

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60544-5

Première édition
First edition
2003-02

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

**Partie 5:
Procédures pour l'estimation
du vieillissement en service**

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

**Part 5:
Procedures for assessment
of ageing in service**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60544-5:2003

Numérotation des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000. Ainsi, la CEI 34-1 devient la CEI 60034-1.

Editions consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Informations supplémentaires sur les publications de la CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique. Des renseignements relatifs à cette publication, y compris sa validité, sont disponibles dans le Catalogue des publications de la CEI (voir ci-dessous) en plus des nouvelles éditions, amendements et corrigenda. Des informations sur les sujets à l'étude et l'avancement des travaux entrepris par le comité d'études qui a élaboré cette publication, ainsi que la liste des publications parues, sont également disponibles par l'intermédiaire de:

- Site web de la CEI (www.iec.ch)
- Catalogue des publications de la CEI

Le catalogue en ligne sur le site web de la CEI (http://www.iec.ch/searchpub/cur_fut.htm) vous permet de faire des recherches en utilisant de nombreux critères, comprenant des recherches textuelles, par comité d'études ou date de publication. Des informations en ligne sont également disponibles sur les nouvelles publications, les publications remplacées ou retirées, ainsi que sur les corrigenda.

- IEC Just Published

Ce résumé des dernières publications parues (http://www.iec.ch/online_news/justpub/jp_entry.htm) est aussi disponible par courrier électronique. Veuillez prendre contact avec le Service client (voir ci-dessous) pour plus d'informations.

- Service clients

Si vous avez des questions au sujet de cette publication ou avez besoin de renseignements supplémentaires, prenez contact avec le Service clients:

Email: custserv@iec.ch
Tél: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

Publication numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series. For example, IEC 34-1 is now referred to as IEC 60034-1.

Consolidated editions

The IEC is now publishing consolidated versions of its publications. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Further information on IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology. Information relating to this publication, including its validity, is available in the IEC Catalogue of publications (see below) in addition to new editions, amendments and corrigenda. Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is also available from the following:

- IEC Web Site (www.iec.ch)
- Catalogue of IEC publications

The on-line catalogue on the IEC web site (http://www.iec.ch/searchpub/cur_fut.htm) enables you to search by a variety of criteria including text searches, technical committees and date of publication. On-line information is also available on recently issued publications, withdrawn and replaced publications, as well as corrigenda.

- IEC Just Published

This summary of recently issued publications (http://www.iec.ch/online_news/justpub/jp_entry.htm) is also available by email. Please contact the Customer Service Centre (see below) for further information.

- Customer Service Centre

If you have any questions regarding this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre:

Email: custserv@iec.ch
Tel: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60544-5

Première édition
First edition
2003-02

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

**Partie 5:
Procédures pour l'estimation
du vieillissement en service**

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

**Part 5:
Procedures for assessment
of ageing in service**

© IEC 2003 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.

International Electrotechnical Commission, 3, rue de Varembé, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: www.iec.ch



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

V

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	6
INTRODUCTION	10
1 Domaine d'application et objet	12
2 Références normatives	12
3 Abréviations	12
4 Contexte	14
4.1 Oxydation limitée par diffusion (DLO)	14
4.2 Effets de débit de dose (DRE)	16
4.3 Vieillissement accéléré	16
4.4 Approches pour l'évaluation du vieillissement	18
5 Techniques de contrôle des conditions	18
5.1 Introduction	18
5.2 Etablissement des courbes de corrélation pour les méthodes CM	20
5.3 «Indenter»	22
5.4 Temps d'induction de l'oxydation (OIT)	24
5.5 Température d'induction à l'oxydation (OITP)	28
5.6 Analyse thermogravimétrique (TGA)	30
5.7 Mesures de la densité	34
6 Dépôt d'équipements	38
6.1 Prescription d'un dépôt	40
6.2 Installation d'un dépôt d'équipement	40
6.3 Essais des échantillons provenant du dépôt	42
6.4 Détermination des intervalles d'échantillonnage	42
6.5 Equipements vieillis en temps réel et expérience de fonctionnement	44
Bibliographie	62
Figure 1 – Développement des données de vieillissement sur des modifications d'allongement à la rupture et indicateur de condition (par exemple, module «indenter») – Courbe	48
Figure 2 – Courbe de corrélation dérivée des données de la Figure 1 – Courbe	50
Figure 3 – Courbe de corrélation pour module «indenter» par rapport à l'allongement à la rupture pour un matériau de gaine de câble CSPE [7]	50
Figure 4 – Force type – Courbe de déplacement à partir des mesures «indenter», présentant la définition du module «indenter»	52
Figure 5 – Forme type de thermogramme d'un essai OIT, présentant une ligne de base et une détermination d'oxydation commençante (méthode B) – Courbe	52
Figure 6 – Forme de thermogramme d'un essai OIT sans ligne de base bien définie – Courbe	54
Figure 7 – Forme de thermogramme d'un essai OIT avec débuts multiples – Courbe	54
Figure 8 – Forme de thermogramme à partir d'un essai type OITP sur un matériau semi-cristallin (par exemple, XLPE) – Courbe	56
Figure 9 – Forme du tracé de données d'essai d'un essai type TGA – Courbe	56
Figure 10 – Exemple de courbe de corrélation pour données TGA par rapport à l'allongement à la rupture, pour un matériau de gaine en PVC [7]	58

CONTENTS

FOREWORD	7
INTRODUCTION	11
1 Scope and object	13
2 Normative references	13
3 Abbreviations	13
4 Background	15
4.1 Diffusion limited oxidation (DLO)	15
4.2 Dose rate effects (DRE)	17
4.3 Accelerated ageing	17
4.4 Approaches to ageing assessment	19
5 Condition monitoring techniques	19
5.1 Introduction	19
5.2 Establishment of correlation curves for CM methods	21
5.3 Indenter	23
5.4 Oxidation induction time (OIT)	25
5.5 Oxidation induction temperature (OITP)	29
5.6 Thermogravimetric analysis (TGA)	31
5.7 Density measurements	35
6 Equipment deposit	39
6.1 Requirements of a deposit	41
6.2 Installation of an equipment deposit	41
6.3 Testing of samples from the deposit	43
6.4 Determination of sampling intervals	43
6.5 Real-time aged equipment and operating experience	45
Bibliography	63
Figure 1 – Development of ageing data on changes in tensile elongation and a condition indicator (for example, indenter modulus) – Schematic	49
Figure 2 – Correlation curve derived from data in Figure 1 – Schematic	51
Figure 3 – Correlation curve for indenter modulus against tensile elongation for a CSPE cable jacket material [7]	51
Figure 4 – Typical force – Displacement curve from indenter measurements, showing definition of indenter modulus	53
Figure 5 – Typical shape of thermogram from an OIT test, showing baseline and onset determination (method B) – Schematic	53
Figure 6 – Shape of thermogram from an OIT test with no well-defined baseline – Schematic	55
Figure 7 – Shape of thermogram from an OIT test with multiple onsets – Schematic	55
Figure 8 – Shape of thermogram from a typical OITP test on a semi-crystalline material (for example, XLPE) – Schematic	57
Figure 9 – Shape of test data plot from a typical TGA test – Schematic	57
Figure 10 – Example of correlation curve for TGA data against tensile elongation, for a PVC sheath material [7]	59

Figure 11 – Effet de température inverse pendant le vieillissement sous rayonnement du matériau d'isolation de câble XLPE pendant le vieillissement sous rayonnement à température élevée [20]	58
Figure 12 – Détermination des temps d'attente pour une consignation de câble – Courbe [21]	60
Tableau 1 – Valeurs de paramètres d'essai recommandées pour mesures «indenter»	46
Tableau 2 – Températures d'essai recommandées pour mesures OIT	46

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60544-5:2003

Withd2M

Figure 11 – Reverse temperature effect during radiation ageing of XLPE cable insulation material during radiation ageing at elevated temperature [20].....	59
Figure 12 – Determination of lead times for a cable deposit – Schematic [21]	61
Table 1 – Recommended test parameter values for indenter measurements	47
Table 2 – Recommended test temperatures for OIT measurements.....	47

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60544-5:2003

Withdrawing

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MATÉRIAUX ISOLANTS – DÉTERMINATION DES EFFETS DES RAYONNEMENTS IONISANTS –

Partie 5: Procédures pour l'estimation du vieillissement en service

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) 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. 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 intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, spécifications techniques, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ses normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60544-5 a été établie par le sous-comité 15E: Méthodes d'essai, du comité d'études 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
15E/210/FDIS	15E/214/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.

La CEI 60544 comprend les parties suivantes, regroupées sous le titre général *Matériaux isolants électriques – Détermination des effets des rayonnements ionisants*:

Partie 1: Interaction des rayonnements et dosimétrie

Partie 2: Méthodes d'irradiation et d'essai

Partie 3: (maintenant intégrée dans la Partie 2)

Partie 4: Système de classification pour l'utilisation dans un environnement sous rayonnement

Partie 5: Procédures pour l'estimation du vieillissement en service

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**ELECTRICAL INSULATING MATERIALS –
DETERMINATION OF THE EFFECTS OF IONIZING RADIATION –****Part 5: Procedures for assessment of ageing in service**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the 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, the IEC publishes International Standards. 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. The 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 the 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 National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical specifications, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60544-5 has been prepared by subcommittee 15E: Methods of test, of IEC technical committee 15: Insulating materials.

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

FDIS	Report on voting
15E/210/FDIS	15E/214/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.

IEC 60544 consists of the following parts, under the general title *Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionizing radiation*:

Part 1: Radiation interaction and dosimetry

Part 2: Procedures for irradiation and test

Part 3: (now incorporated into Part 2)

Part 4: Classification system for service in radiation environments

Part 5: Procedures for assessment of ageing in service

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant 2008.
A cette date, la publication sera

- reconduite;
- supprimée;
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60544-5:2003

Withdrawn

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until 2008. At this date, the publication will be

- reconfirmed;
- withdrawn;
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60544-5:2003

Withdrawn

INTRODUCTION

Les matériaux organiques représentent une proportion significative des isolations utilisées dans des systèmes électriques. Ces matériaux sont sensibles aux effets d'irradiation et la réponse varie beaucoup entre différents types. Par conséquent, il importe d'être en mesure d'évaluer le degré de dégradation de ces matériaux isolants pendant leur durée de vie en service. La présente partie de la CEI 60544 fournit des procédures recommandées pour le contrôle du vieillissement des matériaux isolants en service.

Il existe un certain nombre d'approches pour l'évaluation du vieillissement de composants à base de polymère exposés aux environnements sous rayonnement [1], [2]¹. Elles sont fondées sur une meilleure compréhension des facteurs affectant la dégradation liée au vieillissement qui s'est développée au cours de ces 15 dernières années. Dans une installation nucléaire, des programmes de qualification sont en règle générale utilisés pour la sélection des composants, y compris ceux à base de matériaux polymères. Ces procédures de qualification initiales, telles que IEEE-323 [3], ont été rédigées avant que l'on ait bien cerné la notion de vieillissement. La plupart des méthodes examinées dans ce document sont, de ce fait, utilisées pour aborder les limites du processus initial de qualification.

La présente partie est la cinquième d'une série traitant de l'effet du rayonnement ionisant sur les matériaux isolants.

La Partie 1 (Interaction des rayonnements) constitue une introduction traitant très largement des problèmes liés à l'évaluation des effets de rayonnement. Elle fournit également un guide pour la terminologie de la dosimétrie, plusieurs méthodes de détermination de l'exposition et de dose absorbée, et des méthodes de calcul de dose absorbée dans tout matériau spécifique à partir de la méthode de dosimétrie appliquée.

La Partie 2 (Méthodes d'irradiation et d'essai) décrit des méthodes pour le maintien de sept différents types de conditions d'exposition pendant l'irradiation. Elle spécifie également les contrôles qui doivent être maintenus sur ces conditions de telle manière que lorsque les résultats d'essai sont présentés dans un rapport, des comparaisons fiables de performance de matériaux puissent être établies. Elle définit également certaines conditions importantes d'irradiation et des méthodes d'essai à utiliser en vue de déterminations de changement de propriétés et des critères correspondants de point limite.

La Partie 3 a été incorporée dans la Partie 2.

La Partie 4 (Système de classification pour l'utilisation dans un environnement sous rayonnement) fournit un système de classification recommandé pour établir des catégories de tenue au rayonnement des matériaux d'isolation.

¹ Les chiffres entre crochets se réfèrent à la bibliographie.

INTRODUCTION

Organic materials provide a significant proportion of insulations used in electrical systems. These materials are sensitive to the effects of irradiation and the response varies widely between different types. It is therefore important to be able to assess the degree of degradation of these insulating materials during their service lifetimes. This part of IEC 60544 provides recommended procedures for monitoring ageing of insulating materials in service.

There are a number of approaches to the assessment of ageing of polymer-based components exposed to radiation environments [1], [2]¹. These are based on better understanding of the factors affecting ageing degradation which has been developed over the last 15 years. In a nuclear power plant, qualification programmes are normally used for selection of components, including those based on polymeric materials. These initial qualification procedures, such as IEEE-323 [3], were written before ageing was well understood. Most of the methods discussed in this document are therefore used to address the limitations of the initial qualification process.

This part is the fifth in a series dealing with the effect of ionizing radiation on insulating materials.

Part 1 (Radiation interaction) constitutes an introduction dealing very broadly with the problems involved in evaluating radiation effects. It also gives 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.

Part 2 (Procedures for irradiation and test) describes procedures for maintaining seven different types of exposure conditions during irradiation. It also specifies the controls that shall be maintained over these conditions so that when test results are reported, reliable comparisons of material performance can be made. It also defines certain important irradiation conditions and test procedures to be used for property change determinations and corresponding end-point criteria.

Part 3 has been incorporated into Part 2.

Part 4 (Classification system for service in radiation environments) provides a recommended classification system for categorizing the radiation endurance of insulation materials.

¹ Figures in square brackets refer to the bibliography.

MATÉRIAUX ISOLANTS – DÉTERMINATION DES EFFETS DES RAYONNEMENTS IONISANTS –

Partie 5: Procédures pour l'estimation du vieillissement en service

1 Domaine d'application et objet

La présente partie de la CEI 60544 couvre les méthodes d'évaluation du vieillissement pouvant être appliquées aux composants à base de matériaux polymères (par exemple, des gaines et isolations de câble, des joints en élastomère, des revêtements polymères, des gaines) qui sont utilisés dans des environnements où ils sont exposés aux rayonnements.

L'objet de la présente partie de la CEI 60544 est de fournir des lignes directrices sur l'évaluation du vieillissement en service. Les approches examinées couvrent les programmes d'évaluation de vieillissement fondés sur le contrôle des conditions (CM), l'utilisation de dépôt d'équipements dans des environnements sévères et l'échantillonnage de composants vieilliss en temps réel.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60544-1:1994, *Matériaux isolants – Détermination des effets des rayonnements isolants – Partie 1: Interaction des rayonnements et dosimétrie*

CEI 60544-2:1991, *Matériaux isolants – Détermination des effets des rayonnements isolants – Partie 2: Méthodes d'irradiation et d'essais*

CEI/TR2 61244-1:1993, *Détermination du vieillissement à long terme sous rayonnement dans les polymères – Techniques pour contrôler l'oxydation limitée par diffusion*

CEI/TR2 61244-2:1996, *Détermination du vieillissement à long terme sous rayonnement dans les polymères – Partie 2: Méthodes pour prédire le vieillissement à faible débit de dose*

CEI/TR2 61244-3:1998, *Vieillissement à long terme sous rayonnements dans les polymères – Partie 3: Procédes pour le contrôle en service des matériaux des câbles basse tension*

3 Abréviations

BR	Caoutchouc butyl
BWR	Réacteur à eau bouillante
CM	Contrôle des conditions
CSPE	Polyéthylène chlorosulfoné
DLO	Oxydation limitée par diffusion
DRE	Effets de débit de dose
DSC	Calorimètre différentiel à balayage
EPR	Caoutchouc à base d'éthylène-propylène
EPDM	Copolymère à base d'éthylène-propylène

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

Part 5: Procedures for assessment of ageing in service

1 Scope and object

This part of IEC 60544 covers ageing assessment methods which can be applied to components based on polymeric materials (for example, cable insulation and jackets, elastomeric seals, polymeric coatings, gaiters) which are used in environments where they are exposed to radiation.

The object of this part of IEC 60544 is to provide guidelines on the assessment of ageing in service. The approaches discussed cover ageing assessment programmes based on condition monitoring (CM), the use of equipment deposits in severe environments and sampling of real-time aged components.

