



TECHNICAL SPECIFICATION

SPECIFICATION TECHNIQUE

**Determination of long-term radiation ageing in polymers –
Part 2: Procedures for predicting ageing at low dose rates**

**Détermination du vieillissement à long terme sous rayonnement dans les
polymères –
Partie 2: Méthodes pour prédire le vieillissement à faible débit de dose**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX



ICS 17.240; 29.035.01

ISBN 978-2-8322-1828-0

**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
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 General	6
4 Power law extrapolation method.....	7
4.1 Description	7
4.2 Test procedure.....	7
4.3 Determination of model parameters	7
4.4 Limitations	8
5 Superposition of time dependent data	9
5.1 Description	9
5.2 Test procedure.....	9
5.3 Determination of model parameters	10
5.4 Limitations	13
6 Superposition of DED data.....	14
6.1 Description	14
6.2 Test procedure.....	14
6.3 Evaluation.....	14
6.4 Limitations	15
Annex A (informative) Behaviour of polymeric materials in radiation environments	17
Annex B (informative) Examples of use of the power law method	19
B.1 General.....	19
B.2 Polypropylene filaments	19
B.3 Crosslinked polyethylene (XLPE).....	19
Annex C (informative) Use of the superposition principle	21
Annex D (informative) Examples of use of the superposition of time dependent data	23
D.1 Ethylene propylene (EPDM) elastomer.....	23
D.2 Nitrile elastomer.....	23
D.3 Ethylene vinyl acetate (EVA) polymer	23
Annex E (informative) Examples of use of the superposition of dose to equivalent damage (DED) data	26
E.1 General.....	26
E.2 Neoprene cable jacket.....	26
E.3 Chlorosulphonated polyethylene (CSPE) cable jacket	26
E.4 Crosslinked polyolefin (XLPO) cable insulation	26
E.5 Poly vinyl chloride (PVC) cable jacket.....	26
Bibliography	30
Figure 1 – Interpolation of the end-point dose (schematic), showing a plot of relative elongation at break plotted vs dose with interpolation of DED values at 0,75 and 0,5.....	8
Figure 2 – Extrapolation of end-point dose to lower dose rates (schematic) C showing the plot of DED values vs dose rate.....	8
Figure 3 – Limitations – Extrapolation of DED near thermal ageing limit (schematic)	9
Figure 4 – Determining shift factors a ($T,0$) for thermal ageing	10
Figure 5 – Superposition of data to yield master curve.....	11

Figure 6 – Determination of activation energy E	11
Figure 7 – Determination of shift factors $a(T, \dot{D})$ for combined thermal-radiation ageing, relative to the master curve in Figure 4	12
Figure 8 – Fitting experimental values of $a(T, \dot{D})$ to the empirical model Equation (2).....	13
Figure 9 – Calculated DED using Equation (5).....	13
Figure 10 – DED values under combined thermal-radiation conditions (schematic).....	15
Figure 11– Superposition of DED data (schematic).....	15
Figure A.1 – Schematic illustrating the types of dose rate effects which can occur in radiation aged polymeric materials	18
Figure B.1 – Elongation at break of polypropylene irradiated in air (from [10])	19
Figure B.2 – Extrapolation of end-point dose from data in Figure B.1	20
Figure B.3 – Dose required to reach 100 % elongation at 20 °C for an XLPE cable insulation material [11].....	20
Figure C.1 – Schematic – Superposition principle for thermal ageing	21
Figure C.2 – Schematic – Superposition principle for combined thermal-radiation ageing	22
Figure D.1 – Experimental data for EPDM elastomer fitted to the superposition model.....	24
Figure D.2 – Calculated DED for 50 % compression set at 20 °C	24
Figure D.3 – Calculated DED for 50 % compression set at 40 °C	25
Figure D.4 – Calculated DED for $e/e_0 = 0,5$	25
Figure E.1 – Superposition of DED data at 50 °C for a neoprene cable jacket material [7].....	27
Figure E.2 – Superposition of DED data for several different CSPE cable jacket materials	28
Figure E.3 – Superposition of DED data for a XLPO cable insulation material [7].....	29
Figure E.4 – Superposition of DED data for PVC showing complex dose rate dependence – Homogeneous oxidation data only	29

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

DETERMINATION OF LONG-TERM RADIATION AGEING IN POLYMERS –

Part 2: Procedures for predicting ageing at low dose rates

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.

The main task of IEC technical committees is to prepare International Standards. In exceptional circumstances, a technical committee may propose the publication of a technical specification when

- the required support cannot be obtained for the publication of an International Standard, despite repeated efforts, or
- the subject is still under technical development or where, for any other reason, there is the future but no immediate possibility of an agreement on an International Standard.

