pour la détermination de la résistance d'isolement des isolants solides*

CEI 60212, *Conditions normales à observer avant et pendant les essais de matériaux isolants électriques solides*

CEI 60243-1, *Rigidité diélectrique des matériaux isolants – Méthodes d'essais – Partie 1: Essais aux fréquences industrielles*

CEI 60544-1, *Matériaux isolants électriques – Détermination des effets des rayonnements ionisants – Partie 1: Interaction des rayonnements et dosimétrie*

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

ISO 37, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique – Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction*

ISO 48, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique – Détermination de la dureté (dureté comprise entre 10 DIDC et 100 DIDC)*

ISO 178, *Plastiques – Détermination des propriétés en flexion*

ISO 179 (toutes les parties), *Plastiques – Détermination des caractéristiques au choc Charpy*

ISO 527 (toutes les parties), *Plastiques – Détermination des propriétés en traction*

ISO 815 (toutes les parties), *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique – Détermination de la déformation rémanente après compression*

ISO 868, *Plastiques et ébonite – Détermination de la dureté par pénétration au moyen d'un duromètre (dureté Shore)*

3 Irradiation

3.1 Type de rayonnement et dosimétrie

La présente norme traite des types de rayonnement suivants:

- rayons X et gamma;
- électrons;
- protons;
- neutrons;
- rayons gamma et neutrons combinés (rayonnement du « réacteur »).

En général, les effets du rayonnement varient selon le type de rayonnement. Cependant, dans de nombreuses applications, il est ressorti que, dans des conditions expérimentales analogues, pour une dose absorbée égale et un transfert d'énergie linéaire égal, les changements de propriétés dépendent peu du type de rayonnement [15-17]. Par conséquent, il convient que le type de rayonnement à privilégier soit celui pour lequel la dose absorbée est simple à mesurer avec précision, par exemple les rayons gamma du ^{60}Co ou les électrons rapides. Pour comparer l'effet du rayonnement d'un réacteur à celui des rayons gamma ou des électrons rapides, on peut irradier avec ces divers types de rayonnement des éprouvettes de même composition chimique et comparer les changements causés par le rayonnement.

Les changements causés par rayonnement sont liés à l'énergie de rayonnement absorbée, exprimée en dose absorbée. Les méthodes de dosimétrie recommandées sont énumérées dans la CEI 60544-1. Les définitions de la dose absorbée, du débit de dose absorbée et des unités sont également données dans la CEI 60544-1, mais elles sont reprises ici par souci de commodité.

La dose absorbée, D , est le quotient de $d\bar{\epsilon}$ par dm , où $d\bar{\epsilon}$ est l'énergie moyenne communiquée par le rayonnement ionisant à la matière dans un élément de volume, et dm est la masse de la matière dans cet élément de volume.

$$D = \frac{d\bar{\epsilon}}{dm}$$

Le débit de dose absorbée, $\dot{D}$, est l'augmentation de la dose absorbée dD dans l'intervalle de temps dt .

$$D = \frac{dD}{dt}$$

Unités

L'unité SI de dose absorbée est le gray (Gy);

1 Gy = 1 J/kg (= 10² rad).

Des multiples usuels pour les doses élevées sont le kilogray (kGy) ou le mégagray (MGy).

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

1 Gy/s = 1 W/kg (=10²rad/s = 0,36 Mrad/h).

3.2 Conditions d'irradiation

Les conditions d'irradiation qui doivent être établies sont les suivantes:

- la nature et l'énergie du rayonnement;
- la dose absorbée;
- le débit de dose absorbée;
- le milieu environnant;
- la température;
- les contraintes mécaniques, électriques, et autres;
- l'épaisseur de l'échantillon.

Il est préférable d'utiliser, pour l'irradiation, des rayons gamma, des rayons X ou des électrons (voir 3.1). Il convient de choisir leur énergie de sorte que la dose absorbée par l'échantillon soit homogène à ±15 % près.

3.3 Préparation de l'échantillon

Les éprouvettes doivent être soigneusement préparées, conformément aux normes CEI et ISO appropriées, car la dispersion des résultats d'essais peut être due à des différences dans la qualité des éprouvettes.

Comme l'effet du rayonnement peut dépendre des dimensions des éprouvettes, celles-ci doivent être identiques dans toutes les études comparatives. Il est préférable que les éprouvettes irradiées possèdent les dimensions normalisées requises pour les essais après irradiation. Si, toutefois, les éprouvettes doivent être découpées à même une pièce d'essai irradiée de plus grandes dimensions, la position de l'éprouvette dans la pièce doit être notée dans le rapport.

Des éprouvettes témoins non irradiées doivent être préparées de la même manière et soumises au même conditionnement et au même traitement après irradiation que les éprouvettes irradiées.

3.4 Méthodes d'irradiation

3.4.1 Régulation du débit de dose d'irradiation

Le débit d'exposition n'est en général pas uniforme dans le champ de rayonnement. De plus, il est réduit à cause de l'absorption d'énergie dans l'éprouvette même. C'est pourquoi la dose absorbée ne peut pas être homogène. Pour améliorer l'homogénéité, on peut recourir à des filtres, ou irradier les éprouvettes suivant plusieurs directions en les faisant traverser à vitesse constante le champ de rayonnement ou balayer l'éprouvette avec le faisceau de rayonnement. Il convient que l'homogénéité du débit de dose absorbée soit améliorée en

tournant ou en bougeant l'éprouvette pendant l'irradiation. Des variations du débit de dose ne dépassant pas $\pm 15\%$ ne devraient pas modifier sensiblement les résultats (voir 3.2); toute variation supérieure à cette valeur recommandée doit être notée dans le rapport.

