

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
NORME DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION
IEC STANDARD

Publication 544-2
Première édition — First edition
1979

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

Deuxième partie: Méthodes d'irradiation

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

Part 2: Procedures for irradiation



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe
Genève, Suisse

Révision de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la Commission afin d'assurer qu'il reflète bien l'état actuel de la technique.

Les renseignements relatifs à ce travail de révision, à l'établissement des éditions révisées et aux mises à jour peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et en consultant les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Rapport d'activité de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement

Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la Publication 50 de la CEI: Vocabulaire Electrotechnique International (V.E.I.), qui est établie sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini, l'Index général étant publié séparément. Des détails complets sur le V.E.I. peuvent être obtenus sur demande.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit repris du V.E.I., soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, symboles littéraux et signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera:

- la Publication 27 de la CEI: Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique;
- la Publication 117 de la CEI: Symboles graphiques recommandés.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit repris des Publications 27 ou 117 de la CEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Autres publications de la CEI établies par le même Comité d'Etudes

L'attention du lecteur est attirée sur les pages 3 et 4 de la couverture, qui énumèrent les autres publications de la CEI préparées par le Comité d'Etudes qui a établi la présente publication.

Revision of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information on the work of revision, the issue of revised editions and amendment sheets may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **Report on IEC Activities**
Published yearly
- **Catalogue of IEC Publications**
Published yearly

Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC Publication 50: International Electrotechnical Vocabulary (I.E.V.), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field, the General Index being published as a separate booklet. Full details of the I.E.V. will be supplied on request.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the I.E.V. or have been specifically approved for the purpose of this publication.

Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to:

- IEC Publication 27: Letter symbols to be used in electrical technology;
- IEC Publication 117: Recommended graphical symbols.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC Publications 27 or 117, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

Other IEC publications prepared by the same Technical Committee

The attention of readers is drawn to pages 3 and 4 of the cover, which list other IEC publications issued by the Technical Committee which has prepared the present publication.

**COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE
NORME DE LA CEI**

**INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION
IEC STANDARD**

Publication 544-2

Première édition — First edition

1979

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

Deuxième partie: Méthodes d'irradiation

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

Part 2: Procedures for irradiation

Mots clés: matériaux isolants, essais
d'endurance aux rayonnements ionisants,
exigences, définitions.

Key words: insulating materials, ionizing
radiation endurance tests,
requirements, definitions.



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 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

1, rue de Varembé
Genève, Suisse

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

Deuxième partie : Méthodes d'irradiation

PRÉAMBULE

- 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 vœu 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.

Un projet fut discuté lors de la réunion tenue à Toronto en 1976. A la suite de cette réunion, le projet, document 15B(Bureau Central)40, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en juin 1977.

Les pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication :

Afrique du Sud (République d')	Portugal
Allemagne	Roumanie
Autriche	Royaume-Uni
Belgique	Suède
Canada	Suisse
Danemark	Tchécoslovaquie
Egypte	Turquie
Finlande	Union des Républiques Socialistes Soviétiques
France	Yougoslavie
Japon	
Norvège	

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme :

Publications n°s 212:	Conditions normales à observer avant et pendant les essais de matériaux isolants électriques solides.
544-1:	Guide pour la détermination des effets des rayonnements ionisants sur les matériaux isolants, Première partie : Interaction des rayonnements.
544-3:	Troisième partie : Méthodes d'essais pour la détermination des effets permanents.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

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

Part 2 : Procedures for irradiation

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.

A draft was discussed at the meeting held in Toronto in 1976. As a result of this meeting, the draft, Document 15B(Central Office)40, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in June 1977.

The following countries voted explicitly in favour of publication :

Austria	Portugal
Belgium	Romania
Canada	South Africa (Republic of)
Czechoslovakia	Sweden
Denmark	Switzerland
Egypt	Turkey
Finland	Union of Soviet
France	Socialist Republics
Germany	United Kingdom
Japan	Yugoslavia
Norway	

Other IEC publications quoted in this standard :

Publications Nos. 212:	Standard Conditions for Use Prior to and During the Testing of Solid Electrical Insulating Materials
544-1:	Guide for Determining the Effects of Ionizing Radiation on Insulating Materials, Part 1: Radiation Interaction
544-3:	Part 3: Test Procedures for Permanent Effects

