

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC
544-2

Deuxième édition
Second edition
1991-08

**Guide pour la détermination
des effets des rayonnements ionisants
sur les matériaux isolants**

Deuxième partie:
Méthodes d'irradiation et d'essai

**Guide for determining the effects of
ionizing radiation on insulating materials**

Part 2:
Procedures for irradiation and test

© CEI 1991 Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembe Genève, Suisse



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

R

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

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
PRÉFACE	4
Articles	
1 Introduction	8
2 Domaine d'application et objet	10
3 Irradiation	12
3.1 Type de rayonnement et dosimétrie	12
3.2 Conditions d'irradiation	14
3.3 Préparation de l'échantillon	14
3.4 Méthodes d'irradiation	14
3.4.1 Régulation du débit de dose d'irradiation	14
3.4.2 Régulation de la température d'irradiation	14
3.4.3 Irradiation dans l'air	16
3.4.4 Irradiation dans un milieu autre que l'air	16
3.4.5 Irradiation sous vide	18
3.4.6 Irradiation sous haute pression	18
3.4.7 Irradiation sous contrainte mécanique	18
3.4.8 Irradiation sous contrainte électrique	18
3.4.9 Méthodes combinées d'irradiation	18
3.5 Effets de post-irradiation	18
3.6 Conditions spécifiées d'irradiation	18
4 Essai	20
4.1 Généralités	20
4.2 Méthodes d'essai	20
4.3 Critères d'évaluation	22
4.3.1 Critères de point limite	22
4.3.2 Valeurs de la dose absorbée	24
4.4 Evaluation	24
5 Rapport	24
5.1 Matériau	24
5.2 Irradiation	26
5.3 Essai	26
5.4 Résultats	26
Annexe A - Exemples	28
Annexe B - Références	38

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
Clause	
1 Introduction	9
2 Scope and object	11
3 Irradiation	13
3.1 Type of radiation and dosimetry	13
3.2 Irradiation conditions	15
3.3 Sample preparation	15
3.4 Irradiation procedures	15
3.4.1 Irradiation dose-rate control	15
3.4.2 Irradiation temperature control	15
3.4.3 Irradiation in air	17
3.4.4 Irradiation in a medium other than air	17
3.4.5 Irradiation in a vacuum	19
3.4.6 Irradiation at high pressure	19
3.4.7 Irradiation during mechanical stressing	19
3.4.8 Irradiation during electrical stressing	19
3.4.9 Combined irradiation procedures	19
3.5 Post-irradiation effects	19
3.6 Specified irradiation conditions	19
4 Test	21
4.1 General	21
4.2 Test procedures	21
4.3 Evaluation criteria	23
4.3.1 End-point criteria	23
4.3.2 Values of the absorbed dose	25
4.4 Evaluation	25
5 Report	25
5.1 Material	25
5.2 Irradiation	27
5.3 Test	27
5.4 Results	27
Appendix A - Examples	29
Appendix B - References	38

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**GUIDE POUR LA DÉTERMINATION DES EFFETS
DES RAYONNEMENTS IONISANTS
SUR LES MATÉRIAUX ISOLANTS**

Deuxième partie: Méthodes d'irradiation et d'essai

AVANT-PROPOS

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le voeu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Sous-Comité 15B: Essais d'endurance, du Comité d'Etudes n° 15, de la CEI: Matériaux isolants.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
15B(BC)81	15B(BC)87

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 deuxième édition de la CEI 544-2 remplace la première édition ainsi que la CEI 544-3, parues en 1979.

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

- | | | |
|------------------------------|-------------|---|
| Publications n ^{OS} | 93 (1980): | Méthodes pour la mesure de la résistivité transversale et de la résistivité superficielle des matériaux isolants électriques solides. |
| | 167 (1964): | Méthodes d'essai pour la détermination de la résistance d'isolement des isolants solides. |
| | 212 (1971): | Conditions normales à observer avant et pendant les essais de matériaux isolants électriques solides. |

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**GUIDE FOR DETERMINING THE EFFECTS OF IONIZING
RADIATION ON INSULATING MATERIALS**

Part 2: Procedures for irradiation and test

FOREWORD

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

PREFACE

This standard has been prepared by Sub-Committee 15B: Endurance tests, of IEC Technical Committee No. 15: Insulating materials.

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

DIS	Report on Voting
15B(CO)81	15B(CO)87

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

This second edition of IEC 544-2 replaces the first edition issued in 1979 and also IEC 544-3 issued in 1979.

The following IEC publications are quoted in this standard:

Publications Nos.	93 (1980):	Methods of test for volume resistivity and surface resistivity of solid electrical insulating materials.
	167 (1964):	Methods of test for the determination of the insulation resistance of solid insulating materials.
	212 (1971):	Standard conditions for use prior to and during the testing of solid electrical insulating materials.