3.4.2 Régulation de la température d'irradiation

Les éprouvettes doivent être conditionnées à la température d'irradiation pendant 48 h ou jusqu'à ce qu'un équilibre approximatif de la température d'irradiation soit maintenu.

Les températures doivent être choisies dans les séries normalisées données dans la CEI 60212.

La température des éprouvettes pendant l'irradiation doit être déterminée à l'aide d'une éprouvette supplémentaire, munie d'un dispositif de mesure de la température, qui doit être irradiée dans les mêmes conditions que les autres éprouvettes. Le dispositif de mesure et sa position dans l'éprouvette doivent être choisis avec soin afin d'éviter que l'irradiation influence les mesures de température.

Les variations de la température sont fonction de la température réelle de l'expérience. Des écarts plus grands allant jusqu'à ± 5 K, par exemple, sont tolérés à des températures ambiantes ne dépassant pas 40°C environ, des variations plus petites (± 2 K par exemple) sont acceptables à haute température lorsqu'il y a régulation de la température. Toute variation de plus de ± 2 K doit être notée dans le rapport.

L'irradiation à débits de dose élevés peut entraîner une hausse de la température. La régulation de la température ne doit jamais modifier les propriétés des matériaux ou les conditions d'irradiation.

Les irradiations se produisant dans la région d'une transition (transition secondaire, vitreuse ou de fusion, par exemple) doivent être notées, car les phénomènes de dégradation peuvent varier considérablement alors que le matériau est soumis à une telle transition.

3.4.3 Irradiation dans l'air

Les éprouvettes à irradier dans l'air doivent être disposées de manière à assurer le libre accès de l'air de tous les côtés. L'accumulation de produits de réaction induits par irradiation doit être évitée (par exemple en faisant circuler de l'air frais sur l'éprouvette), sauf dans les cas où il est souhaitable de déterminer si ces produits (par exemple, O_3 ou HCl) influent sur les propriétés du matériau.

Si la nature de la source de rayonnement exige que les éprouvettes soient contenues dans un récipient, enfermer les éprouvettes dans celui-ci sous l'atmosphère normale. En général, les conditions à l'intérieur du récipient (par exemple la pression et la composition chimique de l'atmosphère) seront modifiées par l'irradiation. Cela peut influencer notablement sur les résultats. Aussi, il convient de renouveler l'air du récipient fréquemment. Dans le rapport, il faut indiquer si l'irradiation a été réalisée dans un récipient fermé, de quel matériau était constitué le récipient, quel était le rapport entre le volume des éprouvettes et celui de l'air, et à quelle fréquence l'air a été renouvelé. La possibilité d'une élévation de pression due à un échauffement ou aux produits de réaction doit être prise en compte dans la conception du récipient, pour que cet effet soit minimisé.

3.4.4 Irradiation dans un milieu autre que l'air

Les éprouvettes à irradier dans un gaz autre que l'air doivent être conditionnées dans un récipient à une pression de ≤ 1 Pa (10^{-5} bar) pendant au moins 8 h; le récipient est ensuite purgé trois fois avec le gaz. Après ces purges, les éprouvettes doivent être maintenues dans le récipient rempli de gaz, à la température de l'irradiation, jusqu'à ce qu'un équilibre approximatif entre l'éprouvette et le gaz soit atteint. Pendant l'irradiation, il est préférable de maintenir une circulation continue du gaz dans le récipient contenant l'éprouvette. Au besoin,

on peut utiliser un récipient scellé à la condition que le gaz soit renouvelé périodiquement. Sceller le récipient pendant toute la durée de l'exposition n'est permis que s'il est impossible de faire autrement en raison de la nature de la source. La méthode doit être notée en détail dans le rapport.

Les éprouvettes à irradier dans un milieu liquide doivent être immergées pendant une période suffisante pour qu'elles atteignent un équilibre approximatif avec le liquide avant l'irradiation. La résistance au rayonnement peut varier s'il y a eu gonflement pendant le conditionnement. Pendant toute la durée de l'irradiation, les éprouvettes doivent être immergées complètement dans le liquide. L'agitation du liquide, le ruissellement ou toute autre méthode d'alimentation de l'éprouvette en liquide frais, doit être notée dans le rapport.

3.4.5 Irradiation sous vide

Les éprouvettes à irradier sous vide doivent être conditionnées dans un récipient maintenu à une pression de ≤ 1 Pa (10^{-5} bar) pendant au moins 24 h; cette pression ne doit pas être dépassée tout au long de l'irradiation.

3.4.6 Irradiation sous haute pression

Les éprouvettes à irradier sous haute pression doivent être conditionnées dans un récipient maintenu à cette pression pendant une période suffisante pour atteindre un équilibre approximatif, et la pression choisie doit être maintenue tout au long de l'irradiation. Une technique possible d'irradiation sous pression d'oxygène est décrite dans [8]. Les conditions d'exposition doivent être notées en détail dans le rapport.

