



IEEE

IEC/IEEE 62582-4

Edition 1.0 2011-08

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Nuclear power plants – Instrumentation and control important to safety –
Electrical equipment condition monitoring methods –
Part 4: Oxidation induction techniques**

**Centrales nucléaires de puissance – Instrumentation et contrôle-commande
importants pour la sûreté – Méthodes de surveillance de l'état des matériels
électriques –**

Partie 4: Techniques d'induction à l'oxydation

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2011



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2011 IEC, Geneva, Switzerland

Copyright © 2011 IEEE

All rights reserved. Unless otherwise specified, 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 being secured.

Requests for permission to reproduce should be addressed to either IEC at the address below or IEC's member National Committee in the country of the requester or from IEEE.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland
Email: inmail@iec.ch
Web: www.iec.ch

Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc.
3 Park Avenue
New York, NY 10016-5597
United States of America
Email: stds.ipr@ieee.org
Web: www.ieee.org

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About the IEEE

IEEE is the world's largest professional association dedicated to advancing technological innovation and excellence for the benefit of humanity. IEEE and its members inspire a global community through its highly cited publications, conferences, technology standards, and professional and educational activities.

About IEC/IEEE publications

The technical content of IEC/IEEE publications is kept under constant review by the IEC and IEEE. Please make sure that you have the latest edition; corrigenda or amendments might have been published.

- IEC catalogue of publications: www.iec.ch/searchpub

The IEC online catalogue enables you to search by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, withdrawn and replaced publications.

- IEEE products and services : www.ieee.org/go/shop

IEEE publishes nearly a third of the world's technical literature in electrical engineering, computer science, and electronics. Browse the latest publications including standards, draft standards, standards collections, and much more.

- IEC Just Published: www.iec.ch/online_news/justpub

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and also by monthly email.

- Electropedia: www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 20 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary online.

- Customer Service Centre: www.iec.ch/webstore/custserv

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please visit the Customer Service Centre FAQ or contact us:

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



IEEE

IEC/IEEE 62582-4

Edition 1.0 2011-08

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Nuclear power plants – Instrumentation and control important to safety –
Electrical equipment condition monitoring methods –
Part 4: Oxidation induction techniques**

**Centrales nucléaires de puissance – Instrumentation et contrôle-commande
importants pour la sûreté – Méthodes de surveillance de l'état des matériels
électriques –
Partie 4: Techniques d'induction à l'oxydation**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

U

ICS 27.120.20

ISBN 978-2-88912-666-8

CONTENTS

FOREWORD.....	4
INTRODUCTION.....	6
1 Scope and object.....	8
2 Terms and definitions	8
3 Abbreviations and acronyms.....	8
4 General description	9
5 Applicability and reproducibility	9
6 Measurement procedure	9
6.1 Stabilisation of the polymeric materials.....	9
6.2 Sampling	10
6.2.1 General	10
6.2.2 Sample requirements.....	10
6.2.3 Precautions	10
6.3 Sample preparation	10
6.4 Instrumentation	11
6.5 Calibration.....	11
6.6 OIT measurement method	11
6.6.1 Measurement procedure	11
6.6.2 Temperature profile	12
6.6.3 Gas flow	13
6.6.4 Determining the value of oxidation onset	13
6.6.5 Reporting	14
6.7 OITP measurement method.....	15
6.7.1 Measurement procedure	15
6.7.2 Temperature profile	16
6.7.3 Gas flow	16
6.7.4 Determining the value of oxidation onset	16
6.7.5 Reporting	16
Annex A (informative) Interpretation of thermograms	18
Annex B (informative) Example of a measurement report from OITP measurements	23
Annex C (informative) Influence of set temperature on the OIT value	25
Bibliography.....	26
Figure 1 – OIT measurement – Schematic of temperature and gas profile and corresponding heat flow	12
Figure 2 – Schematic showing the types of baselines (flat, sloping, endothermic dip, melting endotherm) observed for OIT and OITP measurements	13
Figure 3 – Schematic showing definition of onset value for OIT and OITP measurements	14
Figure 4 – Schematic of the temperature for OITP measurements and the corresponding heat flow	15
Figure A.1 – Example of an OIT plot with clear baseline and onset	18
Figure A.2 – Example of OIT plot with multiple onsets	19
Figure A.3 – Example of OIT plot where the baseline is difficult to define.....	20

Figure A.4 – Example of OIT plot where heat flow is too low to use standard $0,1 \text{ W}\cdot\text{g}^{-1}$ threshold	20
Figure A.5 – Example of an OITP plot with a well-defined baseline and onset	21
Figure A.6 – Example of an OITP plot for a semi-crystalline material showing a melting endotherm prior to the oxidation onset	22
Figure A.7 – Example of an OITP plot showing an endothermic dip immediately prior to the oxidation onset	22
Figure C.1 – Example of the influence of set temperature on the OIT value	25

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2011

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**NUCLEAR POWER PLANTS –
INSTRUMENTATION AND CONTROL IMPORTANT TO SAFETY –
ELECTRICAL EQUIPMENT CONDITION MONITORING METHODS –****Part 4: Oxidation induction techniques**

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation.

IEEE Standards documents are developed within IEEE Societies and Standards Coordinating Committees of the IEEE Standards Association (IEEE-SA) Standards Board. IEEE develops its standards through a consensus development process, approved by the American National Standards Institute, which brings together volunteers representing varied viewpoints and interests to achieve the final product. Volunteers are not necessarily members of IEEE and serve without compensation. While IEEE administers the process and establishes rules to promote fairness in the consensus development process, IEEE does not independently evaluate, test, or verify the accuracy of any of the information contained in its standards. Use of IEEE Standards documents is wholly voluntary. IEEE documents are made available for use subject to important notices and legal disclaimers (see <http://standards.ieee.org/IPR/disclaimers.html> for more information).

IEC collaborates closely with IEEE in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations. This Dual Logo International Standard was jointly developed by the IEC and IEEE under the terms of that agreement.

- 2) The formal decisions of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees. The formal decisions of IEEE on technical matters, once consensus within IEEE Societies and Standards Coordinating Committees has been reached, is determined by a balanced ballot of materially interested parties who indicate interest in reviewing the proposed standard. Final approval of the IEEE standards document is given by the IEEE Standards Association (IEEE-SA) Standards Board.
- 3) IEC/IEEE Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees/IEEE Societies in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC/IEEE Publications is accurate, IEC or IEEE cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications (including IEC/IEEE Publications) transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC/IEEE Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC and IEEE do not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC and IEEE are not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or IEEE or their directors, employees, servants or agents including individual experts and members of technical committees and IEC National Committees, or volunteers of IEEE Societies and the Standards Coordinating Committees of the IEEE Standards Association (IEEE-SA) Standards Board, for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC/IEEE Publication or any other IEC or IEEE Publications.
- 8) Attention is drawn to the normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that implementation of this IEC/IEEE Publication may require use of material covered by patent rights. By publication of this standard, no position is taken with respect to the existence or validity of any patent rights in connection therewith. IEC or IEEE shall not be held responsible for identifying Essential Patent Claims for which a license may be required, for conducting inquiries into the legal validity or scope of Patent Claims or determining whether any licensing terms or conditions provided in

connection with submission of a Letter of Assurance, if any, or in any licensing agreements are reasonable or non-discriminatory. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any patent rights, and the risk of infringement of such rights, is entirely their own responsibility.

International Standard IEC/IEEE 62582-4 has been prepared by subcommittee 45A: Instrumentation and control of nuclear facilities, of IEC technical committee 45: Nuclear instrumentation, in cooperation with the Nuclear Power Engineering Committee of the Power & Energy Society of the IEEE¹, under the IEC/IEEE Dual Logo Agreement between IEC and IEEE.

This publication is published as an IEC/IEEE Dual Logo standard.

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

FDIS	Report on voting
45A/842/FDIS	45A/851/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.

International standards are drafted in accordance with the rules given in the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts of IEC/IEEE 62582 series, under the general title *Nuclear power plants – Instrumentation and control important to safety – Electrical equipment condition monitoring methods*, can be found on the IEC website.

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

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

¹ A list of IEEE participants can be found at the following URL: http://standards.ieee.org/downloads/62582-4/62582-4-2011/62582-4-2011_wg-participants.pdf.

INTRODUCTION

a) Technical background, main issues and organisation of this standard

This part of this IEC/IEEE standard specifically focuses on oxidation induction methods for condition monitoring for the management of ageing of electrical equipment installed in nuclear power plants. The methods are primarily suited to samples taken from materials that are polyolefin-based, but they can also be used for some materials based on ethylene-propylene polymers and for some ethylene vinyl acetate materials.

This part of IEC/IEEE 62582 is the fourth part of the IEC/IEEE 62582 series. It contains detailed descriptions of condition monitoring based on oxidation induction measurements.

IEC/IEEE 62582 series is issued with a joint logo which makes it applicable to the management of ageing of electrical equipment qualified to IEEE as well as IEC Standards.

Historically, IEEE Std 323-2003 introduced the concept and role that condition based qualification could be used in equipment qualification as an adjunct to qualified life. In equipment qualification, the condition of the equipment for which acceptable performance was demonstrated is the qualified condition. The qualified condition is the condition of equipment, prior to the start of a design basis event, for which the equipment was demonstrated to meet the design requirements for the specified service conditions.

Significant research has been performed on condition monitoring techniques and the use of these techniques in equipment qualification as noted in NUREG/CR-6704, Vol. 2 (BNL - NUREG-52610).

It is intended that this IEC/IEEE standard be used by test laboratories, operators of nuclear power plants, systems evaluators, and licensors.

b) Situation of the current standard in the structure of the IEC SC 45A standard series

Part 4 of IEC/IEEE 62582 is the third level IEC SC 45A document tackling the specific issue of application and performance of oxidation induction measurements in the management of ageing of electrical instrument and control equipment in nuclear power plants.

Part 4 of IEC/IEEE 62582 is to be read in association with part 1 of IEC/IEEE 62582, which provides background and guidelines for the application of methods for condition monitoring of electrical equipment important to safety of nuclear power plants.

For more details on the structure of the IEC SC 45A standard series, see item d) of this introduction.

c) Recommendations and limitations regarding the application of this standard

It is important to note that this Standard establishes no additional functional requirements for safety systems.

d) Description of the structure of the IEC SC 45A standard series and relationships with other IEC documents and other bodies documents (IAEA, ISO)

The top-level document of the IEC SC 45A standard series is IEC 61513. It provides general requirements for I&C systems and equipment that are used to perform functions important to safety in NPPs. IEC 61513 structures the IEC SC 45A standard series.

IEC 61513 refers directly to other IEC SC 45A standards for general topics related to categorisation of functions and classification of systems, qualification, separation of systems,

defence against common cause failure, software aspects of computer-based systems, hardware aspects of computer-based systems, and control room design. The standards referenced directly at this second level should be considered together with IEC 61513 as a consistent document set.

At a third level, IEC SC 45A standards not directly referenced by IEC 61513 are standards related to specific equipment, technical methods, or specific activities. Usually these documents, which make reference to second-level documents for general topics, can be used on their own.

A fourth level extending the IEC SC 45A standard series, corresponds to the Technical Reports which are not normative.

IEC 61513 has adopted a presentation format similar to the basic safety publication IEC 61508 with an overall safety life-cycle framework and a system life-cycle framework and provides an interpretation of the general requirements of IEC 61508-1, IEC 61508-2 and IEC 61508-4, for the nuclear application sector. Compliance with IEC 61513 will facilitate consistency with the requirements of IEC 61508 as they have been interpreted for the nuclear industry. In this framework IEC 60880 and IEC 62138 correspond to IEC 61508-3 for the nuclear application sector.

IEC 61513 refers to ISO as well as to IAEA 50-C-QA (now replaced by IAEA GS-R-3) for topics related to quality assurance (QA).

The IEC SC 45A standards series consistently implements and details the principles and basic safety aspects provided in the IAEA code on the safety of NPPs and in the IAEA safety series, in particular the Requirements NS-R-1, establishing safety requirements related to the design of Nuclear Power Plants, and the Safety Guide NS-G-1.3 dealing with instrumentation and control systems important to safety in Nuclear Power Plants. The terminology and definitions used by SC 45A standards are consistent with those used by the IAEA.

IECNORM.COM : Click to view the PDF of IEC/IEEE 62582-4:2011

NUCLEAR POWER PLANTS – INSTRUMENTATION AND CONTROL IMPORTANT TO SAFETY – ELECTRICAL EQUIPMENT CONDITION MONITORING METHODS –

Part 4: Oxidation induction techniques

1 Scope and object

This part of IEC/IEEE 62582 specifies methods for condition monitoring of organic and polymeric materials in instrumentation and control systems using oxidation induction techniques in the detail necessary to produce accurate and reproducible measurements. It includes the requirements for sample preparation, the measurement system and conditions, and the reporting of the measurement results.

