

RAPPORT TECHNIQUE TECHNICAL REPORT

**CEI
IEC
1244-2**

Première édition
First edition
1996-02

Détermination du vieillissement à long terme sous rayonnement dans les polymères –

Partie 2:

Méthodes pour prédire le vieillissement
à faible débit de dose

Determination of long-term radiation ageing in polymers –

Part 2:

Procedures for predicting ageing
at low dose rates



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 1244-2: 1996

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 auprès du Bureau Central de la CEI.

Les renseignements relatifs à ces révisions, à l'établissement des éditions révisées et aux amendements peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et dans les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement

Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 50: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI), qui se présente sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande. Voir également le dictionnaire multilingue de la CEI.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit tirés du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Symboles graphiques et littéraux

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

- la CEI 27: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*;
- la CEI 417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*;
- la CEI 617: *Symboles graphiques pour schémas*;

et pour les appareils électromédicaux,

- la CEI 878: *Symboles graphiques pour équipements électriques en pratique médicale*.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit tirés de la CEI 27, de la CEI 417, de la CEI 617 et/ou de la CEI 878, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Publications de la CEI établies par le même comité d'études

L'attention du lecteur est attirée sur les listes figurant à la fin de cette publication, qui énumèrent les publications de la CEI préparées par le comité d'études qui a établi la présente publication.

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 from the IEC Central Office.

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

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
Published yearly
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates

Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC 50: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field. Full details of the IEV will be supplied on request. See also the IEC Multilingual Dictionary.

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

Graphical and letter symbols

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

- IEC 27: *Letter symbols to be used in electrical technology*;
- IEC 417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets*;
- IEC 617: *Graphical symbols for diagrams*;

and for medical electrical equipment,

- IEC 878: *Graphical symbols for electromedical equipment in medical practice*.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC 27, IEC 417, IEC 617 and/or IEC 878, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

IEC publications prepared by the same technical committee

The attention of readers is drawn to the end pages of this publication which list the IEC publications issued by the technical committee which has prepared the present publication.

**RAPPORT
TECHNIQUE – TYPE 2
TECHNICAL
REPORT – TYPE 2**

**CEI
IEC
1244-2**

Première édition
First edition
1996-02

**Détermination du vieillissement à long terme
sous rayonnement dans les polymères –**

Partie 2:

Méthodes pour prédire le vieillissement
à faible débit de dose

**Determination of long-term radiation ageing
in polymers –**

Part 2:

Procedures for predicting ageing
at low dose rates

© CEI 1996 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

U

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

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS.....	4
INTRODUCTION.....	8
Articles	
1 Généralités	10
1.1 Domaine d'application et objet.....	10
1.2 Références normatives.....	10
2 Méthode d'extrapolation en loi de puissance.....	12
2.1 Introduction.....	12
2.2 Méthode d'essai	12
2.3 Evaluation et extrapolation	12
2.4 Limitations	14
2.5 Exemples.....	14
3 Superposition de données dépendantes du temps	16
3.1 Introduction.....	16
3.2 Méthode d'essai	16
3.3 Evaluation.....	18
3.4 Limitations	20
3.5 Exemples.....	20
4 Superposition de données de DDE.....	22
4.1 Introduction.....	22
4.2 Méthode d'essai	22
4.3 Evaluation.....	24
4.4 Limitations	24
4.5 Exemples.....	24
5 Conclusions.....	26
Figures	28
Annexe A – Bibliographie	56

CONTENTS

	Page
FOREWORD.....	5
INTRODUCTION.....	9
Clause	
1 General	11
1.1 Scope and object	11
1.2 Normative references	11
2 Power law extrapolation method	13
2.1 Introduction	13
2.2 Test procedure	13
2.3 Evaluation and extrapolation	13
2.4 Limitations	15
2.5 Examples	15
3 Superposition of time dependent data	17
3.1 Introduction	17
3.2 Test procedure	17
3.3 Evaluation	19
3.4 Limitations	21
3.5 Examples	21
4 Superposition of DED data	23
4.1 Introduction	23
4.2 Test procedure	23
4.3 Evaluation	25
4.4 Limitations	25
4.5 Examples	25
5 Conclusions	27
Figures	29
Annex A – Bibliography	56

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**DÉTERMINATION DU VIEILLISSEMENT À LONG TERME
SOUS RAYONNEMENT DANS LES POLYMÈRES –****Partie 2: Méthodes pour prédire le vieillissement
à faible débit de dose**

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI, entre autres activités, publie des Normes Internationales. Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques, représentent, dans la mesure du possible un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes Internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la norme nationale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ses normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La tâche principale des comités d'études de la CEI est d'élaborer des Normes internationales. Exceptionnellement, un comité d'études peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants:

- type 1, lorsque, en dépit de maints efforts, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;
- type 2, lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique ou lorsque, pour une raison quelconque, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat;
- type 3, lorsqu'un comité d'études a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales, cela pouvant comprendre, par exemple, des informations sur l'état de la technique.

Les rapports techniques de types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques de type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données qu'ils contiennent ne soient plus jugées valables ou utiles.

La CEI 1244-2, rapport technique de type 2, a été établie par le sous-comité 15B: Essais d'endurance, du comité d'études 15 de la CEI: Matériaux isolants.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**DETERMINATION OF LONG-TERM RADIATION AGEING
IN POLYMERS –****Part 2: Procedures for predicting ageing
at low dose rates**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, express as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

The main task of IEC technical committees is to prepare International Standards. In exceptional circumstances, a technical committee may propose the publication of a technical report of one of the following types:

- type 1, when the required support cannot be obtained for the publication of an International Standard, despite repeated efforts;
- type 2, when the subject is still under technical development or where for any other reason there is the future but not immediate possibility of an agreement on an International Standard;
- type 3, when a technical committee has collected data of a different kind from that which is normally published as an International Standard, for example "state of the art".

Technical reports of types 1 and 2 are subject to review within three years of publication to decide whether they can be transformed into International Standards. Technical reports of type 3 do not necessarily have to be reviewed until the data they provide are considered to be no longer valid or useful.

IEC 1244-2, which is a technical report of type 2 has been prepared by sub-committee 15B: Endurance tests, of IEC technical committee 15: Insulating materials.

Le texte de ce rapport technique est issu des documents suivants:

Projet de comité	Rapport de vote
15B(SEC)155	15B/166/RVC

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

Le présent document est publié dans la série des rapports techniques de type 2 (conformément au paragraphe G.4.2.2 de la partie 1 des Directives CEI/ISO) comme «norme prospective d'application provisoire» dans le domaine des matériaux isolants car il est urgent d'avoir des indications sur la meilleure façon d'utiliser les normes dans ce domaine afin de répondre à un besoin déterminé.