3.4.7 Irradiation sous contrainte mécanique

Les éprouvettes doivent être fixées à un support approprié permettant de les soumettre à une contrainte mécanique pendant l'irradiation. La méthode utilisée doit être décrite dans le rapport.

3.4.8 Irradiation sous contrainte électrique

Les éprouvettes doivent être fixées à un support approprié permettant de les soumettre à une contrainte électrique pendant l'irradiation. La méthode utilisée doit être décrite dans le rapport.

3.4.9 Méthodes combinées d'irradiation

Si une combinaison quelconque de deux ou plusieurs des variables indiquées dans les méthodes ci-dessus est utilisée, la méthode combinée doit comporter toutes les caractéristiques pertinentes des différentes méthodes en jeu.

3.5 Effets de post-irradiation

L'irradiation de polymères produit des radicaux libres ou autres espèces réactives. La vitesse de formation de certaines de ces espèces peut être beaucoup plus grande que leur vitesse de réaction; il s'ensuit une accumulation d'espèces réactives à l'intérieur du matériau irradié, et il est possible que des réactions se poursuivent après que l'éprouvette a été retirée du champ de rayonnement. De ce fait, les éprouvettes doivent être soumises aux essais le plus tôt possible (de préférence moins d'une semaine) après la fin de l'irradiation.

3.6 Conditions spécifiées d'irradiation

Les problèmes liés à l'évaluation des effets survenant dans des conditions d'utilisation à long terme par des essais de laboratoire à court terme sont traités dans l'Introduction. Deux conditions d'irradiation permettant de mesurer les effets de l'oxygène en fonction du temps sont données ci-dessous:

- Exposition de courte durée dans des conditions de non-oxydation, par exemple en l'absence d'oxygène ou, pour les échantillons épais, à de forts débits de dose absorbée dépassant habituellement 1 Gy/s.

Puisqu'un échauffement dû au rayonnement peut se produire à de forts débits de dose, la limite supérieure se trouve fixée par la température d'essai spécifiée.

- Conditions d'exposition de longue durée en présence d'oxygène (air ambiant) à de faibles débits de dose, jusqu'à 3×10^{-2} Gy/s.

NOTE Reconnaître que dans l'exposition de longue durée recommandée, le débit de dose choisi est un compromis entre des conditions d'utilisation à long terme et des durées d'essai pratiques. Il peut toutefois être de plusieurs ordres de grandeur supérieur au débit de dose que l'on rencontre dans de nombreuses applications à long terme. Le débit de dose peut avoir d'autres effets importants à la suite de ces différences, et ces effets varient en fonction du type de polymère et de l'épaisseur de l'échantillon. Actuellement, les méthodes d'essai visant à prévoir les durées de vie à des débits de dose très inférieurs à 3×10^{-2} Gy/s font l'objet de recherches [9 – 12].

Pour une utilisation en réacteur nucléaire, il est préférable d'irradier les éprouvettes à deux températures: à la température ambiante (23 ± 5) °C et à 80 °C. Il convient d'accorder une attention particulière au 3.4.2.

4 Essai

4.1 Généralités

La résistance au rayonnement peut être caractérisée par:

- la dose absorbée requise pour produire une modification prédéterminée d'une propriété (voir le 4.3.1), ou
- l'importance de la modification d'une propriété produite par une valeur fixe de dose absorbée (voir 4.3.2).

Pour déterminer la résistance au rayonnement, les éléments suivants doivent être définis:

- conditions d'irradiation (voir l'Article 3);
- propriétés dont on peut évaluer les modifications (voir 4.2);
- critères de point limite des propriétés et/ou valeurs de la dose absorbée (voir 4.3).

Les essais visent à déterminer les modifications permanentes de propriétés subies par le matériau. Les modifications transitoires se produisant pendant l'irradiation ne sont pas traitées dans la présente norme.

4.2 Méthodes d'essai

Certaines propriétés qui peuvent être considérées dans le contrôle des effets des rayonnements sont énumérées dans le Tableau 1, ainsi que les méthodes d'essai appropriées. Bien que les propriétés électriques d'un matériau puissent être modifiées considérablement lorsque le matériau défaille, elles sont beaucoup moins efficaces que les propriétés mécaniques pour contrôler les dommages qui s'accumulent avant la défaillance [18], [19]. Les propriétés mécaniques peuvent être améliorées au départ dans les plastiques qui réticulent, mais avec de plus fortes doses absorbées la plupart des plastiques deviennent fragiles et techniquement inutilisables. Il convient que cette fragilisation soit prise en considération lors du choix des propriétés à vérifier.

Pour une application normale, l'expérience a montré que les propriétés mécaniques les plus pertinentes sont:

- la contrainte de flexion à la charge maximale pour les plastiques rigides, et
- le pourcentage d'allongement à la rupture pour les plastiques souples et les élastomères.

Si l'application le justifie, l'utilisateur peut spécifier une autre propriété tirée du Tableau 1 ou toute autre méthode. De plus, étant donné que la source de rayonnement et le récepteur ont

un volume limité dans lequel le champ de rayonnement est suffisamment uniforme, des restrictions pourraient être imposées sur la taille des éprouvettes.