2 Normative references

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

IEC 60544-1:1994, *Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionizing radiation – Part 1: Radiation interaction and dissymmetry*

IEC 60544-2:1991, *Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionizing radiation – Part 2: Procedures for irradiation and test*

IEC/TR2 61244-1:1993, *Determination of long-term ageing in polymers – Part 1: Techniques for monitoring diffusion-limited oxidation*

IEC/TR2 61244-2:1996, *Determination of long-term ageing in polymers – Part 2: Procedures for predicting ageing at low dose rates*

IEC/TR2 61244-3:1998, *Long-term radiation ageing in polymers – Part 3: Procedures for in-service monitoring of low-voltage cable materials*

3 Abbreviations

BR	Butyl rubber
BWR	Boiling water reactor
CM	Condition monitoring
CSPE	Chlorosulphonated polyethylene
DLO	Diffusion limited oxidation
DRE	Dose-rate effect
DSC	Differential scanning calorimeter
EPR	Ethylene propylene rubber
EPDM	Ethylene propylene diene copolymer

ETFE	Copolymère à base d'éthylène-tétrafluoro éthylène
EVA	Copolymère à base d'éthylène-acétate de vinyle
IM	Module «indenter»
LOCA	Accident de perte de réfrigérant
NR	Caoutchouc nitrile
OIT	Temps d'induction à l'oxydation
OITP	Température d'induction à l'oxydation
PE	Polyéthylène
PEEK	Polyéther éther cétone
PPO	Poly-oxy-phénylène
PVC	Polychlorure de vinyle
PWR	Réacteurs à eau sous pression
SIR	Caoutchouc silicone
TGA	Analyse thermogravimétrique
XLPE	Polyéthylène réticulé
XLPO	Polyoléfine réticulée

4 Contexte

Il existe un certain nombre de méthodes alternatives proposées pour l'évaluation du vieillissement et décrites dans des paragraphes respectifs. Chacune de ces méthodes possède ses propres avantages et limites. La sélection de la méthode appropriée dépend des exigences des utilisateurs individuels.

Il existe un certain nombre de facteurs qu'il est nécessaire de prendre en considération lors de l'évaluation du vieillissement des composants polymères dans un environnement sous rayonnement. Dans les paragraphes suivants, certains de ces facteurs sont brièvement examinés et il est fait référence à des informations plus détaillées. Pour accélérer les conditions de vieillissement sous rayonnement, l'approche normale est d'augmenter le débit de dose de rayonnement, souvent combiné à une augmentation de la température. Les deux conséquences potentielles les plus importantes provenant de telles augmentations concernent l'oxydation limitée par diffusion (DLO), qui est décrite en 4.1, et les effets de débit de dose chimique (DRE), qui sont décrits en 4.2. Les conséquences de ces facteurs sur l'utilisation et l'interprétation des techniques CM sont également examinées. Des programmes de vieillissement accéléré brièvement examinés en 4.3 et 4.4 introduisent les approches disponibles pour l'évaluation du vieillissement en service.

4.1 Oxydation limitée par diffusion (DLO)

Lorsque des polymères sont exposés à un environnement contenant de l'oxygène (par exemple, de l'air), une certaine quantité d'oxygène se dissout dans le matériau. En l'absence de réactions consommant de l'oxygène (oxydation), la quantité d'oxygène dissout est proportionnelle à la pression partielle d'oxygène à la surface du polymère (bien connu par la loi de Henry). Le vieillissement conduit à des réactions d'oxydation dans le polymère, dont la vitesse augmente significativement alors que le débit de dose et la température du vieillissement sont augmentés. Si la vitesse de consommation d'oxygène dissout dans le polymère est plus rapide que la vitesse à laquelle l'oxygène peut être réapprovisionné par diffusion provenant de l'air ambiant atmosphérique, la concentration d'oxygène dissout dans les régions intérieures diminue avec le temps (la concentration en oxygène à la surface échantillon demeure à sa valeur d'équilibre). La diminution de la concentration en oxygène interne peut conduire à une oxydation réduite ou négligeable, qui est désignée sous le nom d'oxydation limitée par diffusion.

ETFE	Ethylene tetrafluoroethylene copolymer
EVA	Ethylene vinyl acetate copolymer
IM	Indenter modulus
LOCA	Loss of coolant accident
NBR	Nitrile rubber
OIT	Oxidation induction time
OIT/OITP	Oxidation induction temperature
PE	Polyethylene
PEEK	Polyether ether ketone
PPO	Polyphenylene oxide
PVC	Polyvinyl chloride
PWR	Pressurized water reactor
SIR	Silicone rubber
TGA	Thermo-gravimetric analysis
XLPE	Cross-linked polyethylene
XLPO	Cross-linked polyolefin

4 Background

There are a number of alternative methods offered for ageing assessment as described in their respective subclauses. Each of these methods has its own advantages and limitations. Selection of the appropriate method will be dependent on the requirements of the individual users.

There are a number of factors that need to be considered when assessing ageing of polymeric components in radiation environments. In the following subclauses, some of these factors are briefly discussed and reference made to more detailed information. To accelerate radiation-ageing environments, the normal approach is to increase the radiation dose rate, often combined with an increase in temperature. The two most important potential complications arising from such increases involve diffusion limited oxidation (DLO), which is described in 4.1, and chemical dose-rate effects (DRE), which are described in 4.2. The implications of these factors on the use and interpretation of CM techniques are also discussed. Accelerated ageing programmes briefly discussed in 4.3 and 4.4 introduce the approaches available for ageing assessment in-service.

4.1 Diffusion limited oxidation (DLO)

When polymers are exposed to an oxygen-containing environment (for example, air), a certain amount of oxygen will be dissolved in the material. In the absence of oxygen-consuming reactions (oxidation), the amount of dissolved oxygen will be proportional to the oxygen partial pressure surrounding the polymer (well known from Henry's law). Ageing will lead to oxidation reactions in the polymer, whose rate will increase significantly as the dose rate and temperature of ageing are increased. If the rate of consumption of dissolved oxygen in the polymer is faster than the rate at which oxygen can be replenished by diffusion from the surrounding air atmosphere, the concentration of dissolved oxygen in the interior regions will decrease with time (the oxygen concentration at the sample surface will remain at its equilibrium value). The reduction in internal oxygen concentration can lead to reduced or negligible oxidation, which is referred to as diffusion limited oxidation.

L'importance de cet effet dépend de l'épaisseur de l'échantillon (les échantillons plus minces donnant des effets DLO plus petits) et du rapport de la vitesse de consommation en oxygène au coefficient P de perméabilité à l'oxygène, qui est égal au produit de la diffusion d'oxygène et des paramètres de solubilité. Les conditions de vieillissement accéléré sous rayonnement concernent des augmentations de débits de dose, ce qui augmente le débit de consommation d'oxygène. Si la température demeure constante alors que le débit de dose est augmenté, le coefficient de perméabilité à l'oxygène est inchangé. Ceci signifie que les effets DLO deviennent plus importants lorsqu'on augmente le débit de dose. Ces effets sont décrits de façon plus approfondie dans la CEI 61244-1.

Il est nécessaire de prendre en considération les effets de l'oxydation limitée par diffusion lors de l'exécution des essais de contrôle des conditions. Ce n'est pas un problème pour de nombreuses techniques CM qui mesurent les propriétés à la température ambiante, telles que celles fondées sur les mesures de densité et de module. D'autre part, plusieurs techniques CM telles que le temps d'induction à l'oxydation (OIT) et l'analyse thermogravimétrique (TGA) utilisent des températures plutôt élevées au cours des mesures. Pour ces techniques, il est tout à fait possible de voir des effets DLO présents pendant la mesure du paramètre de CM. La DLO doit également être abordée en développant les courbes de corrélation pour les méthodes de contrôle des conditions, pour s'assurer que des données représentatives sont obtenues tant pour le vieillissement sous rayonnement que pour le vieillissement thermique.

4.2 Effets de débit de dose (DRE)

Les effets du débit de dose de rayonnement et des méthodes pour traiter ces effets sont décrits dans la CEI 61244-2. Généralement, les DRE sont séparés en deux types. Le premier type, qui est usuellement observé dans des expériences de vieillissement accéléré par rayonnement, est dû aux effets de DLO décrits ci-dessus. Ces effets fondés sur la DLO représentent un DRE physique, dépendant de la géométrie. Le second type concerne le DRE chimique. De tels DRE à base chimique sont bien moins communs. On trouve un cas documenté de DRE chimique dans les matériaux en polyéthylène basse densité et PVC, causé par la lente rupture de l'espèce intermédiaire hydroperoxyde provenant de la réaction d'oxydation [4].

4.3 Vieillissement accéléré

Des programmes de vieillissement accéléré en laboratoire utilisent parfois des facteurs d'accélération bien inférieurs à ceux que l'on utilise normalement dans la qualification d'équipement. Cela peut éviter certains problèmes associés à l'oxydation limitée par diffusion et aux effets de débit de dose. Le vieillissement obtenu peut alors être une meilleure simulation du vieillissement à long terme qui a lieu dans des conditions de service. Les données obtenues dans les essais de vieillissement accéléré peuvent être utilisées avec des modèles prédictifs qui permettent d'évaluer le comportement des matériaux dans les conditions de service.

Les programmes de vieillissement accéléré exigent en règle générale une matrice de données d'essai, à produire sur une gamme de conditions environnementales, comme le décrit la CEI 61244-2. Au minimum, des données sont nécessaires pour au moins trois différents débits de dose à la température de fonctionnement normal, mais des données supplémentaires sur le vieillissement thermique et le vieillissement sous rayonnement à température élevée permet de faire un meilleur usage des méthodes de modélisation prédictive disponibles. Les débits de dose et les températures utilisés pour le vieillissement accéléré doivent être sélectionnés en utilisant les principes décrits dans la CEI 60544-2 pour assurer une oxydation homogène. Pour chaque condition environnementale utilisée, il est nécessaire d'obtenir des données d'essai à différentes périodes de vieillissement, dont la plus longue doit être suffisante pour obtenir une dégradation significative. La réalisation d'un programme d'essai type pourrait prendre jusqu'à 18 mois, en fonction de la tenue au rayonnement des matériaux en essai.

The importance of this effect is dependent on the sample thickness (thinner samples giving smaller DLO effects) and the ratio of the oxygen consumption rate to the oxygen permeability coefficient P , which equals the product of the oxygen diffusion and solubility parameters. Accelerated radiation environments involve increases in dose rates, which increase the oxygen consumption rate. If the temperature remains constant as the dose rate is increased, the oxygen permeability coefficient will be unchanged. This means that DLO effects will become more important as the dose rate is raised. These effects are described in more detail in IEC 61244-1.

The effects of diffusion limited oxidation also need to be considered when carrying out condition monitoring tests. This is not an issue for the many CM techniques which measure properties at room temperature, such as those based on density and modulus measurements. On the other hand, several CM techniques such as oxidation induction time (OIT) and thermogravimetric analysis (TGA) use quite elevated temperatures during the measurements. For these techniques, it is quite possible to have DLO effects present during measurement of the CM parameter. DLO also needs to be addressed when developing correlation curves for condition monitoring methods, to ensure that representative data are obtained for both radiation and thermal ageing.

4.2 Dose-rate effects (DRE)

The existence of radiation dose-rate effects and methods for dealing with these effects are described in IEC 61244-2. Generally, DRE are separated into two types. The first type, which is commonly observed in accelerated radiation ageing experiments, is due to the DLO effects described above. These DLO-based effects represent a physical, geometry-dependent DRE. The second type concerns chemical DRE. Such chemically based DRE are much less common. A documented case of chemical DRE is found in PVC and low-density polyethylene materials, caused by the slow breakdown of hydroperoxide intermediate species in the oxidation reaction [4].

4.3 Accelerated ageing

Accelerated ageing programmes in the laboratory sometimes use acceleration factors much lower than are normally used in equipment qualification. This may avoid some of the problems associated with diffusion limited oxidation and dose-rate effects. The ageing produced may then be a better simulation of the long-term ageing that occurs under service conditions. The data that are obtained in accelerated ageing tests can be used with predictive models which enable assessments to be made of the behaviour of the materials under service conditions.

Accelerated ageing programmes normally require a matrix of test data to be generated over a range of environmental conditions as described in IEC 61244-2. As a minimum, data are needed for at least three different dose rates at the normal operating temperature but additional data on thermal ageing and radiation ageing at elevated temperature enables better use to be made of the available predictive modelling methods. The dose rates and temperatures used for accelerated ageing shall be selected using the principles described in IEC 60544-2 to ensure that homogeneous oxidation occurs. For each environmental condition used, test data need to be obtained at several different ageing times, the longest of which shall be sufficient to introduce significant degradation. A typical test programme could take up to 18 months to complete, depending on the radiation resistance of the materials being tested.

Le type de données requises dans la matrice d'essai est déterminé par le type de composant évalué. Les types de paramètres d'essai qui sont appropriés sont fournis dans la CEI 60544-2 pour divers types de matériaux polymères.

L'analyse des données produites dans la matrice d'essai expérimentale en termes de méthodes de modélisation prédictive est décrite en détail dans la CEI 61244-2 pour trois modèles différents prédictifs actuellement disponibles.

4.4 Approches pour l'évaluation du vieillissement

Deux approches pour l'évaluation du vieillissement en service sont décrites dans la présente norme. Il s'agit

- du contrôle des conditions utilisant des méthodes d'essai non destructives,
- de l'échantillonnage de matériaux provenant d'un équipement en dépôt.

Des techniques de contrôle de conditions sont utilisées pour évaluer la condition des matériaux ayant vieilli durant des périodes de temps prolongées dans des environnements d'utilisation réelle, comme dans des centrales nucléaires, des accélérateurs, des installations de retraitement, etc. L'approche fait usage de méthodes d'essai non destructives ou de micro-échantillonnage qui ont démontré une bonne corrélation avec la dégradation sous vieillissement. Les méthodes de contrôle de conditions sont décrites en détail dans l'Article 5.

L'utilisation d'échantillons provenant d'un dépôt d'équipement dans l'installation constitue une variante pour l'approche de l'évaluation du vieillissement en service. On utilise ainsi des échantillons installés spécifiquement dans l'installation pour des essais destructifs dans le cadre d'un programme de gestion du vieillissement. Cette approche est décrite en détail dans l'Article 6.

5 Techniques de contrôle des conditions

5.1 Introduction

Une large gamme de méthodes ont été évaluées pour le contrôle des conditions des composants polymères, en particulier pour les matériaux de câble [5], [6]. Parmi les nombreuses méthodes examinées, seules quelques-unes ont été identifiées comme potentiellement adaptées à une utilisation pratique. Elles ont fait l'objet d'un résumé figurant dans la CEI 61244-3. Pour ces méthodes, des données permettant la corrélation du paramètre de contrôle avec la dégradation du composant polymère ont été accumulées et les limites pratiques ont été explorées au cours de ces dernières années. Les méthodes les plus développées sont les suivantes.

- «Indenter»
- Temps d'induction à l'oxydation (OIT)
- Température d'induction à l'oxydation (OITP)
- Analyse thermogravimétrique (TGA)
- Densité

Les méthodes d'essai recommandées pour chacune de ces techniques sont respectivement données de 5.3 à 5.7.

Le contrôle des conditions dans l'évaluation du vieillissement peut être utilisé de diverses façons, allant de la résolution des difficultés à court terme aux programmes de qualification permanents à long terme. Dans les essais à court terme, l'objet principal du contrôle des conditions tend à être l'identification de l'étendue d'un problème ou bien la démonstration de la non-existence d'un problème. Par exemple, l'«indenter» a été utilisé pour déterminer

The type of data required in the test matrix will be determined by the type of component being evaluated. The types of test parameters which are appropriate are given in IEC 60544-2 for various types of polymeric material.

Analysis of the data generated in the experimental test matrix in terms of predictive modelling methods is described in detail in IEC 61244-2 for three different predictive models which are currently available.

4.4 Approaches to ageing assessment

Two approaches to ageing assessment in service are described in this part of IEC 60644. These are

- condition monitoring using non-destructive test methods,
- sampling of materials from an equipment deposit.

Condition monitoring techniques are used to assess the condition of materials which have aged for extended time periods under actual use environments, such as in nuclear power plants, accelerators, reprocessing plants, etc. The approach makes use of non-destructive or micro-sampling test methods which have been shown to correlate well with ageing degradation. Condition monitoring methods are described in detail in Clause 5.