The different parts of IEC/IEEE 62582 are measurement standards, primarily for use in the management of ageing in initial qualification and after installation. Part 1 of IEC/IEEE 62582 includes requirements for the application of the other parts of IEC/IEEE 62582 and some elements which are common to all methods. Information on the role of condition monitoring in the qualification of equipment important to safety is found in IEEE Std 323.

2 Terms and definitions

For the purposes of this standard, the following terms and definitions apply.

2.1

Oxidation Induction Time (OIT)

relative measure of a stabilised material's resistance to oxidative decomposition, determined by the calorimetric measurement of the time interval to the onset of exothermic oxidation of the material at a specified temperature in an oxygen atmosphere, under atmospheric pressure

NOTE OIT is expressed in minutes (min).

2.2

Oxidation Induction Temperature (OITP)

calorimetric measurement of the temperature of the onset of exothermic oxidation of the material when subjected to a specified heating rate in an oxygen atmosphere, under atmospheric pressure

NOTE OITP is expressed in degrees Celsius (°C).

3 Abbreviations and acronyms

CSPE	chlorosulphonated polyethylene
DSC	differential scanning calorimeter
EPDM	ethylene propylene diene monomer
EPR	ethylene propylene rubber
EVA	ethylene vinyl acetate
OIT	oxidation induction time

OITP oxidation induction temperature

PE polyethylene

PEEK poly ether ether ketone

PVC poly vinyl chloride

XLPE cross-linked polyethylene

4 General description

Oxidation induction methods are based on the detection of the oxidation exotherm that occurs when a sample is heated in the presence of oxygen. This exotherm is sensitive to the level of degradation in some organic and polymeric materials and can be used as an indicator of ageing. There are two oxidation induction methods available, based on the time required to reach the onset of oxidation at a constant temperature (oxidation induction time – OIT) or based on the temperature at the onset of oxidation during a constant temperature ramp rate (oxidation induction temperature – OITP). The two methods are complementary, in that OITP is often effective in those materials where OIT is difficult to determine. OIT and OITP decrease with increasing degradation. The methods are related to the amount of antioxidants present in the material. As degradation proceeds, these antioxidants are depleted.

5 Applicability and reproducibility

The oxidation induction method is primarily suited to samples taken from materials (such as cable jackets or insulation) that are polyolefin-based (e.g. polyethylene PE, cross-linked polyethylene XLPE). It can also be used for some materials based on ethylene-propylene polymers (e.g. ethylene propylene rubber EPR, ethylene propylene diene EPDM) and for some ethylene vinyl acetate EVA materials. It is not applicable to high temperature polymers, such as poly ether ether ketone (PEEK).

The method is generally not suitable for chlorinated polymers (e.g. polyvinyl chloride PVC, chlorosulphonated polyethylene CSPE) because of the corrosive degradation products evolved during the measurements, which can damage the instrument. For these materials, smaller sample masses (1 mg to 2 mg) may enable the method to be used with care.

The method is not suitable for field use in the nuclear power plant but uses samples taken from the plant which are then measured in the laboratory. Each OIT measurement in the laboratory can take up to 90 min to complete for unaged samples, decreasing for heavily aged samples, whereas OITP measurements typically take 30 min to 40 min.

Measurements of OIT typically have a standard deviation of 5 % to 10 % of the mean value whereas measurements of OITP typically have a standard deviation of 1 % to 3 % of the mean value, both within the same laboratory and between different laboratories. Some of this variation arises from inhomogeneity of the sample materials, which becomes significant when making condition measurements on samples whose mass is very low. OITP measurements are usually more reproducible than OIT measurements but require baseline data for interpretation of the changes.

6 Measurement procedure

6.1 Stabilisation of the polymeric materials

An appropriate time period shall be allowed for the polymeric materials in recently manufactured equipments to stabilise before any condition monitoring or accelerated ageing

programmes are carried out. The time period over which the polymeric materials stabilise is normally dependent on the processing additives and polymer composition. If manufacturers' stabilisation time data are not available, a period of 6 months shall be allowed.

6.2 Sampling

6.2.1 General

Measurements of OIT or OITP provide information on the status of the equipment only at the specific location which has been sampled. The selection of the sample locations for condition monitoring shall be made based on the environmental conditions in representative areas during plant operation. It is important that these locations represent as wide a range of ageing conditions as possible with special consideration given to locations where ageing conditions could be severe, e.g. hotspots. The location of the sampling and available information about the environmental time history at the sample location selected shall be documented.

6.2.2 Sample requirements

To enable up to 5 measurements to be made on one specific sample, a minimum of 50 mg of material is needed. The material to be sampled shall be cleaned of surface debris. No solvents shall be used to clean the surface. Samples typically may take the form of slivers or scrapings of material taken from the surface of a cable jacket or a thin slice through insulation at a termination. The location of the sampling position shall be noted, including its radial distribution (i.e. whether it is a surface sample or a through thickness slice).

Sampling and measurement procedures shall comply with local instructions, taking into account the safety of personnel and equipment

Care shall be taken to avoid unsuitable conditions in storage during the time period between sampling and measurements. It is recommended that samples be stored in the dark at temperatures not exceeding 25 °C and at humidity conditions within 45 % and 75 %.

6.2.3 Precautions

When taking samples for OIT/OITP in the field, the equipment shall be visually inspected before and after the sampling in order to document that the equipment is not damaged.

If samples are to be taken from operational equipment in plant, the impact of such sampling on future operational use and qualification of such equipment shall be evaluated prior to sampling.

NOTE Where removal of material from operational equipment is considered detrimental to qualification or future use, the equipment should be removed from service or repaired according to the utility's local procedures to ensure that qualification is maintained.

6.3 Sample preparation

Samples for each OIT or OITP measurement shall be in the range 10 mg $\pm$ 2 mg in weight. Each sample shall be chopped into pieces with max dimensions of 1 mm. It is recommended that the chopped sample should be screened with a mesh to provide a particle size not greater than 0,85 mm as consistent sample preparation is important to enable reproducible oxidation of the sample during measurement. The chopped sample shall be placed into a sample pan appropriate to the instrument being used.

The sample pans shall be of aluminium and be open or have lids with holes or mesh to allow free access for oxygen during the measurement. A minimum of three samples shall be measured.

NOTE 1 If smaller sample weights need to be used, e.g. for chlorinated materials, this should be noted in the measurement report.

NOTE 2 If the results of measurements on three samples have a standard deviation >10 % of the mean value for OIT or >3 % of the mean value for OITP, an additional two samples should be measured.

6.4 Instrumentation

The instrument used for oxidation induction measurements shall be capable of determining exotherms in the sub-milliwatt range, e.g. a differential scanning calorimeter (DSC). It shall be capable of maintaining an isothermal stability of $\pm 0,3$ °C over the duration of the measurement, typically up to 90 min. The temperature ramp rate shall be programmable.

The instrument shall allow purging of the sample chamber with specific gases at a controllable rate. The distance between the gas-switching point and the instrument cell needs to be kept as short as possible, with a dead time of less than 1 min, to minimise the switching volume. Accordingly, for a flow rate of $75 \text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$, the dead volume shall be less than 75 ml.

For analysis purposes, the difference in heat flow between a reference pan and the sample pan as a function of time (for OIT measurements) or temperature (for OITP measurements) shall be measured.

6.5 Calibration

The instrument shall be calibrated according to the manufacturer's recommendations and the relevant QA (quality assurance) procedure, using a suitable calibration standard for the temperature ranges being used (e.g. lead/indium/tin). Measurement of a reference sample shall be carried out prior to each batch of OIT or OITP measurements to verify this calibration.

6.6 OIT measurement method

6.6.1 Measurement procedure

The measurement procedure is illustrated in Figure 1. It includes the following steps.

- The sample is heated in nitrogen at a rate of temperature rise of $50 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ until $10 \text{ }^{\circ}\text{C}$ below the set temperature T_{set} . The ramp rate is then reduced to $5 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ to reach the set temperature.
- The sample is then held for 2 min at the set temperature in nitrogen after which the atmosphere in the instrument is switched to oxygen.
- The oxidation exotherm is detected by a rapid increase in heat flow.
- The time from switching the atmosphere to oxygen until the sample starts oxidising is determined. This time is the oxidation induction time.

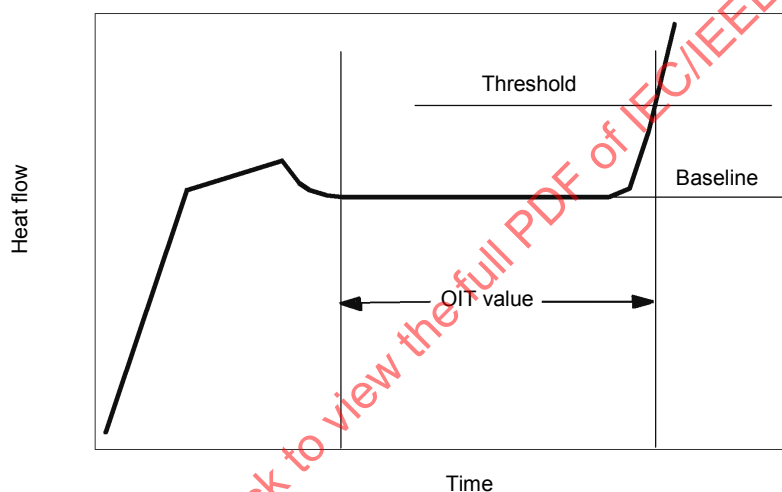
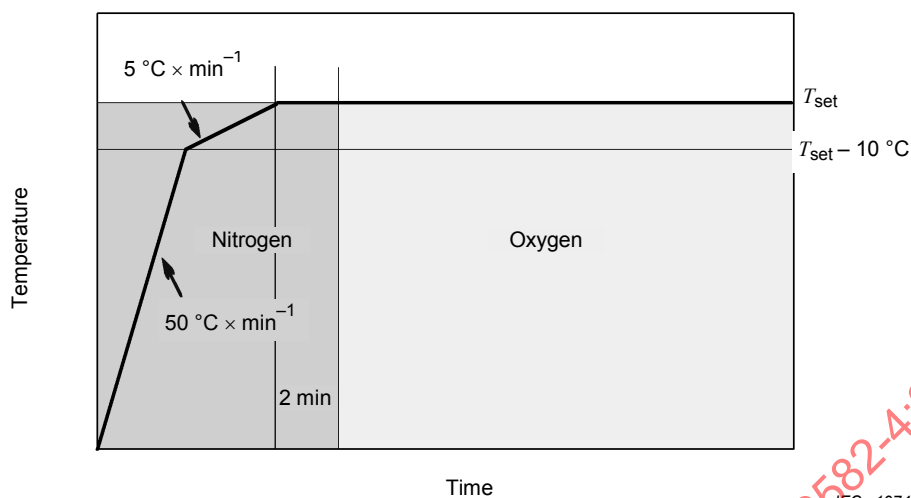


Figure 1 – OIT measurement – Schematic of temperature and gas profile and corresponding heat flow

6.6.2 Temperature profile

The reproducibility of OIT measurements is dependent on using a standardised thermal history. T_{set} for OIT measurements shall be 210 °C , provided that the oxidation induction time for unaged material is at least 30 min. The OIT value is highly dependent on T_{set} selected, see example in Annex C. If the OIT is less than 30 min for unaged material, then T_{set} shall be reduced in 10 °C increments until the OIT is > 30 min. If the OIT is > 90 min for unaged material, then T_{set} shall be increased in 10 °C increments until the OIT is < 90 min. Once the value of T_{set} has been selected for a specific material, the same value shall be used for all subsequent measurements on that material.

NOTE OIT > 90 min for unaged material is acceptable provided that the heat flow observed during the oxidation exotherm is sufficient to exceed the required threshold value (see 6.6.4.2).

6.6.3 Gas flow

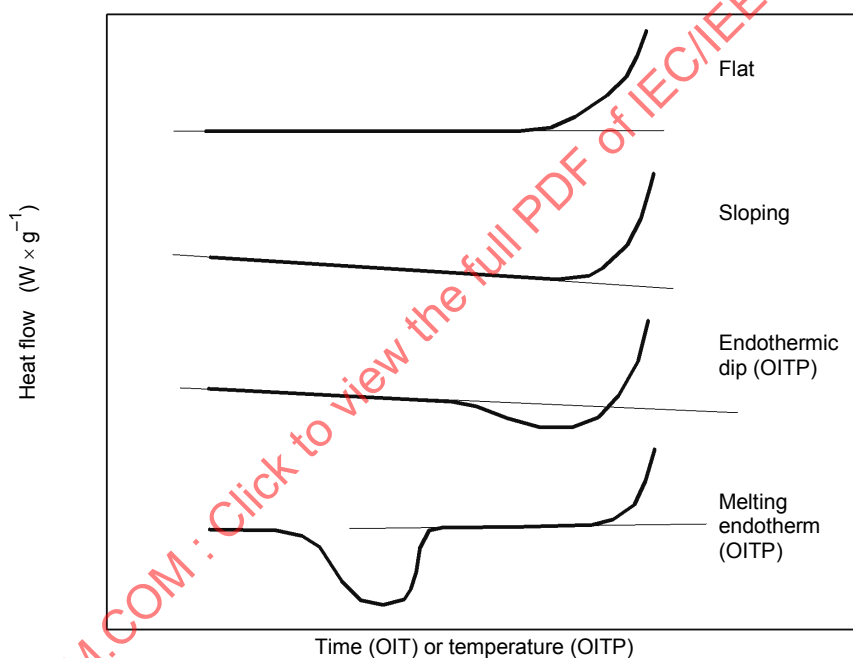
The flow rate for oxygen during OIT tests shall be $75 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1} \pm 25 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$. The flow rate for nitrogen during the initial phase of OIT tests is not critical but it is recommended that $75 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1} \pm 25 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ be used.

