

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
544-2**

Deuxième édition
Second edition
1991-08

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

**Deuxième partie:
Méthodes d'irradiation et d'essai**

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

**Part 2:
Procedures for irradiation and test**



**Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 544-2: 1991**

Numéros des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications 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.

Validité de la présente publication

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 la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement
(Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI)*.

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. 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.

Validity of this publication

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

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

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 to be found at the following IEC sources:

- IEC web site*
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates
(On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary (IEV)*.

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
544-2**

Deuxième édition
Second edition
1991-08

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

**Deuxième partie:
Méthodes d'irradiation et d'essai**

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

**Part 2:
Procedures for irradiation and test**

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

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

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

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



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

R

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

SOMMAIRE

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

CONTENTS

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

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

Deuxième partie: Méthodes d'irradiation et d'essai

AVANT-PROPOS

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

PRÉFACE

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

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

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

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

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

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

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

GUIDE FOR DETERMINING THE EFFECTS OF IONIZING
RADIATION ON INSULATING MATERIALS

Part 2: Procedures for irradiation and test

FOREWORD

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

PREFACE

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

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

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

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

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

The following IEC publications are quoted in this standard:

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

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

Autres publications citées:

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

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

Other publications quoted:

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

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

Deuxième partie: Méthodes d'irradiation et d'essai

1 Introduction

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

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

NOTE - Pour plus de détails, les utilisateurs de la présente norme se reporteront aux documents cités en référence à l'annexe B. Les documents qui ne sont pas publiés dans des revues diffusées à l'échelle internationale sont disponibles aux adresses indiquées à la fin des références.

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

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

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

GUIDE FOR DETERMINING THE EFFECTS OF IONIZING RADIATION ON INSULATING MATERIALS

Part 2: Procedures for irradiation and test

1 Introduction

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

Environmental conditions shall be well-controlled and documented during the measurement of radiation effects. Important environmental parameters include temperature, reactive medium, and mechanical and electrical stresses present during the irradiation. If air is present, radiation-induced species can enter into reactions with oxygen that would not occur in its absence. This is responsible for an observed influence of the absorbed dose rate for certain types of polymers if irradiated in air. As a result, the resistance may be as much as orders of magnitude lower than when the sample is irradiated under vacuum or in the presence of inert gas. This is generally called the "dose-rate effect", which is described and reviewed in references [1] to [14] of appendix B.

NOTE - For the user of this standard who wants to go into more detail, the cited references are listed in appendix B. In cases where these are not publications in internationally available journals, addresses where the cited scientific reports can be obtained are given at the end of the references.

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

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

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

Les réactions induites par rayonnement dépendent de la température. Une augmentation de la vitesse de réaction en fonction de la température peut se traduire par un effet synergique du rayonnement et de la chaleur. Les prévisions du vieillissement thermique les plus couramment utilisées proviennent de la méthode d'Arrhenius, qui repose sur une équation fondamentale de la cinétique chimique. Malgré les recherches considérables qui sont réalisées sans relâche sur les méthodes de vieillissement sous rayonnement, ce domaine est beaucoup moins développé [9]. On vérifie si des équations générales faisant intervenir la dose, le temps, l'énergie d'activation d'Arrhenius, le débit de dose et la température permettraient de modéliser des expériences de vieillissement [10-12]. Il est à noter qu'une application séquentielle de rayonnement et de chaleur, comme cela est souvent le cas, peut donner des résultats très différents selon l'ordre d'application et que les effets synergiques peuvent ne pas être simulés correctement [13], [14].