The use of samples from an equipment deposit in the plant is an alternative approach to assessment of ageing in service. This makes use of samples specifically installed in the plant for destructive testing as part of an ageing management programme. This approach is described in detail in Clause 6.

5 Condition monitoring techniques

5.1 Introduction

There exists a wide range of methods which have been evaluated for condition monitoring of polymeric components, particularly for cable materials [5], [6]. Of the many methods examined, only a few have been identified as being potentially suitable for practical use. These are summarized in IEC 61244-3. For these methods, data correlating the monitoring parameter with degradation of the polymeric component have been built up and the practical limitations explored over the last few years. The most developed methods are as follows.

- Indenter
- Oxidation induction time (OIT)
- Oxidation induction temperature (OITP)
- Thermogravimetric analysis (TGA)
- Density

The recommended test procedures for each of these techniques are given in 5.3 to 5.7, respectively.

Condition monitoring in ageing assessment can be used in a number of ways, ranging from short-term trouble-shooting to long-term on-going qualification programmes. In short-term tests, the emphasis of condition monitoring tends to be on identifying the extent of a problem or in demonstrating that a problem does not exist. For example, the indenter has been used to determine the extent of damage to cables from degradation arising from damaged

l'étendue des dommages subis par des câbles du fait d'une dégradation provenant d'une isolation thermique endommagée sur une conduite de vapeur près d'un chemin de câble, dans une centrale nucléaire BWR. En effectuant des mesures «indenter» le long de ce câble, on a pu obtenir un profil de la zone endommagée.

Dans certains cas, l'utilisation de critères de conception (par exemple, le calcul d'auto-échauffement du câble de puissance à partir de la charge de courant) peut être très conservatrice, en indiquant qu'un câble de puissance présente généralement une dégradation significative. Des vérifications sur le composant utilisant des méthodes CM peuvent être utilisées pour démontrer que les matériaux n'ont pas été dégradés au niveau de prédiction, et pour éviter un remplacement superflu.

Les méthodes de contrôle des conditions peuvent être utilisées dans des programmes d'essai permanents qui peuvent couvrir la durée de vie de l'installation. Les utilisations types des méthodes CM dans de tels programmes sont les suivantes:

- l'orientation des conditions des composants par rapport à une condition qualifiée déterminée pendant les méthodes de qualification de l'équipement;
- la comparaison des données de contrôles des conditions avec le modèle de prédiction, fondée sur des données de vieillissement accéléré dans le laboratoire et une connaissance des conditions environnementales rencontrées par le composant;
- le contrôle des composants dans un dépôt d'équipements situé dans un environnement sévère de l'installation (utilisé le plus fréquemment pour des câbles et des composants électriques).

5.2 Établissement des courbes de corrélation pour les méthodes CM

Afin d'utiliser les méthodes de contrôles des conditions, il est important de développer des courbes de corrélation entre le paramètre de contrôle mesuré et l'indicateur principal de dégradation ou de fonctionnalité. Pour des matériaux de câbles polymères, l'indicateur principal de dégradation est généralement considéré comme un allongement à la rupture, étant donné que des propriétés électriques n'évoluent généralement pas de manière significative avant une défaillance physique du câble. Dans les matériaux de joints, le jeu de compression s'est avéré être un indicateur utile de la dégradation des propriétés d'étanchéité introduite par le vieillissement. Des paramètres de dégradation adaptés pour d'autres composants sont fournis dans la CEI 60544-2. Les courbes de corrélation sont déterminées à partir des mesures de l'indicateur principal et du paramètre CM correspondant pour des échantillons vieillis dans des conditions identiques, illustrées sous forme d'une courbe en Figure 1. Il convient que les mesures couvrent une gamme de niveaux de dégradation, allant de l'état non vieilli à un état de dégradation sévère. Il est recommandé que cinq jeux de données au moins à des périodes de vieillissement différentes soient utilisés en établissant la courbe de corrélation (Figure 2).

Les courbes de corrélation sont normalement établies au moyen d'essais accélérés. Ces essais doivent être effectués en utilisant les procédures décrites dans la CEI 60544-2. En variante, des courbes de corrélation peuvent être établies dans le cadre de la procédure de dépôt d'équipements en vue de l'évaluation du vieillissement, ainsi que le décrit l'Article 6.

A titre d'exemple, un matériau de câble CSPE (Figure 3) présente une corrélation entre les mesures «indenter» et les modifications de l'allongement à la rupture, obtenue dans un programme de vieillissement accéléré [7]. Une corrélation correcte a été obtenue tant pour le vieillissement sous rayonnement, que pour le vieillissement thermique de ce matériau CSPE. Les mesures de contrôle des conditions sur site de ce matériau au moyen de l'«indenter» pourraient être comparées avec la dégradation prévue pour permettre l'estimation de la durée de vie résiduelle. La dégradation prévue serait obtenue par l'utilisation des modèles de vieillissement (tels que ceux qui sont décrits dans la CEI 61244-2), combinée à la connaissance des conditions d'environnement sur site.

thermal insulation on a steam line near a cable run in a BWR nuclear power plant. By carrying out indenter measurements along this cable, it was possible to obtain a profile of the damaged area.

In some cases, the use of design criteria (for example, calculation of self-heating of power cable from current loading) can be very conservative, indicating that a power cable should be showing significant degradation. Checks on the component using CM methods can be used to demonstrate that the materials have not degraded to the extent predicted, avoiding unnecessary replacement.

Condition monitoring methods can also be used in on-going test programmes which can span the lifetime of the plant. Typical uses of CM methods in such programmes are as follows:

- trending of component condition relative to a qualified condition determined during initial equipment qualification procedures;
- comparison of condition monitoring data with predictive modelling, based on accelerated ageing data in the laboratory and a knowledge of the environmental conditions seen by the component;
- monitoring of components in an equipment deposit located in a severe environment in the plant (most frequently used for cables and electrical components).

5.2 Establishment of correlation curves for CM methods

In order to use condition monitoring methods it is important to develop correlation curves between the monitoring parameter measured and the prime indicator of degradation or functionality. For polymeric cable materials, the prime indicator of degradation is generally considered to be tensile elongation at break, since electrical properties do not generally change significantly before physical failure of the cable. In seal materials, compression set has proved to be a useful indicator of the degradation in sealing properties introduced by ageing. Suitable degradation parameters for other components are given in IEC 60544-2. Correlation curves are determined by measurements of the prime indicator and the relevant CM parameter on samples aged under identical conditions, as shown schematically in Figure 1. The measurements should cover a range of degradation levels, from the unaged condition to a severely degraded condition. It is recommended that at least five sets of data at different ageing times are used in establishing the correlation curve (Figure 2).

Correlation curves are normally established using accelerated testing. Such tests shall be carried out using the procedures described in IEC 60544-2. Alternatively, correlation curves can be established as part of the equipment deposit procedure for ageing assessment, as described in Clause 6.

An example, for a CSPE cable material (Figure 3), shows the correlation between indenter measurements and changes in the tensile elongation at break obtained during an accelerated ageing programme [7]. A good correlation has been obtained for both radiation and thermal ageing of this CSPE material. Condition monitoring measurements in-plant on this material using the indenter could be compared with the predicted degradation to enable residual life to be estimated. The predicted degradation would be obtained from use of ageing models (such as those described in IEC 61244-2), combined with knowledge of the environmental conditions in plant.

5.3 «Indenter»

L'«indenter» est un instrument qui détermine un paramètre lié au module de compression d'un polymère. La mesure est effectuée en guidant une sonde instrumentée de forme connue à la surface du polymère et en contrôlant la charge exercée [8]. L'«indenter» a été développé spécifiquement pour l'évaluation des matériaux de câble mais il a également été appliqué à la dégradation des joints élastomères [9]. Le module «indenter» (IM) est déterminé à partir de la pente de la force par rapport à la courbe de pénétration, généralement pour les forces de l'«indenter» atteignant 15 N maximum. Ceci est illustré sous la forme d'une courbe en Figure 4.

La valeur du module «indenter» dépend des dimensions de la sonde. La forme de la sonde est un cône tronqué dont le diamètre de pointe doit être indiqué dans le rapport d'essai.

5.3.1 Méthode d'essai

Pour les mesures en laboratoire utilisant l'«indenter», un échantillon de câble doit avoir une longueur minimale de 100 mm. Concernant les mesures sur le terrain des matériaux de câble utilisant l'«indenter», l'emplacement doit être sélectionné pour permettre au moins trois essais à effectuer, soit autour de la conférence du câble ou sur sa longueur. L'échantillon à tester doit être exempt de débris et dépôts en surface. Si l'on trouve de tels dépôts sur l'échantillon, il doit être nettoyé au moyen d'un chiffon humide. Des solvants ne doivent pas être utilisés pour le nettoyage.

L'échantillon doit être fixé dans la mâchoire d'essai de telle sorte qu'il soit fermement maintenu mais pas comprimé. La force maximale et la vitesse de sonde sont réglées au moyen du logiciel de l'instrument. Les valeurs recommandées pour ces paramètres d'essai pour différents types de polymères sont fournies dans le Tableau 1. Pour les essais sur le terrain, un minimum de trois essais doit être effectué, soit autour de la circonférence, soit sur la longueur des échantillons. Des essais multiples ne doivent pas être effectués au même endroit. Pour les mesures en laboratoire, il est recommandé d'effectuer trois essais autour de la circonférence de l'échantillon et de les répéter à deux emplacements au moins, le long de l'échantillon.

5.3.2 Analyse des données d'essai

Les données «indenter» émises pendant l'essai sont constituées de la force de sonde par rapport aux valeurs de déplacement. Le module «indenter» (IM) est défini pour une gamme de forces spécifique comme suit:

$$IM = (F_1 - F_2)/(d_1 - d_2)$$

où F_1 et F_2 sont les valeurs de force et d_1 et d_2 sont les valeurs de déplacement correspondantes sur une gamme de forces couvrant la partie linéaire initiale de la courbe de déplacement en fonction de la force (voir Figure 4). Les gammes de forces recommandées pour l'analyse de différents types de polymère sont fournies dans le Tableau 1.

5.3.3 Rapport

Le rapport d'essai doit comprendre les détails suivants:

- l'instrument d'essai utilisé;
- les dimensions de la pointe de la sonde;
- l'échantillon soumis à l'essai;
- l'emplacement des essais à l'intérieur de cet échantillon;
- la température d'essai;
- la vitesse de la sonde;
- la gamme de forces pour l'analyse;
- les valeurs du module «indenter» pour chaque essai, ainsi que la valeur moyenne et l'écart-type.

5.3 Indenter

The indenter is an instrument that determines a parameter related to the compressive modulus of a polymer. By driving an instrumented probe of known shape into the surface of the polymer and monitoring, the load exerted is measured [8]. The indenter was developed specifically for evaluation of cable materials but has also been applied to degradation of elastomeric seals [9]. The indenter modulus (IM) is determined from the slope of the force versus penetration curve, typically for indenter forces up to 15 N maximum. This is shown schematically in Figure 4.

The value of the indenter modulus is dependent on the probe dimensions. The probe shape is a truncated cone, whose tip diameter shall be stated in the test report.

5.3.1 Test method

For laboratory measurements using the indenter, a cable sample shall have a minimum length of 100 mm. For field measurements of cable materials using the indenter, the location shall be selected to enable at least three tests to be carried out, either around the circumference of the cable or along its length. The sample to be tested shall be free of surface debris and deposits. If the sample has such deposits, it shall be wiped clean using a damp cloth. Solvents shall not be used for cleaning.

The sample shall be clamped in the test jaw so that it is held firmly but not compressed. The maximum force and probe speed are set using the instrument software. Recommended values for these test parameters for different polymer types are given in Table 1. For field tests, a minimum of three tests shall be made, either around the circumference or along the length of the samples. Multiple tests shall not be carried out at the same location. For laboratory measurements, it is recommended that three tests shall be carried out around the circumference of the sample and repeated in at least two locations along the sample.

5.3.2 Analysis of test data

The data generated during the indenter test consist of probe force versus displacement values. The indenter modulus (IM) is defined for a specific force range as

$$IM = (F_1 - F_2)/(d_1 - d_2)$$

where F_1 and F_2 are the force values and d_1 and d_2 are the corresponding displacement values over a force range covering the initial linear part of the force-displacement curve (see Figure 4). Recommended force ranges for analysis of different polymer types are given in Table 1.

5.3.3 Report

The test report shall include the following details:

- the test instrument used;
- probe tip dimensions;
- the sample tested;
- the location of the test positions within that sample;
- test temperature;
- probe speed;
- force range used for analysis;
- values of the indenter modulus for each test, together with the mean value and standard deviation.

5.3.4 Reproductibilité

La reproductibilité des mesures «indenter» entre les laboratoires a été évaluée dans des essais interlaboratoires sur une gamme de matériaux de câble. Généralement, les valeurs IM peuvent être mesurées de $\pm 5\%$ à $\pm 10\%$ de la valeur moyenne, en fonction du matériau. Les valeurs IM obtenues peuvent également être affectées par la température ambiante à laquelle les essais sont effectués. Cet élément est particulièrement important pour des matériaux PVC, EVA et CSPE, mais il est moins important pour les matériaux EPDM, XLPE et PE pour des gammes de températures comprise entre 16 °C et 24 °C [10].

5.3.5 Limites

Le module «indenter» (IM) est un bon indicateur de dégradation dans de nombreux polymères utilisés dans des environnements sous rayonnement. Des données de corrélation correctes ont été démontrées pour des matériaux de câble à base d'EPR, EPDM, CSPE, PVC, EVA et néoprène et des matériaux de joints fluoropolymères et EPDM. La technique normative ne fonctionne pas correctement s'agissant des matériaux de câble à base de XLPE.

Les instruments disponibles dans le commerce visent essentiellement à tester des matériaux de câble et, de ce fait, sont principalement adaptés pour des composants à géométrie cylindrique dont les diamètres sont dans la plage comprise entre 5 mm et 30 mm. Des fils dont le diamètre est aussi petit que 3 mm peuvent être mesurés mais la variabilité des valeurs de module tend à être supérieure à celle des diamètres plus grands.

Pour les câbles en installation, en règle générale seul le matériau de gaine est accessible pour les essais. L'état de dégradation de l'isolation ne peut pas toujours résulter de la dégradation mesurée du matériau de gaine. Pour de nombreux câbles, il existe une faible corrélation entre la dégradation de l'isolation et des matériaux de gaine [2].

5.4 Temps d'induction de l'oxydation (OIT)

Les essais d'induction de l'oxydation utilisent des micro-échantillons de matériau qui peuvent être prélevés dans le composant (par exemple, le matériau de gaine de câble) sans affecter la fonctionnalité. Ces essais utilisent l'analyse thermique au moyen d'un équipement d'analyse calorimétrique à compensation de puissance (DSC), disponible dans le commerce, pour déterminer un temps d'induction de l'oxydation à température constante ou bien une température d'induction de l'oxydation (OITP) à rampe de température constante. Les deux méthodes sont complémentaires, dans le sens où l'OITP est souvent efficace dans les matériaux où l'OIT est difficile à déterminer. L'OIT diminue avec l'augmentation de la dégradation du matériau.

5.4.1 Méthode d'essai pour les essais OIT

Il convient que l'échantillon d'essai soit constitué de 8 mg à 10 mg de matériau. Il pourrait s'agir d'une couche mince superficielle provenant d'un matériau de gaine de câble ou d'une tranche à travers un échantillon d'isolation. L'échantillon doit être découpé en morceaux avec une dimension maximale d'approximativement 0,5 mm ou passé au crible à travers une grille de tamis-40. Il convient que les morceaux d'échantillons soient placés dans une nacelle adaptée à l'instrument utilisé. Une nacelle en aluminium avec un couvercle grillagé est recommandée. Une nacelle identique vide doit être utilisée en tant qu'échantillon de contrôle. L'étalonnage de température de l'instrument DSC doit être effectué avant l'exécution des essais OIT. La méthode d'étalonnage doit couvrir la plage de températures utilisée pour les essais OIT.