4.3 Critères d'évaluation

4.3.1 Critères de point limite

Le critère de point limite peut être exprimé par la valeur absolue d'une propriété ou par un pourcentage de la valeur initiale. L'une ou l'autre méthode peut être utilisée pour classer les matériaux en fonction de leur résistance au rayonnement. Le Tableau 1 présente des exemples de classement de matériaux en termes de pourcentage de la valeur initiale. L'évaluation d'un indice de rayonnement est donnée dans la CEI 60544-4.

Pour une utilisation ou condition de service particulière, on peut choisir une valeur de point limite plus appropriée qui représente les exigences d'utilisation finale.

Tableau 1 – Propriétés critiques et critères de point limite à considérer dans l'évaluation de la classification des matériaux isolants placés dans des environnements sous rayonnement

Type de matériaux	Propriétés à soumettre à l'essai	Méthodes d'essai	Critères de point limite ^a
Plastiques rigides	– Résistance à la flexion	ISO 178	50 %
	– Contrainte de traction au seuil d'écoulement	ISO 527	50 %
	– Contrainte de traction à la rupture	ISO 527	50 %
	– Résistance au choc	ISO 179	50 %
	– Résistivité transversale et superficielle	CEI 60093	10 %
	– Résistance d'isolement	CEI 60167	10 %
	– Rigidité diélectrique	CEI 60243-1	50 %
Plastiques souples	– Allongement à la rupture	ISO 527	50 %
	– Contrainte de traction au seuil d'écoulement	ISO 527	50 %
	– Contrainte de traction à la rupture	ISO 527	50 %
	– Résistance au choc	ISO 179	50 %
	– Résistivité transversale et superficielle	CEI 60093	10 %
	– Résistance d'isolement	CEI 60167	10 %
	– Rigidité diélectrique	CEI 60243-1	50 %
Élastomère	– Allongement à la rupture	ISO 37	50 %
	– Contrainte de traction à la rupture	ISO 37	50 %
	– Dureté/DIDC	ISO 48	Changement de 10 unités
	– Dureté/Shore A	ISO 868	
	– Déformation rémanente après compression	ISO 815	50 %
	– Résistivité transversale et superficielle	CEI 60093	10 %
	– Résistance d'isolement	CEI 60167	10 %
	– Rigidité diélectrique	CEI 60243-1	50 %

^a Les valeurs données en pourcentage sont exprimées en pourcentage de la valeur initiale.

4.3.2 Valeurs de la dose absorbée

La résistance au rayonnement peut aussi être déterminée en exposant un matériau à une dose absorbée spécifiée, préalablement convenue ou établie dans une norme sur les matériaux. Dans ce cas, il se peut que les critères de point limite ne soient pas atteints à la dose finale.

Les valeurs de la dose absorbée qu'il est recommandé d'utiliser lorsqu'on suit les modifications de propriété sont

10^3 , 10^4 , 10^5 , 3×10^5 , 10^6 , 3×10^6 , 10^7 , 3×10^7 , 10^8 Gy.

NOTE Dans de nombreux cas, il est opportun d'utiliser comme limite de dose absorbée 10^7 Gy ou, dans des cas particuliers, 10^8 Gy.

4.4 Évaluation

Les propriétés des éprouvettes irradiées et des éprouvettes témoins sont déterminées conformément aux normes pertinentes, et les variations sont exprimées en termes de différence ou de rapport entre les valeurs de la propriété des éprouvettes irradiées et celles des témoins.

Pour déterminer la dose absorbée qui produit une modification donnée de propriété (critère de point limite, voir 4.3), on trace la courbe des valeurs de cette propriété ou de leurs modifications en fonction de la dose absorbée. La dose absorbée correspondant au critère de point limite d'une propriété est alors déterminée par interpolation (voir Exemple 1 à l'Annexe A).

NOTE La détermination par extrapolation d'une dose absorbée qui produit une modification donnée n'est possible que dans une mesure très limitée car la variation des valeurs des propriétés avec la dose absorbée ne suit aucune loi mathématique simple.

5 Rapport

5.1 Généralités

Le rapport doit faire référence à la présente norme, indiquer tout écart par rapport aux méthodes recommandées dans la présente norme et contenir les informations suivantes:

5.2 Matériau

La description du matériau en essai doit inclure toutes les données disponibles parmi les suivantes:

- type de polymère et méthode de préparation;
- fournisseur;
- données de formulation et de composition, telles que: matières de charge (y compris dimensions et forme), plastifiants, agents stabilisants, absorbants de lumière, etc.;
- propriétés physiques: masse volumique, point de fusion, température de transition vitreuse, cristallinité, orientation, solubilité, etc.

5.3 Irradiation

- Description de la source de rayonnement:

Type, activité ou puissance du faisceau, nature et spectre d'énergie du rayonnement. Pour les irradiations en réacteur, proportion des rayons gamma, des neutrons thermiques, épithermiques et rapides.

- Spécification de la dose absorbée:

Méthode de dosimétrie, débits de dose absorbée (avec les tolérances), période d'irradiation et dose absorbée par les diverses éprouvettes. Pour les accélérateurs, indiquer les taux de répétition des impulsions, la longueur des impulsions et la densité de flux maximal. Indiquer également le cycle de parcours de l'éprouvette ainsi que les temps "à l'intérieur" et "à l'extérieur".