NOTE Oxidation induction measurements can be affected by the oxygen flow rate used during the tests. For low flow rates ($<50 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$), this can result in increased induction times in OIT tests. For the range of flow rates from $50 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ to $100 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$, oxidation induction times are not strongly dependent on the oxygen flow rate.

6.6.4 Determining the value of oxidation onset

6.6.4.1 Definition of the baseline

The threshold for oxidation induction is measured relative to a baseline, as shown in Figure 2. There will usually be a period of constant heat flow prior to the onset of oxidation; this is used as the baseline. In some materials, there is a linear change in heat flow before the onset of oxidation. This can also be used as a baseline and is referred to as a sloping baseline.

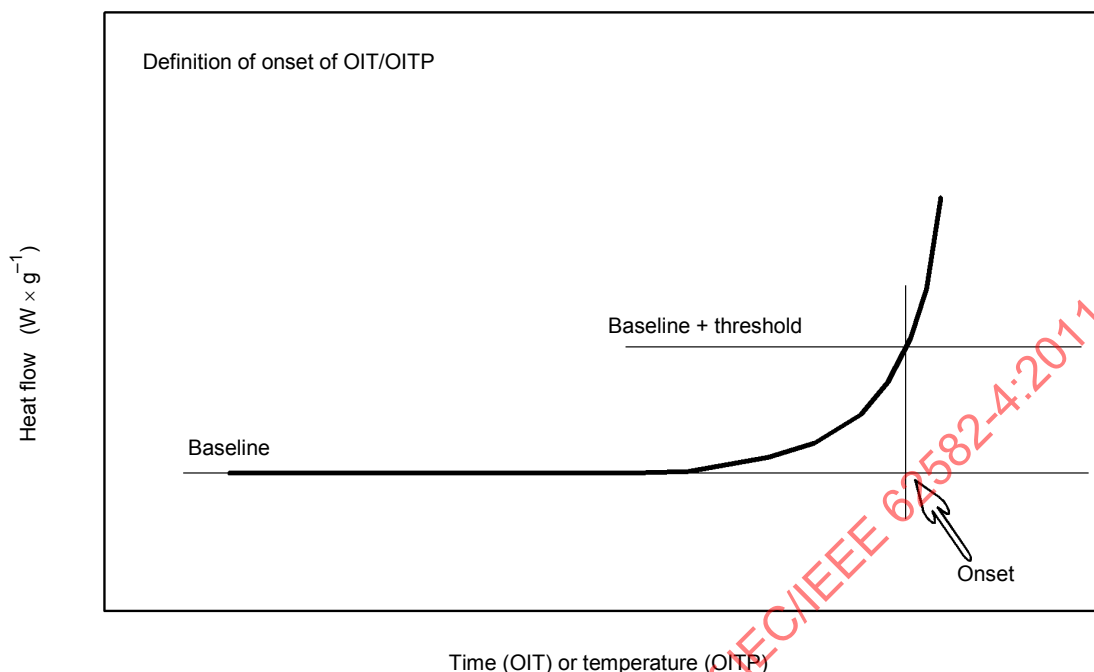


IEC 1976/11

Figure 2 – Schematic showing the types of baselines (flat, sloping, endothermic dip, melting endotherm) observed for OIT and OITP measurements

6.6.4.2 Definition of the threshold and onset time

The threshold shall be defined at $0,1 \text{ W} \cdot \text{g}^{-1}$ relative to the baseline. The onset time is defined by the intersection of the test curve with the threshold relative to the baseline, as shown in Figure 3.



IEC 1977/11

Figure 3 – Schematic showing definition of onset value for OIT and OITP measurements

Examples of the types of OIT thermogram that are observed in practice are given in Annex A.

6.6.5 Reporting

The measurement report shall include the following items.

- a) Identification of the equipment sampled. This shall include:
 - details of the material being sampled, e.g. the generic polymer type, specific formulation numbers;
 - where the sample was taken from, e.g. surface scraping, through thickness slice;
 - for samples taken in plant, location within the plant.
- b) Pre-history of the equipment sampled. This shall include:
 - time in service, or ageing time for laboratory aged samples;
 - the environmental conditions to which it has been exposed, e.g. temperature, radiation.
- c) Sampling method, including sample preparation (6.3).
- d) Place and date of the measurements.
- e) Instrument used and software version used for analysis (6.4).
- f) Calibration procedure (6.5).
- g) Type of sample pan used (6.3).
- h) Oxygen flow rate during test (6.6.3).
- i) Temperature profile, including ramp rates and hold times (6.6.2).

NOTE If the instrument is capable of generating the information, the actual temperature profile should be included.

- j) Baseline type and the rationale for using that specific baseline (6.6.4.1).
- k) Onset type and the rationale for the selection of the onset in multiple onsets.
- l) Threshold value used and the rationale if a non-standard value is used (6.6.4.2).
- m) Number of samples measured (6.3).
- n) Mean value of OIT, and standard deviation, in minutes.
- o) Examples of the heat flow vs. time plot, particularly if the material does not show a flat baseline with single well-defined onset.

6.7 OITP measurement method

6.7.1 Measurement procedure

The measurement procedure is illustrated in Figure 4. It includes the following steps:

- The sample is heated in the instrument in oxygen at $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$
- The oxidation exotherm is detected by a rapid increase in heat flow
- The temperature at which the sample starts oxidising is determined. This is the oxidation induction temperature.

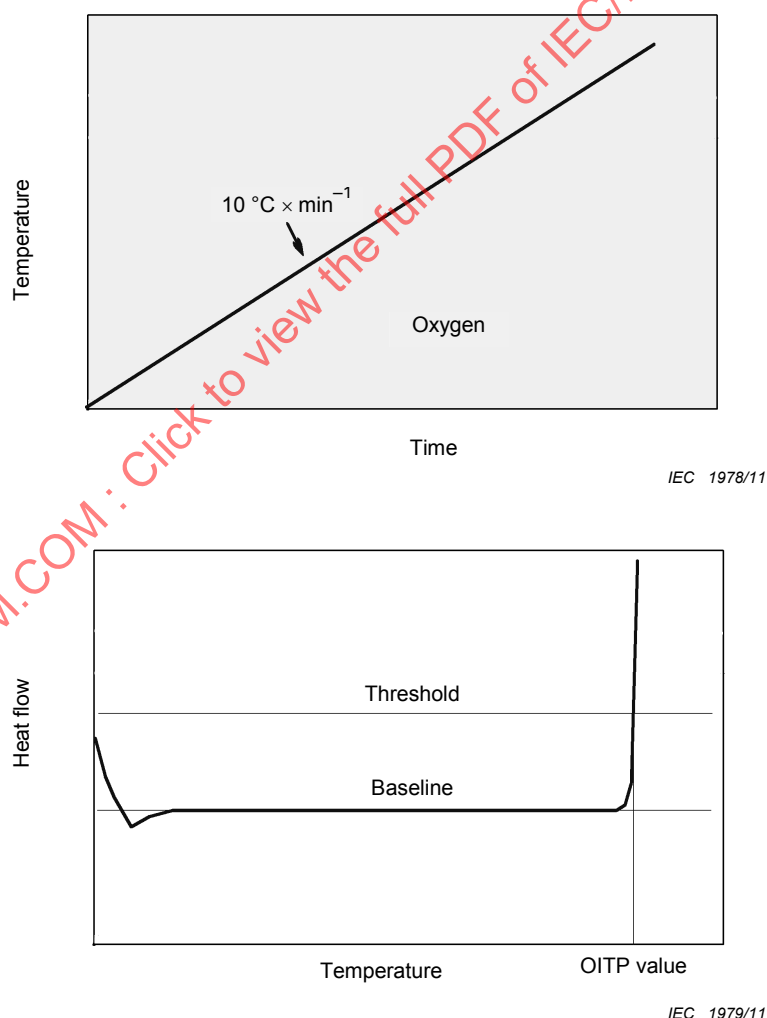


Figure 4 – Schematic of the temperature for OITP measurements and the corresponding heat flow

6.7.2 Temperature profile

The temperature ramp rate shall be $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ in oxygen from the start temperature until the oxidation onset is observed. When carrying out consecutive measurements, the starting temperature shall be $< 50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.7.3 Gas flow

The flow rate for oxygen during OITP measurements shall be $75\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1} \pm 25\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$.

NOTE Oxidation induction measurements can be affected by the oxygen flow rate used during the tests. For low flow rates ($< 50\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$), this can result in increased induction temperatures in OITP tests. For the range of flow rates from $50\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$ to $100\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$, oxidation induction temperatures are not strongly dependent on the oxygen flow rate.

6.7.4 Determining the value of oxidation onset

6.7.4.1 Definition of the baseline

The threshold for oxidation induction is measured relative to a baseline, as shown in Figure 2. There will usually be a period of constant heat flow prior to the onset of oxidation; this is used as the baseline. In some materials, there is a linear change in heat flow before the onset of oxidation. This can also be used as a baseline and is referred to as a sloping baseline.

6.7.4.2 Definition of the threshold and onset temperature

The threshold shall be defined at $0,5\text{ W}\cdot\text{g}^{-1}$ relative to the baseline. The onset temperature is defined by the intersection of the test curve with the threshold relative to the baseline, as shown in Figure 3.

NOTE Heat flows during OITP measurements are considerably higher than in OIT measurements. The selection of a higher threshold value than that used for OIT measurements enables a more consistent value to be obtained for the onset.

Examples of the types of OITP thermogram that are observed in practice are given in Annex A.

6.7.5 Reporting

The measurement report shall include the following items.

- a) Identification of the equipment sampled. This shall include:
 - details of the material being sampled e.g. the generic polymer type, specific formulation numbers;
 - where the sample was taken from, e.g. surface scraping, through thickness slice;
 - for samples taken in plant, location within the plant.
- b) Pre-history of the equipment sampled. This shall include:
 - time in service, or ageing time for laboratory aged samples;
 - the environmental conditions to which it has been exposed, e.g. temperature, radiation.
- c) Sampling method, including sample preparation (6.3).
- d) Instrument used and software version used for analysis (6.4).
- e) Place and date of the measurement.
- f) Calibration procedure (6.5).
- g) Type of sample pan used (6.3).
- h) Oxygen flow rate (6.7.3).
- i) Temperature ramp rate.

NOTE If the instrument is capable of generating the information, the actual temperature profile should be included.

- j) Baseline type and the rationale for using that specific baseline (6.7.4.1).
- k) Threshold value used and the rationale if a non-standard value is used (6.7.4.2).
- l) Number of samples measured.
- m) Mean value of OITP, and standard deviation, in °C.
- n) Examples of the heat flow versus temperature plot, particularly if the material does not show a flat baseline with a well-defined onset.

An example of a measurement report is given in Annex B.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2011

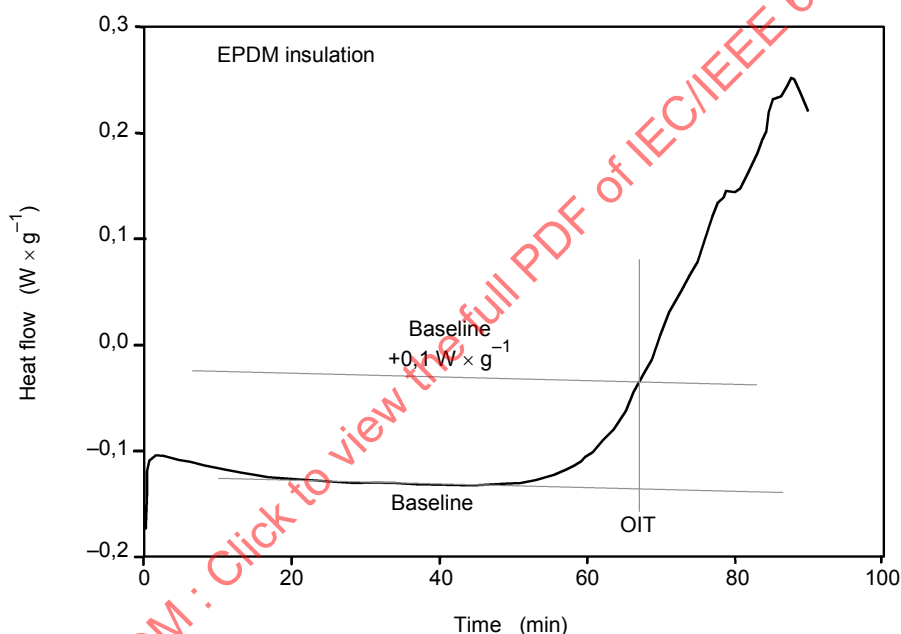
Annex A (informative)

Interpretation of thermograms

A.1 Interpretation of OIT thermograms

The ideal OIT plot of heat flow versus time (as shown in Figure 3) is rarely seen in practice. More usually, the baseline is sloping or is difficult to define. Some of the types of plot that are observed are shown below. The approach that could be used for each type is briefly discussed. All of the examples are taken from actual OIT plots.