Dans les essais OIT, la température de l'échantillon est augmentée rapidement à la température d'essai de l'azote à un débit de 50 ml/min. La rampe de température recommandée est de 50 °C/min pour atteindre 10 °C en dessous de la température d'essai et ensuite 5 °C/min jusqu'à la température d'essai. Des températures d'essai suggérées pour des types différents de polymère sont fournies dans le Tableau 2. Cette température est en

5.3.4 Reproducibility

The reproducibility of indenter measurements between laboratories has been evaluated in interlaboratory tests on a range of cable materials. Typically, IM values can be measured within $\pm 5\%$ to $\pm 10\%$ of the mean value, depending on the material. The IM values obtained can also be affected by the ambient temperature at which the tests are carried out. This is particularly important for PVC, EVA and CSPE materials but is less important for EPR, EPDM, XLPE and PE materials for temperatures in the range 16 °C to 24 °C [10].

5.3.5 Limitations

Indenter modulus (IM) is a good indicator of degradation in many of the polymers used in radiation environments. Good correlation data have been demonstrated for EPR, EPDM, CSPE, PVC, EVA and neoprene-based cable materials, and fluoropolymer and EPDM seal materials. The standard technique does not work well for XLPE-based cable materials.

The instruments commercially available are primarily aimed at testing of cable materials and therefore are mainly suitable for components with a cylindrical geometry with diameters in the range of 5 mm to 30 mm. Wires as small as 3 mm in diameter can be measured but the variability in modulus values tends to be higher than in the larger diameters.

For cables in plant, normally only the jacket material is accessible for testing. It is not always possible to infer the degradation state of the insulation from the measured degradation of the jacket material. For many cables, there is little correlation between the degradation of insulation and jacket materials [2].

5.4 Oxidation induction time (OIT)

Oxidation induction tests utilize micro-samples of material which can be taken from the component (for example, cable jacket material) without affecting functionality. These tests utilize thermal analysis using commercial differential scanning calorimetry (DSC) equipment to determine either an oxidation induction time at constant temperature, or an oxidation induction temperature (OITP) at a constant temperature ramp rate. The two methods are complementary, in that OITP is often effective in those materials where OIT is difficult to determine. The OI time decreases with increasing degradation of the material.

5.4.1 Test method for OIT tests

The test sample should consist of 8 mg to 10 mg of material. This could be a surface scraping from a cable jacket material or a slice through an insulation sample. The sample shall be chopped into pieces with a maximum dimension of approximately 0,5 mm or sieved through a 40-mesh grid. The sample pieces should be placed in a pan suitable for the instrument being used. An aluminium pan with a mesh lid is recommended. An identical empty pan shall be used as the control sample. Temperature calibration of the DSC instrument shall be carried out prior to running OIT tests. The calibration method shall span the temperature range used in the OIT tests.

In OIT tests, the sample temperature is increased rapidly to the test temperature in nitrogen at a flow rate of 50 ml/min. The recommended temperature ramp rate is 50 °C/min up to 10 °C below the test temperature and then 5 °C/min up to the test temperature. Suggested test temperatures for different polymer types are given in Table 2. This temperature is normally selected to give an OIT value of 60 min to 90 min for unaged material. Once the test

règle générale sélectionnée pour fournir une valeur OIT comprise entre 60 min et 90 min pour du matériau non vieilli. Une fois la température d'essai atteinte et stabilisée, le flux de gaz à travers la chambre d'essai est alors remplacé par l'oxygène et le temps nécessaire pour atteindre le début du processus d'oxydation est contrôlé [11]. Ce début du processus est caractérisé par un flux rapide de chaleur exothermique à partir d'une ligne de base plane. Il convient d'effectuer trois essais OIT à partir du même lot d'échantillons. Il convient de maintenir au même niveau pour chaque essai le temps de stabilisation à la température d'essai avant le remplacement par l'oxygène. Un temps de maintien de 2 min est recommandé.

5.4.2 Analyse des essais OIT

Les données d'essai sont constituées d'un tracé du flux thermique dans la nacelle de l'échantillon en fonction du temps. Le début d'oxydation est indiqué par un flux de chaleur exothermique par rapport à la ligne de base, comme le montre la Figure 5. Le calcul du temps pour atteindre le début d'oxydation est effectué par le logiciel de l'instrument au moyen de l'une des deux méthodes.

Méthode A – Le point de flux thermique maximal est déterminé par une tangente tracée à ce point du thermogramme. Le temps pour atteindre le début d'oxydation est défini comme la différence de temps à partir du début du courant d'oxygène et le moment où la tangente croise la ligne de base.

Méthode B – La tangente à la courbe est dessinée à partir d'une valeur de seuil spécifique par rapport à la ligne de base. Le temps pour atteindre le début d'oxydation est défini comme la différence de temps entre le début du courant d'oxygène et le moment où la tangente croise la ligne de base. Les valeurs seuil utilisées pour cette méthode d'analyse sont généralement comprises entre 0,5 et 1 W/g.

5.4.3 Rapport des essais OIT

Le rapport d'essai doit comprendre les détails suivants:

- l'instrument utilisé;
- la masse de l'échantillon;
- la température isothermique;
- la rampe de température utilisée pour atteindre la température d'essai;
- le temps de maintien avant le remplacement par le courant d'oxygène;
- le débit de gaz;
- la méthode utilisée pour l'analyse;
- la valeur OIT pour chacun des échantillons soumis à l'essai;
- des exemples des thermogrammes.

5.4.4 Reproductibilité des essais OIT

Généralement, des variations comprises entre $\pm 5\%$ et $\pm 10\%$ de la valeur moyenne sont observées pour des mesures OIT [11]. En pratique, il peut exister des problèmes concernant l'interprétation des thermogrammes pour certains matériaux. Il est souvent difficile de définir une ligne de base plane à partir de laquelle on mesure un seuil pour le début d'oxydation (Figure 6). De même, pour certains matériaux, des débuts d'oxydation multiples sont observés et rendent plus difficile une sélection de début d'oxydation approprié (Figure 7).

temperature has been achieved and stabilized, then the gas flow through the test cell is switched to oxygen and the time required for the onset of oxidation is monitored [11]. This onset is characterized by a rapid exothermic heat flow from a flat baseline. At least three OIT tests should be carried out from the same sample batch. The stabilization time at the test temperature before switching to oxygen should be kept the same for each test. A hold time of 2 min is recommended.

5.4.2 Analysis of OIT tests

The test data consist of a plot of the heat flow through the sample pan as a function of time. The onset of oxidation is indicated by an exothermic heat flow relative to the baseline, as shown in Figure 5. Calculation of the onset time is carried out by the instrument software using one of two methods.

Method A – The point of maximum heat flow is determined and a tangent drawn to this point on the thermogram. The onset time is defined as the time difference from the start of oxygen flow and where the tangent intersects the baseline.

Method B – The tangent to the curve is drawn at a specific threshold value relative to the baseline. The onset time is defined as the time difference between the start of oxygen flow and where the tangent intersects the baseline. Threshold values used for this method of analysis are typically 0,5 W/g to 1 W/g.

5.4.3 Reporting of OIT tests

The test report shall include the following details:

- instrument used;
- sample mass;
- isothermal temperature used;
- temperature ramp rates used to reach the test temperature;
- hold time before switching to oxygen flow;
- gas flow rate;
- method used for analysis;
- OIT value for each of the samples tested;
- examples of the thermograms.

5.4.4 Reproducibility of OIT tests

Typically, variations of $\pm 5\%$ to $\pm 10\%$ of the mean value are observed in OIT measurements [11]. In practice, there can be problems with interpretation of the thermograms for some materials. It is often difficult to define a flat baseline from which to measure a threshold for the oxidation onset (Figure 6). Also in some materials, multiple onsets are observed making selection of the appropriate onset more difficult (Figure 7).

5.4.5 Limites des essais OIT

Pour les matériaux tels que XLPE et EPR, qui donnent des débuts d'oxydation uniques bien définis et une bonne ligne de base, les essais OIT représentent une méthode utile de contrôle des conditions. Le temps OI diminue avec l'augmentation de la dégradation du matériau. Les essais OIT peuvent être utilisés pour des matériaux PVC et autres matériaux chlorés, tels que CSPE et néoprène, mais les produits de la dégradation générés pendant l'essai sont corrosifs et sont susceptibles d'endommager l'instrument d'essai. Pour ces matériaux, une masse de l'échantillon plus limitée (1 mg à 2 mg) permet d'utiliser l'essai OIT avec soin.

Pour les câbles en installation, seul le matériau de gaine est en règle générale accessible pour les essais, exception faite des extrémités. L'état de dégradation de l'isolation ne peut pas toujours résulter de la dégradation mesurée du matériau de gaine. Pour de nombreux câbles, il existe une faible corrélation entre la dégradation de l'isolation et des matériaux de gaine [2].

5.5 Température d'induction à l'oxydation (OITP)

Les essais d'induction à l'oxydation utilisent des micro-échantillons de matériau qui peuvent être prélevés dans le composant (par exemple, le matériau de gaine de câble) sans affecter sa fonctionnalité. Ces essais utilisent l'analyse thermique au moyen d'un équipement d'analyse calorimétrique à compensation de puissance, disponible dans le commerce, pour déterminer un temps d'induction à l'oxydation (OIT) à température constante ou bien une température d'induction à l'oxydation (OITP) à rampe de température constante. Les deux méthodes sont complémentaires, dans le sens où l'OITP est souvent efficace dans les matériaux où l'OIT est difficile à déterminer. L'OITP diminue avec l'augmentation de la dégradation du matériau.

5.5.1 Méthode d'essai pour les essais OITP

La préparation d'échantillons est la même que pour les essais OIT (voir 5.4.1). Dans les essais OITP, l'échantillon est soumis à une rampe de température constante dans le courant d'oxygène. Une rampe de 10 °C/min est recommandée. Le début d'oxydation est présenté par un flux thermique exothermique à partir d'une ligne de base, mais contrairement aux essais OIT, on observe également des transitions physiques comme la fusion de fractions semi-cristallines (Figure 8). L'essai OITP doit être effectué à partir de la même température de départ pour chaque essai. Au moins trois essais OIT doivent être effectués à partir du même lot d'échantillons. L'étalonnage de température de l'instrument DSC doit être effectué avant l'exécution des essais OITP. La méthode d'étalonnage doit couvrir la plage de températures utilisée dans les essais OITP.

5.5.2 Analyse des essais OITP

Les données d'essai sont constituées d'un tracé du flux thermique dans la cellule d'échantillonnage en fonction de la température. Le début d'oxydation est indiqué par un flux de chaleur exothermique par rapport à la ligne de base, comme le montre la Figure 8. Le calcul de la température d'oxydation commençante est effectué par le logiciel de l'instrument au moyen de l'une des deux méthodes.

Méthode A – Le point de flux thermique maximal est déterminé par une tangente tracée à ce point du thermogramme. La température d'oxydation commençante est définie comme la température à laquelle la tangente croise la ligne de base.

Méthode B – La tangente à la courbe est dessinée à une valeur de seuil spécifique par rapport à la ligne de base. La température d'oxydation commençante est définie comme la température à laquelle la tangente croise la ligne de base. Les valeurs de seuil utilisées pour cette méthode d'analyse sont généralement comprises entre 0,5 et 1 W/g.

5.4.5 Limitations of OIT tests

For those materials such as some XLPE and EPR, which give well-defined single onsets and a good baseline, OIT tests are a useful method of condition monitoring. The OI time decreases with increasing degradation of the material. OIT tests can be used for PVC and other chlorinated materials, such as CSPE and neoprene, but the degradation products generated during the test are corrosive and are likely to damage the test instrument. For these materials, smaller sample mass (1 mg to 2 mg) enable the OIT test to be used with care.

For cables in plant, normally only the jacket material is accessible for testing except at terminations. It is not always possible to infer the degradation state of the insulation from the measured degradation of the jacket material. For many cables, there is little correlation between the degradation of insulation and jacket materials [2].

5.5 Oxidation induction temperature (OITP)

Oxidation induction tests utilize micro-samples of material which can be taken from the component (for example, cable jacket material) without affecting functionality. These tests utilize thermal analysis using commercial differential scanning calorimetry equipment to determine either an oxidation induction time (OIT) at constant temperature, or an oxidation induction temperature (OITP) at a constant temperature ramp rate. The two methods are complementary, in that OITP is often effective in those materials where OIT is difficult to determine. The OITP decreases with increasing degradation.

5.5.1 Test method for OITP tests

Sample preparation is the same as for OIT tests (see 5.4.1). In OITP tests, the sample temperature is ramped at a constant rate in flowing oxygen. A ramp rate of 10 °C/min is recommended. The onset of oxidation is shown by an exothermic heat flow from a flat baseline, but unlike in the OIT tests, physical transitions such as melting of semi-crystalline fractions are also observed (Figure 8). The OITP test shall be run from the same starting temperature for each test. At least three OITP tests shall be carried out from the same sample batch. Temperature calibration of the DSC instrument shall be carried out prior to running OITP tests. The calibration method shall span the temperature range used in the OITP tests.

5.5.2 Analysis of OITP tests

The test data consist of a plot of the heat flow through the sample pan as a function of temperature. The onset of oxidation is indicated by an exothermic heat flow relative to the baseline, as shown in Figure 8. Calculation of the onset temperature is carried out by the instrument software using one of two methods.

Method A – The point of maximum heat flow is determined and a tangent drawn to this point on the thermogram. The onset temperature is defined as the temperature at which the tangent intersects the baseline.

Method B – The tangent to the curve is drawn at a specific threshold value relative to the baseline. The onset temperature is defined as the temperature at which the tangent intersects the baseline. Threshold values used for this method of analysis are typically 0,5 W/g to 1 W/g.

5.5.3 Rapport des essais OITP

Le rapport d'essai doit comprendre les détails suivants:

- l'instrument utilisé;
- la masse de l'échantillon;
- le débit de gaz;
- la rampe de température;
- la température de départ;
- la méthode utilisée pour l'analyse;
- la valeur OITP pour chacun des échantillons soumis à l'essai.

5.5.4 Reproductibilité des essais OITP

Des variations de ± 2 °C sont généralement observées dans les mesures d'OITP pour les matériaux qui indiquent un début d'oxydation clair [10]. Comme dans les essais OIT, il existe parfois des problèmes d'interprétation, en particulier en définissant la ligne de base, mais ils sont moins significatifs dans des essais OITP.

5.5.5 Limites des essais OITP

Les essais OITP ont démontré une bonne corrélation avec la dégradation due au vieillissement pour un certain nombre de types de matériaux, de bons résultats étant obtenus avec les matériaux de câble à base de XLPE, EPR, EVA, PEEK et caoutchouc butyle. Les essais OITP peuvent être utilisés pour des matériaux PVC et autres matériaux chlorés, tels que CSPE et néoprène, mais les produits de la dégradation générés pendant l'essai sont corrosifs et sont susceptibles d'endommager l'instrument d'essai. Pour ces matériaux, une masse de l'échantillon plus réduite (1 mg à 2 mg) permet d'utiliser l'essai OITP avec soin.

Pour les câbles en installation, en règle générale seul le matériau de gaine est accessible pour les essais, exception faite des extrémités. L'état de dégradation de l'isolation ne peut pas toujours résulter de la dégradation mesurée du matériau de gaine. Pour de nombreux câbles, il existe une faible corrélation entre la dégradation de l'isolation et des matériaux de gaine [2].

5.6 Analyse thermogravimétrique (TGA)

Comme les essais d'induction à l'oxydation, l'analyse thermogravimétrique utilise des micro-échantillons de matériau qui peuvent être prélevés du composant sans affecter la fonctionnalité. Ces essais utilisent un équipement d'analyse thermique disponible dans le commerce pour contrôler la perte de masse dans l'échantillon alors que la température de l'échantillon est augmentée à vitesse constante. Les valeurs absolues obtenues dans les essais TGA dépendent de la teneur en oxygène dans la cellule à échantillons, avec des valeurs d'oxydation commençante supérieures observées lorsque la teneur en oxygène est inférieure. La température de TGA tend à diminuer avec l'augmentation de la dégradation du matériau.

5.6.1 Méthode d'essai pour les essais TGA

La préparation d'échantillons est la même que pour les essais OIT (voir 5.4.1). La température de l'échantillon est augmentée à vitesse constante avec un courant d'oxygène. La rampe recommandée est de 10 °C/min et le débit d'oxygène doit être de 50 ml/min. Au moins trois essais doivent être effectués pour chaque lot d'échantillons, en utilisant la même température de départ pour chaque essai. L'étalonnage de température de l'instrument TGA doit être effectué avant l'exécution des essais TGA. La méthode d'étalonnage doit couvrir la plage de températures utilisée dans les essais TGA.

5.5.3 Reporting of OITP tests

The test report shall include the following details:

- the instrument used;
- sample mass;
- gas flow rate;
- temperature ramp rate;
- starting temperature;
- the method used for analysis;
- OITP value for each of the samples tested.