Pour les réacteurs et les autres sources de neutrons, calculer le débit de dose absorbée à partir de la densité de flux, déterminée séparément pour les neutrons thermiques, épithermiques et rapides et pour les rayons gamma, y compris.

- Méthode de conditionnement et d'irradiation y compris tout détail approprié, par exemple la température, l'atmosphère ou le milieu, la pression, la contrainte exercée sur l'éprouvette, le récipient.
- Traitement spécial consécutif à l'irradiation.
- Date d'irradiation.

5.4 Essai

Propriétés soumises à l'essai et normes d'essai pertinentes et, selon le cas (voir 4.3):

- critères de point limite;
- dose absorbée spécifiée.

5.5 Résultats

Selon le cas (voir 4.4):

- dose absorbée requise pour atteindre le critère de point limite spécifié, ou une courbe;
- valeurs des propriétés dans les éprouvettes irradiées et les éprouvettes témoins, de même que les modifications des propriétés.

Date de l'essai de propriété.

Des exemples de rapports d'essai sont présentés à l'Annexe A pour (1) un isolant de bobine d'électro-aimant, (2) un isolant de câble, (3) un ruban isolant.

Annexe A (informative)

Exemples des rapports d'essai

EXEMPLE 1 – Isolation de bobine d'électro-aimant

Rapport d'essai de rayonnement, conformément à la série CEI 60544

1. Matériau: Résine époxyde – phénol – novolac – bisphénol A
 Composition: Résine EPN 1138 + MY745 + CY221 (50:50:20),
 durcisseur: HY905 (120),
 accélérateur: XB2687 (0,3)
 Traitement: 24 h à 120 °C
 Application: Isolation de bobine d'électro-aimant
 Fournisseur: NN

2. Irradiation
 Réacteur-piscine, dans l'eau, à 40 °C
 Flux de neutrons rapides ($E > 1$ MeV): 3×10^{12} n/cm² s
 Flux de neutrons thermiques: 5×10^{12} n/cm² s
 Débit de dose du rayonnement gamma: 400 Gy/s
 Doses absorbées: 5×10^6 , 1×10^7 , $2,5 \times 10^7$, 5×10^7 Gy
 Méthode dosimétrique: Calorimètre et détecteurs par activation
 Date de l'irradiation: xy

3. Essai
 Méthode: Résistance à la flexion ISO 178
 Dimensions de l'échantillon: 80 mm × 10 mm × 4 mm
 Propriété critique: Résistance à la flexion à la charge maximale
 Critère de point limite: 50 % de la valeur initiale
 Date de l'essai: xy

4. Résultats: Voir Tableau A.1 et Figure A.1.

Tableau A.1 – Exemple 1 – Isolation de bobine d'électro-aimant

N°	Caractéristiques			Propriétés mécaniques		
	Composition	Traitement	Dose absorbée Gy	Résistance à la flexion S MPa	Déformation à la rupture D mm	Module tangent d'élasticité M GPa
297	EPN 1138/MY 745/CY 221/HY 905/XB 2687	24 h à 120 °C	0	127	12,4	3,8
			5×10^6	94	6,4	3,9
			1×10^7	70	4,5	4,1
			$2,5 \times 10^7$	14	1,2	3,3
			5×10^7	2	0,7	0,5