Where there is a clear baseline and a well-defined onset, it is straight forward to define the baseline and the onset value at the threshold of $0,1 \text{ W} \cdot \text{g}^{-1}$, as shown in Figure A.1.



IEC 1980/11

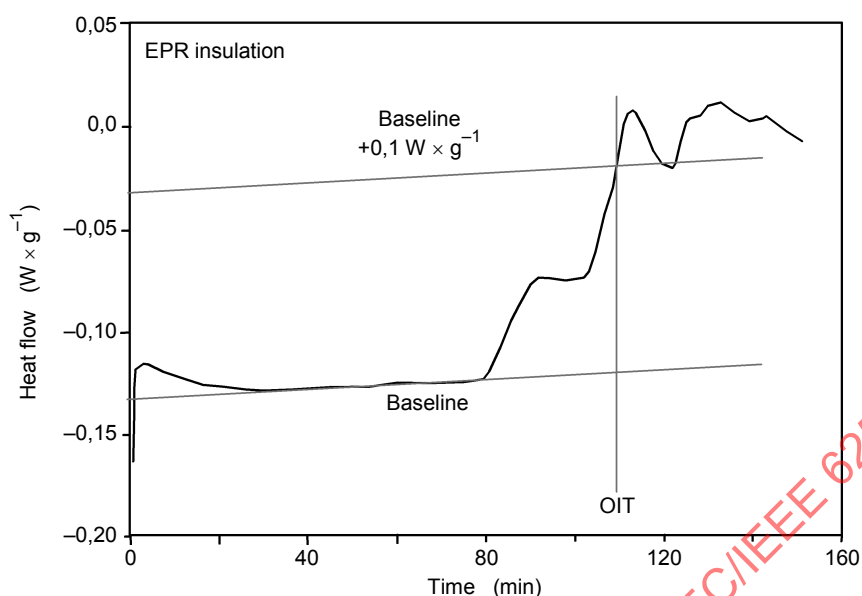
[Set temperature 210 °C]

Figure A.1 – Example of an OIT plot with clear baseline and onset

Multiple onsets are often seen in EPR and EVA based materials. In this case, the standard threshold value of $0,1 \text{ W} \cdot \text{g}^{-1}$ may ignore one of the onsets, as shown in Figure A.2. However, the first onset may be important in defining degradation so it may be appropriate for an additional value of the threshold to be used. Alternatively, several onset values may be determined at different threshold levels. Where this is the case, the rationale for selecting the threshold and onset should be given in the measurement report.

In the two examples shown in Figures A.1 and A.2, the baseline was relatively simple to define, with a good section of either constant heat flow or linearly increasing heat flow. However, in many cases it is not obvious how to define the baseline. The example in Figure A.3 shows one of this type of plot. One could use the short section of linearly increasing baseline (baseline 2) or use the minimum value of the heat flow (baseline 1). Note that the choice of baseline makes a large difference to the value of the onset time, particularly where the onset of oxidation is gradual, as in this example. It is therefore very important to use a consistent definition of the baseline between measurements. This variation in onset value

depending on the baseline used is one of the reasons why measurements of OIT from different laboratories can be variable.

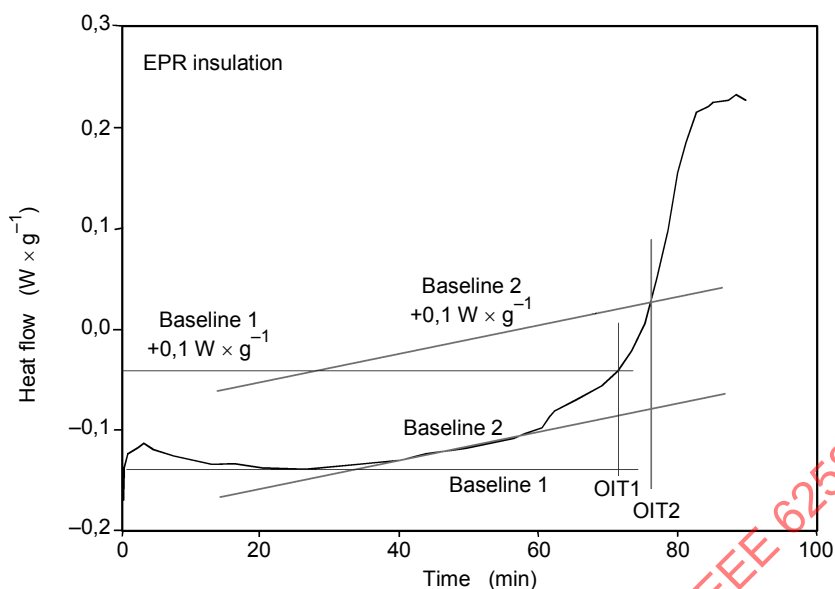


IEC 1981/11

[Set temperature 210 °C]

Figure A.2 – Example of OIT plot with multiple onsets

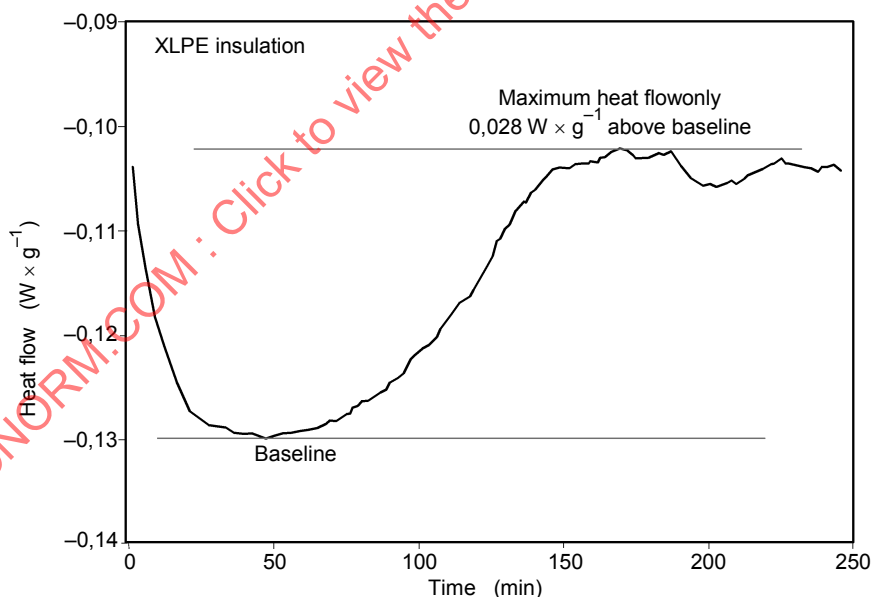
Another area that can cause problems of interpretation is where the heat flows during oxidation are too low for the standard threshold value of $0,1 \text{ W} \cdot \text{g}^{-1}$ to be appropriate. In the example shown in Figure A.4, the maximum heat flow observed is only $0,028 \text{ W} \cdot \text{g}^{-1}$ above the minimum and there is no clearly defined baseline (note that the long timescale of the test has compressed the time axis relative to the other examples). For this material, one could use the minimum heat flow as the baseline and use a lower threshold value to define the onset. However, the test plot indicates that, for this particular material, the OIT measurement procedure was not appropriate. Note that the long time scale and low heat flow indicate that the temperature selected for the test was too low.



IEC 1982/11

[Set temperature 210 °C]

Figure A.3 – Example of OIT plot where the baseline is difficult to define



IEC 1983/11

[Set temperature 190 °C]

Figure A.4 – Example of OIT plot where heat flow is too low to use standard 0,1 $W \cdot g^{-1}$ threshold

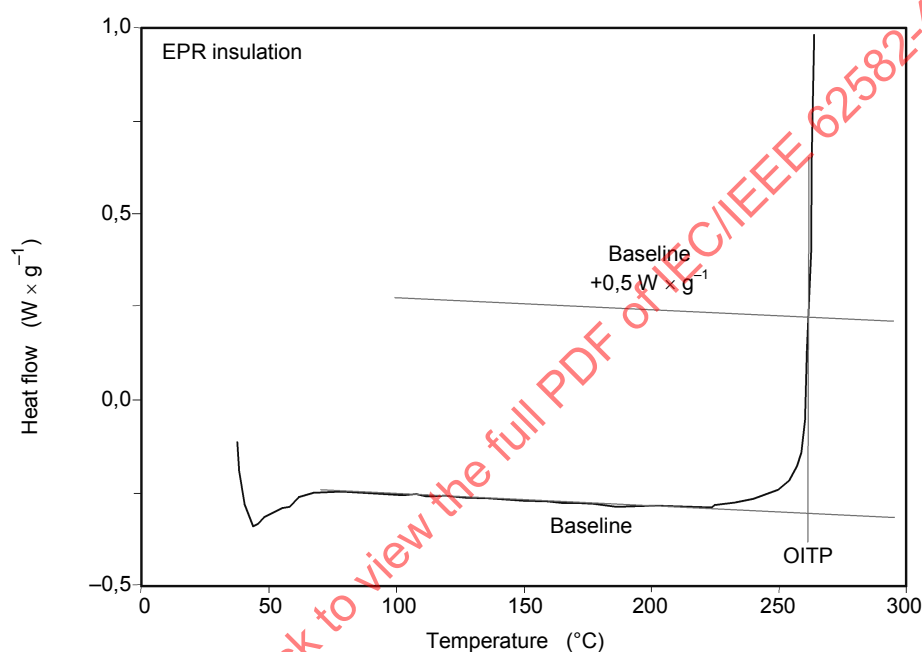
A.2 Interpretation of OITP thermograms

Interpretation of OITP plots are usually more straightforward than for OIT plots. This is because baselines are usually consistent and single onsets with a high heat flow are normally observed. This makes definition of the onset value less dependent on the baseline used.

Figure A.5 shows the type of plot seen in an OITP measurement on a non-crystalline polymer sample.

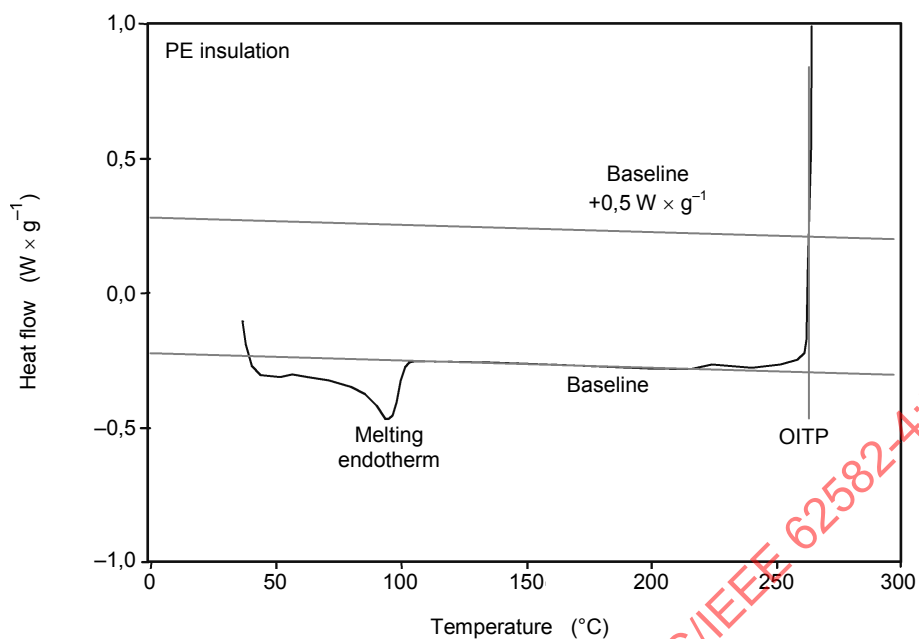
In materials which are semi-crystalline e.g. XLPE, a melting endotherm will be observed. This is usually at a much lower temperature than the oxidation onset, so that a suitable baseline can still be defined. Figure A.6 shows an example of the OITP plot for a semi-crystalline material.

EPR and EVA based materials often show a small endothermic dip immediately prior to the onset of oxidation. In this case, the baseline should be defined prior to the endothermic dip, as shown in Figure A.7. If the lowest point of the endotherm is used instead (baseline 2 in Figure A.7), this should be stated clearly in the measurement report. It can be seen that the value of the onset temperature is not strongly dependent on the baseline selected.