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

Deuxième partie : Méthodes d'irradiation

1. Introduction

- 1.1 L'établissement de critères pour l'évaluation de l'endurance aux rayonnements de matériaux isolants est très complexe du fait que ces critères seront fonction des applications dans lesquelles les matériaux seront utilisés. De même, leur comportement ne peut être déterminé de façon fiable que par des expériences qui simulent dans la mesure du possible les conditions de service. Cette partie de la norme fournit un choix de conditions spécifiques qui devront être maintenues au cours des irradiations, de façon qu'on puisse effectuer une comparaison valable des matériaux à partir des rapports d'essais, et qu'ainsi le meilleur matériau puisse être sélectionné pour l'application spécifique à laquelle il est destiné en service.
- 1.2 La première partie de la norme (Publication 544-1 de la CIE: Guide pour la détermination des effets des rayonnements ionisants sur les matériaux isolants. Première partie: Interaction des rayonnements) constitue une introduction traitant, d'un point de vue très général, les problèmes liés à l'évaluation des effets des rayonnements. Ceux-ci sont traités de façon plus approfondie dans la présente partie ainsi que dans la troisième partie (Publication 544-3 de la CIE: Méthodes d'essais pour la détermination des effets permanents) qui définit plus spécifiquement les méthodes d'essais à utiliser pour déterminer les changements de propriétés. La première partie fournit également un guide de terminologie 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. Ces méthodes sont spécifiques aux rayonnements électromagnétiques (X ou γ), de sorte que d'autres parties seront aussi nécessaires pour le cas d'irradiations par des particules chargées et par des neutrons.

2. Domaine d'application et objet

- 2.1 Cette partie de la norme a pour objet de spécifier les conditions d'exposition qu'il convient de respecter pendant et après l'irradiation de matériaux isolants par des rayonnements ionisants, avant la détermination des changements de leurs propriétés physiques ou chimiques résultant de leur irradiation. Cela est particulièrement nécessaire pour les matériaux organiques (plastiques, élastomères et fluides) car souvent les changements sont considérablement influencés par des modifications des conditions d'environnement du matériau au cours de l'irradiation. Cette partie ne recommande pas de conditions spécifiques d'environnement, mais elle décrit quelques conditions d'ambiance possibles et significatives et spécifie le contrôle de paramètres, qui peuvent influencer les réactions induites par irradiation, autant que cela est nécessaire pour obtenir des effets d'irradiation reproductibles. De ce fait, l'effet du rayonnement sur quelque propriété que ce soit peut être déterminé en utilisant les échantillons appropriés, les conditions d'exposition et les méthodes d'essais décrits dans la troisième partie. Les mesures à effectuer pendant l'irradiation n'entrent pas dans le domaine d'application de la présente norme.
- 2.2 Cette partie décrit des méthodes pour maintenir six types différents de conditions d'exposition pendant l'irradiation, et des dispositions pour combiner ces méthodes. Les méthodes comprennent les conditions ambiantes normales, ainsi que des conditions dans lesquelles un ou plusieurs paramètres sont modifiés ou combinés (par exemple, température, pression, milieu, contrainte mécanique ou électrique). Des conditions définies d'exposition ainsi que le type de rayonnement, le débit de dose absorbée, les dimensions des échantillons et les méthodes à suivre pour la détermination ultérieure des changements de propriétés physiques ou chimiques résultant de l'irradiation seront spécifiés en détail dans la troisième partie.

GUIDE FOR DETERMINING THE EFFECTS OF IONIZING RADIATION ON INSULATING MATERIALS

Part 2 : Procedures for irradiation

1. Introduction

- 1.1 The establishment of criteria for the evaluation of the radiation endurance of insulating materials is very complex, since such criteria will depend on the applications in which the materials are used. Likewise, their performance can be determined reliably only by experiments that simulate the expected service conditions as far as possible. This part of the standard provides a choice of specific conditions to be maintained during irradiation so that, when test reports are given, a reliable comparison of materials can be obtained, and the best can be selected for the specific service application.
- 1.2 The first part of the standard (IEC Publication 544-1 : Guide for Determining the Effects of Ionizing Radiation on Insulating Materials, Part 1: Radiation Interaction) constitutes an introduction dealing very broadly with the problems involved in evaluating radiation effects. These are treated more thoroughly in this part and in Part 3 (IEC Publication 544-3 : Test Procedures for Permanent Effects) which defines the test procedures to be used for property change determinations. Part 1 also provides a guide to dosimetry terminology, several methods of determining exposure and absorbed dose, and methods of calculating absorbed dose in any specific material from the dosimetry method applied. These methods are specific for electromagnetic radiation (X- or γ -ray), so that further parts are needed for charged particle and neutron irradiations.