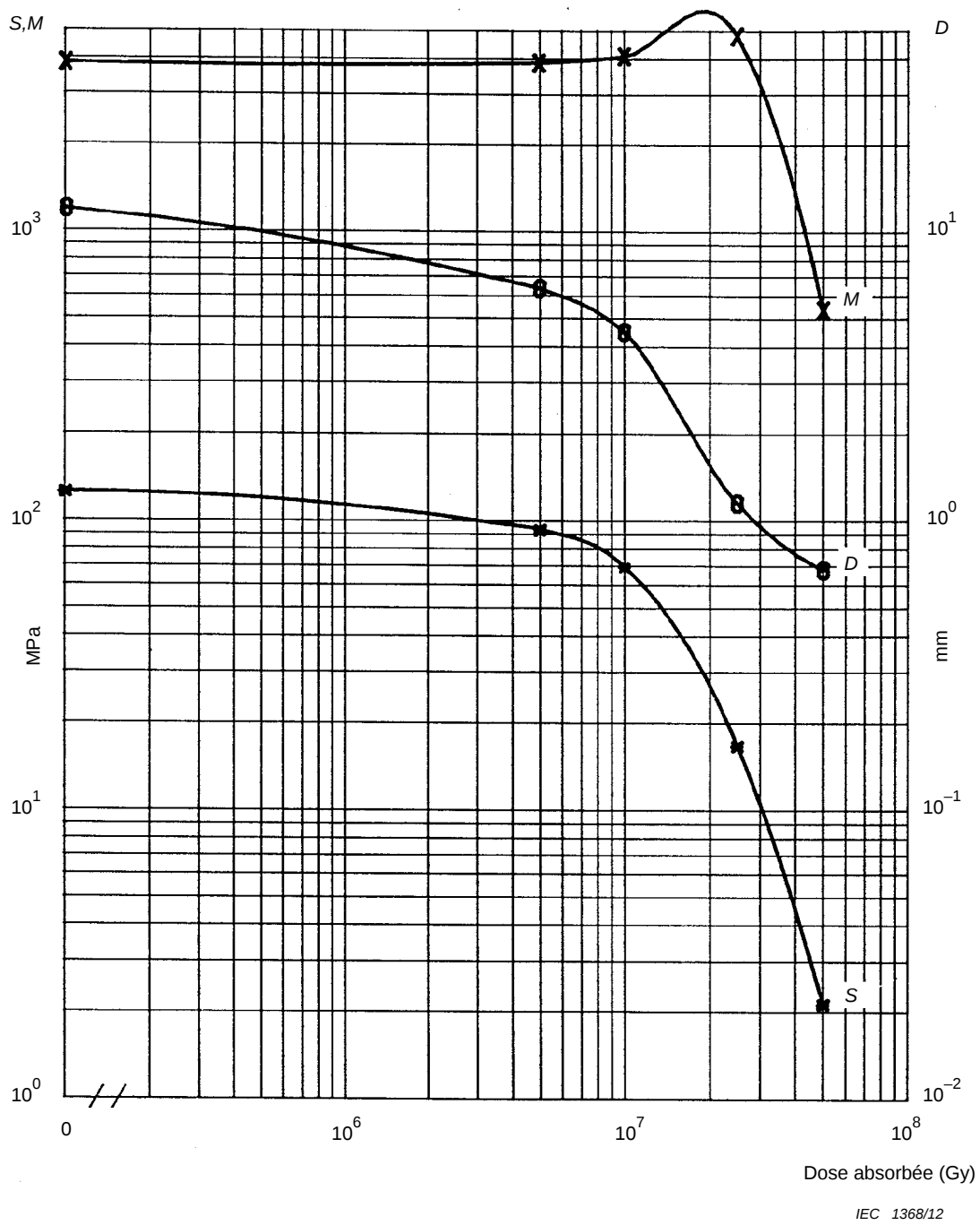


Figure A.1 – Modification des propriétés mécaniques en fonction de la dose absorbée pour une isolation de bobine magnétique

EXEMPLE 2 – Isolant de câble**Rapport d'essai de rayonnement, conformément à la série CEI 60544**

1. Matériau: Polyéthylène basse densité. Isolant de câble thermoplastique, 0,08 % de stabilisant de type phénolique, masse volumique 0,936 g/cm³.

Fournisseur: NN

2. Irradiation

Séries A, B, C, D: Réacteur-piscine, position E1, dans l'air, 25 °C
Doses absorbées: 5×10^5 , 1×10^6 , 2×10^6 , 5×10^6 , Gy
Débit de dose: 7 à 70 Gy/s
Date de l'irradiation: xy

Séries E, F: Source de ⁶⁰Co dans l'air, à 20 °C
Doses absorbées: 5×10^5 , 1×10^6 Gy
Débit de dose: 0,03 Gy/s
Date de l'irradiation: xy

3. Essai

Méthode: Essai de traction, ISO 527, Essai de dureté ISO 868
Échantillon: Type S2 prélevé dans des plaques moulées (2 mm d'épaisseur)
Propriété critique: Allongement à la rupture
Critère de point limite: 50 % de la valeur initiale
Date de l'essai: (Séries A, B, C, D) xy
(Séries E, F) xy

4. Résultats Voir Tableau A.2.

Tableau A.2 – Exemple 2 – Isolant de câble

No.	Matériau Type	Source Série	Dose Gy	Débit de dose Gy/s	Traction		Dureté Shore D
					Contrainte <i>R</i> MPa	Allongement <i>E</i> %	
524	Isolant en PE-LD thermoplastique Stabilisé T/0,08	Réacteur	0,0	0,0	13,7 ± 1,4	588 ± 36,0	44,0
		A	$5,0 \times 10^5$	70,0	18,1 ± 1,0	391,0 ± 4,5	45,0
		B	$1,0 \times 10^6$	56,0	10,1 ± 0,5	214,0 ± 6,0	47,5
		C	$1,9 \times 10^6$	7,8	11,8 ± 0,6	61,0 ± 2,0	52,0
		D	$5,0 \times 10^6$	56,0	9,6 ± 0,5	19,0 ± 2,2	47,0
	Idem	Cobalt 60	0,0	0,0	13,7 ± 1,4	588 ± 36,0	44,0
		E	$5,0 \times 10^5$	0,03	10,3 ± 0,5	80,1 ± 9,0	50,5
		F	$1,0 \times 10^6$	0,03	10,9 ± 0,5	55,0 ± 5,0	51,0

EXEMPLE 3 – Ruban isolant

Rapport d'essai de rayonnement, conformément à la série CEI 60544

1. Matériau: Ruban isolant pour machines haute tension
Résine silicone + samica + tissu de fibres de verre

Fournisseur: NN

2. Irradiation

Élément de combustible irradié, dans l'air, à 45 °C

Débit de dose: 2,7 Gy/s

Doses absorbées: 5×10^6 , $9,2 \times 10^6$, 5×10^7 Gy

Date de l'irradiation: xy

3. Essai

Méthode: Tension de claquage dans des échantillons droits et coudés à 45° (CEI 60243-1)