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

La première partie de la norme (CEI 544-1) constitue une introduction traitant, d'un point de vue très général, des problèmes liés à l'évaluation des effets des rayonnements. Elle fournit également un guide terminologique en dosimétrie, plusieurs méthodes de détermination de la dose d'exposition et de la dose absorbée, ainsi que des méthodes de calcul de la dose absorbée dans tout matériau spécifique selon la méthode de dosimétrie utilisée. La présente partie décrit des méthodes d'irradiation et d'essai. La quatrième partie (CEI 544-4) donne une définition d'un système de classification par catégories de la tenue aux rayonnements des matériaux isolants. Ce système comporte une série de paramètres caractérisant l'aptitude à l'emploi de tels matériaux sous rayonnement. Il s'agit d'un guide de sélection, de classement et de spécification des matériaux isolants. La précédente troisième partie (CEI 544-3) a été incorporée à la présente partie 2.

2 Domaine d'application et objet

Cette partie de la norme a, entre autres, pour objet de spécifier d'abord les contrôles qu'il faut exercer sur les conditions d'exposition pendant et après l'irradiation de matériaux isolants par des rayonnements ionisants, avant de déterminer les changements de propriétés physiques ou chimiques induits par rayonnement. Elle discute certaines des principales conditions d'irradiation possibles et spécifie les divers paramètres qui peuvent influencer sur les réactions induites par rayonnement dans ces conditions. L'objectif est de démontrer l'importance du choix d'échantillons, de conditions d'exposition et de méthodes d'essai appropriés pour déterminer les effets des rayonnements sur des propriétés convenablement choisies. Comme un grand nombre de matériaux peuvent être utilisés soit dans l'air, soit dans des environnements inertes, des conditions normales d'exposition sont recommandées pour chacune de ces situations. De plus, des exemples de rapports d'essai relatifs à plusieurs matériaux sont présentés dans l'annexe A.

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

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

The electrical and mechanical properties required of insulating materials and the acceptable amount of radiation-induced changes are so varied that it is not possible to establish acceptable properties within the framework of a recommendation. The same holds for the irradiation conditions. Therefore, this standard recommends only a few properties and irradiation conditions which previous experience has shown to be appropriate. The properties recommended are those that are especially sensitive to radiation. For a specific application other properties may have to be selected.

Part 1 of the standard (IEC 544-1) constitutes an introduction dealing very broadly with the problems involved in evaluating radiation effects. It also provides a guide to dosimetry terminology, several methods of determining the exposure and absorbed dose, and methods of calculating the absorbed dose in any specific material from the dosimetry method applied. The present part describes procedures for irradiation and test. Part 4 (IEC 544-4) defines a classification system to categorize the radiation endurance of insulating materials. It provides a set of parameters characterizing the suitability for radiation service. It is a guide for the selection, indexing and specification of insulating materials. The earlier part 3 (IEC 544-3) has been incorporated in the present part 2.

2 Scope and object

An important object of this part of the standard is to specify the controls which shall be maintained over the exposure conditions during and after the irradiation of insulating materials with ionizing radiation prior to the determination of radiation-induced changes in physical or chemical properties. A number of potentially significant irradiation conditions are discussed and various parameters which can influence the radiation-induced reactions under these conditions are specified. The objective is to emphasize the importance of selecting suitable specimens, exposure conditions and test methods for determining the effect of radiation on appropriately chosen properties. Since many materials are used either in air or in inert environments, standard exposure conditions are recommended for both of these situations. Example test reports for a number of materials are also included in appendix A of this standard.

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

3 Irradiation

3.1 Type de rayonnement et dosimétrie

La présente norme traite des types de rayonnement suivants:

- rayons X et gamma,
- électrons,
- protons,
- neutrons,
- rayons gamma et neutrons combinés (irradiation en «réacteur»).

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

Les changements causés par rayonnement sont liés à l'énergie de rayonnement absorbée, exprimée en dose absorbée. Les méthodes de dosimétrie recommandées sont énumérées dans la CEI 544-1. Les définitions de la dose absorbée, du débit de dose absorbée et des unités sont aussi données dans la CEI 544-1, mais elles sont reprises ici par souci de commodité.

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

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

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

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

Unités

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

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

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

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

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

3 Irradiation

3.1 Type of radiation and dosimetry

The following types of radiation are covered by the standard:

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

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

Radiation-induced changes are related to the absorbed radiation energy, expressed by the absorbed dose. Recommended methods of dosimetry are listed in IEC 544-1. The definitions of absorbed dose, absorbed dose rate and the units are also given in IEC 544-1 and repeated here for convenience.