2. Scope and object

- 2.1 The purpose of this part of the standard is to specify the controls which must be maintained over the exposure conditions during and following the irradiation of insulating materials with ionizing radiation prior to the determination of radiation-induced changes in physical or chemical properties. This is especially necessary for organic materials (plastics, elastomers and fluids) because, in general, the changes are influenced considerably by variations in the environmental conditions surrounding the material during the irradiation. No specific environmental conditions are recommended herein, but some possible and significant ambient conditions are described and the control of parameters which can influence the radiation-induced reactions at these conditions are specified as far as necessary to obtain reproducible radiation effects. Thereby the effect of radiation on any property may be determined by the use of the appropriate specimens, exposure conditions and test methods as described in Part 3. Performing measurements during irradiation is not within the scope of this standard.
- 2.2 This part describes procedures for maintaining six different types of exposure conditions during the irradiation and provision for combining these procedures. The procedures encompass normal ambient conditions and conditions where one or several parameters are changed or combined (e.g. temperature, pressure, medium, mechanical stress, or electrical stress). Definite exposure conditions as well as the type of radiation, absorbed dose rate, dimensions of specimens and the methods for the subsequent measurement of radiation-induced changes in physical and chemical properties will be further specified in Part 3.

2.3 Cette partie couvre spécifiquement l'irradiation par :

- rayons X et γ ;
- particules β et électrons ;
- protons ;
- neutrons ;
- rayons gamma et neutrons combinés.

2.4 En plus de l'influence des conditions d'irradiation, les effets des rayonnements peuvent également différer suivant le type de rayonnement ou si les débits de dose d'irradiation sont substantiellement différents. Cependant, pour certains effets de rayonnement, on peut s'attendre, pour des conditions expérimentales analogues, des doses absorbées égales et un transfert d'énergie linéaire égal, à ce que les changements de propriétés ne dépendent que légèrement du type de rayonnement. C'est pourquoi le type de rayonnement préféré sera celui pour lequel la mesure de la dose absorbée est simple et précise, par exemple, les rayons γ du Cobalt 60 ou les électrons rapides. Pour juger de l'effet du rayonnement du réacteur comprenant des rayons γ et des électrons rapides, on peut irradier avec ce genre de rayonnement une éprouvette de composition chimique identique ou suffisamment semblable et comparer le rendement de la réaction appropriée induite par rayonnement.

3. Définitions

3.1 La *dose absorbée*, D , est le quotient de $d\epsilon$ par dm , où $d\epsilon$ 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.

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

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

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

3.3 Unités

L'unité SI de dose absorbée est le gray (Gy) ; 1 Gy = 1 J/kg (= 10^2 rad).

Un multiple usuel pour des doses plus élevées est le kilogray ; 1 kGy = 1 kJ/kg (= 10^{-1} Mrad).

L'unité SI de débit de dose absorbée est le gray par seconde ; 1 Gy/s = 1 W/kg (= 10^2 rad/s = 0,36 Mrad/h).

4. Calcul de la dose absorbée

4.1 Les changements induits par le rayonnement doivent être rapportés à l'énergie de rayonnement absorbée, exprimée par la dose absorbée. La méthode de dosimétrie est choisie par l'opérateur, de préférence dans le tableau de méthodes contenu dans la première partie qui donne également la méthode permettant de calculer la dose absorbée dans le matériau examiné lorsqu'il s'agit de rayonnement X ou gamma. Le matériau pour lequel la dose absorbée a été calculée doit être indiqué. Lorsque le matériau dosimètre et l'éprouvette sont de compositions chimiques similaires, le calcul n'est alors pas nécessaire. Une revue des méthodes dosimétriques et des modes opératoires pour le calcul de la dose absorbée figure dans la première partie.

2.3 This part specifically covers irradiation by

- X- and γ -rays;
- β particles and electrons;
- protons;
- neutrons;
- combined γ -rays and neutrons.