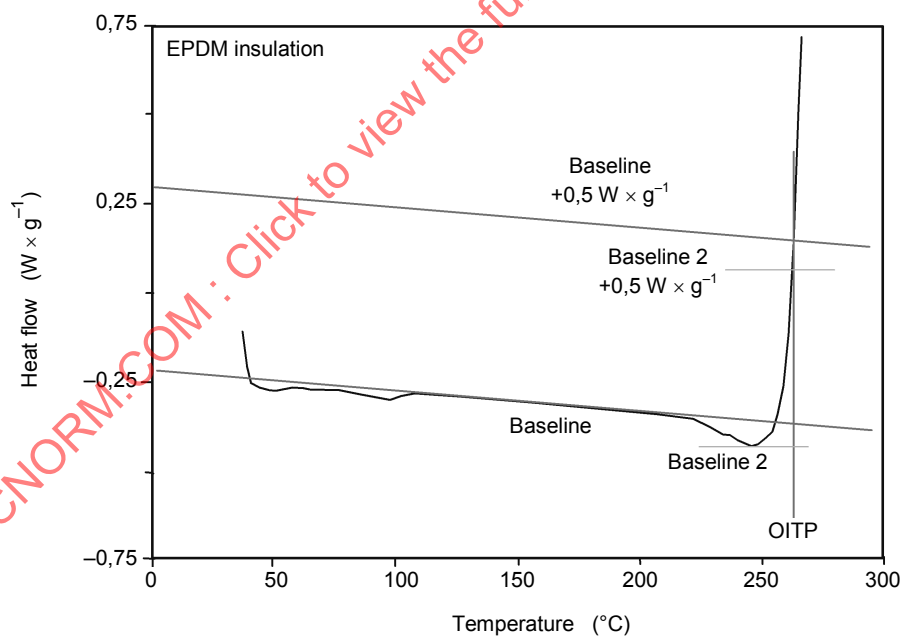
IEC 1984/11

Figure A.5 – Example of an OITP plot with a well-defined baseline and onset



IEC 1985/11

Figure A.6 – Example of an OITP plot for a semi-crystalline material showing a melting endotherm prior to the oxidation onset



IEC 1986/11

Figure A.7 – Example of an OITP plot showing an endothermic dip immediately prior to the oxidation onset

Annex B (informative)

Example of a measurement report from OITP measurements

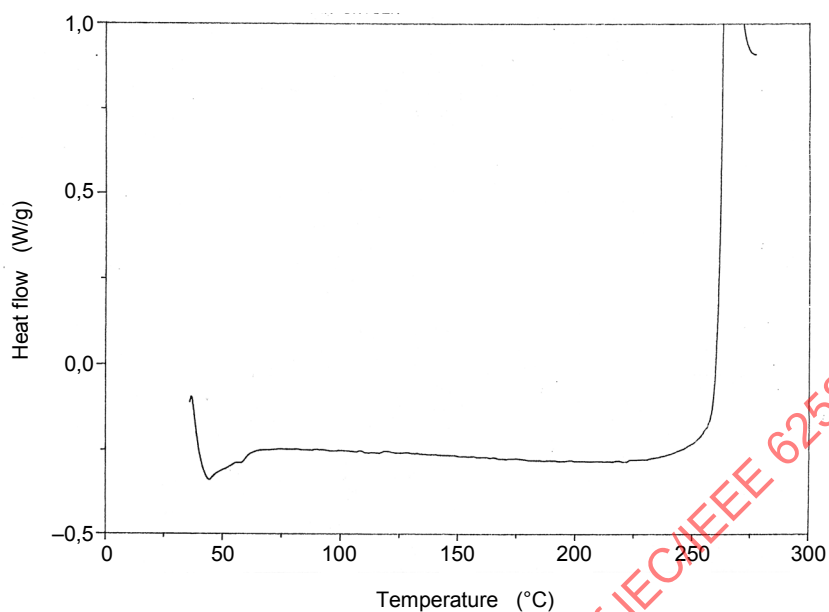
This example is from the round-robin test programme carried out as part of an IAEA coordinated research programme on cable ageing.

Specimen ID	1129 wire insulation, manufactured by AIW, U.S.A. Taken from cable with cable code D14
Material	4 core EPR + CSPE bonded insulation on stranded Cu – black. Insulation thickness 1 mm
Sample type	Through thickness slice
Pre-history	Artificially aged in dry heat test chamber. Method IEC 60068 Test Ba. Ageing conditions: 120 °C for 42 days
Place and date of measurement	13 January 1998 Ontario Hydro
Sampling method and weight	Chopped with sharp blade to <1 mm, screened with no. 20 mesh to 0,85 mm sample weight 10 mg
Instrument	Du Pont 2100 DSC
Calibration method	Indium/lead/tin standard sample. See calibration report No xxxx
Sample pan	Al open pan
Oxygen flow rate	100 ml·min ⁻¹
Temperature ramp rate	10 °C·min ⁻¹
Baseline type	sloping
Threshold value	0,1 W·g ⁻¹
No. of samples measured	3
OITP value	Mean value 255,8 °C; Standard deviation 0,6 °C

Example of test plot (see Figure B.1):

Sample: 1129 insulation as received
 Size: 10,8000 mg
 Method: OIT TEMP
 Comment: Black. 10 °C/min under oxygen

DSC File C: 11291. 034
 Operator: TM
 Run date: 13-Jan-98 22:39



IEC 1987/11

Figure B.1 – Example of test plot

Signature:

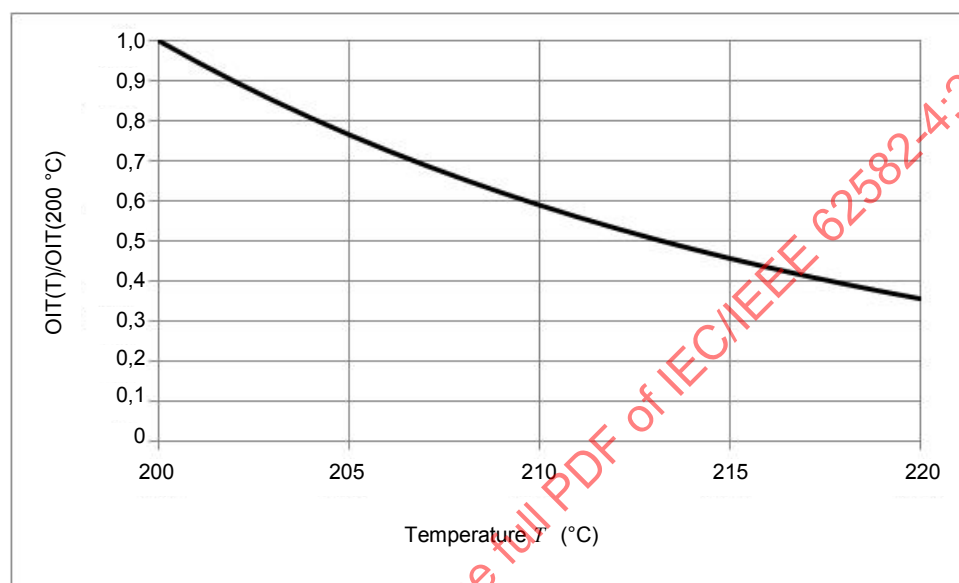
Date:

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2011

Annex C (informative)

Influence of set temperature on the OIT value

The OIT value measured is highly dependent on the set temperature selected. The loss of antioxidants can normally be described as a thermally activated process. Figure C.1 shows an example of the ratio between the OIT value at different temperatures T and at 200 °C.



IEC 1988/11

Figure C.1 – Example of the influence of set temperature on the OIT value

Bibliography

IEC 60544-5, *Electrical insulating materials – Determination of the effects of ionising radiation – Part 5: Procedures for assessment of ageing in service*

IEC 60780, *Nuclear power plants – Electrical equipment of the safety system – Qualification*

IEC/IEEE 62582-1, *Nuclear power plants – Instrumentation and control important to safety – Electrical equipment condition monitoring methods – Part 1: General*

IEEE Std 323: 2003, *IEEE Standard for Qualifying Class 1E Equipment for Nuclear Power Generating Stations*

IAEA-TECDOC-1188:2000, *Assessment and management of ageing of major nuclear power plant components important to safety: In-containment instrumentation and control cables*, IAEA, Vienna

ISO 11357-6, *Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT)*

NUREG/CR-6704, Vol. 2 (BNL -NUREG-52610), *Assessment of Environmental Qualification Practices and Condition Monitoring Techniques for Low-Voltage Electric Cables, Condition Monitoring Test Results*

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2011

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2011

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	30
INTRODUCTION	32
1 Domaine d'application et objet	34
2 Termes et définitions	34
3 Abréviations et acronymes	34
4 Description générale	35
5 Applicabilité et caractère reproductible	35
6 Procédure de mesure	36
6.1 Stabilisation des matériaux polymères	36
6.2 Echantillonnage	36
6.2.1 Généralités	36
6.2.2 Exigences applicables à l'échantillon	36
6.2.3 Précautions particulières	36
6.3 Préparation de l'échantillon	37
6.4 Instrumentation	37
6.5 Etalonnage	37
6.6 Méthode de mesure d'OIT	37
6.6.1 Procédure de mesure	37
6.6.2 Profil de température	38
6.6.3 Débit gazeux	39
6.6.4 Détermination de la valeur de départ de l'oxydation	39
6.6.5 Compte-rendu	40
6.7 Méthode de mesure d'OITP	41
6.7.1 Procédure de mesure	41
6.7.2 Profil de température	42
6.7.3 Flux gazeux	42
6.7.4 Détermination de l'instant de début de l'oxydation	42
6.7.5 Compte rendu	43
Annexe A (informative) Interprétation des tracés de flux thermique	44
Annexe B (informative) Exemple de rapport de mesure d'OITP	49
Annexe C (informative) Influence de la température initiale sur la valeur d'OIT	51
Bibliographie	52
Figure 1 – Mesure d'OIT - Profil schématique de température avec composition gazeuse et courbe du flux thermique	38
Figure 2 – Schémas montrant les types de valeur initiale (constante, en pente, chute endothermique, fusion endothermique) observables lors des mesures d'OIT ou d'OITP	39
Figure 3 – Schémas présentant la définition de l'instant de début de la réaction pour les mesures d'OIT et d'OITP	40
Figure 4 – Profil de température des mesures d'OITP et tracé du flux thermique correspondant	42
Figure A.1 – Exemple de tracé d'OIT avec une valeur initiale et un instant de début clairement définis	44
Figure A.2 – Exemple de tracé d'OIT avec débuts multiples	45
Figure A.3 – Exemple de tracé d'OIT pour lequel la valeur initiale est difficile à déterminer	46

Figure A.4 – Exemple de tracé d'OIT pour lequel le flux thermique est trop faible pour pouvoir utiliser le seuil standard à $0,1 \text{ W}\cdot\text{g}^{-1}$	46
Figure A.5 – Exemple d'un tracé d'OITP avec valeur initiale et instant de début bien définis	47
Figure A.6 – Exemple d'un tracé d'OITP réalisé pour un matériau semi cristallin présentant une fusion endothermique avant début d'oxydation	48
Figure A.7 – Exemple de tracé d'OITP présentant une chute endothermique immédiatement avant le début de l'oxydation	48
Figure C.1 – Exemple de l'influence de la température initiale sur la valeur d'OIT	51

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2011

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

CENTRALES NUCLÉAIRES DE PUISSANCE – INSTRUMENTATION ET CONTRÔLE-COMMANDE IMPORTANTS POUR LA SÛRETÉ – MÉTHODES DE SURVEILLANCE DE L'ÉTAT DES MATÉRIELS ÉLECTRIQUES –

Partie 4: Techniques d'induction à l'oxydation

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) 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, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). 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.

Les normes de l'IEEE sont élaborées par les Sociétés de l'IEEE, ainsi que par les Comités de coordination des normes du Conseil de normalisation de l'IEEE Standards Association (IEEE-SA). Ces normes sont l'aboutissement d'un consensus, soumis à l'approbation de l'Institut national américain de normalisation, qui rassemble des bénévoles représentant divers points de vue et intérêts. Les participants bénévoles ne sont pas nécessairement membres de l'IEEE et leur intervention n'est pas rétribuée. Si l'IEEE administre le déroulement de cette procédure et définit les règles destinées à favoriser l'équité du consensus, l'IEEE lui-même n'évalue pas, ne teste pas et ne vérifie pas l'exactitude de toute information contenue dans ses normes. L'utilisation de normes de l'IEEE est entièrement volontaire. Les documents de l'IEEE sont disponibles à des fins d'utilisation, à condition d'être assortis d'avis importants et de clauses de non-responsabilité (voir <http://standards.ieee.org/IPR/disclaimers.html> pour de plus amples informations).

La CEI travaille en étroite collaboration avec l'IEEE, selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations. Cette norme internationale double logo a été élaborée conjointement par la CEI et l'IEEE, conformément aux dispositions de cet accord.