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

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

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

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

Units

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

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

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

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

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

3.2 Conditions d'irradiation

Les conditions d'irradiation qui doivent être établies sont:

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

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

3.3 Préparation de l'échantillon

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

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

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

3.4 Méthodes d'irradiation

3.4.1 Régulation du débit de dose d'irradiation

Le débit d'exposition n'est en général pas uniforme dans le champ de rayonnement. De plus, il est réduit à cause de l'absorption d'énergie dans l'éprouvette même. C'est pourquoi la dose absorbée ne peut pas être homogène. Pour améliorer l'homogénéité, on peut recourir à des filtres, ou irradier les éprouvettes suivant plusieurs directions en les faisant traverser à vitesse constante le champ de rayonnement ou balayer l'éprouvette avec le faisceau de rayonnement. Des variations du débit de dose ne dépassant pas ± 15 % ne devraient pas modifier sensiblement les résultats (voir 3.2); toute variation supérieure à cette valeur recommandée doit être notée dans le rapport.

3.4.2 Régulation de la température d'irradiation

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

Les températures doivent être choisies dans les séries normalisées données dans la CEI 212.

3.2 *Irradiation conditions*

The irradiation conditions which must be established are:

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

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

3.3 *Sample preparation*

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

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

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

3.4 *Irradiation procedures*

3.4.1 *Irradiation dose-rate control*

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

3.4.2 *Irradiation temperature control*

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

The temperatures shall be chosen from the standardized series given in IEC 212.

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

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

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

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

3.4.3 Irradiation dans l'air

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

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

3.4.4 Irradiation dans un milieu autre que l'air

Les éprouvettes à irradier dans un gaz autre que l'air doivent être conditionnées dans un récipient à une pression de ≤ 1 Pa (10^{-5} bar) pendant au moins 8 h; le récipient est ensuite purgé trois fois avec le gaz. Après ces purges, les éprouvettes doivent être maintenues dans le récipient rempli de gaz, à la température de l'irradiation, jusqu'à ce qu'un équilibre approximatif entre l'éprouvette et le gaz soit atteint. Pendant l'irradiation, il est préférable de maintenir une circulation du gaz dans le récipient contenant l'éprouvette. Au besoin, on peut utiliser un récipient scellé à la condition que le gaz soit renouvelé périodiquement. Sceller le récipient pendant toute la durée de l'exposition n'est permis que s'il est impossible de faire autrement en raison de la nature de la source. La méthode doit être notée en détail dans le rapport.

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

The temperature of the specimens during irradiation shall be determined by the use of a supplementary specimen containing a temperature-measuring device, irradiated under the same conditions as the other specimens.

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

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

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

3.4.3 *Irradiation in air*

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

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

3.4.4 *Irradiation in a medium other than air*

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

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

3.4.5 Irradiation sous vide

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

3.4.6 Irradiation sous haute pression

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

3.4.7 Irradiation sous contrainte mécanique

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

3.4.8 Irradiation sous contrainte électrique

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

3.4.9 Méthodes combinées d'irradiation

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

3.5 Effets de post-irradiation

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

3.6 Conditions spécifiées d'irradiation

Les problèmes liés à l'évaluation des effets survenant dans des conditions d'utilisation à long terme par des essais de laboratoire à court terme sont traités dans l'article 1. Deux conditions d'irradiation permettant de mesurer les effets de l'oxygène en fonction du temps sont données ci-dessous:

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

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

3.4.5 *Irradiation in a vacuum*

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

3.4.6 *Irradiation at high pressure*

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

3.4.7 *Irradiation during mechanical stressing*

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

3.4.8 *Irradiation during electrical stressing*

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

3.4.9 *Combined irradiation procedures*

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

3.5 *Post-irradiation effects*

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

3.6 *Specified irradiation conditions*

Problems related to assessing the effects at long-term service conditions by short-term laboratory tests are discussed in clause 1. Two irradiation conditions are given below which are intended to provide a measure of the time-related oxygen effects:

- Short time exposure in non-oxidizing conditions, e.g. either in the absence of oxygen or for thick samples at high absorbed dose rates usually in excess of 1 Gy/s.