2.4 Besides the influence of other conditions, the radiation effects can be different for different types of radiation or for large differences in irradiation dose rate. On the other hand, for some radiation effects it can be expected 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. 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 a specimen with the same or sufficiently analogous chemical composition can be irradiated with these kinds of radiation and the yield of a suitable radiation-induced reaction can be compared.

3. Definitions

3.1 The *absorbed dose*, D , is the quotient of $d\bar{e}$ by dm , where $d\bar{e}$ 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.

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

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

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

3.3 Units

The SI unit of absorbed dose is the gray (Gy); $1 \text{ Gy} = 1 \text{ J/kg} (= 10^2 \text{ rad})$.

A usual multiple for higher doses is the kilogray; $1 \text{ kGy} = 1 \text{ kJ/kg} (= 10^{-1} \text{ Mrad})$.

The SI unit of absorbed dose rate is the gray per second; $1 \text{ Gy/s} = 1 \text{ W/kg} (= 10^2 \text{ rad/s} = 0.36 \text{ Mrad/h})$.

4. Calculation of the absorbed dose

4.1 The radiation-induced changes should be related to the absorbed radiation energy, expressed by the absorbed dose. The method of dosimetry is chosen by the operator, preferably from the table of methods provided in Part 1, which also gives the procedure for calculation of the absorbed dose in the specific material being treated when the radiation is X- or γ -ray. The material for which the absorbed dose has been calculated should be given. When the dosimeter material and the specimen have similar chemical compositions, the calculation will not be necessary. A survey of dosimetry methods and the procedure for calculating the absorbed dose is given in Part 1.

4.2 Les tolérances admissibles sur la valeur absolue de la dose absorbée sont les suivantes :

- ±10% pour l'irradiation par rayons X et γ ;
- ±10% pour l'irradiation par particules β et par électrons ;
- ±10% pour l'irradiation par protons ;
- ±30% pour l'irradiation complexe dans un réacteur.

Dans le cas d'une distribution non homogène de la dose absorbée dans l'éprouvette, une valeur moyenne de celle-ci doit être calculée (voir paragraphe 6.1.1).

5. Conditionnement des éprouvettes avant irradiation

5.1 Généralités

5.1.1 Les éprouvettes doivent être soigneusement préparées selon les normes CEI et ISO appropriées, car la dispersion des résultats d'essais peut être surtout due à la qualité des éprouvettes.

5.1.2 Comme l'effet du rayonnement peut dépendre des dimensions des éprouvettes, celles-ci doivent être identiques pour toutes les études comparatives. Il est préférable que les éprouvettes irradiées aient les dimensions normalisées requises pour la détermination des propriétés spécifiques à mesurer après irradiation. Si toutefois les éprouvettes d'essai doivent être tirées d'une pièce irradiée de plus grandes dimensions, la position et la direction de l'éprouvette dans la pièce en essai doivent être indiquées.

5.1.3 Des éprouvettes témoins non soumises à l'irradiation doivent être préparées de la même manière et soumises aux mêmes conditionnement et traitement après irradiation que les éprouvettes irradiées. Si, dans le cas de conditions autres que les conditions ambiantes, l'influence complémentaire à l'irradiation est d'un intérêt particulier, les éprouvettes témoins non irradiées doivent également être soumises à ces conditions, pendant la même durée que les éprouvettes irradiées.

5.2 Conditionnement aux températures ambiantes

Les éprouvettes à irradier à l'air à la température ambiante doivent être conditionnées dans une des atmosphères normalisées, conformément à la Publication 212 de la CEI: Conditions normales à observer avant et pendant les essais de matériaux isolants électriques solides, de préférence dans l'atmosphère normalisée B (23°C/50% d'humidité relative), pendant au moins 48 h ou jusqu'à ce qu'un équilibre approximatif avec l'atmosphère ambiante normalisée soit assuré.

5.3 Conditionnement à une température spécifiée

Si la température d'irradiation est nettement différente de l'ambiante, les éprouvettes doivent être conditionnées à la température d'irradiation pendant 48 h ou jusqu'à ce qu'un équilibre approximatif avec la température d'irradiation soit assuré.