- 243-1 (1988): Méthodes d'essai pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides. Première partie: Mesure aux fréquences industrielles.
- 544-1 (1977): Guide pour la détermination des effets des rayonnements ionisants sur les matériaux isolants. Première partie: Interaction des rayonnements.
- 544-4 (1985): Quatrième partie: Système de classification pour l'utilisation dans un environnement sous rayonnement.

Autres publications citées:

- ISO 37-1977: Caoutchouc vulcanisé - Essai de traction-allongement.
- ISO 48-1979: Elastomères vulcanisés - Détermination de la dureté (Dureté comprise entre 30 et 85 D.I.D.C.).
- ISO 178-1975: Matières plastiques - Détermination des caractéristiques de flexion des matières plastiques rigides.
- ISO 179-1982: Plastiques - Détermination de la résistance au choc Charpy des matières rigides.
- ISO/R 527-1966: Matières plastiques - Détermination des caractéristiques en traction.
- ISO 815-1972: Elastomères vulcanisés - Détermination de la déformation rémanente après compression sous déformation constante aux températures normale et élevée.
- ISO 868-1985: Plastiques et ébonite - Détermination de la dureté par pénétration au moyen d'un duromètre (dureté Shore).
-

- 243-1 (1988): **Methods of test for electric strength of solid insulating materials. Part 1: Tests at power frequencies.**
- 544-1 (1977): **Guide for determining the effects of ionizing radiation on insulating materials. Part 1: Radiation interaction.**
- 544-4 (1985): **Part 4: Classification system for service in radiation environments.**

Other publications quoted:

- ISO 37-1977: **Rubber, vulcanized - Determination of tensile stress-strain properties.**
- ISO 48-1979: **Vulcanized rubbers - Determination of hardness (Hardness between 30 and 85 IRHD).**
- ISO 178-1975: **Plastics - Determination of flexural properties of rigid plastics.**
- ISO 179-1982: **Plastics - Determination of Charpy impact strength of rigid materials.**
- ISO/R 527-1966: **Plastics - Determination of tensile properties.**
- ISO 815-1972: **Vulcanized rubbers - Determination of compression set under constant deflection at normal and high temperatures.**
- ISO 868-1985: **Plastics and ebonite - Determination of indentation hardness by means of a durometer (Shore hardness).**
-

GUIDE POUR LA DÉTERMINATION DES EFFETS DES RAYONNEMENTS IONISANTS SUR LES MATÉRIAUX ISOLANTS

Deuxième partie: Méthodes d'irradiation et d'essai

1 Introduction

Dans le choix des matériaux isolants destinés à des applications sous rayonnement, les concepteurs de composants doivent disposer de résultats d'essais fiables pour pouvoir comparer les différents matériaux. Pour être significatives, les données sur la performance de chacun des matériaux doivent avoir 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] de l'annexe B.

NOTE - Pour plus de détails, les utilisateurs de la présente norme se reporteront aux documents cités en référence à l'annexe B. 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, 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 doit 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].

GUIDE FOR DETERMINING THE EFFECTS OF IONIZING RADIATION ON INSULATING MATERIALS

Part 2: Procedures for irradiation and test

1 Introduction

When selecting insulating materials for applications in radiation environments, the component designers must have available reliable test data to compare candidate materials. To be meaningful, the performance data must 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 as much as 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] of appendix B.

NOTE - For the user of this standard who wants to go into more detail, the cited references are listed in appendix B. In cases 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].

The 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].

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 permettraient de modéliser des expériences de vieillissement [10-12]. Il est à 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 première partie de la norme (CEI 544-1) 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 quatrième partie (CEI 544-4) 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 troisième partie (CEI 544-3) a été incorporée à la présente partie 2.

2 Domaine d'application et objet

Cette partie de la norme a, entre autres, pour objet de spécifier d'abord les contrôles qu'il faut exercer 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. Elle discute certaines des principales conditions d'irradiation possibles et spécifie les divers paramètres qui peuvent influencer sur les réactions induites par rayonnement dans ces conditions. L'objectif 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. De plus, des exemples de rapports d'essai relatifs à plusieurs matériaux sont présentés dans l'annexe A.

Il est à noter que le présent domaine d'application ne prend pas en compte les mesures faites pendant l'irradiation.

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 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 the standard (IEC 544-1) 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 (IEC 544-4) 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 (IEC 544-3) has been incorporated in the present part 2.

2 Scope and object

An important object of this part of the standard is to specify the controls which shall be 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. A number of potentially significant irradiation conditions are discussed and various parameters which can influence the radiation-induced reactions under these conditions are specified. The objective 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. Example test reports for a number of materials are also included in appendix A of this standard.

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