Since radiation heating can occur at high dose rates, the upper limit is governed by the specified test temperature.

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

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

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

4 Essai

4.1 Généralités

La résistance au rayonnement peut être caractérisée par:

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

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

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

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

4.2 Méthodes d'essai

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

- Long time exposure conditions in the presence of oxygen (ambient air) at low dose rates up to 3×10^{-2} Gy/s.

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

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

4 Test

4.1 General

The radiation resistance can be characterized by:

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

To establish radiation resistance the following points shall be defined:

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

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

4.2 Test procedures

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

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

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

Si l'application le justifie, l'utilisateur peut spécifier une autre propriété tirée du tableau I ou toute autre méthode. De plus, étant donné que la source de rayonnement et le récipient ont un volume limité dans lequel le champ de rayonnement est suffisamment uniforme, des restrictions pourraient être imposées sur la taille des éprouvettes.

4.3 Critères d'évaluation

4.3.1 Critères de point limite

Le critère de point limite peut être exprimé par la valeur absolue d'une propriété ou par un pourcentage de la valeur initiale. L'une ou l'autre méthode peut être utilisée pour classer les matériaux en fonction de leur résistance au rayonnement. Le tableau I présente des exemples de classement de matériaux en termes de pourcentage de la valeur initiale. L'évaluation d'un indice de rayonnement est donnée dans la CEI 544-4.

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

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

Type de matériaux	Propriétés à mettre à l'essai	Méthodes d'essai	Critères de point limite *
Plastiques rigides	- Résistance à la flexion - Contrainte de traction au seuil d'écoulement - Contrainte de traction à la rupture - Résistance au choc - Résistivité transversale et superficielle - Résistance d'isolement - Rigidité diélectrique	ISO 178 ISO/R 527 ISO/R 527 ISO 179 CEI 93 CEI 167 CEI 243-1	50 % 50 % 50 % 50 % 10 % 10 % 50 %
Plastiques souples	- Allongement à la rupture - Contrainte de traction au seuil d'écoulement - Contrainte de traction à la rupture - Résistance au choc - Résistivité transversale et superficielle - Résistance d'isolement - Rigidité diélectrique	ISO/R 527 ISO/R 527 ISO/R 527 ISO 179 CEI 93 CEI 167 CEI 243-1	50 % 50 % 50 % 50 % 10 % 10 % 50 %
Elastomères	- Allongement à la rupture - Contrainte de traction à la rupture - Dureté D.I.D.C. - Dureté Shore A - Déformation rémanente après compression - Résistivité transversale et superficielle - Résistance d'isolement - Rigidité diélectrique	ISO 37 ISO 37 ISO 48 ISO 868 ISO 815 CEI 93 CEI 167 CEI 243-1	50 % 50 % } Changement de 10 unités 50 % 10 % 10 % 50 %

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

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

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

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

4.3 Evaluation criteria

4.3.1 End-point criteria

The end-point criterion may be expressed as an absolute property value or a percentage of the initial value. Either method may be used to classify materials for radiation resistance. Table I provides examples of ranking materials using a percentage of the initial value. The assessment of a radiation index is given in IEC 544-4.