5.5.4 Reproducibility of OITP tests

Variations of ± 2 °C are typically seen in OITP measurements for those materials that show a clear onset [10]. As in OIT tests, there are sometimes problems of interpretation, particularly in defining the baseline, but these are less of a problem in OITP tests.

5.5.5 Limitations of OITP tests

OITP tests have shown a good correlation with ageing degradation for a number of material types, good results being obtained with XLPE, EPR, EVA, PEEK and butyl rubber based cable materials. OITP tests can be used for PVC and other chlorinated materials, such as CSPE and neoprene, but the degradation products generated during the test are corrosive and are likely to damage the test instrument. For these materials, smaller sample mass (1 mg to 2 mg) enable the OITP test to be used with care.

For cables in plant, normally only the jacket material is accessible for testing except at terminations. It is not always possible to infer the degradation state of the insulation from the measured degradation of the jacket material. For many cables, there is little correlation between the degradation of insulation and jacket materials [2].

5.6 Thermogravimetric analysis (TGA)

Like oxidation induction tests, thermogravimetric analysis utilizes micro-samples of material which can be taken from the component without affecting functionality. These tests use commercial thermal analysis equipment to monitor the mass loss in the sample as the sample temperature is ramped up at a constant rate. The absolute values obtained in the TGA tests are dependent on the oxygen content in the sample chamber, with higher onset values being observed with lower oxygen content. The TGA temperature tends to decrease with increasing radiation degradation.

5.6.1 Test method for TGA tests

Sample preparation is the same as for OIT tests (see 5.4.1). The sample temperature is ramped at a constant rate in flowing oxygen. The recommended ramp rate is 10 °C/min and oxygen flow rate shall be 50 ml/min. At least three tests shall be carried out for each sample batch, using the same start temperature for each test. Temperature calibration of the TGA instrument shall be carried out prior to running TGA tests. The calibration method shall span the temperature range used in the TGA tests.

5.6.2 Analyse des essais TGA

Les données d'essai sont constituées d'une courbe de la masse de l'échantillon en fonction de la température (Figure 9). Le début d'oxydation peut être déterminé au moyen du logiciel de l'instrument par l'une des deux méthodes.

Méthode A – La température, à laquelle se produit une perte de masse de 5 %, est enregistrée.

Méthode B – Le point du taux maximal de perte de masse est déterminé par une tangente est tracée à ce point du thermogramme. La température d'oxydation commençante est définie comme la température à laquelle la tangente croise la ligne de base.

5.6.3 Rapport des essais TGA

Le rapport d'essai doit fournir les informations suivantes:

- l'instrument utilisé;
- le débit de gaz;
- la teneur en oxygène;
- la rampe de température;
- la température de départ;
- la masse de l'échantillon;
- la méthode utilisée pour l'analyse;
- la température de TGA pour chacun des échantillons soumis à l'essai.

5.6.4 Reproductibilité des essais TGA

La température d'oxydation commençante dans un essai TGA se caractérise généralement par une variabilité de $\pm 2^\circ\text{C}$ [10]. On ne rencontre généralement aucun problème d'interprétation des données d'essai; la plupart des matériaux en PVC donnent une ligne de base bien définie et une diminution rapide de masse à la température d'oxydation commençante.

5.6.5 Limites des essais TGA

La température de TGA s'est avérée être correctement corrélée avec la dégradation sous rayonnement de matériaux à base de PVC [12], diminuant avec l'augmentation de la dégradation, mais elle n'est pas bien corrélée avec la dégradation produite par un vieillissement purement thermique (Figure 10)[7]. La méthode a été évaluée pour certains autres matériaux (comme l'EPR, le CSPE) mais la corrélation avec la dégradation n'est pas particulièrement bonne [7].

Cette méthode de contrôle des conditions a essentiellement été appliquée aux isolations de câble et aux matériaux de gaine, mais elle peut également être appliquée à tout composant à base de PVC (comme des gaines).

Pour les câbles en installation, seul le matériau de gaine est en règle générale accessible pour les essais, exception faite des extrémités. L'état de dégradation de l'isolation ne peut pas toujours résulter de la dégradation mesurée du matériau de gaine. Pour de nombreux câbles, il existe une faible corrélation entre la dégradation de l'isolation et des matériaux de gaine [2].

5.6.2 Analysis of TGA tests

The test data consist of a plot of sample mass as a function of temperature (Figure 9). The onset of oxidation can be determined using the instrument software by one of two methods.

Method A – The temperature at which a 5 % mass loss occurs is recorded.

Method B – The point of maximum rate of mass loss is determined and a tangent drawn to this point on the thermogram. The onset temperature is defined as the temperature at which the tangent intersects the baseline.

5.6.3 Reporting of TGA tests

The test report shall give the following information:

- the instrument used;
- the gas flow rate;
- oxygen content;
- the temperature ramp rate;
- the starting temperature;
- the sample mass;
- the method used for analysis;
- TGA temperature for each of the samples tested.

5.6.4 Reproducibility of TGA tests

The onset temperature in a TGA test typically has a variability of $\pm 2^\circ\text{C}$ [10]. There are generally no problems with interpretation of the test data; most PVC materials give a well-defined baseline and a rapid decrease in mass at the onset temperature.

5.6.5 Limitations of TGA tests

The TGA temperature has been found to correlate well with radiation degradation in PVC-based materials [12], decreasing with increasing degradation, but does not correlate well with the degradation produced by purely thermal ageing (Figure 10)[7]. The method has been evaluated for some other materials (for example, EPR, CSPE) but the correlation with degradation is not particularly good [7].

This condition monitoring method has primarily been applied to cable insulation and jacket materials, but can equally well be applied to any PVC-based component (for example, gaiters).

For cables in plant, normally only the jacket material is accessible for testing except at terminations. It is not always possible to infer the degradation state of the insulation from the measured degradation of the jacket material. For many cables, there is little correlation between the degradation of insulation and jacket materials [2].

5.7 Mesures de la densité

Lorsque des matériaux polymères vieillissent dans l'air, l'oxydation prédomine normalement dans la dégradation. L'oxydation concerne un mélange de mécanismes de scission et de réticulation menant à la génération de produits d'oxydation et de produits gazeux. Les augmentations de densité aisément mesurables résultent de ces modifications chimiques. Par exemple, le remplacement des atomes d'hydrogène par des atomes d'oxygène bien plus lourds augmente la densité. Il existe de nombreuses techniques capables de mesurer la densité. Concernant les petits échantillons solides d'intérêt pour le contrôle des conditions, deux approches viables concernent les techniques de gradient de masse volumique [13] et l'approche dite d'Archimède [14], [15], [16] où un échantillon est pesé dans l'air puis dans un liquide de masse volumique inférieure à celle de l'échantillon.

5.7.1 Approche à gradient de masse volumique (1 mg et échantillons plus petits)

5.7.1.1 Méthode d'essai pour essais de gradient de masse volumique

La masse volumique est mesurée en notant la position d'équilibre d'un échantillon dans une colonne à gradient de masse volumique. La colonne est préparée en mélangeant une solution de masse volumique supérieure et une solution de masse volumique inférieure de telle manière à aboutir à un gradient de masse volumique approximativement linéaire le long de la colonne [13]. Des billes spéciales d'étalonnage en verre de masse volumique connue sont introduites et maintenues dans la colonne de sorte que la masse volumique par rapport à la position soit connue au moment de la mesure des échantillons inconnus. La colonne est maintenue à température constante (généralement 23 °C) à laquelle ont été étalonnées les billes d'étalonnage en verre. Après avoir laissé tomber l'échantillon dans la colonne, il flotte pour atteindre sa position d'équilibre. Concernant de grands échantillons (~1 mg), ceci se produit assez rapidement; pour de petits échantillons (<0,1 mg), cela peut prendre plusieurs heures ou plus longtemps, en fonction de la petitesse de l'échantillon et de la viscosité de la solution de la colonne. Il est aisé d'obtenir une précision supérieure à $\pm 0,0005 \text{ g/cm}^3$, la précision disponible étant fonction de la modification de la masse volumique du haut vers le bas de la colonne et de la longueur de la colonne (généralement 100 cm).

5.7.1.2 Analyse des mesures de la masse volumique

Une fois atteint l'équilibre de l'échantillon dans la colonne, on note la position de l'échantillon et des billes d'étalonnage en verre. La masse volumique de l'échantillon est estimée à partir de la courbe d'étalonnage de la masse volumique fondée sur les positions des billes en verre. Pour estimer la diffusion dans les mesures concernant de grands échantillons (~1 mg), au moins deux échantillons doivent être introduits dans la colonne. S'agissant d'échantillons de taille plus petite, il convient peut-être d'introduire quatre échantillons dans la colonne.

5.7.1.3 Rapport des mesures du gradient de la masse volumique

Le rapport d'essai doit comprendre les détails suivants:

- la taille ou la masse approximative de l'échantillon et le nombre d'échantillons pour chaque mesure consignée dans le rapport;
- les liquides utilisés pour réaliser la colonne;
- la température de mesure;
- la résolution de la colonne (g/cm^3)/cm de longueur;
- la masse volumique pour chacun des échantillons soumis à l'essai.

5.7 Density measurements

When polymeric materials age in air, oxidation normally dominates the degradation. The oxidation involves a mixture of scission and cross-linking processes, leading to the generation of oxidation products and gaseous products. Easily measurable density increases result from these chemical changes. For instance, the replacement of hydrogen atoms by much heavier oxygen atoms increases the density. There are numerous techniques capable of measuring density. For the small solid samples of interest to condition monitoring, two viable approaches involve density gradient techniques [13] and the so-called Archimedes approach [14], [15], [16] where a sample is weighed in air and then in a liquid of lower density than the sample.

5.7.1 Density gradient approach (1 mg and smaller samples)

5.7.1.1 Test method for density gradient tests

Density is measured by noting the equilibrium position of a sample in a density gradient column. The column is prepared by mixing a higher density solution and a lower density solution in a manner that will lead to an approximately linear density gradient along the column [13]. Special glass calibration beads of known density are introduced into and kept in the column so that density versus position is known at the time of the measurement of the unknown samples. The column is kept at the constant temperature (typically 23 °C) at which the glass calibration beads were calibrated. After the sample is dropped into the column, it will float down to its equilibrium position. For large samples (~1 mg), this will occur fairly rapidly; for small samples (<0,1 mg), this can take many hours or longer, dependent upon how small the sample is and the viscosity of the column solution. It is easy to obtain accuracy better than $\pm 0,0005 \text{ g/cm}^3$, with the accuracy available dependent upon the density change from top to bottom of the column and the column length (typically 100 cm).

5.7.1.2 Analysis of density measurements

Once the sample reaches equilibrium in the column, the position of the sample and the glass calibration beads are noted. The sample density is estimated from the density calibration curve based on the glass-bead positions. To estimate scatter in the measurements for large samples (~1 mg), at least two samples shall be introduced into the column. For smaller samples, perhaps four samples should be introduced into the column.

5.7.1.3 Reporting of density gradient measurements

The test report shall include the following details:

- approximate sample size or mass and number of samples for each reported measurement;
- liquids used to make the column;
- measurement temperature;
- column resolution (g/cm^3)/cm of length;
- density for each of the samples tested.

5.7.1.4 Reproductibilité des essais de gradient de masse volumique

La reproductibilité dépend de plusieurs facteurs (notamment, la résolution de la colonne), mais essentiellement de la taille de l'échantillon. La reproductibilité des échantillons de grande taille (~1 mg) est généralement supérieure à $\pm 0,001 \text{ g/cm}^3$. Il convient que des échantillons plus petits donnent une reproductibilité similaire mais de petites variations intrinsèques de densité sur des distances réduites dans un matériau de conception commerciale type peut dégrader la reproductibilité apparente. Deux problèmes expérimentaux peuvent conduire à des erreurs de mesure. Le premier concerne la présence de petites bulles d'air sur l'échantillon qui peut conduire à des lectures erronées. De ce fait, il importe d'humidifier correctement l'échantillon avant de l'introduire dans la colonne et de vérifier la présence éventuelle de petites bulles une fois que le matériau a atteint l'équilibre. Il s'agit d'une autre raison pour mesurer de multiples échantillons. Un second problème concerne l'absorption des liquides de la colonne dans l'échantillon. Si les liquides choisis pour la colonne possèdent une solubilité significative dans l'échantillon, leur absorption peut affecter la mesure. La base de temps concernant les effets d'absorption dépend de la taille d'échantillon. De ce fait, des échantillons plus grands, qui atteignent un équilibre essentiel dans la colonne en un temps réduit, peuvent souvent être mesurés avant que ne survienne une absorption importante. Etant donné que des solutions aqueuses sont souvent utilisées pour réaliser les colonnes, l'absorption dans ces cas concerne uniquement l'eau et de ce fait conduit à des diminutions de la masse volumique apparente à long terme. De tels effets sont évidents si les échantillons descendent rapidement dans la colonne à leur position apparente d'équilibre, puis changent de sens et débutent une lente montée vers le haut de la colonne.

5.7.1.5 Limites des essais de gradient de masse volumique

Lorsque l'oxydation prédomine dans la dégradation thermique ou sous rayonnement des gaines et isolations de câbles, ainsi que des joints élastomères, des modifications de la masse volumique aisément mesurables apparaissent pour ce qui concerne la plupart des types importants de polymères utilisés dans ces applications. Les résultats démontrant des modifications de la masse volumique avec la dégradation sous environnement de rayonnement et thermo-oxidatifs ont été signalés dans les matériaux en néoprène, CSPE, NR, BR, PVC, polyéthylène chloré, EPR, EPDM, XLPE, LDPE, XLPO et SIR [13], [14], [15].

5.7.2 Approche de la masse volumique d'Archimède (échantillons de 5 mg à 50 mg)

5.7.2.1 Méthode d'essai pour l'approche d'Archimède

L'approche d'Archimède [14], [15], [16] utilise une micro-balance précise capable de réaliser des mesures renouvelables dont la diffusion type est inférieure $\pm 20 \mu\text{g}$. Des échantillons compris entre ~5 mg et 50 mg sont d'abord pesés dans l'air, puis dans le liquide qui est d'une masse volumique inférieure à celle de l'échantillon. L'isopropanol et l'éthanol constituent deux bons choix pour le liquide, l'un et l'autre humidifiant aisément la plupart des matériaux polymères, et réduisant par là les problèmes liés aux minuscules bulles d'air adhérent aux échantillons.

5.7.2.2 Analyse des mesures d'Archimède

Si la masse volumique du liquide est ρ_{liq} et les masses dans l'air et dans la solution sont W_{air} et W_{liq} , respectivement, alors la masse volumique de l'échantillon est fournie par

$$\rho = \left[\frac{W_{\text{air}}}{W_{\text{air}} - W_{\text{liq}}} \right] \rho_{\text{liq}}$$

Il convient que la masse volumique exacte du liquide soit déterminée par des mesures sur des petites billes de verre de masse volumique connue (de la même sorte que celles utilisées pour l'étalonnage des colonnes à gradient de masse volumique).

5.7.1.4 Reproducibility of density gradient tests

Reproducibility depends upon several factors (*inter alia* column resolution), but mainly on sample size. Large samples (~1 mg) typically have reproducibility better than $\pm 0,001 \text{ g/cm}^3$. Smaller samples should give similar reproducibility, but inherent small variations in density over small distances in a typical commercially formulated material can degrade the apparent reproducibility. Two experimental problems can lead to errors in the measurements. The first involves the presence of small air bubbles on the sample that can lead to false readings. It is therefore important to properly wet the sample before introducing it into the column and to check for small bubbles once the material reaches equilibrium. This is another reason for measuring multiple samples. A second problem concerns absorption of the column liquids into the sample. If the liquids chosen for the column have significant solubility in the sample, their absorption can affect the measurement. The time-scale for absorption effects depends upon the sample size. Therefore, larger samples, which reach essential equilibrium in the column in a short time, can often be measured before important absorption occurs. Since aqueous solutions are often used to make the columns, absorption in these cases will involve water only and therefore lead to long-term apparent density decreases. Such effects will be evident if the samples quickly drop in the column to their apparent equilibrium position and then reverse and begin to slowly move up the column.

5.7.1.5 Limitations of density gradient tests

When oxidation dominates the thermal or radiation degradation of cable jackets and insulations and elastomeric seals, easily measurable density changes appear to occur for most of the important types of polymers used in these applications. Results showing density changes with degradation in radiation and thermoxidative environments have been reported in neoprene, CSPE, NR, BR, PVC, chlorinated polyethylene, EPR, EPDM, XLPE, LDPE, XLPO and SIR materials [13], [14], [15].