5.4 Conditionnement dans un milieu autre que l'air

5.4.1 Les éprouvettes à irradier dans un gaz autre que l'air doivent être conditionnées dans un récipient dont la pression est ≤ 1 Pa ($7,5 \times 10^{-3}$ torr) pendant au moins 8 h, à l'issue desquelles le récipient est balayé trois fois avec le gaz. Après ces balayages, les éprouvettes doivent être maintenues dans le récipient rempli de gaz, à la température de l'irradiation, jusqu'à ce qu'un équilibre approximatif de l'éprouvette avec le gaz soit assuré. Une exception serait faite si le gaz était exagérément corrosif pour les éprouvettes.

4.2 The permissible tolerances of the absolute value of the absorbed dose shall be as follows:

±10% for X- and γ -ray irradiation;

±10% for β particles and electron irradiation;

±10% for proton irradiation;

±30% for complex reactor irradiation.

In the case of a non-homogeneous distribution of the absorbed dose throughout the specimen, an average value of the absorbed dose shall be calculated (see Sub-clause 6.1.1).

5. Specimen conditioning before irradiation

5.1. General

5.1.1 The test specimens shall be carefully prepared in accordance with the appropriate IEC and ISO standards, because spread in test results can be mainly due to the quality of the test specimens.

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

5.1.3 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. If in the case of other than ambient conditions the additional influence of irradiation is of special interest, the non-irradiated control specimens shall also be subjected to the same conditions for the same length of time as the irradiated specimens.

5.2. Conditioning at ambient temperature

Specimens to be irradiated in air at room temperature shall be conditioned in one of the standard atmospheres according to IEC Publication 212: Standard Conditions for Use Prior to and During the Testing of Solid Electrical Insulating Materials, preferably standard atmosphere B (23°C/50% r.h.), for at least 48 h or until an approximate equilibrium with the ambient standard atmosphere is ensured.

5.3. Conditioning at a specified temperature

If the irradiation temperature is considerably different from room temperature, the specimens shall be conditioned at the irradiation temperature for 48 h, or until an approximate equilibrium with the irradiation temperature is ensured.

5.4. Conditioning in a medium other than air

5.4.1 Specimens to be irradiated in a gas other than air shall be conditioned in a container at a pressure of ≤ 1 Pa (7.5×10^{-3} torr) for at least 8 h, followed by three flushes with the gas. After flushing, the specimens shall remain in the container filled with the gas at the temperature of the irradiation until an approximate equilibrium of the specimens with the gas were ensured. An exception would be if the gas were unduly corrosive to the specimen.

5.4.2 Les éprouvettes à irradier en milieu *liquide* doivent être préconditionnées dans une atmosphère normalisée, selon le paragraphe 5.2, avant d'être placées dans le milieu liquide. Elles doivent être ensuite immergées dans le liquide pendant 24 h, pour les conditionner dans ce liquide avant irradiation. Une exception serait faite si le liquide était exagérément corrosif pour les éprouvettes.

5.4.3 Les éprouvettes à irradier sous *aspersion* d'un liquide doivent être préconditionnées en atmosphère normalisée, selon le paragraphe 5.2, avant d'être placées sous aspersion. Elles doivent être ensuite mises sous aspersion pendant 24 h, pour les conditionner avec le liquide avant l'irradiation. Une exception serait faite si le liquide était exagérément corrosif pour les éprouvettes.

5.5 Conditionnement sous vide

Les éprouvettes à irradier sous vide doivent être conditionnées dans un récipient dont la pression est ≤ 1 Pa ($7,5 \times 10^{-3}$ torr) pendant au moins 24 h. Si la température d'irradiation est très différente de la température ambiante, les éprouvettes doivent être conditionnées à la température d'irradiation, comme au paragraphe 5.3.

6. Méthode d'irradiation

6.1 Généralités

6.1.1 Le taux d'exposition est plus ou moins constant dans le champ de rayonnement. De plus, il est réduit par l'absorption d'énergie dans l'éprouvette même. C'est pourquoi la dose absorbée ne peut pas être homogène. Les tolérances permises sont de $\pm 15\%$ dans toute l'éprouvette.

6.1.2 Ce résultat peut être obtenu en utilisant des filtres, en irradiant les éprouvettes suivant plusieurs directions ou encore en les faisant traverser à vitesse constante le champ de rayonnement. Si l'irradiation est faite par un système émettant un faisceau, il faut maintenir constant, tout au long de l'essai, le rapport des temps pendant lesquels l'éprouvette est exposée et pendant lesquels elle ne l'est pas.