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

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

Type of material	Properties to be tested	Test procedures	End-point criteria *
Rigid plastics	- Flexural strength - Tensile strength at yield - Tensile strength at break - Impact strength - Volume and surface resistivity - Insulation resistance - Electric strength	ISO 178 ISO/R 527 ISO/R 527 ISO 179 IEC 93 IEC 167 IEC 243-1	50 % 50 % 50 % 50 % 10 % 10 % 50 %
Flexible plastics	- Elongation at break - Tensile strength at yield - Tensile strength at break - Impact strength - Volume and surface resistivity - Insulation resistance - Electric strength	ISO/R 527 ISO/R 527 ISO/R 527 ISO 179 IEC 93 IEC 167 IEC 243-1	50 % 50 % 50 % 50 % 10 % 10 % 50 %
Elastomers	- Elongation at break - Tensile strength at break - Hardness / IRHD - Hardness / Shore A - Compression set - Volume and surface resistivity - Insulation resistance - Electric strength	ISO 37 ISO 37 ISO 48 ISO 868 ISO 815 IEC 93 IEC 167 IEC 243-1	50 % 50 % } Change of 10 units 50 % 10 % 10 % 50 %

* The values given in per cent are expressed as a percentage of the initial value.

4.3.2 Valeurs de la dose absorbée

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

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

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

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

4.4 Evaluation

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

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

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

5 Rapport

Le rapport doit faire référence à la présente norme, indiquer tout écart par rapport aux méthodes recommandées dans la présente norme et contenir l'information suivante:

5.1 Matériau

La description du matériau à l'essai doit inclure toutes les données disponibles parmi les suivantes:

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

4.3.2 Values of the absorbed dose

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

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

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

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

4.4 Evaluation

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

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

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

5 Report

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

5.1 Material

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

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

5.2 Irradiation

Description de la source de rayonnement:

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

Spécification de la dose absorbée:

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

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

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

Date d'irradiation.

5.3 Essai

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

- critères de point limite;
- dose absorbée prescrite.

5.4 Résultats

Selon le cas (voir 4.4):

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

Date de l'essai de propriété.

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

5.2 Irradiation

Description of the radiation source:

Type, activity or beam power, kind and energy spectrum of radiation. For reactor irradiation, the proportion of γ -rays, thermal, epithermal and fast neutrons.

Specification of the absorbed dose:

Method of dosimetry, absorbed dose rates (with tolerances), period of irradiation and absorbed dose of the different specimens. For accelerators, list pulse repetition rate, pulse length and maximum flux density. Also list the traverse cycle of the specimen and "in-time" and "out-time".

For reactors and other neutron sources, make the calculation of absorbed dose rate on the basis of the flux density, determined separately for thermal, epithermal and fast neutrons, and for γ -rays.

Conditioning and irradiation procedure including pertinent details, for example temperature, atmosphere or medium, pressure, stress on specimen, container. Special post-irradiation treatment.

Date of irradiation.

5.3 Test

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

- end-point criteria;
- specified absorbed dose.

5.4 Results

As appropriate (see 4.4):

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

Date of property test.

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

Annexe A Exemples

EXEMPLE 1

Rapport d'essai d'irradiation, conformément à la CEI 544

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

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

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

4. **Résultats:** Voir tableau A1 et figure A1.

Tableau A1

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

Appendix A Examples

EXAMPLE 1

Radiation test report according to IEC 544

1. **Material:** Epoxy - Phenol - Novolac - Bisphenol A resin
Composition: Resin EPN 1138 + MY745 + CY221 (50:50:20),
hardener: HY905 (120),
accelerator: XB2687 (0,3)
Curing: 24 h at 120 °C
Application: Magnet coil insulation
Supplier: NN
2. **Irradiation**
Pool reactor, in water, 40 °C
Fast neutron flux ($E > 1$ MeV): 3×10^{12} n/cm² s
Thermal neutron flux: 5×10^{12} n/cm² s
Gamma dose rate: 400 Gy/s
Absorbed doses: 5×10^6 , 1×10^7 , $2,5 \times 10^7$, 5×10^7 Gy
Dosimetry method: Calorimeter and activation detectors
Irradiation date: xy
3. **Test**
Method: Flexural strength ISO178
Sample size: 80 mm x 10 mm x 4 mm
Critical property: Flexural strength at maximum load
End-point criterion: 50 % of initial value
Test date: xy
4. **Results:** See table A1 and figure A1.