Propriété critique: Tension de claquage dans l'échantillon droit

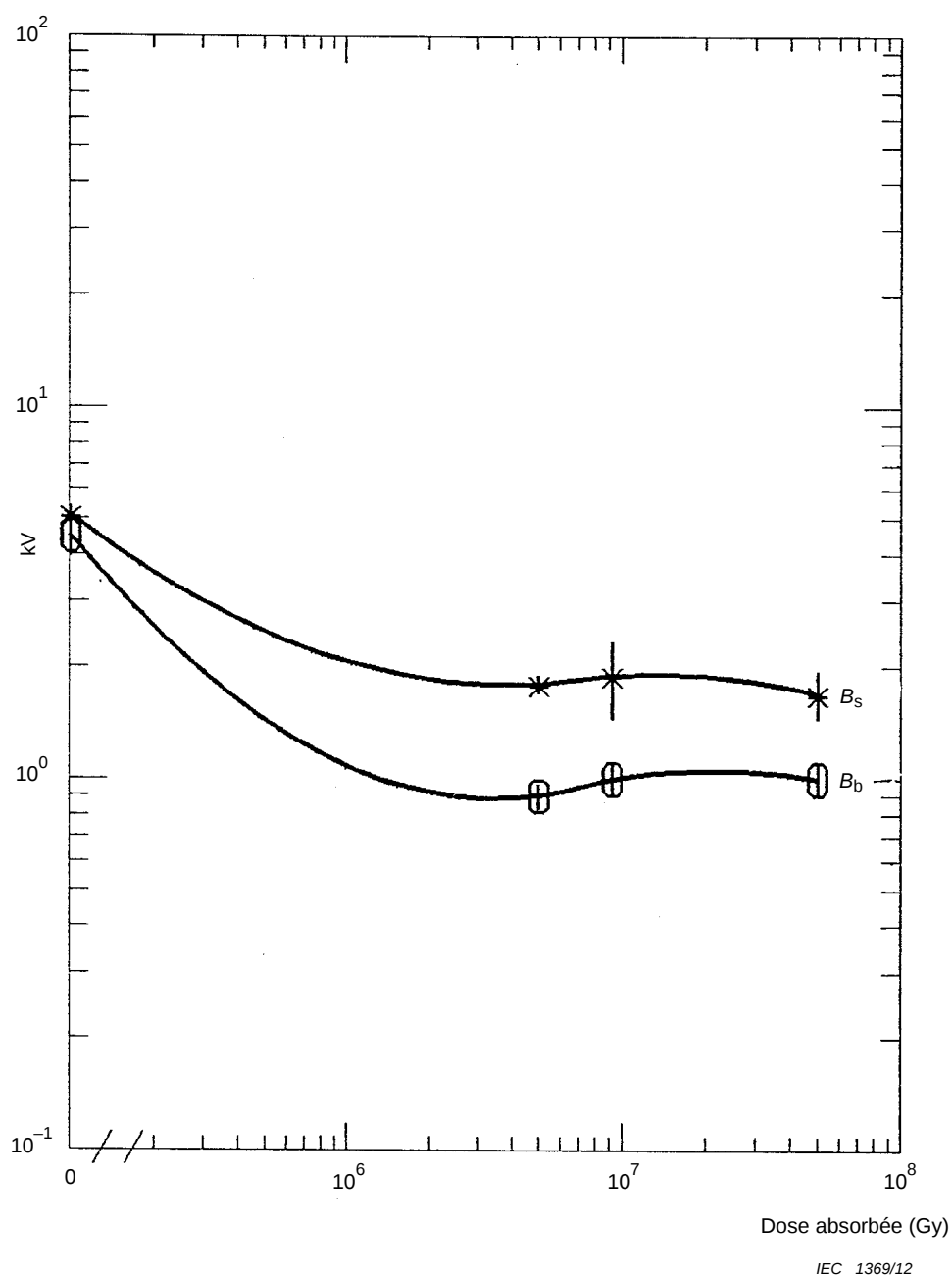
Critère de point limite: 50 % de la valeur initiale

Date de l'essai: xy

4. Résultats Voir Tableau A.3 et Figure A.2.

Tableau A.3 – Exemple 3 – Ruban isolant

No.	Matériau Type Fournisseur Remarques	Dose Gy	Tension de claquage kV		Indice de rayonnement à 10^5 Gy/h CEI 60544-4
			Droit	Coudé à 45°	
E 07	Silicone + Samica + tissu de fibre de verre + film PC Ruban isolant pour machine haute tension de Classe F	0,0	$5,10 \pm 0,30$	$4,50 \pm 0,54$	<6,0
		5×10^6	$1,80 \pm 0,10$	$0,90 \pm 0,07$	
		$9,2 \times 10^6$	$1,90 \pm 0,45$	$1,00 \pm 0,10$	
		5×10^7	$1,70 \pm 0,25$	$1,00 \pm 0,10$	



Légende

B_s dose absorbée
 B_b échantillon coudé

Figure A.2 – Tension de claquage d'un ruban isolant en fonction de la dose absorbée