- 2) Les décisions officielles 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 de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études. Une fois le consensus établi entre les Sociétés de l'IEEE et les Comités de coordination des normes, les décisions officielles de l'IEEE relatives aux questions techniques sont déterminées en fonction du vote exprimé par un groupe à la composition équilibrée, composé de parties intéressées qui manifestent leur intérêt pour la révision des normes proposées. L'approbation finale de la norme de l'IEEE est soumise au Conseil de normalisation de l'IEEE Standards Association (IEEE-SA).
- 3) Les Publications CEI/IEEE se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI/Sociétés de l'IEEE. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin de s'assurer de l'exactitude du contenu technique des Publications CEI/IEEE; la CEI ou l'IEEE ne peuvent pas être tenus responsables de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI (y compris les Publications CEI/IEEE) dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications CEI/IEEE et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI et l'IEEE eux-mêmes ne fournissent aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI et l'IEEE ne sont responsables d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI ou à l'IEEE, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, ou les bénévoles des Sociétés de l'IEEE et des Comités de coordination des normes du Conseil de normalisation de l'IEEE Standards Association (IEEE-SA), pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la

publication ou de l'utilisation de cette Publication CEI/IEEE ou toute autre publication de la CEI ou de l'IEEE, ou au crédit qui lui est accordé.

- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur fait que la mise en application de cette Publication CEI/IEEE peut requérir l'utilisation de matériels protégés par des droits de brevet. En publiant cette norme, aucun parti n'est pris concernant l'existence ou la validité de droits de brevet y afférents. Ni la CEI ni l'IEEE ne peuvent être tenus d'identifier les revendications de brevet essentielles pour lesquelles une autorisation peut s'avérer nécessaire, d'effectuer des recherches sur la validité juridique ou l'étendue des revendications des brevets, ou de déterminer le caractère raisonnable ou non discriminatoire des termes ou conditions d'autorisation énoncés dans le cadre d'un Certificat d'assurance, lorsque la demande d'un tel certificat a été formulée, ou contenus dans tout accord d'autorisation. Les utilisateurs de cette norme sont expressément informés du fait que la détermination de la validité de tous droits de propriété industrielle, ainsi que les risques qu'impliquent la violation de ces droits, relèvent entièrement de leur seule responsabilité.

La Norme internationale CEI/IEEE 62582-4 a été établie par le sous-comité 45A: Instrumentation et contrôle-commande des installations nucléaires, du comité d'études 45 de la CEI: Instrumentation nucléaire, en coopération avec le « Nuclear Power Engineering Committee » de la « Power & Energy Society » de l'IEEE¹, selon l'accord double logo CEI/IEEE entre la CEI et l'IEEE.

La présente publication est une norme double logo CEI/IEEE.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants de la CEI:

FDIS	Rapport de vote
45A/842/FDIS	45A/851/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.

Les normes internationales sont rédigées selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série CEI/IEEE 62582, présentées sous le titre général *Centrales nucléaires de puissance – Instrumentation et contrôle-commande importants pour la sûreté – Méthodes de surveillance de l'état des matériels électriques*, peut être consultée sur le site web de la CEI.

Le comité d'études de la CEI et le comité d'études de l'IEEE ont décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de la CEI sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

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

¹ Une liste des participants IEEE est disponible à l'adresse suivante: http://standards.ieee.org/downloads/62582-4/62582-4-2011/62582-4-2011_wg-participants.pdf.

INTRODUCTION

a) Contexte technique, questions importantes et structure de la présente norme

La présente partie de cette norme CEI/IEEE s'intéresse plus particulièrement aux méthodes d'induction à l'oxydation utilisées dans le cadre de surveillance d'état pour la gestion du vieillissement des matériels électriques installés dans les centrales nucléaires. Ces méthodes sont principalement adaptées pour les échantillons prélevés sur des matériaux de la famille des polyoléfinés, mais elles peuvent aussi être utilisées sur des matériaux de la famille des polymères éthylène-polyéthylène et pour certains matériaux acétate de vinyle éthylène.

Cette partie est la quatrième partie de la série CEI/IEEE 62582. Elle contient une description détaillée de la surveillance d'état basée sur les mesures d'induction à l'oxydation.

La série CEI/IEEE 62582 est publiée en double logo ce qui la rend applicable pour la gestion du vieillissement des matériels électriques qualifiés tant dans le cadre des normes IEEE que dans celui des normes CEI.

Historiquement, la norme IEEE 323-2003 a introduit le concept et le rôle complémentaire que pouvait jouer la qualification reposant sur l'état du matériel dans le cadre de la qualification des matériels au niveau de la durée de vie certifiée. Dans le cadre de la qualification du matériel, l'état du matériel pour lequel des performances acceptables ont été prouvées correspond à l'état qualifié. L'état qualifié est l'état de l'équipement prévalant au début d'un événement de dimensionnement, pour lequel il a été démontré que le matériel satisfaisait aux exigences de conception pour les conditions de service spécifiées.

Des recherches importantes ont été réalisées sur les techniques de surveillance de l'état des matériels et l'utilisation de ces techniques dans le cadre de la qualification des matériels, comme indiqué dans les documents NUREG/CR-6704, Vol. 2 (BNL -NUREG-52610).

L'objectif de la présente norme CEI/IEEE est d'être utilisée par les laboratoires d'essai, les exploitants de centrales nucléaires, les évaluateurs de système et par les régulateurs.

b) Position de la présente norme dans la collection de normes du SC 45A de la CEI

La partie 4 de la CEI/IEEE 62582 est le document du SC 45A de la CEI de troisième niveau qui traite du problème particulier de l'application et des performances des mesures faites par induction à l'oxydation dans le cadre de la gestion du vieillissement des matériels électriques d'I&C utilisés dans les centrales nucléaires de puissance.

La partie 4 de la CEI/IEEE 62582 doit être lue avec la partie 1 de la CEI/IEEE 62582, qui fournit les éléments de contexte et des recommandations pour l'application des méthodes de surveillance d'état des matériels électriques importants pour la sûreté utilisés dans les centrales nucléaires de puissance.

Pour plus de détails sur la collection de normes du SC 45A de la CEI, voir le point d) de cette introduction.

c) Recommandations et limites relatives à l'application de la présente norme

Il est important de noter que la présente norme n'établit pas d'exigence fonctionnelle supplémentaire pour les systèmes de sûreté.

d) Description de la structure de la collection des normes du SC 45A de la CEI et relations avec d'autres documents de la CEI et d'autres organisations (AIEA, ISO)

Le document de niveau supérieur de la collection de normes produites par le SC 45A de la CEI est la CEI 61513. Cette norme traite des exigences relatives aux systèmes et équipements d'instrumentation et de contrôle-commande (systèmes d'I&C) utilisés pour accomplir les fonctions importantes pour la sûreté des centrales nucléaires, et structure la collection de normes du SC 45A de la CEI.

La CEI 61513 fait directement référence aux autres normes du SC 45A de la CEI traitant de sujets génériques, tels que la catégorisation des fonctions et le classement des systèmes, la qualification, la séparation des systèmes, les défaillances de cause commune, les aspects logiciels et les aspects matériels relatifs aux systèmes programmés, et la conception des salles de commande. Il convient de considérer que ces normes, de second niveau, forment, avec la norme CEI 61513, un ensemble documentaire cohérent.

Au troisième niveau, les normes du SC 45A de la CEI, qui ne sont généralement pas référencées directement par la norme CEI 61513, sont relatives à des matériels particuliers, à des méthodes ou à des activités spécifiques. Généralement ces documents, qui font référence aux documents de deuxième niveau pour les activités génériques, peuvent être utilisés de façon isolée.

Un quatrième niveau qui est une extension de la collection de normes du SC 45A de la CEI correspond aux rapports techniques qui ne sont pas des documents normatifs.

La CEI 61513 a adopté une présentation similaire à celle de la CEI 61508, avec un cycle de vie et de sûreté global, un cycle de vie et de sûreté des systèmes, et une interprétation des exigences générales des CEI 61508-1, CEI 61508-2 et CEI 61508-4 pour le secteur nucléaire. La conformité à la CEI 61513 facilite la compatibilité avec les exigences de la CEI 61508 telles qu'elles ont été interprétées dans l'industrie nucléaire. Dans ce cadre, la CEI 60880 et la CEI 62138 correspondent à la CEI 61508-3 pour le secteur nucléaire.

La CEI 61513 fait référence aux normes ISO ainsi qu'au document AIEA 50-C-QA (remplacé depuis par le document AIEA GS-R-3) pour ce qui concerne l'assurance qualité.

Les normes produites par le SC 45A de la CEI sont élaborées de façon à être en accord avec les principes de sûreté fondamentaux du Code AIEA sur la sûreté des centrales nucléaires, ainsi qu'avec les guides de sûreté de l'AIEA, en particulier avec le document d'exigences NS-R-1 qui établit les exigences de sûreté relatives à la conception des centrales nucléaires et avec le guide de sûreté NS-G-1.3 qui traite de l'instrumentation et du contrôle commande importants pour la sûreté des centrales nucléaires. La terminologie et les définitions utilisées dans les normes produites par le SC 45A sont conformes à celles utilisées par l'AIEA.

CENTRALES NUCLÉAIRES DE PUISSANCE – INSTRUMENTATION ET CONTRÔLE-COMMANDE IMPORTANTS POUR LA SÛRETÉ – MÉTHODES DE SURVEILLANCE DE L'ÉTAT DES MATÉRIELS ÉLECTRIQUES –

Partie 4: Techniques d'induction à l'oxydation

1 Domaine d'application et objet

La présente partie de la CEI/IEEE 62582 établit des spécifications pour les méthodes de surveillance de l'état des matériaux organiques et des polymères présents dans les systèmes d'instrumentation et de contrôle commande, en utilisant des techniques d'induction à l'oxydation, avec un niveau de détail qui est nécessaire pour assurer le caractère reproductible et la précision des mesures. Ceci comprend des exigences applicables à la préparation des échantillons, aux systèmes et aux conditions de mesure, ainsi qu'à la documentation des résultats de mesure.

Les différentes parties de la CEI/IEEE 62582 sont des normes de mesure, principalement destinées à être utilisées pour la gestion du vieillissement dans le cadre de la qualification initiale et après installation. La partie 1 de la CEI/IEEE 62582 fournit des exigences applicables pour toutes les autres parties de la CEI/IEEE 62582 et certains éléments communs à toutes les méthodes. L'IEEE 323 fournit des informations concernant le rôle de la surveillance de l'état dans la qualification des équipements importants pour la sûreté.

2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1

Temps d'Induction à l'Oxydation (OIT)

mesure relative de la résistance stabilisée d'un matériau à la décomposition par oxydation, déterminée par la mesure calorimétrique du laps de temps précédant l'oxydation exothermique du matériau à une température spécifiée, sous atmosphère d'oxygène et sous pression atmosphérique

NOTE OIT is expressed in minutes (min).

2.2

Température d'Induction à l'Oxydation (OITP)

mesure calorimétrique de la température au départ de l'oxydation exothermique du matériau, lorsque celui-ci est soumis à un échauffement spécifié sous atmosphère d'oxygène et sous pression atmosphérique

NOTE OITP est exprimé en degrés Celsius (°C).

3 Abréviations et acronymes

CSPE Polyéthylène chlorosulphoné

DSC Calorimètre différentiel à balayage

EPDM Caoutchouc d'éthylène-propylène-diène

EPR	Caoutchouc d'éthylène-propylène
EVA	Ethylène-acétate de vinyle
OIT	Temps d'induction à l'oxydation
OITP	Température d'induction à l'oxydation
PE	Polyéthylène
PEEK	Polyéther éther cétone
PVC	Chlorure de polyvinyle
XLPE	Polyéthylène réticulé

4 Description générale

Les méthodes d'induction à l'oxydation reposent sur la détection de l'oxydation exothermique qui survient lorsqu'un échantillon est chauffé en présence d'oxygène. Cette réaction exothermique est sensible au niveau de dégradation de certains matériaux organiques et polymères et peut être utilisée comme un indicateur du vieillissement. Deux méthodes d'induction à l'oxydation sont disponibles, elles sont basées sur le laps de temps nécessaire pour que débute l'oxydation à température constante (temps d'induction à l'oxydation – OIT) ou sur l'échauffement apparaissant au départ de l'oxydation lorsqu'on observe une montée de température à taux constant (température d'induction à l'oxydation – OITP). Les deux méthodes sont complémentaires, en ce sens que l'OITP est souvent plus efficace pour les matériaux pour lesquels l'OIT est difficile à déterminer. L'OIT et OITP décroissent en fonction de la dégradation. Les méthodes sont liées au montant d'antioxydants présents dans le matériau. Au fur et à mesure de la dégradation, ces antioxydants s'épuisent.

5 Applicabilité et caractère reproductible

La méthode d'induction à l'oxydation est principalement adaptée aux échantillons prélevés sur les matériaux (tels que les gaines ou l'isolant des câbles) qui sont de la famille des polyoléfines (par exemple les polyéthylènes PE, les polyéthylènes réticulés XLPE). Elle peut aussi être utilisée sur certains matériaux de la famille des polymères éthylène-propylène (par exemple les caoutchoucs éthylène propylène EPR, les caoutchoucs éthylène propylène diène EPDM) et pour certains matériaux éthylène-acétate de vinyle EVA. Elle n'est pas applicable aux polymères hautes températures tels que les polyéthers éther cétone, PEEK.