Table A1

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

N° 297

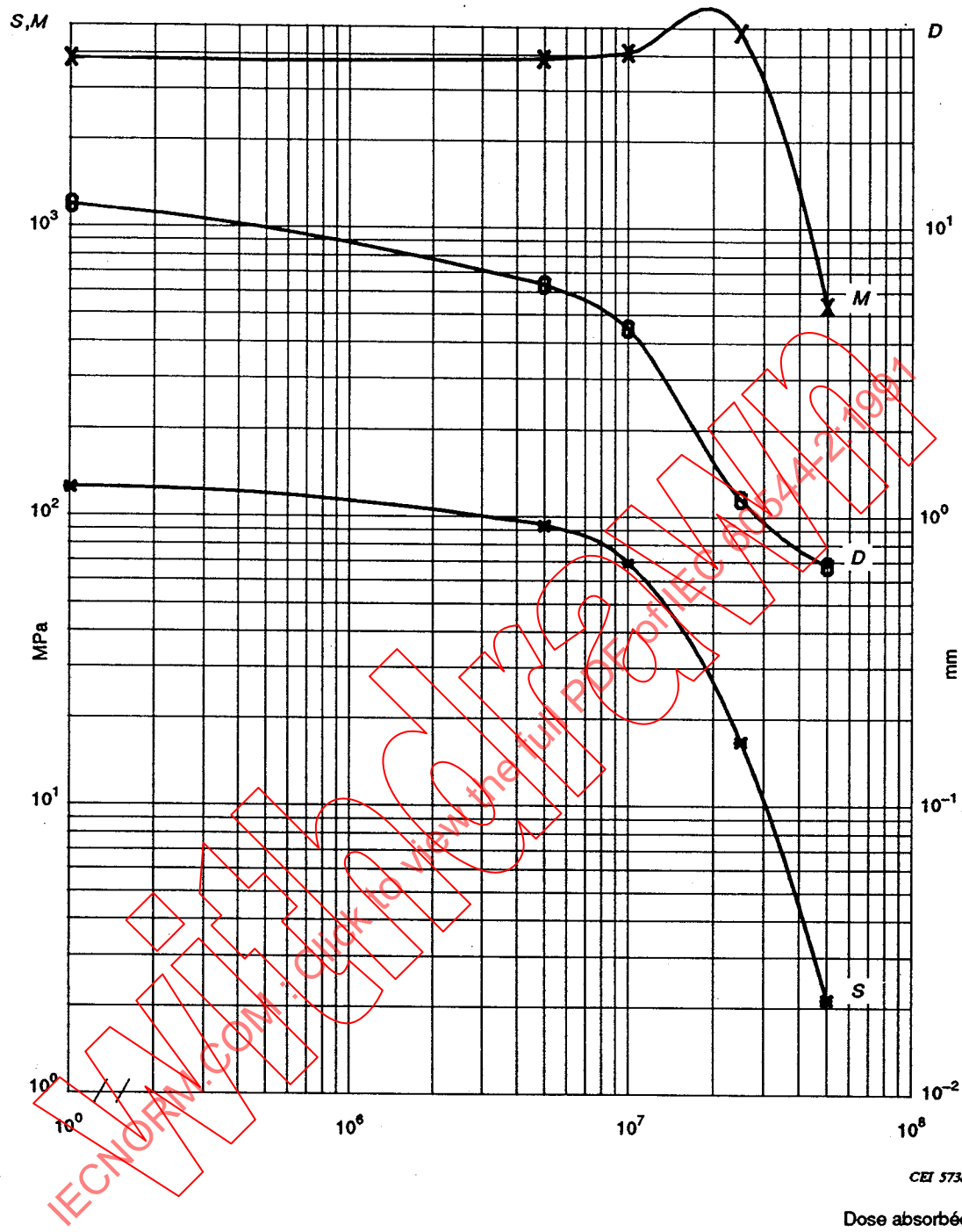


Figure A1 - Modification des propriétés mécaniques en fonction de la dose absorbée pour une isolation de bobine d'électro-aimant