6.1.3 Si une série de doses doit être appliquée, on peut commencer l'exposition de toutes les éprouvettes au même moment, et les éprouvettes sont alors retirées successivement de l'irradiation lorsque la dose désirée pour chaque éprouvette a été obtenue.

6.1.4 La température de l'éprouvette pendant l'irradiation doit être déterminée à l'aide d'une éprouvette supplémentaire, munie d'un dispositif de mesure de la température et irradiée dans les mêmes conditions que les autres éprouvettes.

6.1.5 Les tolérances normales de température pour l'éprouvette sont de $\pm 5^\circ\text{C}$. Des écarts de plus de $\pm 2^\circ\text{C}$ doivent être indiqués. Cependant, dans le cas de forts débits de dose, une élévation de température allant jusqu'à 10°C est acceptée. L'élévation de température peut être limitée en faisant circuler de l'air frais ou un liquide sur l'échantillon, ou par une irradiation intermittente. Toutefois, si le liquide pouvait causer des changements dans les propriétés du matériau, qui ne seraient pas dus à l'irradiation (par exemple par absorption du liquide), il ne pourrait pas être utilisé à cette fin.

6.2 Méthode A – Irradiation dans des conditions ambiantes normales

L'irradiation doit être faite sous des conditions ambiantes normales, conformément à la Publication 212 de la CEI, avec une gamme réduite de températures (18°C à $28^\circ\text{C}/45\%$ à 75% d'humidité relative).

6.2.1 La température et l'humidité relative des conditions ambiantes doivent être indiquées. Après un conditionnement conforme au paragraphe 5.2, disposer les éprouvettes de manière à assurer le libre accès de l'air de tous côtés. L'accumulation de produits de réaction induits par le rayonnement doit être évitée (par exemple en faisant circuler de l'air frais sur l'éprouvette).

5.4.2 Specimens to be irradiated in a *liquid medium* shall be pre-conditioned in a standard atmosphere, according to Sub-clause 5.2, before being placed in the liquid medium. They shall then be immersed in the liquid for 24 h to condition them with the liquid before the irradiation. An exception would be if the liquid were unduly corrosive to the specimen.

5.4.3 Specimens to be irradiated while being *sprayed with a liquid* shall be pre-conditioned in a standard atmosphere, according to Sub-clause 5.2, before being sprayed. They shall then be sprayed for 24 h to condition them with the liquid before the irradiation. An exception would be if the liquid were unduly corrosive to the specimen.

5.5 *Conditioning in a vacuum*

Specimens to be irradiated in a vacuum shall be conditioned in a container at a pressure of ≤ 1 Pa (7.5×10^{-3} torr) for at least 24 h. If the irradiation temperature is considerably different from room temperature, the specimens shall be conditioned at the irradiation temperature as in Sub-clause 5.3.

6. Irradiation procedure

6.1 *General*

6.1.1 The exposure rate is more or less 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. Permissible tolerances are $\pm 15\%$ throughout the specimen.

6.1.2 This can be achieved by filtering methods, by irradiation of the specimens from several directions or by traversing the radiation field at a constant rate. If the irradiation is performed with a beam-emitting machine, maintain the ratio of exposure time to non-exposure time constant throughout this procedure.

6.1.3 If a series of doses is to be given, all the specimens may begin the exposure together, and the specimens are then successively withdrawn from irradiation as the desired dose for each specimen has been obtained.

6.1.4 The temperature of the specimen 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.

6.1.5 The normal temperature tolerances for the specimen are $\pm 5^\circ\text{C}$. Deviations of more than $\pm 2^\circ\text{C}$ shall be reported. However, in the case of high dose rate a temperature rise of up to 10°C is permitted. The temperature rise may be controlled by a flow of fresh air or liquid over the specimen or by intermittent irradiation. However, a liquid shall not be used for this purpose if it can cause changes in the properties of the material that are not due to radiation (e.g. by absorption of the liquid).

6.2 *Procedure A – Irradiation at standard ambient conditions*

The irradiation shall be conducted under standard ambient conditions according to IEC Publication 212 with reduced temperature range (18°C to $28^\circ\text{C}/45\%$ to 75% r.h.).

6.2.1 The temperature and relative humidity of the ambient conditions shall be reported. After conditioning in accordance with Sub-clause 5.2, arrange the specimens 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).