La méthode n'est généralement pas adaptée pour les polymères chlorés (par exemple le chlorure de polyvinyle PVC, le polyéthylène chlorosulphoné CSPE) car les produits corrosifs issus de la dégradation évoluent durant la mesure, ce qui peut endommager l'instrument de mesure. Pour ces matériaux, des échantillons de faible masse (1 mg à 2 mg) peuvent permettre d'utiliser la méthode en prenant des précautions.

La méthode n'est pas adaptée pour une utilisation sur le terrain dans les centrales nucléaires de puissance, mais sur des échantillons prélevés sur les tranches, qui font l'objet de mesure en laboratoire. Chaque mesure OIT faite en laboratoire peut prendre 90 min pour des échantillons non vieillis, cette durée se réduit pour des échantillons très vieillis, tandis que les mesures OITP ne prennent généralement que de 30 min à 40 min.

Les mesures d'OIT présentent généralement un écart type représentant 5 % à 10 % de la valeur moyenne, tandis que les mesures d'OITP présentent généralement un écart type de 1 % à 3 % par rapport à la valeur moyenne, ceci dans le même laboratoire ou dans des

laboratoires différents. Certaines de ces variations sont dues à la non-homogénéité des échantillons de matériaux, ce qui devient d'autant plus significatif lorsqu'on fait des mesures de l'état sur des échantillons dont la masse est faible. Les mesures d'OITP sont généralement plus reproductibles que les mesures d'OIT, mais elles nécessitent de posséder une base de données de référence pour pouvoir interpréter les écarts.

6 Procédure de mesure

6.1 Stabilisation des matériaux polymères

Un laps de temps approprié doit être prévu pour que les matériaux polymères récemment fabriqués se stabilisent avant que les programmes de surveillance d'état ou de vieillissement accéléré débutent. Ce laps de temps durant lequel le matériau polymère se stabilise dépend normalement des additifs de traitement et de la composition du polymère. Si les données concernant ce temps de stabilisation ne sont pas disponibles auprès du fabricant, on doit prévoir une période de 6 mois.

6.2 Echantillonnage

6.2.1 Généralités

Les mesures d'OIT ou d'OITP donnent des informations sur l'état de l'équipement uniquement à l'endroit particulier où l'échantillon a été prélevé. Le choix des lieux de prélèvement à des fins de surveillance de l'état des équipements doit porter, pour ce qui concerne les conditions environnementales, sur des zones représentatives de la centrale en fonctionnement. Il est important que ces lieux représentent une gamme aussi étendue que possible de conditions de vieillissement, avec une attention particulière pour les endroits où les conditions de vieillissement sont potentiellement sévères, par exemple les points chauds. Le lieu de prélèvement de l'échantillon et l'information disponible sur l'historique environnemental du lieu choisi doivent apparaître dans la documentation.

6.2.2 Exigences applicables à l'échantillon

Pour que 5 mesures puissent être réalisées sur un échantillon particulier, il est nécessaire d'avoir au minimum 50 mg du matériau. Le matériau à échantillonner doit être nettoyé des débris de surface. On ne doit pas utiliser de solvant pour nettoyer la surface. Les échantillons se présentent généralement sous la forme d'éclats ou de rognures du matériau pris en surface de la gaine du câble ou bien une fine tranche d'isolant prélevée aux extrémités. La situation du point de prélèvement doit être notée, y compris en termes de position radiale (par exemple, si c'est un échantillon pris en surface ou bien dans l'épaisseur de la tranche).

Les procédures d'échantillonnage et de mesure doivent être conformes aux instructions en vigueur localement, et prendre en compte la sûreté du personnel et des équipements.

On doit prendre soin d'éviter toutes conditions inappropriées de stockage de l'échantillon entre son prélèvement et les mesures. Il est recommandé que les échantillons soient stockés dans l'obscurité et à une température ne dépassant pas 25 °C avec un taux d'humidité compris entre 45 % et 75 %.

6.2.3 Précautions particulières

Lors du prélèvement sur le terrain des échantillons destinés aux mesures d'OIT ou d'OITP, on doit d'abord inspecter visuellement l'équipement avant et après avoir fait le prélèvement en attestant dans la documentation que l'équipement n'est pas endommagé.

Si des échantillons doivent être pris sur un équipement opérationnel de la tranche, l'impact du prélèvement de l'échantillon sur l'utilisation opérationnelle future de l'équipement et sur sa qualification doit être évalué avant prélèvement.

NOTE Lorsque le prélèvement de matériau sur un équipement opérationnel est considéré comme dommageable pour la qualification ou pour l'utilisation future de l'équipement, il convient de retirer l'équipement du service opérationnel ou de le réparer conformément aux procédures locales de l'exploitant pour garantir le maintien de la qualification de l'équipement.

6.3 Préparation de l'échantillon

Le poids des échantillons prévus pour réaliser des mesures d'OIT ou d'OITP doit être de $10 \text{ mg} \pm 2 \text{ mg}$. Chaque échantillon doit être morcelé en éléments dont la dimension ne dépasse pas 1 mm. Il est recommandé que l'échantillon morcelé soit passé au crible pour que la taille des particules ne dépasse pas 0,85 mm, une préparation consistante étant importante pour garantir le caractère reproductible de l'oxydation de l'échantillon durant la mesure. L'échantillon morcelé doit être placé dans un porte-échantillon adapté à l'instrument de mesure utilisé.

Le porte-échantillon doit être en aluminium et doit être ouvert ou avoir un couvercle avec des trous ou grillagé pour laisser librement circuler l'oxygène durant la mesure. On doit effectuer les mesures sur au minimum trois échantillons.

NOTE 1 Si on doit utiliser des échantillons d'un poids plus faible, par exemple pour les matériaux chlorés, il convient de noter ce point dans le rapport de mesure.

NOTE 2 Si les résultats des mesures sur les trois échantillons présentent un écart type par rapport à la valeur moyenne supérieur à 10 % pour la technique d'OIT et supérieur à 3 % pour la technique d'OITP, il convient de refaire la mesure sur deux autres échantillons.

6.4 Instrumentation

L'instrument utilisé pour les mesures d'induction à l'oxydation doit être capable de déterminer les réactions exothermiques dans la gamme en dessous du milliwatt, par exemple par analyse calorimétrique différentielle (DSC). Il doit être capable de maintenir la stabilité isotherme à $\pm 0,3 \text{ }^{\circ}\text{C}$ durant la mesure, généralement jusqu'à 90 min. La pente d'échauffement doit être programmable.

L'instrument doit permettre de purger la chambre contenant l'échantillon avec un gaz particulier et à un débit contrôlable. Le temps de changement de l'atmosphère gazeuse dans la cellule de l'instrument doit être aussi court que possible, avec un temps de transition de moins d'1 min, pour un débit de $75 \text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$, le volume mort doit être inférieur à 75 ml.

A des fins d'analyse, on doit mesurer la différence de débit de chaleur entre le porte-échantillon de référence et le porte-échantillon chargé de l'échantillon en fonction du temps (pour l'OIT) et en fonction de la température (pour l'OITP).

6.5 Etalonnage

L'instrument doit être étalonné conformément aux recommandations du fabricant et conformément aux procédures d'AQ (assurance qualité), en utilisant des étalons normalisés pour les gammes de températures qui seront utilisées (par exemple plomb/indium/étain). Des mesures d'échantillon de référence doivent être réalisées avant chaque série de mesures d'OIT ou d'OITP pour vérifier l'étalonnage.

6.6 Méthode de mesure d'OIT

6.6.1 Procédure de mesure

Les procédures de mesure sont illustrées par la Figure 1. Elles comprennent les étapes suivantes:

- L'échantillon est chauffé sous atmosphère de nitrogène avec un échauffement de $50 \text{ }^{\circ}\text{C}$ par minute jusqu'à $10 \text{ }^{\circ}\text{C}$ en dessous de la température initiale de mesure T_{init} . Le taux d'échauffement est alors réduit à $5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ par minute jusqu'à l'atteinte de la température initiale.

- L'échantillon est alors maintenu pendant 2 min à la température initiale sous atmosphère de nitrogène après quoi l'environnement atmosphérique de l'échantillon dans l'instrument est remplacé par de l'oxygène.
- L'oxydation exothermique est alors détectée par un rapide accroissement du débit de chaleur.
- L'intervalle de temps entre le remplacement du nitrogène par l'oxygène jusqu'au début de l'oxydation de l'échantillon est alors déterminé. Cet intervalle de temps est le temps d'induction à l'oxydation.

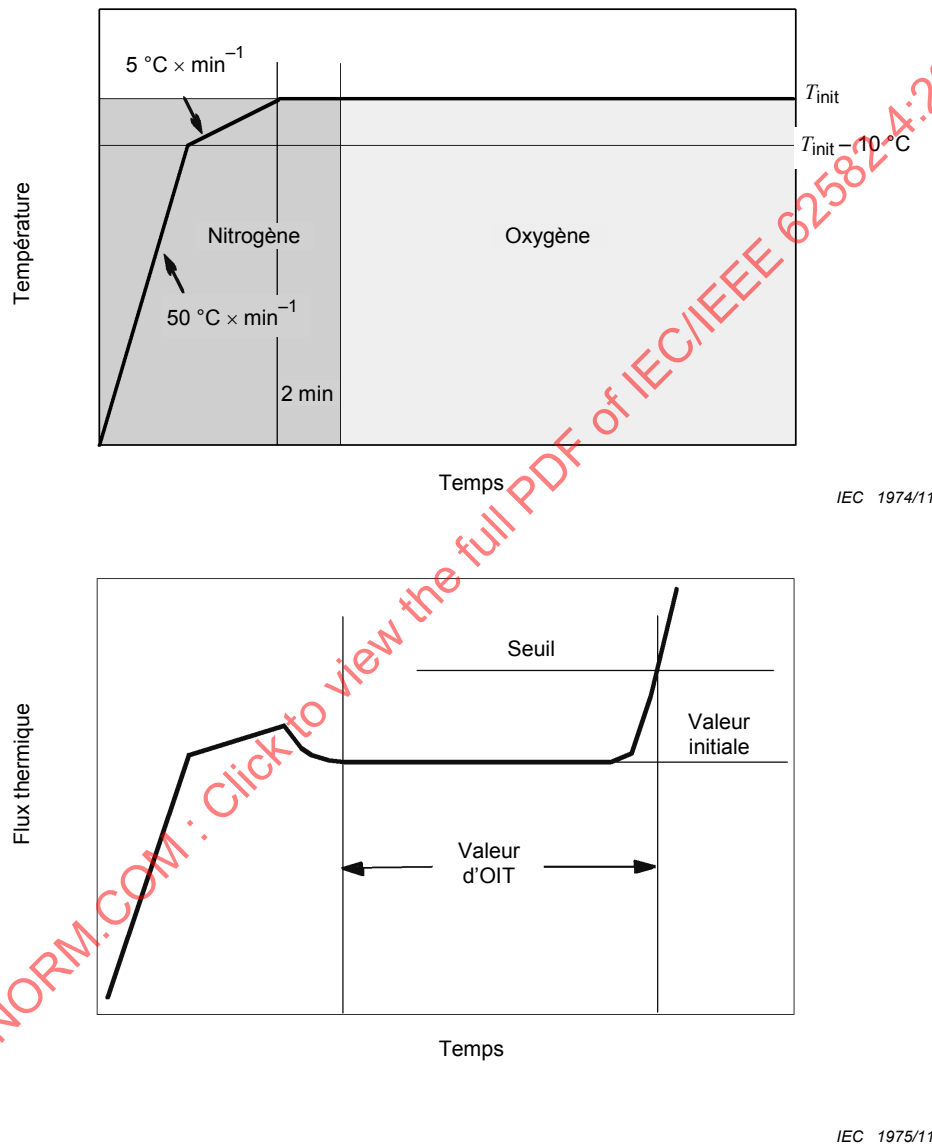


Figure 1 – Mesure d'OIT - Profil schématique de température avec composition gazeuse et courbe du flux thermique

6.6.2 Profil de température

Le caractère reproductible des mesures d'OIT dépend de l'utilisation d'un profil d'évolution thermique normalisé. La température initiale, T_{init} , pour les mesures d'OIT doit être de 210 °C, étant donné que le temps d'induction à l'oxydation pour un matériau non vieilli est d'au moins 30 min. La valeur de l'OIT dépend fortement de la température initiale, T_{init} , choisie, voir les exemples fournis en Annexe C. Si l'OIT est inférieur à 30 min pour le matériau non vieilli, alors la température initiale, T_{init} , doit être réduite par échelon de 10 °C

jusqu'à ce que l'OIT soit supérieur à 30 min. Si l'OIT est supérieur à 90 min pour le matériau non vieilli, alors la température initiale, T_{init} , doit être augmentée par incrément de 10°C jusqu'à ce que l'OIT soit inférieur à 90 min. Une fois la température initiale, T_{init} , choisie pour un matériau particulier, la même température initiale doit être utilisée pour les mesures suivantes faites pour ce matériau.