Ce document ne doit pas être considéré comme une «Norme internationale». Il est proposé pour une mise en oeuvre provisoire, dans le but de recueillir des informations et d'acquérir de l'expérience quant à son application dans la pratique. Il est de règle d'envoyer les observations éventuelles relatives au contenu de ce document au Bureau Central de la CEI.

Il sera procédé à un nouvel examen de ce rapport technique de type 2 trois ans au plus tard après sa publication, avec la faculté d'en prolonger la validité pendant trois autres années, de le transformer en Norme internationale ou de l'annuler.

Withd
 IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 1244-2:1996

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

Committee Draft	Report on voting
15B(SEC)155	15B/166/RVC

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

This document is issued in the type 2 technical report series of publications (according to G.4.2.2 of Part 1 of the IEC/ISO Directives) as a "prospective standard for provisional application" in the field of insulating materials because there is an urgent requirement for guidance on how standards in this field should be used to meet an identified need.

This document is not to be regarded as an "International Standard". It is proposed for provisional application so that information and experience of its use in practice may be gathered. Comments on the content of this document should be sent to the IEC Central Office.

A review of this type 2 technical report will be carried out not later than three years after its publication, with the options of either extension for a further three years or conversion to an International Standard or withdrawal.

INTRODUCTION

Le comportement des polymères sous rayonnement est fortement influencé par l'atmosphère dans laquelle ils sont irradiés, particulièrement par la présence d'oxygène. Lorsque des polymères sont irradiés dans des atmosphères contenant de l'oxygène, on observe souvent que la dose de rayonnement requise pour atteindre un niveau particulier de dégradation change avec le débit de dose. L'existence de tels effets de débit de dose dans le vieillissement sous rayonnement des matériaux polymériques a été reconnue depuis longtemps, mais ce n'est que récemment qu'une compréhension suffisante des processus en jeu a été obtenue pour permettre le développement de méthodologies prévisionnelles. Les types d'effets de débit de dose observés dans les polymères sont illustrés schématiquement dans la figure 1 [1]*, où la DDE (dose pour dommage équivalent) est définie comme la dose requise pour atteindre un niveau spécifique d'un paramètre de dommage (tel que l'allongement à la rupture, la résistance à la traction, les caractéristiques de compression, etc.).

La figure 1 illustre le comportement observé communément dans la plupart des polymères, mais pas dans tous. Dans une atmosphère inerte, la dégradation représentée par la courbe I est indépendante du débit de dose sur une large gamme de débits de dose. Quand les débits de dose sont assez faibles pour que les effets de dégradation thermique dominent, la courbe I est proche de la droite représentant le vieillissement thermique sous atmosphère inerte. Sur un tracé log-log comme en figure 1, ce vieillissement thermique sera représenté par une ligne droite de pente égale à un.

En présence d'oxygène, des effets de débit de dose peuvent provenir de divers processus incluant une oxydation limitée par diffusion et des réactions chimiques dépendant du temps. A de forts débits de dose, l'oxydation limitée par diffusion devient importante (figure 1); dans cette région la DDE tend à croître avec le débit de dose. Il convient de noter que la figure 1 est schématique et ne donne qu'une indication des types de comportement qui peuvent se produire. En particulier, la région limitée par diffusion est très dépendante du type de polymère, de son épaisseur, de la vitesse de perméation de l'oxygène et de la sensibilité du matériau aux propriétés de surface. La dégradation observée est fortement influencée par l'épaisseur de la couche d'oxydation. A des débits de dose suffisamment élevés, l'oxydation se produira seulement dans une fine couche superficielle qui n'affectera pas les propriétés globales de la plupart des polymères. Dans ce cas, la dégradation observée est semblable à celle constatée dans une atmosphère inerte et la DDE est proche de la droite de vieillissement inerte. Le débit de dose au-dessus duquel une oxydation hétérogène se produit peut être déterminée théoriquement ou par l'utilisation de techniques de profilage. Ces méthodes sont discutées en détail dans le rapport CEI 1244-1. Dans la région d'oxydation homogène, les effets de débit de dose sont réduits pour beaucoup de polymères; la pente de la courbe log-log de la DDE en fonction du débit de dose reste constante ou presque constante à débit de dose décroissant (courbe II dans la figure 1), jusqu'à ce que le débit de dose soit suffisamment faible pour que la dégradation thermique devienne dominante. Dans le comportement de type II, la pente de la courbe de la DDE en fonction du débit de dose est déterminée par la vitesse de réaction de la réaction chimique dominante. Si la vitesse de réaction est élevée par rapport à la vitesse d'amorçage, la pente est faible et peut être proche de zéro, alors que à faible vitesse de réaction, la pente est plus élevée mais <1 .

Dans quelques polymères irradiés dans des environnements contenant de l'oxygène, des effets plus complexes de débit de dose sont observés dans la région d'oxydation homogène (par exemple la courbe III dans la figure 1). Un exemple bien documenté du comportement de type III est observé dans le PVC; on pense qu'il provient de la décomposition d'espèces hydroperoxydes intermédiaires produites par irradiation [2-4]; cela est illustré plus en détail en 4.5.

* Les chiffres entre crochets renvoient à l'annexe A.

INTRODUCTION

The behaviour of polymers under irradiation is strongly influenced by the atmosphere in which they are irradiated, particularly the presence of oxygen. When polymers are irradiated in oxygen-containing atmospheres, it is often observed that the irradiation dose required to reach a particular level of degradation changes with dose rate. The existence of such dose rate effects in the radiation ageing of polymeric materials has been recognised for many years but only recently has a sufficient understanding been achieved of the processes involved to enable predictive methodologies to be developed. The types of dose rate effects which are seen in polymers are illustrated schematically in figure 1 [1]*, where DED (dose to equivalent damage) is defined as the dose required to reach a specific level of a damage parameter (such as elongation at break, tensile strength, compression set, etc.).

Figure 1 illustrates behaviour that is commonly seen in most, but not all, polymers. In an inert atmosphere, represented by curve I, degradation is independent of dose rate over a wide range of dose rates. When dose rates are small enough for thermal degradation effects to dominate, curve I will approach the line representing thermal ageing under inert conditions. On a log-log plot like figure 1, this thermal ageing will be represented by a straight line of slope equal to one.