6.2.2 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 pression et composition chimique de l'atmosphère) seront modifiées par l'irradiation. Cela peut affecter notablement les résultats. Aussi, l'air doit-il être fréquemment renouvelé. Le rapport doit mentionner que l'irradiation a été faite dans un récipient clos ; indiquer la nature du matériau constituant le récipient, le rapport entre le volume des éprouvettes et de l'air, et enfin la fréquence à laquelle l'air a été renouvelé. La possibilité d'une élévation de pression due à l'échauffement ou aux produits de réaction doit être prise en compte dans la conception du récipient, de façon que cet effet soit minimisé.

6.3 *Méthode B – Irradiation à une température spécifiée*

6.3.1 Les éprouvettes doivent être conditionnées suivant le paragraphe 5.3. De plus, l'utilisation d'une éprouvette supplémentaire, selon les indications du paragraphe 6.1.4, et les tolérances de température, indiquées au paragraphe 6.1.5, doivent être notées. On doit également tenir compte des paragraphes 6.2 et 6.4 à 6.7.

6.3.2 Si la température spécifiée se trouve dans la région d'une transition (par exemple, températures de transition vitreuse ou de fusion), la température devra être réglée de façon plus précise afin que la transition ne se produise pas au cours de l'irradiation.

6.4 *Méthode C – Irradiation dans un milieu autre que l'air*

6.4.1 Lorsque l'irradiation est faite dans un gaz autre que l'air, il est préférable de maintenir une circulation du gaz à travers le récipient contenant l'éprouvette. Lorsque c'est nécessaire, une enveloppe scellée peut être utilisée si le gaz est renouvelé périodiquement. Sceller le récipient pour toute la durée de l'exposition n'est permis que s'il n'est pas possible de faire autrement, en raison de la nature de la source. La méthode doit être notée dans le rapport.

6.4.2 Dans le cas d'un milieu liquide, les éprouvettes doivent être complètement immergées dans le liquide pendant toute la durée de l'irradiation. L'agitation du liquide, le ruissellement ou d'autres méthodes pour alimenter l'éprouvette en liquide frais, doivent être notés.

6.4.3 Lorsque l'irradiation des éprouvettes est faite sous aspersion d'un liquide, le récipient doit être conçu de façon à éviter l'immersion d'une partie quelconque de l'éprouvette pendant toute l'exposition.

6.5 *Méthode D – Irradiation sous une pression quelconque, y compris sous vide*

Les éprouvettes peuvent être irradiées dans un récipient scellé ou mieux encore dans un système dont la pression est en permanence ou périodiquement réajustée à la valeur initiale. La méthode doit être décrite. Dans le cas du vide, la pression doit être ≤ 1 Pa ($7,5 \times 10^{-3}$ torr).

6.6 *Méthode E – Irradiation sous une contrainte mécanique*

Les éprouvettes doivent être placées sur un dispositif approprié de façon qu'elles soient soumises à une contrainte mécanique pendant l'irradiation. Les relaxations de contrainte ou les fluages visqueux doivent être notés.

6.7 *Méthode F – Irradiation sous une contrainte électrique*

Lorsqu'une contrainte électrique est appliquée à l'éprouvette pendant l'irradiation, protéger le circuit par insertion d'un fusible ou d'un disjoncteur et ajouter un compteur pour enregistrer le temps écoulé jusqu'à la rupture diélectrique, si celle-ci se produit pendant l'exposition.

6.8 *Méthodes combinées d'irradiation*

Si une combinaison quelconque de deux ou plusieurs des variables indiquées dans les méthodes ci-dessus est appliquée, la méthode combinée doit inclure tous les aspects des différentes méthodes utilisées.

6.2.2 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 should be changed frequently. It shall be stated in the report that the 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.

6.3 Procedure B – Irradiation at a specified temperature

6.3.1 The specimens are to be conditioned in accordance with Sub-clause 5.3. In addition, the use of a supplementary specimen as described in Sub-clause 6.1.4 and the temperature tolerances specified in Sub-clause 6.1.5 shall be noted. Consideration should also be given to Sub-clauses 6.2 and 6.4 to 6.7.

6.3.2 If the specified temperature is in the region of a transition (e.g. glass or melting temperatures), the temperature should be more closely controlled so that the transition does not occur during the irradiation.

6.4 Procedure C – Irradiation in a medium other than air

6.4.1 When the irradiation is conducted in a gas other than air, it is best to maintain a continuous flow of the gas through the specimen container. When necessary, a sealed enclosure 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 method shall be reported.