5.7.2 Archimedes density approach (5 mg to 50 mg samples)

5.7.2.1 Test method for Archimedes approach

The Archimedes approach [14], [15], [16] utilizes an accurate microbalance capable of repeatable measurements with typical scatter less than $\pm 20 \mu\text{g}$. Samples ranging from ~5 mg to 50 mg are first weighed in air, then in a liquid that is lower in density than the sample. Two good choices for the liquid are isopropanol and ethanol, both of which easily wet most polymeric materials, thereby minimizing problems with tiny air bubbles adhering to the samples.

5.7.2.2 Analysis of Archimedes measurements

If the density of the liquid is ρ_{liq} and the mass in air and in the solution are W_{air} and W_{liq} , respectively, then the sample density is given by

$$\rho = \left[\frac{W_{\text{air}}}{W_{\text{air}} - W_{\text{liq}}} \right] \rho_{\text{liq}}$$

The exact density of the liquid should be determined by measurements on small glass beads of known density (the same kind used to calibrate density gradient columns).

5.7.2.3 Rapport des essais de masse volumique d'Archimède

Le rapport d'essai doit comprendre les détails suivants:

- la masse approximative de l'échantillon et le nombre d'échantillons pour chaque mesure consignée dans le rapport;
- le liquide utilisé;
- la température de mesure;
- le type d'échelle et de résolution;
- la masse volumique pour chacun des échantillons soumis à l'essai.

5.7.2.4 Reproductibilité des essais de la masse volumique d'Archimède

La reproductibilité dépend de la taille de l'échantillon, de la précision de la balance et de la différence entre la masse volumique de l'échantillon et la masse volumique du liquide. Les estimations peuvent être effectuées en se référant aux erreurs estimées pour les divers paramètres dans l'équation présentée en 5.7.2.2.

Pour un échantillon de 10 mg de masse volumique d'environ $1,3 \text{ g/cm}^3$, mesurée dans l'éthanol sur une balance d'une précision à $\pm 0,01 \text{ mg}$, la reproductibilité est généralement de l'ordre de $\pm 0,002 \text{ g/cm}^3$. Etant donné que les mesures sont réalisées rapidement sur des échantillons assez grands, l'absorption du liquide est habituellement insignifiante. La démonstration de l'absorption serait évidente étant donné que la masse du liquide ne se stabiliserait pas et continuerait à dériver de direction.

5.7.2.5 Limites des essais de la masse volumique d'Archimède

Lorsque l'oxydation prédomine dans la dégradation thermique ou sous rayonnement des gaines et isolations de câbles, ainsi que des joints élastomères, des modifications de la masse volumique aisément mesurables apparaissent pour ce qui concerne la plupart des types importants de polymères utilisés dans ces applications. Les résultats démontrant des modifications de la masse volumique avec la dégradation des environnements sous rayonnement et thermo-oxydatifs ont été signalés dans les matériaux en néoprène, CSPE, NR, BR, PVC, polyéthylène chloré, EPR, EPDM, XLPE, LDPE, XLPO et SiR [13], [14].

Pour les câbles en installation, seul le matériau de gaine est en règle générale accessible pour les essais, exception faite des extrémités. L'état de dégradation de l'isolation ne peut pas toujours résulter de la dégradation mesurée du matériau de gaine. Pour de nombreux câbles, il existe une faible corrélation entre la dégradation de l'isolation et des matériaux de gaine [2].

6 Dépôt d'équipements

L'évaluation des propriétés à long terme des composants au moyen d'un dépôt d'équipements revêt certains avantages par rapport aux programmes de vieillissement accélérés. Son utilisation implique que les composants vieillissent dans des conditions réelles d'installation mais peuvent, néanmoins, être vérifiés et contrôlés sans empêcher le fonctionnement de l'installation. De telles consignations sont souvent installées dans une zone de l'installation dont l'environnement est relativement sévère comparé à la plupart des autres zones où de tels matériaux sont utilisés [17], [18]. Dans ce cas, les matériaux dans le dépôt vieilliront plus rapidement et, de ce fait, connaîtront un temps d'attente sur la masse des matériaux dans l'installation.

La plupart des dépôts sont essentiellement utilisés pour l'évaluation des câbles et de petits composants électriques et sont principalement montées dans une installation qui fonctionne depuis moins de cinq ans.

5.7.2.3 Reporting of Archimedes density tests

The test report shall include the following details:

- approximate sample mass and number of samples for each reported measurement;
- liquid used;
- measurement temperature;
- type of scale and resolution;
- density for each of the samples tested.

5.7.2.4 Reproducibility of Archimedes density tests

The reproducibility depends on the size of the sample, the accuracy of the balance and the difference between the sample density and the liquid density. Estimates can be made by plugging in the estimated errors for the various parameters in the equation shown in 5.7.2.2.

For a 10 mg sample of density around 1,3 g/cm³, measured in ethanol on a balance accurate to ±0,01 mg, reproducibility is typically in the order of ±0,002 g/cm³. Since the measurements are made quickly on fairly large samples, absorption of the liquid is usually unimportant. Evidence for absorption would be obvious since the mass in the liquid would not stabilize and continue to drift one direction.

5.7.2.5 Limitations of Archimedes density tests

When oxidation dominates the thermal or radiation degradation of such things as cable jackets and insulations and elastomeric seals, easily measurable density changes appear to occur for most of the important types of polymers used in these applications. Results showing density changes with degradation in radiation and thermoxidative environments have been reported in neoprene, CSPE, NR, BR, PVC, chlorinated polyethylene, EPR, EPDM, XLPE, LDPE, XLPO and SiR materials [13], [14].

For cables in plant, normally only the jacket material is accessible for testing except at terminations. It is not always possible to infer the degradation state of the insulation from the measured degradation of the jacket material. For many cables, there is little correlation between the degradation of insulation and jacket materials [2].

6 Equipment deposit

Assessment of the long-term properties of components using an equipment deposit has some advantages over accelerated ageing programmes. Its use means that the components age under real plant conditions but can, nevertheless, be checked and monitored without impairing plant operation. Such deposits are often installed in an area of the plant which has a relatively severe environment compared with most other areas where such materials are used [17], [18]. In this case, the materials in the deposit will age more rapidly and therefore will have a lead time over the bulk of the materials in the plant.

Most deposits are primarily used for evaluation of cables and small electrical components and are mainly set up in plant which has been in operation for less than five years.

6.1 Prescription d'un dépôt

La condition préalable principale pour la mise en œuvre d'un dépôt d'équipements est une bonne connaissance de la dose de rayonnement et de la répartition de température à l'emplacement de la consignation et aux emplacements dans l'usine où l'équipement en essai est utilisé de façon courante. Le contrôle d'environnement à l'intérieur de l'installation, en particulier celui de la température et de la dose de rayonnement, mais également pour ce qui est de l'humidité et autres agents d'agression, représente une partie importante de toute méthode de vieillissement.

Les calculs existants de la répartition de la dose de rayonnement à l'intérieur du confinement peuvent être utilisés initialement pour l'estimation des doses en service. Cependant, pour l'évaluation de la dégradation due au vieillissement à long terme, il importe d'obtenir autant d'informations que possible sur la dose réelle de rayonnement et sa répartition aux positions réelles d'équipement, en utilisant la dosimétrie. La CEI 60544-1 fournit des informations sur les méthodes de dosimétrie adaptées. Afin d'améliorer la précision de telles mesures, il convient que la période de mesure soit étendue pour couvrir deux ans au moins.

Une fois que la répartition de dose est connue, elle peut être utilisée pour sélectionner une position dans l'installation qui est exposée à une dose supérieure à la plupart des positions réelles d'équipement. Il peut même être possible de trouver un emplacement où la température est également similaire à la température de conception maximale. L'expérience a démontré que la ligne en boucle entre la cuve sous pression de réacteur et le générateur de vapeur est adaptée à cet objet dans les réacteurs à eau sous pression (PWRs) et le système de nettoyage à eau de réacteur dans les réacteurs à eau bouillante (BWRs).

En sélectionnant une position pour la consignation, il faut veiller à ce que les conditions d'environnement à la consignation produisent une dégradation qui simule les conditions réelles. En particulier, il faut veiller à exposer les composants à base de XLPE au vieillissement sous rayonnement à température élevée si leur utilisation normale est faite à des températures plus faibles. Ces matériaux peuvent présenter un effet de température inverse [15], [19], [20] avec une dégradation ayant lieu plus rapidement à des températures inférieures. Un exemple est illustré en Figure 11. Pour certains matériaux XLPE et EPR, il convient que la consignation soit à la température ambiante la plus faible normalement rencontrée lors d'exploitations de l'installation.

6.2 Installation d'un dépôt d'équipement

La consignation doit être disposée de telle manière que les échantillons soient exposés à un champ de rayonnement raisonnablement uniforme (par exemple, si la ligne en boucle dans un PWR est utilisée comme la source de rayonnement, ils doivent être maintenus à distance constante de la boucle). Il peut être aisé de le réaliser en utilisant des chemins de câble sanglés à la circonférence de la ligne en boucle. La conception spécifique de la consignation peut être aisément adaptée aux conditions locales de l'installation. Il convient que des échantillons soient placés dans les chemins en une simple couche pour éviter l'autoprotection.

La consignation nécessite d'être équipée d'une sélection représentative de l'équipement (par exemple, des échantillons de câble) utilisé dans des environnements sous rayonnement. Le nombre et le type d'échantillons exigés doivent être suffisants pour s'assurer qu'un matériau en quantité suffisante sera disponible pour le retrait programmé et non programmé d'échantillons sur la période requise pouvant atteindre 60 ans (concernant une consignation dans une nouvelle installation). Il est prudent d'inclure des échantillons supplémentaires pour de futures améliorations des méthodes de contrôle des conditions.

En évaluant le nombre et le type d'échantillons requis, il est nécessaire d'établir les intervalles auxquels les échantillons doivent être enlevés et les essais prévus qui doivent être réalisés. Par exemple, pour des câbles, des échantillons d'environ 30 cm de longueur sont tout à fait satisfaisants pour des mesures de l'allongement à la rupture. La plupart des méthodes de contrôle des conditions actuellement disponibles sont non destructives ou

6.1 Requirements of a deposit

A major prerequisite for the implementation of an equipment deposit is a good knowledge of the radiation dose and temperature distribution at the deposit position and at positions in the plant where the equipment being tested is in routine use. Environmental monitoring within the plant, particularly of temperature and radiation dose, but also for moisture and other stressors, is an important part of any ageing procedure.

Existing calculations of the radiation dose distribution inside the containment may be initially used for estimation of service doses. However, for evaluation of the long-term ageing degradation, it is important to obtain as much information as possible about the actual radiation dose and its distribution at real equipment positions, using dosimetry. IEC 60544-1 gives information on suitable dosimetry methods. In order to improve the accuracy of such measurements, the measurement period should be extended to cover at least two years.

Once the dose distribution is known, it can be used to select a position in the plant that is exposed to a higher dose than most of the real equipment positions. It may even be possible to find a location where the temperature is also similar to the maximum design temperature. Experience has shown that the loop line between the reactor pressure vessel and the steam generator is suitable for this purpose in pressurized water reactors (PWRs) and the reactor water clean-up system in boiling water reactors (BWRs).

In selecting a position for the deposit, care shall be taken to ensure that the environmental conditions at the deposit will produce degradation which simulates real conditions. In particular, care shall be taken in exposing some XLPE- and EPR-based components to radiation ageing at elevated temperature if their normal use is at lower temperatures. These materials can show a reverse temperature effect [15], [19], [20] with degradation occurring more rapidly at the lower temperatures. An example is shown in Figure 11. For XLPE materials, the deposit should be at the lowest ambient temperature normally seen in plant operations.

6.2 Installation of an equipment deposit

The deposit shall be arranged so that the samples are exposed to a reasonably uniform radiation field (for example, if using the loop line in a PWR as the radiation source, they are kept at a constant distance from the loop). This can be readily done by using cable trays strapped to the circumference of the loop line. The specific design of the deposit can be easily adapted to the local conditions in the plant. Samples should be placed in the trays in a single layer to avoid self-shielding.

The deposit needs to be equipped with a representative selection of the equipment (for example, cable samples) used in radiation environments. The number and type of samples required needs to be sufficient to ensure that enough material is available for the scheduled and unscheduled removal of samples over the required period of up to 60 years (for a deposit in a new plant). It is prudent to include extra samples to allow for future improvements in condition monitoring methods.

In assessing the number and type of samples required, the intervals at which samples are to be removed and the tests that are to be performed need to be established. For example, for cables, samples of about 30 cm in length are quite satisfactory for measurements of tensile

nécessitent seulement de petites quantités de matériau. Si des échantillons sont prescrits pour un essai LOCA avec des mesures électriques, une longueur minimale comprise entre 2 m et 3 m est prescrite.

Le dépôt doit être équipée de dosimètres pour enregistrer le profil de la dose de rayonnement à l'intérieur de la consignation et un contrôle de la température est également nécessaire. Il convient que le contrôle d'environnement soit poursuivi pendant au moins deux ans pour obtenir une image représentative des conditions d'environnement à long terme dans le dépôt. Il faut veiller à ce qu'il existe un courant d'air libre dans la consignation. Une protection adaptée contre la contamination est souhaitable mais ne doit pas restreindre l'accès de l'air.

6.3 Essais des échantillons provenant du dépôt

Initialement, il est essentiel de déterminer des données de base pour tous les équipements installés dans le dépôt utilisant un matériau non vieilli. Il convient que ces données de base utilisent tous les essais de contrôle des conditions qui seront utilisés sur les matériaux dans le dépôt. A intervalles réguliers, des échantillons doivent être enlevés en vue d'essais destructifs (par exemple, des mesures d'allongement à la rupture) ou soumis aux essais de contrôle des conditions. Les intervalles d'essai sont généralement limités par l'accessibilité du dépôt d'équipements. Dans la plupart des installations, le dépôt est uniquement disponible à l'accès lorsque l'installation est fermée.

Pour un dépôt de câbles de l'installation, le programme d'essai pourrait prendre la forme suivante [21].

- **Etape a**
Les échantillons sont enlevés en vue de la mesure de l'allongement à la rupture de chaque type de câble.
- **Etape b**
La capacité de survie LOCA de l'échantillon est déterminée. Afin de simplifier les essais et de conserver la fourniture de matériau d'échantillons dans le dépôt, la résistance réelle au LOCA est initialement examinée en utilisant un essai modifié qui est désigné sous le nom d'«essai à la vapeur». Tant que l'allongement à la rupture déterminé dans l'Etape a représente plus de la moitié de l'allongement initial à la rupture (dose moyenne efficace toujours pas atteinte), un échantillon d'approximativement 30 cm de long est exposé à l'essai à la vapeur dans des conditions de température, de pression et d'humidité utilisées dans un essai LOCA mais sans mesures électriques. L'essai LOCA complet avec toutes les mesures électriques normales est uniquement réalisé lorsque la dose moyenne efficace est dépassée.
- **Etape c**
A l'issue de l'essai LOCA ou de l'essai à la vapeur décrit dans l'Etape b, l'allongement à la rupture est à nouveau mesuré.

Une autre approche pour les matériaux de câble, qui utilise le développement des méthodes de contrôle des conditions pratiques depuis ces dernières années, consiste à faire usage des techniques CM pour estimer les modifications de l'allongement à la rupture uniquement lorsque les essais CM indiquent qu'une dégradation significative s'est produite, des échantillons seraient prélevés en vue d'essais de traction pour confirmer la dégradation et en vue d'essais LOCA, si nécessaire. Cette approche présente l'avantage de réduire la quantité de matériau prescrit pour la consignation.

6.4 Détermination des intervalles d'échantillonnage

La détermination des temps d'échantillonnage peut au mieux être expliquée à l'aide de schémas illustrés en Figure 12. Dans l'article supérieur, la dose accélérée dans la consignation est comparée à la dose à la position d'équipement réelle la plus exposée en fonction du temps. Les données pour ce graphique sont obtenues à partir des résultats de dosimétrie pour des positions réelles et la consignation.

elongation at break. Most of the condition monitoring methods currently available are non-destructive or need only small amounts of material. If samples are required for a LOCA test with electrical measurements, a minimum length of between 2 m and 3 m is required.