In the presence of oxygen, dose rate effects can arise from several processes including diffusion-limited oxidation and time-dependent chemical reactions. At high dose rates, diffusion limited oxidation becomes important (figure 1); in this region DED tends to increase with increasing dose rate. It should be noted that figure 1 is schematic and is only indicative of the types of behaviour that can occur. The diffusion-limited region in particular is very dependent on the type of polymer, its thickness, the permeation rate for oxygen and the sensitivity of the material to surface properties. The observed degradation is strongly influenced by the thickness of the oxidation layer. At high enough dose rates, oxidation will only occur in a thin surface layer which does not affect the bulk properties of most polymers. In this case, the degradation observed is similar to that seen in an inert atmosphere and DED approaches the inert ageing line. The dose rate above which heterogeneous oxidation occurs can be determined theoretically or by the use of profiling techniques. These procedures are discussed in detail in report IEC 1244-1. In the homogeneous oxidation region, dose rate effects are reduced for many polymers; the slope of the log-log DED versus dose rate plot remains constant or nearly constant with decreasing dose rate (curve II in figure 1), until the dose rate is sufficiently low for thermal degradation to become dominant. In type II behaviour, the slope of the DED plot against dose rate is determined by the reaction rate of the dominant chemical reaction. If the reaction rate is high relative to the initiation rate, the slope is small and may approach zero; whereas at low reaction rates, the slope is higher but < 1 .

In a few polymers irradiated in oxygen-containing environments, more complex dose rate effects are observed in the homogeneous oxidation region (e.g. curve III in figure 1). A well documented example of type III behaviour is seen in PVC; this is believed to arise from the breakdown of intermediate hydroperoxide species produced by irradiation [2-4]; this is illustrated in more detail in 4.5.

* Figures in square brackets refer to annex A.

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

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

1 Généralités

1.1 *Domaine d'application et objet*

La présente partie de la CEI 1244 est un rapport technique de type 2 qui s'applique aux méthodes pour prédire le vieillissement à faible débit de dose.

Ce rapport a pour objet de présenter trois méthodes qui ont été utilisées pour extrapoler, à de faibles débits de dose typiques des conditions de service, des données obtenues à partir d'expériences à débit de dose élevé. Ces méthodes supposent qu'une oxydation homogène a été réalisée dans les conditions d'essai. Les techniques décrites dans les articles suivants sont des méthodes de recherche qui se sont avérées utiles pour une gamme de matériaux élastomères et thermoplastiques et quelques thermodurcissables, et elles sont sujettes à une recherche continue. Les méthodes exigent un nombre considérable de données d'essai pour permettre de faire des prédictions dans des conditions de faible débit de dose. La méthode d'extrapolation en loi de puissance (article 2) a surtout été utilisée pour des données isothermes, alors que les méthodes de superposition (articles 3 et 4) peuvent utiliser des données obtenues sur une gamme de températures.

1.2 *Références normatives*

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de la CEI 1244. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Tout document normatif est sujet à révision et les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de la CEI 1244 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes Internationales en vigueur.

CEI 544-1: 1994, *Guide pour la détermination des effets de rayonnements ionisants sur les matériaux isolants – Partie 1: Interaction des rayonnements et dosimétrie*

CEI 544-2: 1991, *Guide pour la détermination des effets de rayonnements ionisants sur les matériaux isolants – Partie 2: Méthodes d'irradiation et d'essai*

CEI 544-4: 1985, *Guide pour la détermination des effets de rayonnements ionisants sur les matériaux isolants – Partie 4: Système de classification pour l'utilisation dans un environnement sous rayonnement*

CEI 1244-1: 1993, *Détermination du vieillissement à long terme sous rayonnement dans les polymères – Partie 1: Techniques pour contrôler l'oxydation limitée par diffusion*

DETERMINATION OF LONG-TERM RADIATION AGEING IN POLYMERS –

Part 2: Procedures for predicting ageing at low dose rates

1 General

1.1 Scope and object

This part of IEC 1244 is a technical report of type 2 which applies to procedures for predicting ageing at low dose rates.

The object of this report is to present three methods which have been used to extrapolate data obtained from high dose rate experiments to the low dose rates typical of service conditions. These methods assume that homogeneous oxidation has been achieved under the test conditions. The techniques described in the following clauses are research methods which have been found to be useful for a range of elastomeric and thermoplastic materials and some thermosets, and are subject to continuing research. The procedures require a considerable number of test data to enable predictions to be made under low dose rate conditions. The power law extrapolation method (clause 2) has mainly been used for isothermal data whereas the superposition methods (clauses 3 and 4) can make use of data obtained over a range of temperatures.

1.2 Normative references

The following normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this part of IEC 1244. At the time of publication, the editions indicated were valid. All normative documents are subject to revision, and parties to agreements based on this part of IEC 1244 are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the normative documents indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 544-1: 1994, *Guide for determining the effects of ionizing radiation on insulating materials – Part 1: Radiation interaction and dosimetry*

IEC 544-2: 1991, *Guide for determining the effects of ionizing radiation on insulating materials – Part 2: Procedures for irradiation and test*

IEC 544-4: 1985, *Guide for determining the effects of ionizing radiation on insulating materials – Part 4: Classification system for service in radiation environments*

IEC 1244-1: 1993, *Determination of long-term radiation ageing in polymers – Part 1: Techniques for monitoring diffusion-limited oxidation*

2 Méthode d'extrapolation en loi de puissance

2.1 Introduction

Cette méthode est fondée sur l'extrapolation des données d'essai obtenues dans des conditions isothermes dans l'air ou en surpression d'oxygène sur une gamme de débits de dose. La limite supérieure de débit de dose est telle que des conditions d'oxydation homogène sont réalisées (voir cependant 2.4). Les données obtenues à différents débits de dose sont utilisées pour déterminer les critères de point limite qui sont extrapolés graphiquement au débit de dose en service.

2.2 Méthode d'essai

On doit évaluer le débit de dose maximal auquel une oxydation homogène se produira dans le matériau en essai. On peut utiliser les informations de la littérature pour estimer le débit de dose maximal ou calculer l'épaisseur de la couche d'oxydation (CEI 1244-1). Une fois que le débit de dose maximal a été établi, il convient de choisir au moins deux (trois de préférence) autres débits de dose, chacun étant au moins d'un ordre de grandeur plus faible que la valeur précédente.