6.4.2 In the case of a liquid medium, the specimens shall be completely immersed in the liquid during the entire period of irradiation. Stirring of the liquid, streaming or other methods used to supply new liquid to the specimen shall be reported.

6.4.3 When the irradiation is conducted while the specimens are being sprayed with a liquid, the container shall be designed so as to avoid immersion of any part of the specimen throughout the exposure.

6.5 Procedure D – Irradiation at any pressure including vacuum

The specimens may be irradiated in a sealed container or even better in a system which continuously or periodically is readjusted to the initial pressure. The method shall be reported. In the case of vacuum, the pressure shall be ≤ 1 Pa (7.5×10^{-3} torr).

6.6 Procedure E – Irradiation during mechanical stressing

The specimens shall be arranged on a suitable fixture so that they will be subjected to a mechanical stress during irradiation. A stress relaxation or a viscous flow shall be reported.

6.7 Procedure F – Irradiation during electrical stressing

When an electrical stress is maintained on the specimen during the irradiation, insert a fuse or breaker to protect the circuit and include a timer to record the time to voltage breakdown if this occurs during the exposure.

6.8 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 of the features of the separate procedures involved.

7. Traitement consécutif à l'irradiation

7.1 Généralités

L'un des effets résultant de la réaction du rayonnement de haute énergie sur des polymères est la formation de radicaux libres ou de fragments de molécules excitées. La vitesse à laquelle ces fragments moléculaires sont formés peut être beaucoup plus grande que leur vitesse de disparition. Cela conduit à l'accumulation d'espèces réactives à l'intérieur du matériau irradié. Il est possible, également, que des réactions se poursuivent pendant des jours ou des semaines, après que l'éprouvette a été enlevée du champ de rayonnement.

7.2 Après irradiation suivant l'une des méthodes décrites ci-dessus, maintenir les éprouvettes avant essai sous des conditions ambiantes normales, conformément à la Publication 212 de la CEI, avec une gamme réduite de températures (18°C à 28°C/45% à 75% d'humidité relative) pendant une durée comprise entre 48 h et 72 h. Dans le cas d'une irradiation dans un milieu autre que l'air, les réactions d'oxydation consécutives à l'irradiation doivent être évitées, en stockant l'échantillon sous azote pendant une durée de 48 h à 72 h avant le stockage sous les conditions ambiantes normales.

7.3 Un stockage pendant un temps plus long peut être nécessaire à l'issue de l'irradiation, en raison de la radioactivité provoquée par le rayonnement du réacteur. Ce temps sera alors noté dans le rapport.

8. Rapport

Le rapport doit faire référence à la présente norme, faire état de toutes les dérogations aux méthodes recommandées dans cette norme et inclure les renseignements suivants:

8.1 Description du matériau essayé

Inclure, dans la mesure où elles sont connues, les informations suivantes:

Type du polymère et méthode de préparation.

Données de formulation et de composition: charges (y compris dimensions et forme), plastifiants, agents stabilisants, absorbants de lumière, etc.

Propriétés physiques: densité, point de fusion, température de transition vitreuse, cristallinité, orientation, solubilité, etc.

8.2 Description de la source de rayonnement

Type, activité ou puissance du faisceau, nature et spectre d'énergie du rayonnement. Pour l'irradiation par un réacteur, proportion des rayons γ , des neutrons thermiques, épithermiques et rapides.

8.3 Spécification de la dose absorbée

Méthode de dosimétrie, débits de doses absorbées (avec les tolérances), période d'irradiation et dose absorbée des diverses éprouvettes. Pour les accélérateurs, noter les taux de répétition des impulsions, la longueur des impulsions et la densité de flux maximale. Noter également les cycles de parcours de l'éprouvette, ainsi que les temps passés à l'intérieur et à l'extérieur du faisceau. Pour les réacteurs et les autres sources de neutrons, calculer le débit de dose absorbée sur la base des densités de flux, déterminées séparément pour les neutrons thermiques, épithermiques et rapides et pour les rayons gamma.

8.4 Conditionnement et mode d'irradiation comprenant les détails appropriés, par exemple, température, milieu, pression, contrainte sur l'éprouvette, enceinte. Traitement spécial consécutif à l'irradiation.

8.5 Date de l'irradiation.