Technical specifications are subject to review within three years of publication to decide whether they can be transformed into International Standards.

IEC TS 61244-2, which is a technical specification, has been prepared by IEC technical committee 112: Evaluation and qualification of electrical insulating materials and systems.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 1996 and constitutes a technical revision.

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

- a) examples and background information moved to annexes;
- b) examples updated with more recent references.

The text of this technical specification is based on the following documents:

Enquiry draft	Report on voting
112/288/DTS	112/305/RVC

Full information on the voting for the approval of this technical specification can be found in the report on voting indicated in the above table.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts in the IEC 61244 series, published under the general title *Determination of long-term ageing in polymers*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "http://webstore.iec.ch" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- transformed into an International standard,
- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

DETERMINATION OF LONG-TERM RADIATION AGEING IN POLYMERS –

Part 2: Procedures for predicting ageing at low dose rates

1 Scope

This part of IEC TS 61244, which is a technical specification, applies to procedures for predicting ageing of polymeric materials at low dose rates.

The object is to present three methods which can be used to extrapolate data obtained from high dose rate experiments to the low dose rates typical of service conditions. These methods assume that homogeneous oxidation has been achieved under the test conditions. The techniques described in the following clauses are methods which have been found to be useful for a range of elastomeric, thermoplastic and thermoset materials. The procedures require a considerable number of test data to enable predictions to be made under low dose rate conditions.

2 Normative references

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

IEC 60544-2, *Guide for determining the effects of ionizing radiation on insulating materials – Part 2: Procedures for irradiation and test*

IEC 61244-1, *Determination of long-term radiation ageing in polymers – Part 1: Techniques for monitoring diffusion-limited oxidation*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	34
1 Domaine d'application.....	36
2 Références normatives	36
3 Généralités.....	36
4 Méthode d'extrapolation en loi de puissance	37
4.1 Description.....	37
4.2 Méthode d'essai.....	37
4.3 Détermination des paramètres du modèle	37
4.4 Limitations	39
5 Superposition de données dépendantes du temps	40
5.1 Description.....	40
5.2 Méthode d'essai	40
5.3 Détermination des paramètres du modèle	41
5.4 Limitations	44
6 Superposition de données de DDE.....	45
6.1 Description.....	45
6.2 Méthode d'essai.....	45
6.3 Évaluation.....	45
6.4 Limitations	46
Annexe A (informative) Comportement des matériaux polymères en environnements rayonnants	48
Annexe B (informative) Exemples d'utilisation de la méthode en loi de puissance.....	51
B.1 Généralités	51
B.2 Filaments de polypropylène.....	51
B.3 Polyéthylène réticulé (XLPE)	51
Annexe C (informative) Utilisation du principe de superposition	53
Annexe D (informative) Exemples d'utilisation de la superposition de données dépendantes du temps.....	55
D.1 Élastomère éthylène-propylène (EPDM).....	55
D.2 Élastomère nitrile	55
D.3 Polymère d'éthylène-acétate de vinyle (EVA).....	55
Annexe E (informative) Exemples d'utilisation de la superposition de dose à la dose de dommage équivalent (DDE).....	58
E.1 Généralités	58
E.2 Enveloppe de câble en néoprène.....	58
E.3 Gaine de câble en polyéthylène chlorosulfoné (CSPE).....	58
E.4 Isolation de câble en polyoléfine réticulé (XLPO)	58
E.5 Gaine de câble en polychlorure de vinyle (PVC).....	58
Bibliographie	62
Figure 1 – Interpolation de la dose de point limite (schématique), présentant une courbe d'allongement relatif à la rupture tracée en fonction de la dose avec interpolation des valeurs de DDE à 0,75 et 0,5	38
Figure 2 – Extrapolation de la dose de point limite à des débits de dose inférieurs (schématique) – Courbe de valeurs de DDE en fonction du débit de dose	39
Figure 3 – Limitations – Extrapolation de la DDE près de la limite de vieillissement thermique (schématique).....	40