Il convient de suivre les lignes directrices de la CEI 544-2 pour le choix des types d'éprouvettes, de la source de rayonnement, de la dosimétrie et du contrôle de la température. Il convient d'effectuer toutes les irradiations dans l'air ou à surpression constante d'oxygène, bien que, comme noté dans la CEI 1244-1 les techniques de surpression d'oxygène comportent un certain risque de trop vieillir les éprouvettes. Il convient de vérifier l'homogénéité de l'oxydation à travers l'épaisseur de l'éprouvette au moyen de techniques de profilage telles que celles décrites dans la CEI 1244-1. Il convient que le rapport d'essai comprenne des renseignements sur la source d'irradiation, le débit de dose, l'atmosphère, la température, le type et l'épaisseur des éprouvettes.

2.3 Evaluation et extrapolation

Pour les types de matériaux pour lesquels cette méthode est recommandée (c'est-à-dire les élastomères et les thermoplastiques), l'allongement à la rupture e est généralement la propriété mesurée; pour certains matériaux, la résistance à la traction peut être plus utile. Lorsque l'on utilise l'allongement comme paramètre mesuré, pour établir les points limites à chaque débit de dose, l'allongement relatif e/e_0 est porté en fonction de la dose absorbée (e_0 est la valeur initiale de l'allongement à la rupture). Un certain nombre de critères de point limite peuvent être interpolés à partir du graphe (figure 2); des critères de point limite typiques peuvent être $e/e_0 = 0,75$, $0,5$ ou $0,4$. Un nombre suffisant de doses absorbées doivent être utilisées pour permettre d'établir le critère de point limite sans extrapolation.

La dose à laquelle le critère de point limite est atteint, c'est-à-dire la dose de dommage équivalent DDE, est tracée en fonction du débit de dose sur une courbe log/log (figure 3). Cette courbe est linéaire dans certains matériaux, par exemple pour des polyoléfines, permettant une extrapolation à plus faibles débits de dose. La dose de point limite est alors donnée par

$$\text{DDE} = K \cdot \dot{D}^n \quad (1)$$

où

$\dot{D}$ est le débit de dose;

K et n sont des constantes empiriques spécifiques du matériau essayé.

2 Power law extrapolation method

2.1 Introduction

This method is based on the extrapolation of test data obtained under isothermal conditions in air or in oxygen overpressure over a range of dose rates. The upper limit to the dose rate is such that homogeneous oxidation conditions are achieved (but see 2.4). The test data obtained at the different dose rates are used to determine endpoint criteria which are extrapolated graphically to the service dose rate.

2.2 Test procedure

The maximum dose rate at which homogeneous oxidation will occur in the test material shall be assessed. Information in the literature may be used to estimate the maximum dose rate, or the oxidation layer thickness may be calculated (IEC 1244-1). Once the maximum dose rate has been established, at least two (preferably three) other dose rates should be selected, each dose rate being at least one order of magnitude lower than the previous value.

The general guidelines of IEC 544-2 should be used in the selection of specimen types, radiation source, dosimetry, and temperature control. All irradiations should be carried out in air or at constant oxygen overpressure, although as noted in IEC 1244-1, oxygen overpressure techniques entail some risk of over-ageing the samples. The homogeneity of oxidation through the specimen thickness should be checked using profiling techniques such as those described in IEC 1244-1. The test report should include details of the irradiation source, dose rate, atmosphere, temperature, sample type and thickness.

2.3 Evaluation and extrapolation

For the types of materials for which this procedure is recommended (i.e. elastomers and thermoplastics), elongation at break e is generally the property measured; for some materials, tensile strength or other criteria may be more useful. Using elongation as the measured parameter, to establish the endpoints at each dose rate, the relative elongation e/e_0 is plotted against absorbed dose (e_0 is the initial value of the elongation at break). A number of endpoint criteria can be interpolated from the graph (figure 2); typical endpoint criteria might be $e/e_0 = 0,75, 0,5$ or $0,4$. A sufficient number of absorbed doses shall be used to enable the endpoint criterion to be established without extrapolation.

The dose at which the endpoint criterion is reached, i.e. the dose to equivalent damage DED, is plotted against the dose rate in a log/log plot (figure 3). This plot is found to be linear in some materials, e.g. some polyolefins, enabling extrapolation to lower dose rates. The endpoint dose is then given by

$$DDE = K \cdot \dot{D}^n \quad (1)$$

where

$\dot{D}$ is the dose rate;

K and n are empirical constants specific to the material tested.

2.4 Limitations

Cette méthode peut être une méthode utile pour évaluer le comportement de certains polymères à faibles débits de dose, mais, en se référant à la figure 1, on voit immédiatement ses limitations potentielles. Pour tous les matériaux, elle n'est plus valable à des débits de dose suffisamment faibles pour que le vieillissement thermique devienne dominant (figure 1). Sur une courbe log-log de la DDE en fonction du débit de dose utilisée pour l'extrapolation, la limite du vieillissement thermique serait représentée par une droite de pente = 1, c'est-à-dire des conditions à temps constant, alors que la pente de la courbe des données extrapolées est généralement <1 . L'extrapolation à des débits de dose dans la région à dominance thermique donnerait des valeurs irréaliment élevées pour la DDE prédite (figure 4a). Ce problème peut être partiellement pris en compte si des données distinctes de vieillissement thermique sont disponibles, qui permettraient la détermination du seul résultat thermique approprié. Si les données additionnelles indiquent que les effets thermiques domineront, les résultats thermiques peuvent être utilisés pour les prédictions. De même, la méthode d'extrapolation en loi de puissance ne peut pas être utilisée pour des matériaux qui présentent des effets complexes de débit de dose dans la région d'oxydation homogène (courbe de type III dans la figure 1). Dans ces matériaux, les données obtenues dans la région d'inflexion de la courbe de type III donneraient des résultats trompeurs si l'on extrapolait de plus faibles débits de dose (figure 4b).

Bien que la méthode d'extrapolation linéaire suppose que des conditions d'oxydation homogène ont été obtenues dans toutes les expériences, elle apparaît toutefois utile dans certains matériaux à des débits de dose où l'on s'attend à une oxydation hétérogène. Par exemple le comportement de PE-X, présentés dans la figure 7, les deux plus hauts débits de dose utilisés sont susceptibles de donner lieu à une oxydation hétérogène, mais les courbes sont linéaires dans cette gamme de débits de dose avec la même pente qu'à des plus faibles débits de dose. Ceci peut se produire parce que les fissures produites dans la fine couche oxydée peuvent alors se propager dans la masse du matériau non oxydé, de sorte que les propriétés macroscopiques observées sont déterminées par la dégradation dans la couche oxydée de surface ou par la fragilisation accrue par réticulation.