Bibliographie

- [1] WILSKI, H., "*Long-duration irradiation of plastics at low dose rate, Radiation Effects in Physics, Chemistry and Biology*", Proc. 2nd Int. Congr. on Radiation Research, Harrogate (1962), eds. M. Ebert and A. Howard (North-Holland Publ. Co., Amsterdam, 1963).
- [2] GILLEN, K.T. and CLOUGH, R.L., "*Occurrence and implications of radiation dose rate effects for material ageing studies*", Rad. Phys. Chem. 18 (3-4), 661-669 (1981).
- [3] ARAKAWA, K., SEGUCHI, T., WATANABE, Y., HAYAKAWA, N., KURIYAMA, I. and MACHI, S. "*Dose-rate effect on radiation-induced oxidization of polyethylene and ethylene-propylene copolymer*", J. Polym. Sci., Polym. Chem. Ed. 19, 2123 (1981).
- [4] MAIER, P. and STOLARZ, A., "*Long-term radiation effects on commercial cable insulating materials irradiated at CERN*", CERN Report 83-08 (1983).
- [5] WILSKI, H. "*Review: The radiation-induced degradation of polymers*", Rad. Phys. Chem. 29, No. 1, pp. 1-14 (1987).
- [6] WÜNDRICH, K., "*A review of radiation resistance for plastic and elastomeric materials*", Rad. Phys. Chem. 24, No. 5/6, pp. 503-510 (1985).
- [7] CLOUGH, R.L., "*Radiation resistant polymers*", in: Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Volume 13, Second Edition, Wiley, New York.
- [8] SEGUCHI, T. and ARAKAWA, K., "*Oxidation region in polymer materials irradiated in oxygen under pressure*", Report JAERI-M-9671, Japan Atomic Energy Research Institute (1981)(in Japanese).
- [9] CLOUGH, R.L., GILLEN, K.T., CAMPAN, J.L., GAUSSENS, G., SCHÖNBACHER, H., SEGUCHI, T., WILSKI, H. and MACHI, S. "*Accelerated aging tests for predicting radiation degradation of organic materials*", Nuclear Safety 25, 238-254 (1984).
- [10] GILLEN, K.T., and CLOUGH, R.L., "*A kinetic model for predicting oxidative degradation rates in combined radiation-thermal environments*", J. Polym. Sci., Polym. Chem. Ed. 23, 2683 (1985).
- [11] SEGUCHI, T., "*Analysis of dose rate dependence on radiation-thermal combined aging of polymer materials*", Proceedings Int. ANS/ENS Topical Meeting "Operability of Nuclear Power Systems in Normal and Adverse Environments", Albuquerque, NM, October 1986.
- [12] BURNAY, S.G. and HITCHON, J.W. "*Prediction of service lifetimes of elastomeric seals during radiation aging*", J. Nucl. Mater. 131, 197 (1985).
- [13] SEGUCHI, T., ARAKAWA, K., HAYAKAWA, N., MACHI, S., YAGYU, H., SORIMACHI, M., YAMAMOTO, Y. "*Radiation-thermal combined degradation of cable insulating materials*", The Institute of Electrical Engineers of Japan (IEEJ), paper presented at IEEJ technical meeting on electrical insulation, 1980, Tokyo, EIM-80-94, Tokyo(1980) (in Japanese) .
- [14] CLOUGH, R.L. and GILLEN, K.T. "*Combined environment aging effects*", Jour. Polym. Sci., Polym. Chem. Ed. 19 (8), 2041-2051 (1981).
- [15] SEGUCHI, T., HAYAKAWA, N., YOSHIDA, K., TAMURA, N., KATSUMURA, Y. and TABATA, Y. "*Fast neutron irradiation effects-II. Crosslinking of polyethylene, ethylen-*

- propylene copolymer, and tetrafluoroethylene-propylene copolymer*", Rad. Phys. Chem. 26, 221-225 (1985).
- [16] HANISCH, F., MAIER, P. , OKADA, S. and SCHÖNBACHER, H. "*The effects of radiation types and dose rates on selected cable insulating materials*", Radiat., Phys., Chem., Vol. 30, No. 1, pp 1-9 (1987).
- [17] WYANT, F., BUCKALEW, H.W., CHENION, J., CARLIN, F., GAUSSENS, G., LE TUTOUR, P. and LE MEUR, M. "*US/French Joint Research Program regarding the behaviour of polymer base materials subjected to beta radiation*", Sandia Report SAND 86-0366, NUREG/CR-4530 (1986).
- [18] STUETZER, O. "*Correlation of electric cable failure with mechanical degradation*", Sandia Report SAND 83-2622, NUREG/CR 3623 (1984).
- [19] LIPTAK, G., SCHULER, R., MAIER, P., Schönbacher, H., HABERTHÜR, B., MÜLLER, H. and ZEIER, W. "*Radiation tests on selected electrical insulating materials for high power and high voltage application*", CERN Report 85-02 (1985).
- [20] IEC 60544-3:1979, *Guide pour la détermination des effets des rayonnements ionisants sur les matériaux isolants – Troisième partie: Méthodes d'essais pour la détermination des effets permanents* (retirée 1991)

NOTE 1 Les rapports du CERN sont disponibles auprès du: Service d'Information Scientifique CERN, CH-1211 Genève 23, Suisse

NOTE 2 Les rapports JAERI sont disponibles auprès de: Takasaki Radiation Chemistry Research Establishment JAEA, Takasaki, Watanuki-machi, Gunma-ken 370-1292 Japon

NOTE 3 Les rapports SANDIA sont disponibles auprès du: National Technical Information Service Springfield, Virginia 22161, USA.

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
www.iec.ch