Figure 4 – Détermination des facteurs de déplacement $a(T, 0)$ pour le vieillissement thermique	41
Figure 5 – Superposition des données pour obtenir la courbe maîtresse	42
Figure 6 – Détermination de l'énergie d'activation E	42
Figure 7 – Détermination des facteurs de déplacement $a(T, \dot{D})$ pour le vieillissement combiné chaleur-rayonnement, par rapport à la courbe maîtresse de la Figure 4.....	43
Figure 8 – Ajustement des valeurs expérimentales de $a(T, \dot{D})$ à l'Equation – modèle empirique (2).....	44
Figure 9 – DDE calculée en utilisant l'Equation (5).....	44
Figure 10 – Valeurs de la DDE sous des conditions combinées chaleur-rayonnement (schématique).....	46
Figure 11 – Superposition de données de DDE (schématique)	46
Figure A.1 – Schéma illustrant les types d'effets de débit de dose qui peuvent se produire dans les matériaux polymères vieillis sous rayonnement	50
Figure B.1 – Allongement à la rupture de polypropylène irradié dans l'air (tiré de [10])	51
Figure B.2 – Extrapolation de la dose de point limite d'après les données de la Figure B.1	52
Figure B.3 – Dose exigée pour atteindre 100 % d'allongement à 20 °C pour un matériau d'isolation de câble XLPE [11].....	52
Figure C.1 – Schématique – Principe de superposition pour le vieillissement thermique	53
Figure C.2 – Schématique – Principe de superposition pour le vieillissement combiné chaleur-rayonnement	54
Figure D.1 – Données expérimentales pour un élastomère EPDM ajustées au modèle de superposition	56
Figure D.2 – DDE calculée pour des caractéristiques de compression de 50 % à 20 °C.....	56
Figure D.3 – DDE calculée pour des caractéristiques de compression de 50 % à 40 °C.....	57
Figure D.4 – DDE calculée pour $e/e_0 = 0,5$	57
Figure E.1 – Superposition de données de DDE pour un matériau de gaine de câble en néoprène [7]	59
Figure E.2 – Superposition de données de DDE pour plusieurs matériaux de gaine de câble CSPE différents.....	60
Figure E.3 – Superposition de données de DDE pour un matériau d'isolation de câble XLPO [7]	61
Figure E.4 – Superposition de données de DDE d'un PVC présentant une dépendance complexe au débit de dose – Données d'oxydation homogène uniquement	61

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

DÉTERMINATION DU VIEILLISSEMENT A LONG TERME SOUS RAYONNEMENT DANS LES POLYMÈRES –

Partie 2: Méthodes pour prédire le vieillissement à faible débit de dose

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC 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, l'IEC – 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 l'IEC"). 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 l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC 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 l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC 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 l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC 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 l'IEC. L'IEC 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 l'IEC, 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 l'IEC, 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 l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, 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 l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC 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 tâche principale des comités d'études de l'IEC est l'élaboration des Normes internationales. Exceptionnellement, un comité d'études peut proposer la publication d'une spécification technique

- lorsqu'en dépit de maints efforts, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale, ou
- lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique ou quand, pour une raison quelconque, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat.

Les spécifications techniques font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales.

L'IEC TS 61244-2, qui est une spécification technique, a été établie par le comité d'études 112 de l'IEC: Evaluation et qualification des systèmes et matériaux d'isolement électrique.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, publiée en 1996. Cette édition constitue une révision technique.

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

- a) exemples et informations de fond déplacés dans les annexes;
- b) exemples mis à jour avec les dernières références.

Le texte de cette spécification technique est issu des documents suivants:

Projet d'enquête	Rapport de vote
112/288/DTS	112/305/RVC

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette spécification technique.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 61244, publiées sous le titre général *Détermination du vieillissement à long terme sous rayonnement dans les polymères*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

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 l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- transformée en Norme internationale,
- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

DÉTERMINATION DU VIEILLISSEMENT A LONG TERME SOUS RAYONNEMENT DANS LES POLYMÈRES –

Partie 2: Méthodes pour prédire le vieillissement à faible débit de dose

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC TS 61244, qui est une spécification technique, s'applique aux procédures de prévision du vieillissement des matériaux polymères à faible débit de dose.

Il s'agit de présenter trois méthodes qui peuvent être utilisées pour extrapoler, à de faibles débits de dose typiques des conditions de service, des données obtenues à partir d'expériences à débit de dose élevé. Ces méthodes supposent qu'une oxydation homogène a été réalisée dans les conditions d'essai. Les techniques décrites dans les articles suivants sont des méthodes qui se sont révélées utiles pour une gamme de matériaux élastomères et thermoplastiques. Les méthodes exigent un nombre considérable de données d'essai pour permettre de faire des prédictions dans des conditions de faible débit de dose.

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).

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

IEC 61244-1, *Détermination du vieillissement à long terme sous rayonnement dans les polymères – Partie 1: Techniques pour contrôler l'oxydation limitée par diffusion*