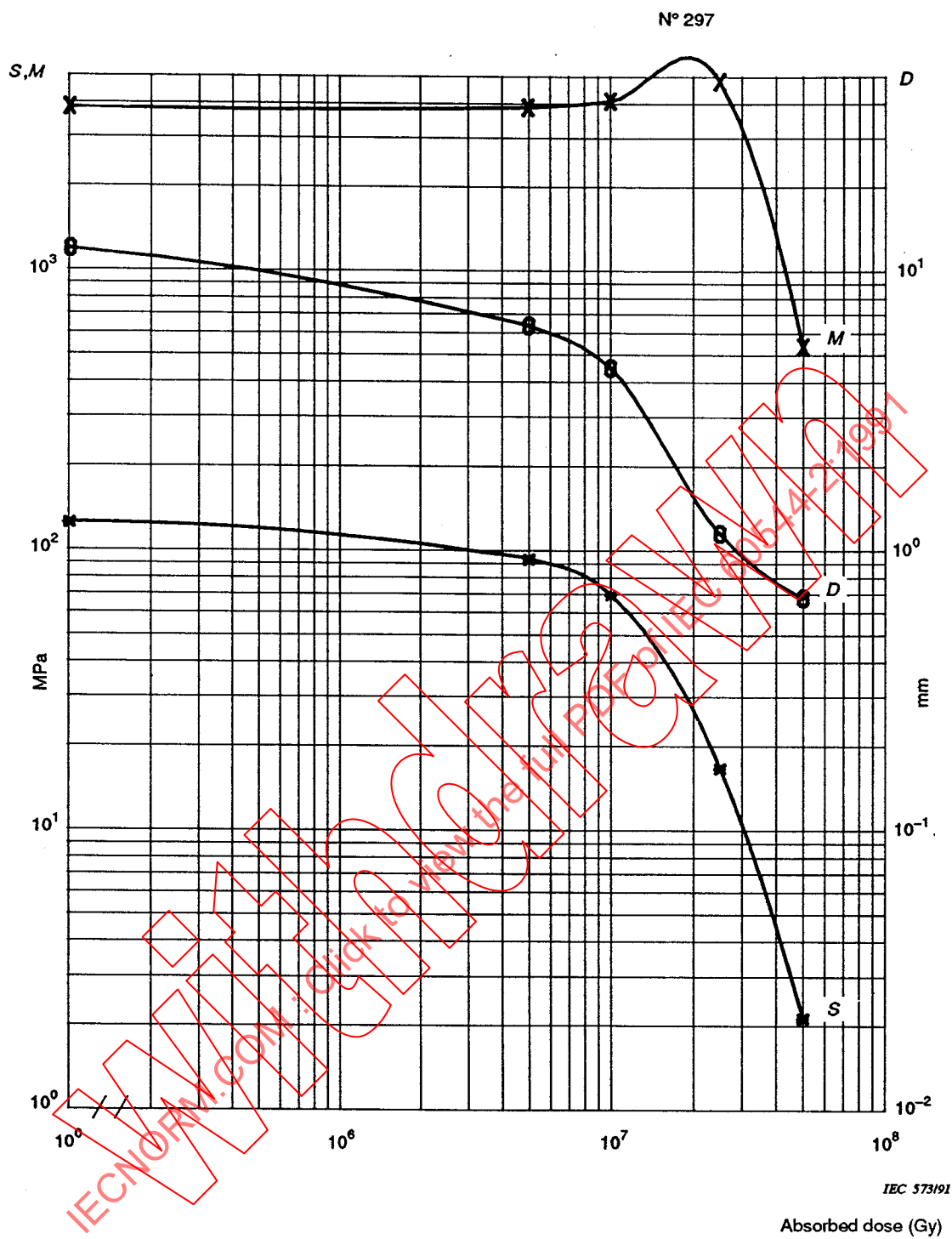


Figure A1 - Change of mechanical properties as a function of absorbed dose for magnet coil insulation