NOTE Les temps d'induction supérieurs à 90 min pour des matériaux non vieillis sont acceptables si l'échauffement observé durant l'oxydation exothermique est suffisante pour dépasser la valeur de seuil spécifiée (voir 6.6.4.2).

6.6.3 Débit gazeux

Le débit d'oxygène pour les essais d'OIT doit être de $75 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1} \pm 25 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$. Le débit de nitrogène durant la phase initiale de l'essai d'OIT n'est pas critique mais il est recommandé que celui-ci soit de $75 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1} \pm 25 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$.

NOTE Les mesures d'induction à l'oxydation peuvent être sensibles à la valeur du débit d'oxygène mesuré durant les essais. Des débits faibles ($< 50 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$) peuvent avoir pour conséquence une augmentation du temps d'induction à l'oxydation lors des essais d'OIT. Pour une gamme de débit allant de $50 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ à $100 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$, les temps d'induction à l'oxydation ne sont pas fortement dépendants du débit d'oxygène.

6.6.4 Détermination de la valeur de départ de l'oxydation

6.6.4.1 Définition de la valeur initiale

Le seuil de l'induction à l'oxydation est mesuré par rapport à une valeur initiale, comme montré par la Figure 2. On observe habituellement une variation constante du débit de chaleur pendant une période avant le début de l'oxydation, celle-ci est utilisée comme valeur initiale. Pour certains matériaux, le débit de chaleur varie linéairement avant le début de l'oxydation. Ceci peut aussi être utilisé comme valeur initiale et on y fait référence en tant que pente initiale.

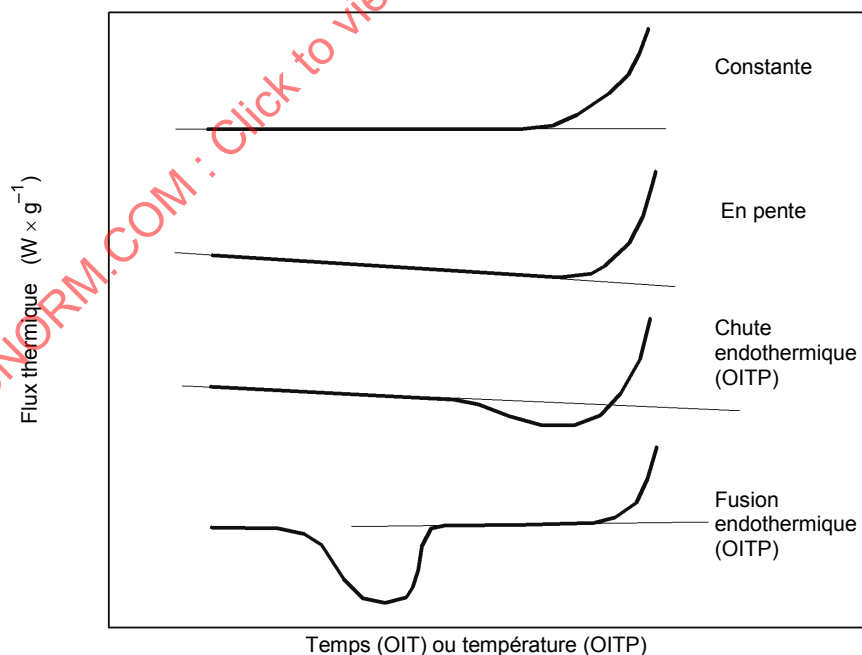
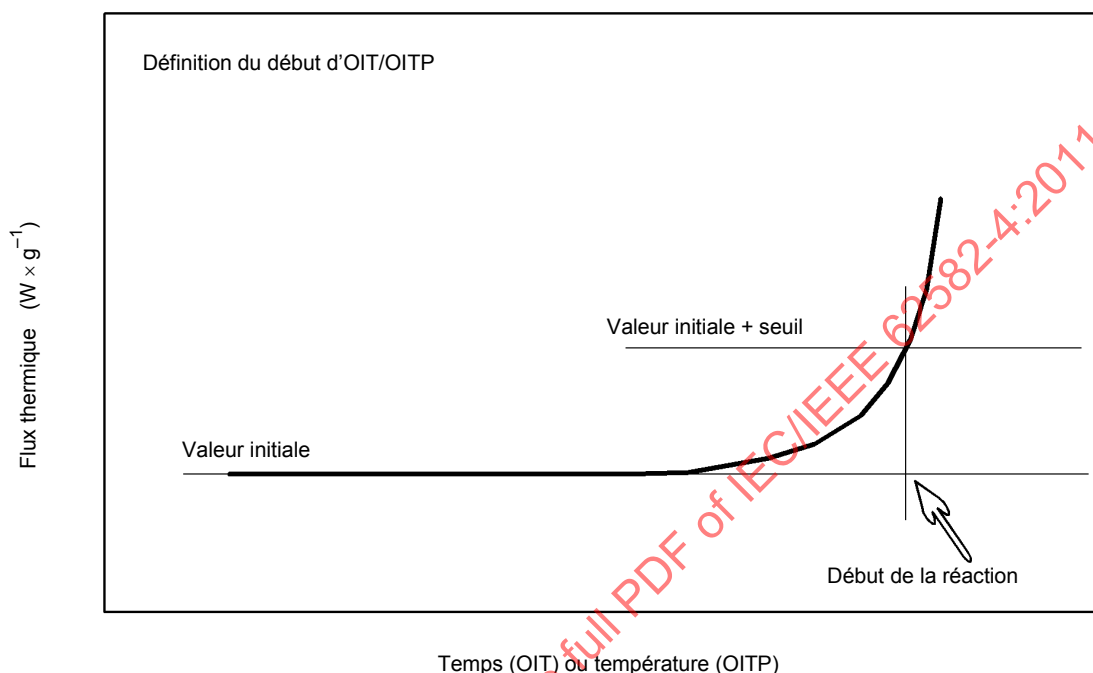


Figure 2 – Schémas montrant les types de valeur initiale (constante, en pente, chute endothermique, fusion endothermique) observables lors des mesures d'OIT ou d'OITP

6.6.4.2 Définition du seuil et du début de réaction

Le seuil doit être défini à $0,1 \text{ W} \cdot \text{g}^{-1}$ par rapport à la valeur initiale. Le début de la réaction est défini par l'intersection de la courbe d'essai avec le seuil relatif à la valeur initiale, comme montré par la Figure 3.



IEC 1977/11

Figure 3 – Schémas présentant la définition de l'instant de début de la réaction pour les mesures d'OIT et d'OITP

L'Annexe A fournit des exemples de types de tracés de flux thermique d'OIT observés en pratique.

6.6.5 Compte-rendu

Le rapport de mesure doit comprendre les éléments suivant:

- a) Identification de l'équipement échantillonné, ce qui doit comprendre:
 - Les informations de détails concernant l'équipement échantillonné, par exemple type générique du polymère, numéro de formule particulier,
 - Lieu de prélèvement de l'échantillon, par exemple éclat de surface, prélèvement dans l'épaisseur de la tranche,
 - Pour les échantillons prélevés sur site, l'endroit exact de prélèvement.
- b) L'historique avant mesure de l'équipement échantillonné, ce qui doit comprendre:
 - Temps de service, ou temps de vieillissement pour les échantillons vieillis en laboratoire,
 - Conditions environnementales auxquelles l'échantillon a été soumis, par exemple température, rayonnements.
- c) Méthode d'échantillonnage, y compris la préparation de l'échantillon (6.3).
- d) Lieu et date de réalisation des mesures.

- e) Instrument utilisé et version logiciel utilisée pour l'analyse (6.4).
- f) Procédure d'étalonnage (6.5).
- g) Type de porte-échantillon utilisé (6.3).
- h) Débit d'oxygène utilisé pendant l'essai (6.6.3).
- i) Profil de température, comprenant les pentes de variation et les temps de latence (6.6.2).

NOTE Si l'instrument est capable de produire des informations, il convient que le profil de température réel soit enregistré dans la documentation.

- j) Type de valeur initiale choisie et justification du choix de l'utilisation de celle-ci (6.6.4.1).
- k) Type d'instant de début choisi et justification du choix de cet instant parmi les différents débuts observés.
- l) Valeur de seuil utilisée et justification si une valeur non standard est utilisée (6.6.4.2).
- m) Nombre d'échantillons ayant fait objet de mesure (6.3).
- n) Valeur moyenne de l'OIT et écart type en minutes.
- o) Exemples de tracé du flux thermique par rapport au temps, en particulier si le matériau ne présente pas de valeur initiale de type constante et un instant de début de réaction unique.

6.7 Méthode de mesure d'OITP

6.7.1 Procédure de mesure

La procédure de mesure est illustrée par la Figure 4. Elle doit comprendre les étapes suivantes:

- L'échantillon est chauffé dans l'instrument sous atmosphère d'oxygène à une vitesse de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$.
- L'oxydation exothermique est détectée par l'augmentation rapide du débit de chaleur.
- La température à laquelle l'oxydation de l'échantillon débute est mesurée. C'est la température d'induction d'oxydation.

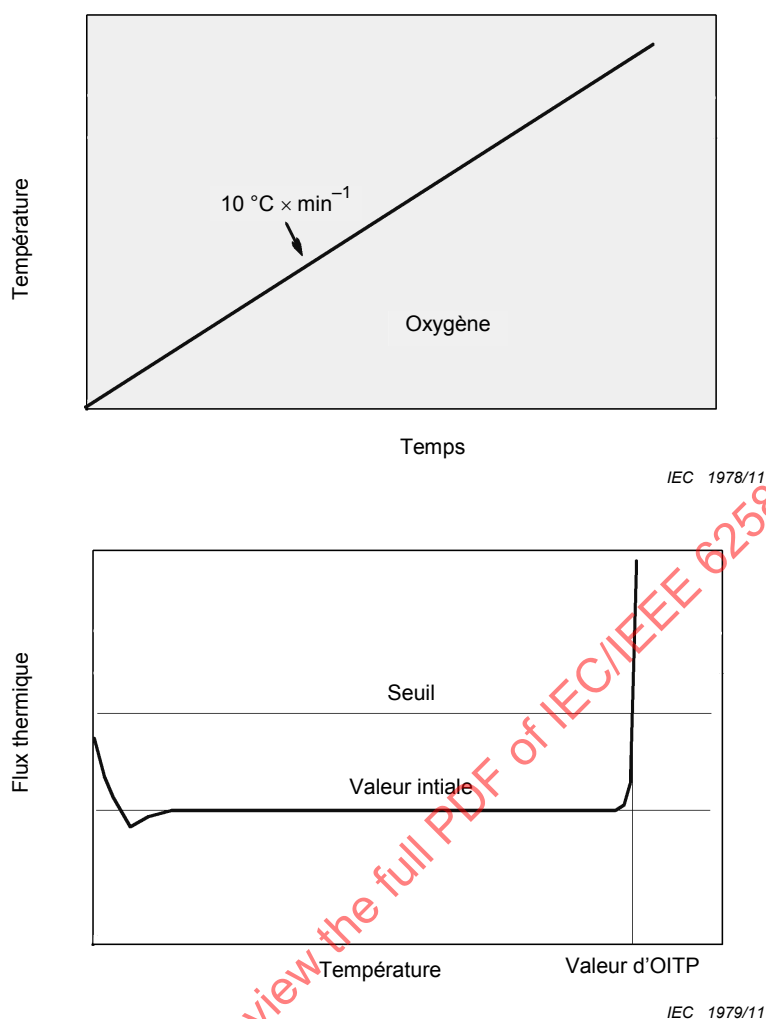


Figure 4 – Profil de température des mesures d'OITP et tracé du flux thermique correspondant

6.7.2 Profil de température

La vitesse d'augmentation de température doit être de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ sous atmosphère d'oxygène jusqu'à ce que le début d'oxydation soit observé. Lorsqu'on réalise des mesures consécutives, la température initiale doit être inférieure à $50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.7.3 Flux gazeux

Le flux d'oxygène durant les mesures d'OITP doit être de $75\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1} \pm 25\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$.

NOTE Les mesures d'induction à l'oxydation peuvent être sensibles à la valeur du débit d'oxygène mesuré durant les essais. Des débits faibles ($<50\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$) peuvent avoir pour conséquence une augmentation des températures d'induction mesurées lors des essais d'OITP. Pour une gamme de débit allant de $50\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$ à $100\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$, les températures d'induction à l'oxydation ne sont pas fortement dépendantes du débit d'oxygène.

6.7.4 Détermination de l'instant de début de l'oxydation

6.7.4.1 Définition de la valeur initiale

Le seuil d'induction de l'oxydation est déterminé par rapport à la valeur initiale, comme indiqué par la Figure 2. On observe généralement une période avant le début de l'oxydation, durant laquelle le flux thermique est constant, cette valeur est utilisée comme valeur initiale. Pour certains matériaux, on observe avant le début de l'oxydation une variation linéaire du