2.5 Exemples

Quelques exemples de l'utilisation de la méthode d'extrapolation linéaire sont donnés pour divers types de polyoléfinés, comme suit.

Polypropylène

Ce matériau a été essayé sur une gamme de débits de dose allant de 4,45 Gy/h à 2 000 Gy/h. Dans la figure 5, les courbes d'allongement à la rupture e/e_0 sont données pour des monofilaments de polypropylène irradiés dans l'air [5]. En utilisant un critère de point limite $e/e_0 = 0,5$, les valeurs de la dose de point limite DDE peuvent être interpolés à partir de ces courbes. Ces valeurs de la DDE sont montrées en figure 6; on peut voir qu'il y a une relation linéaire entre le $\log(DDE)$ et le $\log(\text{débit de dose})$, avec une pente de 0,26.

Pour ce matériau, une oxydation homogène a été obtenue à tous les débits de dose en raison de l'épaisseur (0,4 mm) des échantillons.

Polyéthylène réticulé

Pour ce matériau de câble PE-X [7], essayé sur la gamme de débits de dose allant de 100 Gy/h à $1,8 \cdot 10^5$ Gy/h, les données pour $e/e_0 = 0,5$ sont présentées en figure 10. Ceci est un exemple où l'oxydation hétérogène aurait dû avoir lieu aux deux débits de dose les plus élevés. Toutefois pour ce matériau, l'inclinaison de la courbe reste la même à tous les débits de doses.

2.4 Limitations

This procedure can be a useful method for estimating the behaviour of some polymers at low dose rates but reference to figure 1 immediately shows its potential limitations. For all materials it must break down at dose rates low enough for thermal ageing to become dominant (figure 1). On a log-log plot of DED versus dose rate used for extrapolation, the thermal ageing limit would be represented by a line of slope = 1, i.e. constant time conditions, whereas the slope of the extrapolated data is generally < 1 . Extrapolation to dose rates within the thermally dominated region would give unrealistically high values for the predicted DED (figure 4a). This problem can be partially accounted for if separate thermal ageing data are available; these would allow determination of the appropriate thermal only result. If the additional data indicate that thermal effects will dominate, the thermal results can be used for predictions. The power law extrapolation method also cannot be used for materials which exhibit complex dose rate effects in the homogeneous oxidation region (type III curve in figure 1). In these materials, data obtained in the "knee" region of the type III curve would give misleading results when extrapolated to lower dose rates (figure 4b).

Although the linear extrapolation method assumes that homogeneous oxidation conditions have been obtained in all of the experiments, it appears to be useful in some materials at dose rates where heterogeneous oxidation would be expected to occur. For example the behaviour of XLPE shown in figure 7, the two higher dose rates used are likely to give rise to heterogeneous oxidation but the plots are linear in this dose rate range with the same slope as at lower dose rates. This may arise because cracks generated in the thin oxidised layer can then propagate through the bulk unoxidised material, so that the observed macroscopic properties are determined by degradation in the oxidised surface layer or by enhanced embrittlement from crosslinking.

2.5 Examples

Some examples of the use of the linear extrapolation method are given for several types of polyolefins, as follows.

Polypropylene

This material was tested over a dose rate range of 4,45 Gy/h to 2000 Gy/h. In figure 5, plots of relative elongation at break e/e_0 are shown for polypropylene monofilaments irradiated in air [5]. Using an end-point criterion of $e/e_0 = 0.5$, the values of the end-point dose DED can be interpolated from these plots. These DED values are shown in figure 6; it can be seen that over this dose rate range there is a linear relationship between $\log(\text{DED})$ and $\log(\text{dose rate})$, with a slope of 0.26.

For this material, homogeneous oxidation was obtained at all dose rates because of the thickness (0,4 mm) of the samples.

Crosslinked polyethylene

For this XLPE cable material [7], tested over the dose rate range 100 Gy/h to $1,8 \cdot 10^5$ Gy/h, data for $e/e_0 = 0,5$ are shown in figure 7. This is an example where heterogeneous oxidation would have occurred at the two highest dose rates. However, for this material, the slope of the plot remains the same at all dose rates.

Polyoléfine

Ceci est un exemple (figure 8) d'un matériau câble polyoléfine où l'oxydation hétérogène aurait eu lieu aux deux débits de doses les plus élevés. Toutefois dans ce cas, il y a un changement important de l'inclinaison de la courbe et la méthode d'extrapolation en loi de puissance ne peut pas être utilisée pour ces données.

3 Superposition de données dépendantes du temps

3.1 Introduction

La seconde méthode que l'on peut utiliser pour extrapoler à de plus faibles débits de dose fait usage de données additionnelles obtenues à des températures élevées sous irradiation. La méthode utilise le principe de superposition qui a été employé largement pour le vieillissement thermique (superposition température-temps) et qui est ici étendu à la superposition débit de dose-température-temps pour les environnements combinés chaleur-rayonnement [8, 9].

La méthode de superposition dans le vieillissement thermique utilise des données dépendantes du temps obtenues dans des conditions isothermes à différentes températures. Les températures élevées sont censées accélérer la dégradation des propriétés de manière uniforme de sorte que les données peuvent être déplacées sur l'axe de temps jusqu'à une courbe unique à la température de référence, par l'application d'un facteur multiplicatif de déplacement (figure 9a). Dans les environnements combinés chaleur-rayonnement, une méthode semblable peut être utilisée pour déplacer les données dépendantes du temps obtenues à une température constante et à un débit de dose constant; cela est montré schématiquement en figure 9b. En utilisant des températures élevées pour accélérer la dégradation, on obtient des données qui sont applicables à des débits de dose plus faibles que ceux qui sont accessibles expérimentalement.

Dans le vieillissement thermique, la relation fonctionnelle entre le facteur de déplacement $b(T)$ et la température prend souvent une forme simple, telle que la relation d'Arrhenius. L'énergie d'activation obtenue empiriquement à partir d'une telle relation fonctionnelle représente une énergie d'activation effective pour l'ensemble de la dégradation thermique. Pour le vieillissement combiné chaleur-rayonnement, les facteurs de déplacement $a(T, D)$, qui sont déterminés à partir des données dépendantes du temps, ne présentent pas toujours une simple relation fonctionnelle avec la température et le débit de dose. Dans certains cas, on peut déterminer une relation empirique [8, 9] qui permet d'effectuer l'extrapolation aux faibles débits de dose. Quelques exemples de polymères où cette méthode a été utilisée sont donnés en 3.5.