The deposit shall be fitted with dosimeters to record the profile of the radiation dose within the deposit and temperature monitoring is also needed. This environmental monitoring should be continued over at least two years to get a representative picture of the long-term environmental conditions within the deposit. Care shall be taken to ensure that there is a free flow of air into the deposit. Suitable contamination protection is desirable but must not restrict air access.

6.3 Testing of samples from the deposit

Initially, it is essential to determine baseline data for all of the equipment installed in the deposit using unaged material. This baseline data should utilize all of the condition monitoring tests which will be used on the materials in the deposit. At regular intervals, samples shall be removed for destructive tests (for example, tensile elongation measurements) or subjected to condition monitoring tests. Test intervals will generally be limited by the accessibility of the equipment deposit. In most plants, the deposit will only be available for access when the plant is shut down.

For a plant cable deposit, the testing schedule could take the following form [21].

- **Step a**
Samples are removed for measurement of the elongation at break of each cable type.
- **Step b**
The LOCA survivability of the sample is determined. In order to simplify testing and conserve the supply of sample material in the deposit, the actual LOCA resistance is initially examined using a modified test which is referred to as the “steam test”. As long as the elongation at break determined in Step a is more than half of the initial elongation at break (half-value dose still not reached), a cable sample of approximately 30 cm in length is exposed to the steam test with temperature, pressure and moisture conditions as used in a LOCA test but without electrical measurements. The complete LOCA test with all the normal electrical measurements is only performed when the half-value dose is exceeded.
- **Step c**
On completion of the LOCA test or the steam test described in Step b, the elongation at break is measured again.

An alternative approach for cable materials, which makes use of the development of practical condition monitoring methods over the last few years, is to use CM techniques to estimate the changes in tensile elongation. Only when the CM tests indicate that significant degradation has occurred would samples be taken out for tensile tests to confirm degradation, and for LOCA testing, if this is required. This approach has the advantage of reducing the amount of material required for the deposit.

6.4 Determination of sampling intervals

The determination of the sampling times can best be explained with the aid of the schematic diagram shown in Figure 12. In the upper section, the accelerated dose in the deposit is compared to the dose at the most exposed real equipment position as a function of time. The data for this graph are obtained from the dosimetry results for real positions and the deposit.

Les résultats des essais d'allongement à la rupture (ou des estimations des méthodes CM) obtenus après échantillonnages de la consignation sont tracés sur la même base de temps dans la section inférieure de la Figure 12. La limite d'allongement absolu à la rupture de 50 % après l'essai LOCA est un critère d'évaluation pour l'aptitude au fonctionnement du câble. A partir de l'expérience, les câbles dont l'allongement à la rupture est de 50 % sont pleinement fonctionnels. La valeur limite minimale définie pour la résistance d'isolement dans l'essai LOCA ou bien l'allongement absolu de 50 % à la rupture après l'essai LOCA peut être utilisé pour évaluer si l'échantillon a réussi la séquence d'essais ci-dessus (Etape a à c en 6.3).

Pour les types de câble couramment utilisés, il est raisonnable d'enlever les premiers échantillons du dépôt cinq ans après le début de l'exploitation de l'installation, étant donné que les essais de type et de qualification qui ont déjà été réalisés fournissent un intervalle de confiance acceptable pour cette période au moins. La détermination des temps d'échantillonnage supplémentaires dépend du temps d'attente de la consignation, et des modifications des résultats d'essai. Dans la mesure où les résultats présentent peu de modification d'allongement, un ré-échantillonnage est recommandé après deux à trois ans supplémentaires. Si les résultats d'essai connaissent une quelconque détérioration, particulièrement à la suite de l'essai LOCA, il peut être nécessaire de raccourcir l'intervalle d'échantillonnage si nécessaire.

La description ci-dessus suppose qu'il s'agit du cas le plus favorable, l'installation d'un dépôt avant ou tout de suite après la mise en service de l'installation. Les conditions rencontrées dans la pratique nécessitent cependant normalement des modifications. Par exemple, un dépôt peut également être installé dans une installation plus ancienne, qui par exemple existe depuis plus de cinq ans. A cet effet, des échantillons de câble à placer dans le dépôt nécessitent d'être artificiellement vieillies en laboratoire avec le débit de dose le plus faible possible afin de simuler le vieillissement à la date prévue.

6.5 Equipements vieillies en temps réel et expérience de fonctionnement

La méthode de dépôt est principalement adaptée aux nouvelles installations. Du fait du temps d'attente pour une consignation installée à une position à débit de dose relativement élevé, un dépôt peut également être installé après la mise en service de l'installation dans un certain domaine de temps quand il est généralement possible de se mettre au niveau de la dose réelle de rayonnement de l'équipement aux positions réelles.

Cependant, après cette période de temps, une alternative consiste à évaluer le comportement de vieillissement réel à long terme en retirant les échantillons de l'installation. Les inconvénients de cette méthode d'échantillonnage résident dans le fait qu'elle constitue une intervention dans l'installation et que les échantillons doivent être remplacés au moyen d'un équipement qualifié de façon appropriée. Cependant, il peut être nécessaire d'utiliser cette méthode si, pour des raisons spéciales, les résultats validés doivent être disponibles dans un délai réduit (par exemple, pour des installations anciennes). Pour les méthodes de contrôle des conditions qui sont non destructives, il peut être possible d'estimer la condition d'équipement sans l'enlèvement d'échantillons, à condition qu'il existe des données de base disponibles.

Si des données sont disponibles sur des conditions environnementales à l'intérieur de l'installation, une position peut être sélectionnée où l'équipement a été exposé à l'environnement le plus défavorable. Pour les matériaux de câble, de telles positions sont habituellement à proximité des lignes en boucle (PWR) ou dans le système de nettoyage à eau de réacteur (BWR). Les échantillons de câble des positions réelles sont normalement irradiés de façon plutôt non homogène, par exemple un chemin de câble convergeant sur une ligne en boucle. Avant d'enlever l'échantillon de câble, la répartition de dose doit être déterminée et l'emplacement du câble clairement identifié d'une manière reproductible pour permettre une interprétation correcte des résultats d'essai ultérieurs.

The results of the elongation at break tests (or estimates from CM methods) obtained from sampling of the deposit are plotted over the same time scale in the lower section of Figure 12. The limit of 50 % absolute elongation at break after the LOCA test is one evaluation criterion for cable operability. From operating experience, cables with an elongation at break of 50 % are still fully functional. Either the defined minimum limit value for insulation resistance in the LOCA test or the 50 % absolute elongation at break after the LOCA test can be used to assess whether the sample has passed the above test sequence (Steps a to c in 6.3).

For the cable types currently in use, it is reasonable to remove the first samples from the deposit five years after the start of plant operation since the type and qualification tests that have already been performed provide an acceptable confidence interval for at least this period. The determination of further sampling times is dependent on the lead time of the deposit, and changes in the test results. As long as the results show little change in elongation, re-sampling is recommended after another two to three years. If there is any deterioration in the test results, especially after the LOCA test, it may be necessary to shorten the sampling interval as required.

The above description assumes the most favourable case, the installation of a deposit prior to, or immediately after, commissioning of the plant. The conditions that are encountered in practice, however, normally require modifications. For instance, a deposit can also be installed in an older plant; for example, in one that is more than five years old. For this purpose, the cable samples to be placed in the deposit need to be artificially aged in the laboratory with the lowest possible dose rate in order to simulate the ageing to date.

6.5 Real-time aged equipment and operating experience

The deposit method is primarily suitable for new plants. Because of the lead time for a deposit installed at a relatively high dose-rate position, a deposit can also be installed after plant commissioning within a certain time range when it should be possible to catch up with the actual radiation dose of the equipment at real positions.

After this time, however, an alternative is to evaluate the actual long-term ageing behaviour by removing samples from the plant. The disadvantages of this sampling procedure are that it constitutes an intervention into the plant and that the samples have to be replaced with suitably qualified equipment. However, it may be necessary to use this method if, for special reasons, validated results have to be available within a short time (for example, for old plants). For those condition monitoring methods which are non-destructive, it may be possible to estimate equipment condition without removal of samples, provided that there are baseline data available.

If data are available on environmental conditions within the plant, a position can be selected where the equipment has been exposed to the worst-case environment. For cable materials, such positions are usually in the direct vicinity of the loop lines (PWR) or in the reactor water clean-up system (BWR). Cable samples from real positions are normally irradiated quite inhomogeneously, for example, a cable run converging on the loop line. Before removing the cable sample, the dose distribution shall be determined and the cable location identified clearly in a reproducible manner to allow later test results to be interpreted correctly.

La performance des essais et examens appropriés, la détermination des durées d'échantillonnage en vue d'éprouvettes supplémentaires et la vérification de l'intervalle d'essai sont toutes fondées sur les méthodes expliquées ci-dessus pour la méthode de consignation.

Dans le but de poursuivre cette méthode, des échantillons doivent être prélevés de l'installation de façon répétitive, sauf si des méthodes CM non destructives sont disponibles. Cela constitue un inconvénient supplémentaire. Le problème est de savoir s'il est possible de trouver des échantillons supplémentaires dont le comportement de vieillissement est identique ou similaire à celui du premier échantillon. Dans les installations PWR, par exemple, des positions de câble identiques appropriées sont situées à proximité des diverses lignes en boucle.

Tableau 1 – Valeurs de paramètres d'essai recommandées pour mesures «indenter»

Matériau	Vitesse de sonde mm/min	Force maximale N	Gamme de force pour l'analyse N
EPR/EPDM	5	10	1 – 4
CSPE	5	10	1 – 4
PVC	5	10	1 – 4
EVA	5	10	1 – 4
SIR	5	5	1 – 3
Fluoroélastomère	5	10	1 – 4

Tableau 2 – Températures d'essai recommandées pour mesures OIT

Matériau	Température d'essai °C
XLPE	200 – 220
EPR	190 – 210
EVA	190 – 210

Performance of the appropriate tests and examinations, determination of the sampling times for further specimens and verification of the test interval are all based on the procedures explained above for the deposit method.

In order to carry out this method, samples shall be taken repeatedly from the plant unless non-destructive CM methods are available. This is a further disadvantage. The problem is whether it is possible to find further samples whose ageing behaviour is identical or similar to that of the first sample. In PWR plants, for instance, appropriate identical cable positions are located in the vicinity of the various loop lines.

Table 1 – Recommended test parameter values for indenter measurements

Material	Probe speed mm/min	Maximum force N	Force range for analysis N
EPR/EPDM	5	10	1 – 4
CSPE	5	10	1 – 4
PVC	5	10	1 – 4
EVA	5	10	1 – 4
SIR	5	5	1 – 3
Fluoroelastomer	5	10	1 – 4

Table 2 – Recommended test temperatures for OIT measurements

Material	Test temperature °C
XLPE	200 – 220
EPR	190 – 210
EVA	190 – 210

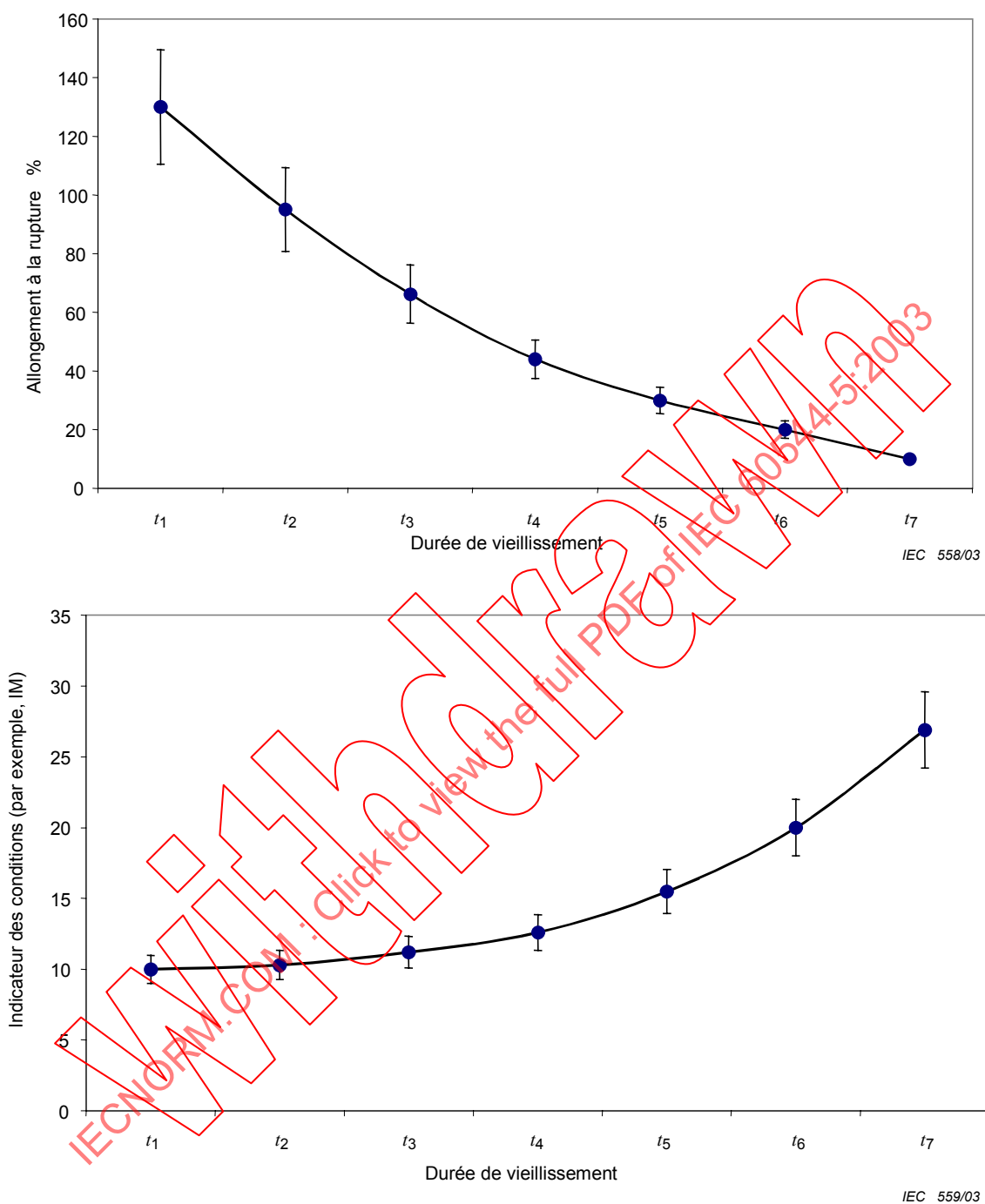


Figure 1 – Développement des données de vieillissement sur des modifications d'allongement à la rupture et indicateur de condition (par exemple, module «indenter») – Courbe