3.2 Méthode d'essai

Il convient de suivre les lignes générales de la CEI 544-2 pour le choix des types d'éprouvettes, de la source de rayonnement, de la dosimétrie et du contrôle de la température. Il convient d'effectuer toutes les irradiations dans l'air ou à surpression constante d'oxygène, bien que, comme noté dans la CEI 1244-1, les techniques de surpression d'oxygène comportent un certain risque de trop vieillir les éprouvettes. Il est recommandé que le paramètre de dommage utilisé reflète l'utilisation qui est faite du matériau; par exemple, pour un matériau de joint, les caractéristiques de compression seraient un paramètre approprié, alors que, pour un matériau de câble, l'allongement à la rupture serait plus adéquat. Il convient de vérifier l'homogénéité de l'oxydation à travers l'épaisseur de l'éprouvette au moyen de techniques de profilage telles que celles décrites dans la CEI 1244-1. Il convient que le rapport d'essai comprenne des renseignements sur la source d'irradiation, le débit de dose, l'atmosphère, les températures d'irradiation, le type et l'épaisseur des éprouvettes et le paramètre de dommage mesuré.

Polyolefin

This is an example (figure 8) of a polyolefin cable material where heterogeneous oxidation would have occurred at the two higher dose rates. However, in this case, there is a marked change in slope of the plot and the power law extrapolation method cannot be used on these data.

3 Superposition of time dependent data

3.1 Introduction

The second procedure which can be used to extrapolate to lower dose rates makes use of additional data obtained at elevated temperatures under irradiation. The method uses the superposition principle which has been used extensively for thermal ageing (time-temperature superposition) and here is expanded to time-temperature-dose rate superposition for combined thermal-radiation environments [8, 9].

The superposition procedure in thermal ageing uses time dependent data taken under isothermal conditions at different temperatures. The higher temperatures are assumed to accelerate the degradation of properties in a uniform manner so that data can be shifted on the time axis to a single curve at the reference temperature by the application of a multiplicative shift factor (figure 9a). In combined thermal-radiation environments, a similar procedure can be used to shift time dependent data obtained under constant temperature and constant dose rate; this is shown schematically in figure 9b. By using elevated temperatures to accelerate degradation, data are obtained which are relevant to dose rates lower than those which are accessible experimentally.

In thermal ageing, the functional relationship between the shift factor $b(T)$ and the temperature often takes a simple form, such as the Arrhenius relationship. The empirically derived activation energy from such a functional relationship represents an effective activation energy for the overall thermal degradation. For combined thermal-radiation ageing, the shift factors $a(T, D)$ which are determined from the time dependent data do not always show a simple functional relationship with temperature and dose rate. In some cases, an empirical relationship can be determined [8, 9] which enables extrapolation to lower dose rates to be carried out. Some examples of polymers where this procedure has been used are given in 3.5.

3.2 Test procedure

The general guidelines of IEC 544-2 should be used in the selection of specimen types, radiation source, dosimetry, and temperature control. All irradiations should be carried out in air or at constant oxygen overpressure, although as noted in IEC 1244-1 oxygen overpressure techniques entail some risk of over-ageing the samples. The damage parameter used should reflect the use that is to be made of the material; for example, for a seal material, compression set would be an appropriate parameter whereas, for a cable material, elongation at break would be more suitable. The homogeneity of oxidation through the specimen thickness should be checked using profiling techniques such as those described in IEC 1244-1. The test report should include details of the irradiation source, dose rate, atmosphere, irradiation temperatures, sample type and thickness and the damage parameter measured.

Il convient d'obtenir des données à un minimum de trois débits de dose et à au moins deux, de préférence trois, températures à chacun de ces débits de dose. Pour chacune de ces conditions de température-débit de dose, il convient d'effectuer des mesures à trois temps différents au moins. De plus, des données semblables sur du matériau non irradié doivent être obtenues pour trois températures au moins. Cela est le minimum de données pour cette méthode; une évaluation plus précise des facteurs de déplacement sera obtenue si plus de données sont disponibles.

3.3 Evaluation

La première étape dans l'évaluation consiste à superposer les courbes du paramètre de dommage en fonction du log(temps) obtenu dans des conditions de température constante sur un matériau non irradié pour produire une courbe maîtresse (figure 10). Les valeurs du facteur de déplacement $b(T)$ à chaque température sont déterminées et utilisées pour superposer les données. Ces valeurs peuvent alors être portées en fonction de $1/T$, où T est la température en kelvins (figure 11). L'énergie d'activation pour la seule dégradation thermique est déterminée à partir de la pente de la droite en utilisant la relation d'Arrhenius,

$$b(T) = \exp \{-E/R (1/T - 1/T_{\text{réf}})\} \quad (2)$$

où

$b(T)$ est le facteur de déplacement;

E est l'énergie d'activation;

R est la constante ($8,314 \text{ J.kmole}^{-1}.\text{K}^{-1}$);

$T_{\text{réf}}$ est la température de référence, c'est-à-dire la température à laquelle $b(T) = 1$. Pour faciliter l'évaluation, $T_{\text{réf}}$ est généralement choisie comme l'une des températures utilisées dans les mesures de vieillissement combiné chaleur-rayonnement.

Dans la seconde étape de l'évaluation, les données dépendantes du temps obtenues dans les conditions de vieillissement combiné chaleur-rayonnement sont superposées sur la courbe maîtresse comme montré dans la figure 12. Les facteurs de déplacement $a(T, D)$, à la température T et au débit de dose D , requis pour superposer les données, sont déterminés pour chaque condition de température-débit de dose. A cette étape de l'évaluation, les valeurs de $a(T, D)$ sont connues pour la matrice de températures et de débits de dose utilisés.

La relation empirique suivante entre le facteur de déplacement $a(T, D)$ et la température et le débit de dose [9] peut être utilisée pour un grand nombre de polymères:

$$a(T, D) = \exp \{-E/R (1/T - 1/T_{\text{réf}})\} [1 + k \cdot \dot{D}^x \cdot \exp \{Ex/R (1/T - 1/T_{\text{réf}})\}] \quad (3)$$

où

T est la température en kelvins;

$T_{\text{réf}}$ est la température de référence;

$\dot{D}$ est le débit de dose;

E , k et x sont les paramètres du modèle. Le paramètre E est la valeur de l'énergie d'activation pour le seul vieillissement thermique (figure 11). Les paramètres k et x sont déterminés en ajustant les valeurs de $a(T, D)$, obtenues expérimentalement, à l'équation empirique ci-dessus;

Lorsque $T = T_{\text{réf}}$, l'équation se simplifie en:

$$a(T_{\text{réf}}, D) = 1 + k \cdot \dot{D}^x \quad (4)$$

Data should be obtained at a minimum of three dose rates and at least two, preferably three, temperatures at each of these dose rates. For each of these temperature-dose rate conditions, measurements should be made at a minimum of three times. In addition, similar data on unirradiated material shall be obtained for at least three temperatures. This is the minimum data set for this method; more accurate assessment of the shift factors will be obtained if more data are available.

3.3 Evaluation

The first stage in the evaluation is to superpose plots of the damage parameter versus log (time) obtained at constant temperature conditions on unirradiated material to yield a master curve (figure 10). The values of the shift factor $b(T)$ at each temperature are determined and used to superpose the data. These values can then be plotted versus $1/T$, where T is the temperature in kelvins (figure 11). The activation energy for thermal-only degradation is determined from the slope of the straight line plot using the Arrhenius relationship:

$$b(T) = \exp \{-E/R (1/T - 1/T_{\text{ref}})\} \quad (2)$$

where

$b(T)$ is the shift factor;

E is the activation energy;

R is the gas constant ($8,314 \text{ J.kmol}^{-1}.\text{K}^{-1}$);

T_{ref} is the reference temperature i.e. the temperature at which $b(T) = 1$. For ease of assessment, T_{ref} is usually chosen to be one of the temperatures used in the combined thermal-radiation ageing measurements.

In the second stage of the evaluation, the time dependent data obtained under combined thermal-radiation ageing conditions are superposed on the master curve as shown in figure 12. The shift factors $a(T, D)$, at temperature T and dose rate D , required to superpose the data are determined for each temperature-dose rate condition. At this stage of the evaluation, values of $a(T, D)$ are known for the matrix of temperatures and dose rates used.

The following empirical relationship between the shift factor $a(T, D)$ and the temperature and dose rate [9] can be used for a number of polymers:

$$a(T, D) = \exp \{-E/R (1/T - 1/T_{\text{ref}})\} [1 + k \cdot \dot{D}^x \cdot \exp \{Ex/R (1/T - 1/T_{\text{ref}})\}] \quad (3)$$

where

T is the temperature in kelvins;

T_{ref} is the reference temperature;

$\dot{D}$ is the dose rate;

E , k and x are the model parameters. The parameter E is the value of the activation energy for thermal-only ageing (figure 11). The parameters k and x are determined by fitting the values of $a(T, D)$ obtained experimentally to the empirical equation above.

When $T = T_{\text{ref}}$, the equation simplifies to

$$a(T_{\text{ref}}, D) = 1 + k \cdot \dot{D}^x \quad (4)$$

Le paramètre x prend généralement la valeur $x \leq 1$. Cela est montré en figure 13; le paramètre x est la valeur limite de la pente de la courbe à débits de dose élevés. Le paramètre k détermine la position de la courbe sur l'axe des débits de dose.

Ayant déterminé les paramètres E , k et x à partir des données expérimentales, le modèle empirique peut être utilisé pour calculer la DDE aux plus faibles débits de dose ou aux plus faibles températures. Elle peut être déterminée en utilisant l'équation:

$$DDE = \dot{D} \cdot t_m / a(T, D) \quad (5)$$

où

t_m est le temps requis pour atteindre le niveau de dommage choisi aux conditions de référence de $T = T_{\text{réf}}$ et $D = 0$;

$a(T, D)$ est calculé à partir de l'équation (3). Cela est montré dans la figure 14; la pente limite de la courbe log-log de la DDE en fonction du débit de dose est $(1-x)$ aux débits de dose élevés.

3.4 Limitations

En dépit de sa nature empirique, la forme générale du modèle de superposition (équation 3) s'est avérée d'un usage pratique dans les environnements sous rayonnement. Quelques exemples d'utilisation du modèle sont donnés en 3.5.

Ce modèle empirique ne peut être utilisé que pour les matériaux où la forme du paramètre de dommage en fonction de la courbe log(temps) ne change pas avec la température et le débit de dose. En pratique, cela limite son utilisation aux matériaux où un seul mécanisme, par exemple l'oxydation, domine à la fois la dégradation thermique et celle sous rayonnement. Si la forme de la courbe change, la superposition des données n'est pas possible et la méthode ne peut pas être utilisée. La méthode peut de façon satisfaisante modéliser le changement dans la DDE comme le matériau passe de la région homogène à la région de dégradation thermique à faible débit de dose (courbe II dans la figure 1), mais ne peut pas être utilisée pour les matériaux qui présentent des effets complexes de débit de dose dans la région homogène (courbe III dans la figure 1). Il convient de ne pas utiliser la méthode pour extrapoler au travers d'une transition thermique du polymère.

3.5 Exemples

Elastomère EPDM:

C'est un élastomère formulé utilisé comme matériau de joint, où les caractéristiques de compression ont été utilisées comme paramètre de dommage. Ce matériau présente une faible dépendance en température (pour $T < 90$ °C) sous vieillissement combiné chaleur-rayonnement à des débits de dose dans la gamme de 35 Gy/h à 1 000 Gy/h [9]. En utilisant les valeurs de $a(T, D)$ obtenues dans cette gamme de débits de dose pour estimer les paramètres du modèle, on peut montrer que à débit de dose faible, où les effets thermiques dominent, le modèle de superposition prédit une dépendance marquée en température. Des essais de longue durée à des débits de dose de 3,5 Gy/h indiquent que le modèle peut prédire de façon satisfaisante le comportement de ce matériau de joint (figure 15).

En utilisant le modèle pour calculer les valeurs attendues de la DDE en fonction du débit de dose, on montre que, pour ce matériau, la DDE est indépendante du débit de dose dans une large gamme de débits de dose. En utilisant des données d'essais effectués à température élevée, la dégradation à 20 °C à des débits de dose jusqu'à $1,8 \cdot 10^{-3}$ Gy/h peut être évaluée (figure 16). Il faut noter que, dans ce matériau, les effets thermiques dominent aux plus faibles débits de dose, illustrant le besoin de données de vieillissement thermique lorsque l'on utilise la méthode d'extrapolation en loi de puissance.

The parameter x usually takes the value $x \leq 1$. This is shown in figure 13; the parameter x is the limiting value of the slope of the plot at high dose rates. The parameter k determines the position of the curve on the dose rate axis.