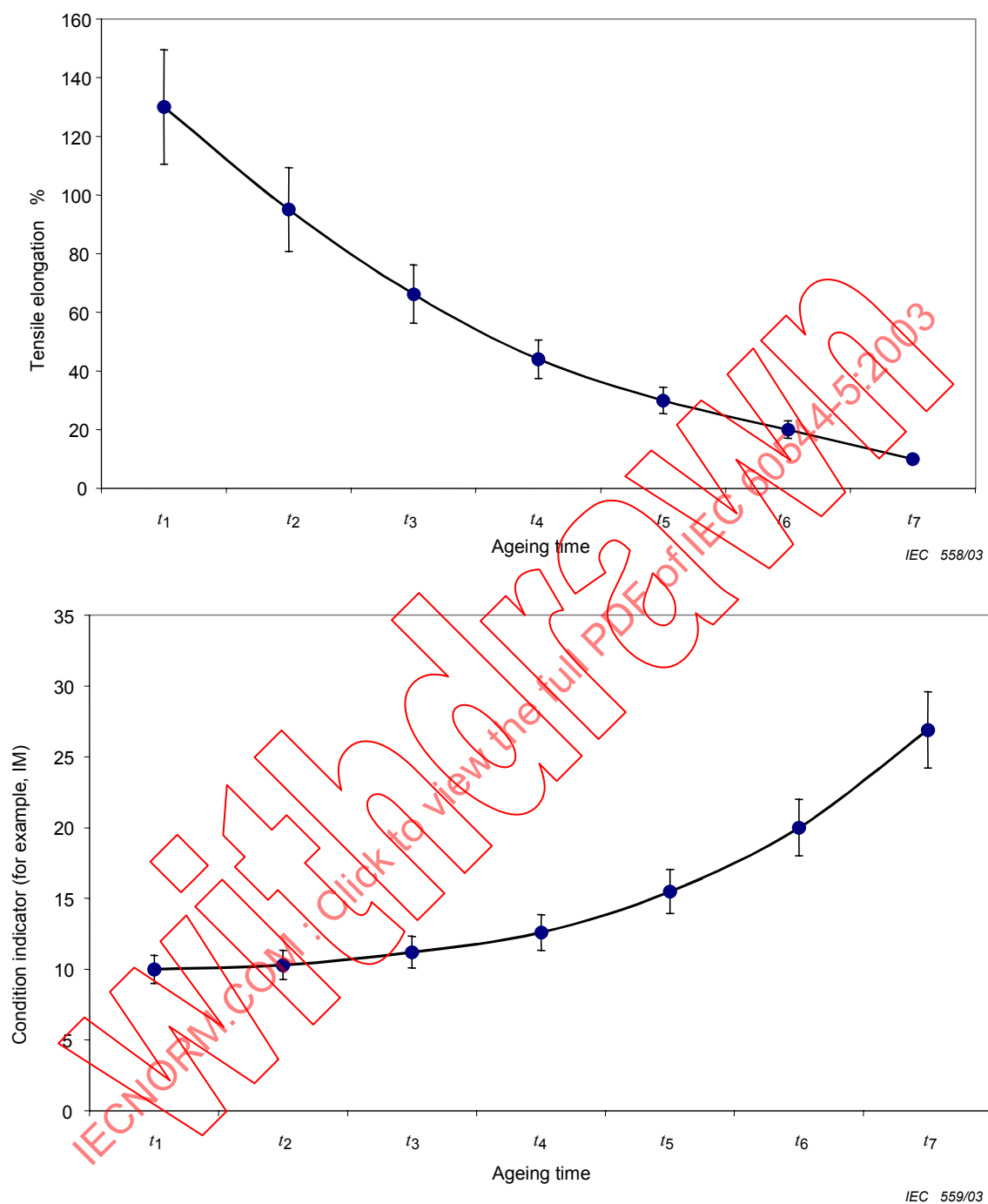


Figure 1 – Development of ageing data on changes in tensile elongation and a condition indicator (for example, indenter modulus) – Schematic

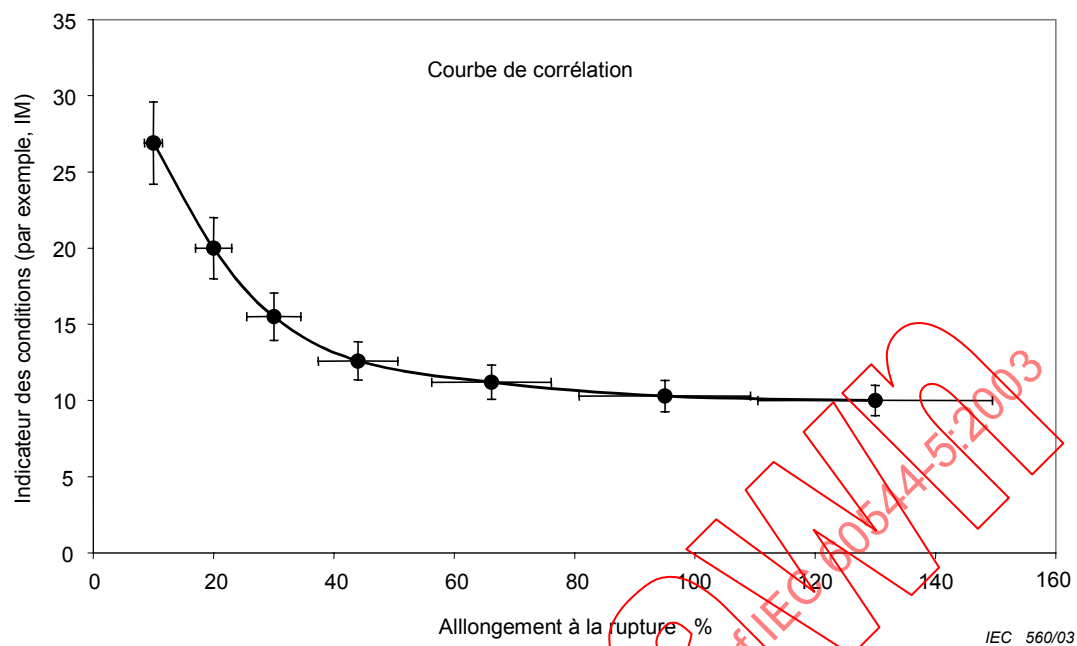


Figure 2 – Courbe de corrélation dérivée des données de la Figure 1 – Courbe

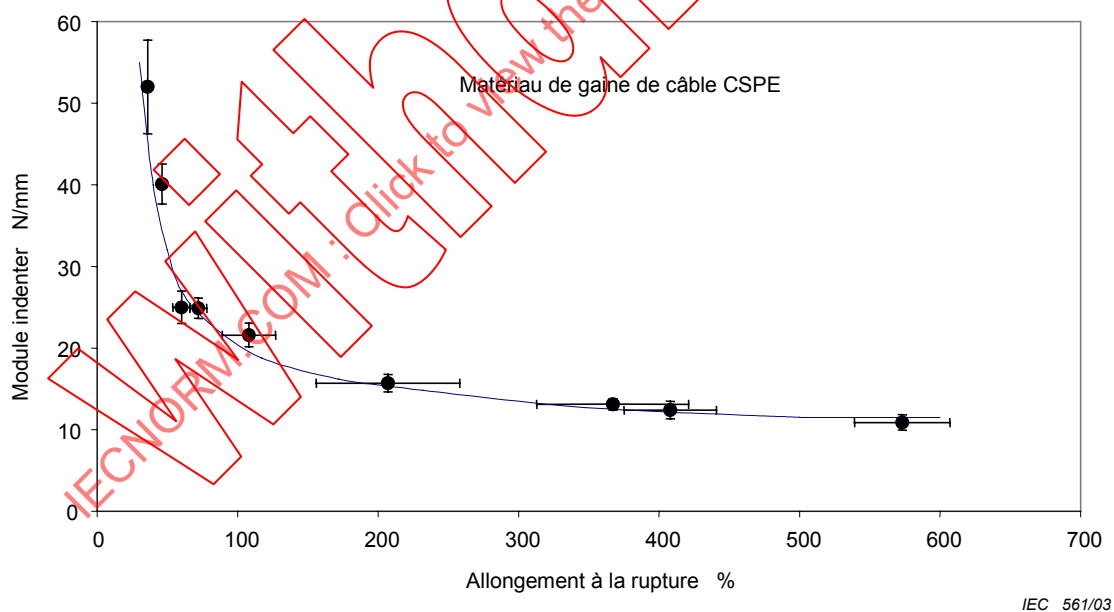


Figure 3 – Courbe de corrélation pour module «indenter» par rapport à l'allongement à la rupture pour un matériau de gaine de câble CSPE [7]

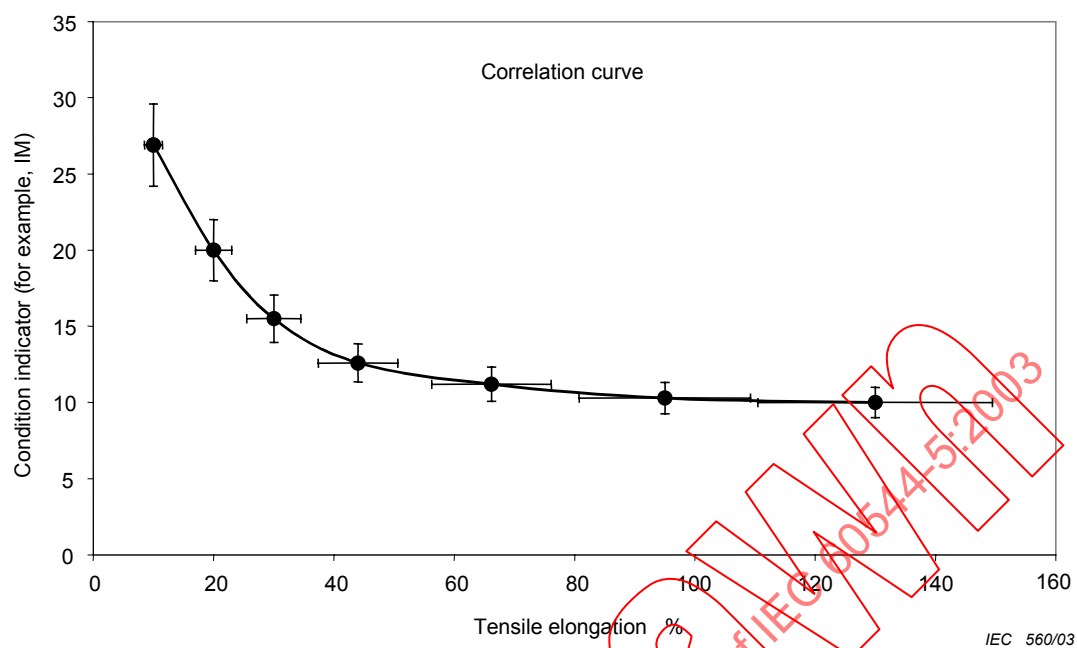


Figure 2 – Correlation curve derived from data in Figure 1 – Schematic

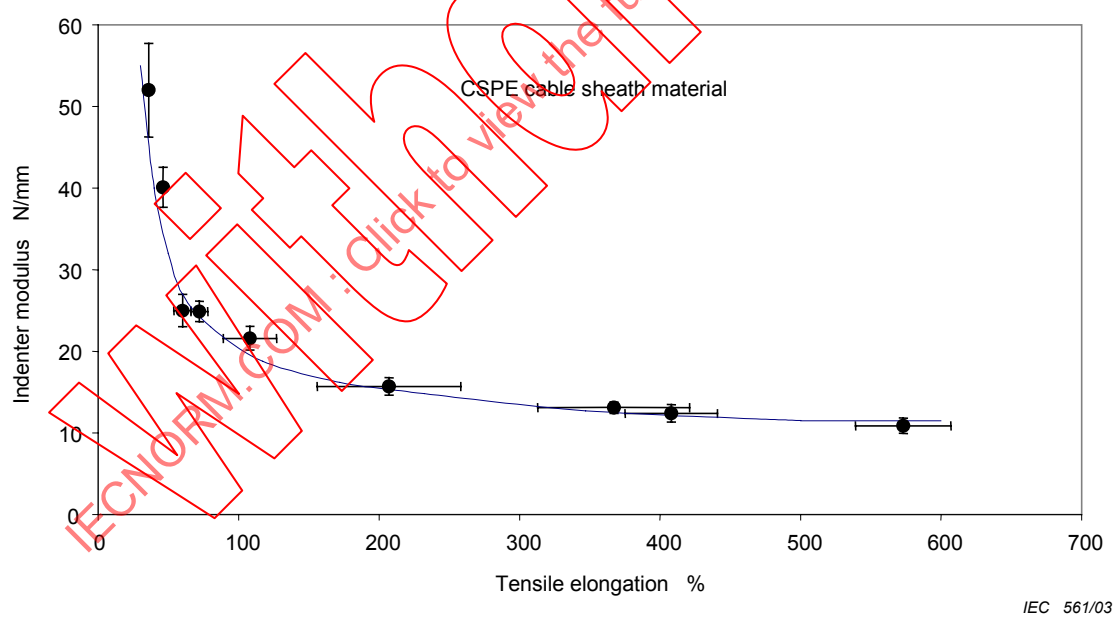


Figure 3 – Correlation curve for indenter modulus against tensile elongation for a CSPE cable jacket material [7]

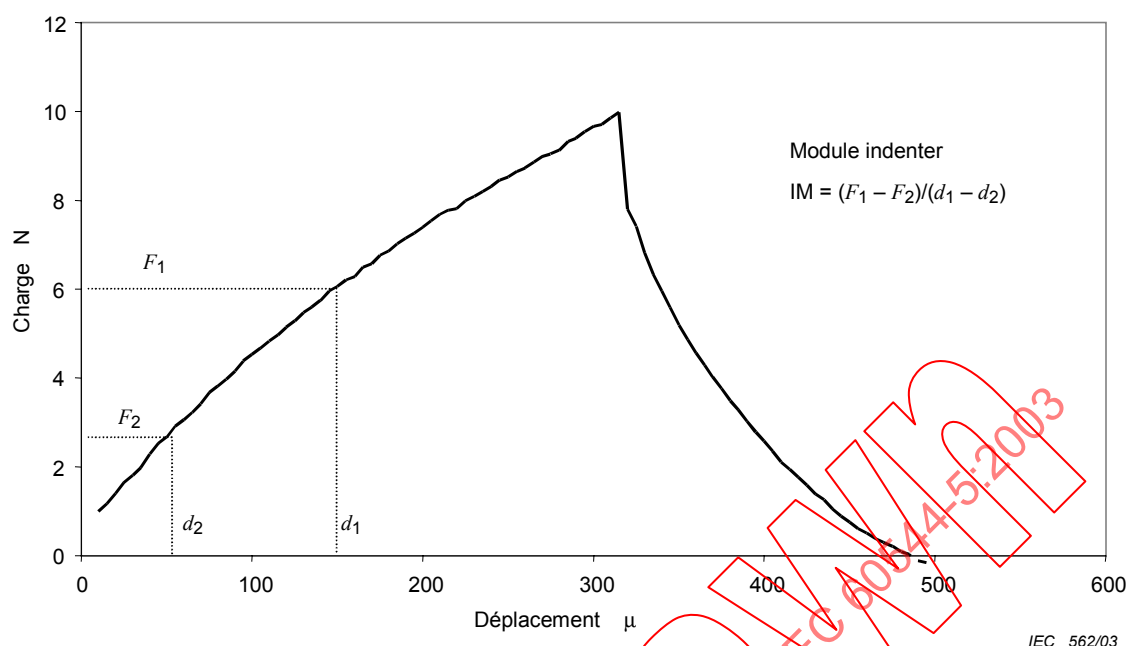


Figure 4 – Force type– Courbe de déplacement à partir des mesures «indenter», présentant la définition du module «indenter»

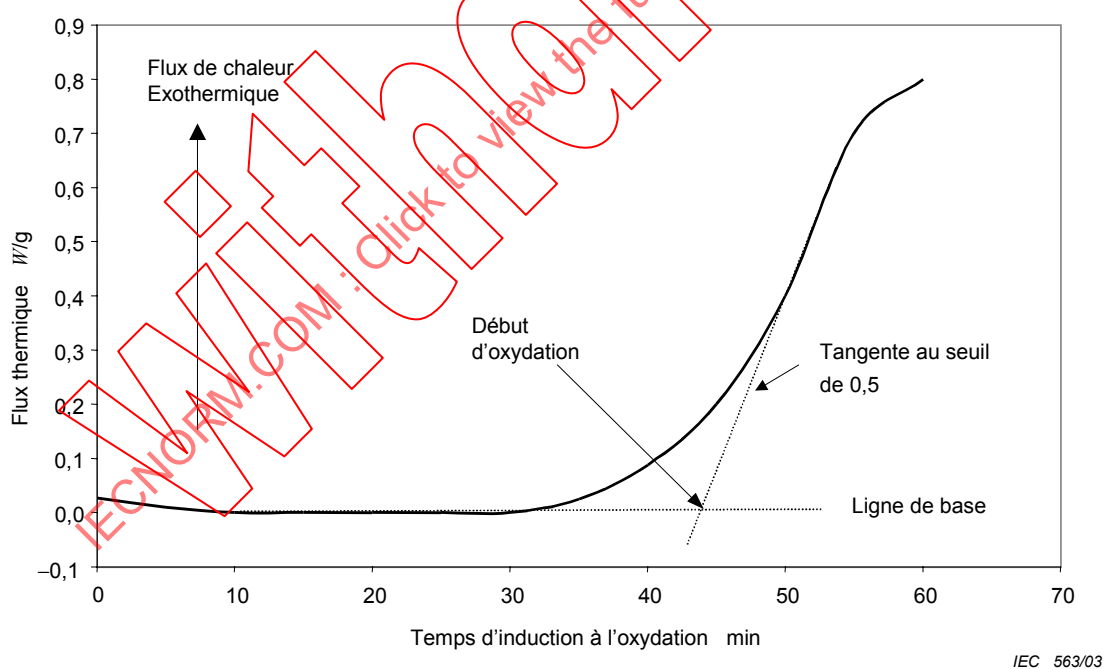


Figure 5 – Forme type de thermogramme d'un essai OIT, présentant une ligne de base et une détermination d'oxydation commençante (méthode B) – Courbe