Having determined the parameters E , k and x from the experimental data, the empirical model can be used to calculate the DED at lower dose rates or temperatures. This can be determined using the equation:

$$\text{DED} = \dot{D} \cdot t_m / a(T, D) \quad (5)$$

where

t_m is the time required to reach the selected damage level at the reference conditions of $T = T_{\text{ref}}$ and $D = 0$,

$a(T, D)$ is calculated from equation (3). This is shown in figure 14, the limiting slope of the log-log plot of DED versus dose rate is $(1-x)$ at high dose rates.

3.4 Limitations

Despite its empirical nature, the general form of the superposition model (equation 3) has been found to be of practical use in radiation environments. Some examples of the use of the model are given in 3.5.

This empirical model can only be used for those materials where the shape of the damage parameter versus log (time) curve does not change with temperature and dose rate. In practice, this limits its use to those materials where a single mechanism, e.g. oxidation, dominates both thermal and radiation degradation. If the curve shape changes, superposition of data is not possible and the method cannot be used. The procedure can satisfactorily model the change in DED as the material moves from the homogeneous region into the thermal degradation region at low dose rate (curve II in figure 1) but cannot be used for those materials which show complex dose rate effects in the homogeneous region (curve III in figure 1). The procedure should not be used to extrapolate through a thermal transition of the polymer.

3.5 Examples

EPDM elastomer:

This is a formulated elastomer used as a seal material, where compression set has been used as the damage parameter. This material exhibits little temperature dependence (for $T < 90^\circ\text{C}$) under combined thermal-radiation ageing at dose rates in the range 35 Gy/h to 1000 Gy/h [9]. Using the $a(T, D)$ values obtained in this dose rate range to estimate the model parameters shows that at low dose rates, where thermal effects dominate, the superposition model predicts a marked temperature dependence. Long-term tests at dose rates of 3,5 Gy/h indicate that the model can satisfactorily predict the behaviour of this seal material (figure 15).

Using the model to calculate the expected DED values as a function of dose rate shows that, for this material, DED is independent of dose rate over a wide dose rate range. By using data from tests carried out at elevated temperature, the degradation at 20°C at dose rates down to $1,8 \cdot 10^{-3}$ Gy/h can be assessed (figure 16). Note that, in this material, thermal effects dominate at the lowest dose rates illustrating the need for thermal ageing data when using the power law extrapolation method.

Elastomère nitrile:

Ce matériau est aussi utilisé comme joint, mais, à la différence de l'élastomère EPDM de l'exemple précédent, il présente une dépendance marquée en température sous irradiation à des débits de dose dans la région de 100 Gy/h à 1 000 Gy/h [9]. Le modèle de superposition a été utilisé pour ajuster les données obtenues sur ce matériau et peut être utilisé pour calculer les valeurs de la DDE en fonction du débit de dose (figure 17). Dans cet élastomère nitrile, la dégradation à 40 °C pour des débits de dose <350 Gy/h est dominée par la dégradation thermique comme indiqué par la droite avec une pente de un sur la courbe de la DDE en fonction du débit de dose dans la figure 17.

Polymère d'éthylène/acétate de vinyle:

C'est un matériau d'enveloppe de câble à double couche E/VAC-E/VAC qui a été ajusté au modèle empirique. A la différence des deux exemples précédents où le paramètre de modèle x prenait une valeur de 1, ce matériau exige une valeur de x égale à 0,7 pour ajuster les données au modèle [10]. Une courbe log/log de la DDE en fonction du débit de dose présente une dépendance du débit de dose, même aux débits de dose élevés (figure 18); la pente de la courbe à débit de dose élevé sera $(1-x)$.

4 Superposition de données de DDE

4.1 Introduction

Cette méthode utilise également les données obtenues à température élevée sous vieillissement combiné chaleur-rayonnement. Dans ce cas, la superposition temps-température-débit de dose est appliquée aux courbes log-log de la DDE en fonction du débit de dose plutôt qu'au paramètre de dommage en fonction du log(temps). Les facteurs de déplacement obtenus à partir de la superposition de la DDE en fonction des données de débit de dose sont souvent une fonction simple de la température comme la relation d'Arrhenius [3] et peuvent souvent être rationalisés mécaniquement en termes de mécanismes d'oxydation sous-jacente [4]. Cette méthode peut être appliquée à une large gamme de matériaux, comprenant ceux pour lesquels la superposition des données dépendantes du temps est inappropriée.

4.2 Méthode d'essai

Il convient d'utiliser les lignes directrices de la CEI 544-2 dans le choix des types d'éprouvettes, de la source de rayonnement, de la dosimétrie et du contrôle de la température. Il convient d'effectuer toutes les irradiations dans l'air ou à suppression d'oxygène constante, bien que, comme noté dans la CEI 1244-1, les techniques de suppression d'oxygène comportent quelques risques de survieissement des éprouvettes. Il est important d'identifier toute condition de température-débit de dose qui donne des conditions d'oxydation hétérogène. Il convient de vérifier l'homogénéité de l'oxydation au travers de l'épaisseur de l'éprouvette au moyen de techniques de profilage telles que celles décrites dans la CEI 1244-1. Il est recommandé que le rapport d'essai comprenne les détails de la source de rayonnement, du débit de dose, de l'atmosphère, des températures d'irradiation, du type et de l'épaisseur de l'éprouvette, du paramètre de dommage mesuré.

Pour effectuer la superposition, il faut des données à plusieurs débits de dose et à deux températures au moins. Pour déterminer la valeur de la DDE, il faut obtenir un nombre suffisant de données à chaque condition de température-débit de dose; la DDE peut être évaluée pour un certain nombre de niveaux de dommage.

Nitrile elastomer:

This material is also used as a seal but, unlike the EPDM elastomer of the previous example, it shows a marked temperature dependence under irradiation at dose rates in the region 100 Gy/h to 1 000 Gy/h [9]. The superposition model has been used to fit the data from this material and can be used to calculate DED values as a function of dose rate (figure 17). In this nitrile elastomer, degradation at 40 °C for dose rates <350 Gy/h is dominated by thermal degradation as indicated by the line with a slope of one on the plot of DED versus dose rate in figure 17.

Ethylene vinyl acetate polymer:

This is a dual layer EVA/EVA cable jacketing material which has been fitted to the empirical model. Unlike the previous two examples where the model parameter x took a value of 1, this material requires an x value of 0,7 to fit the data to the model [10]. A log/log plot of DED versus dose rate then shows a marked dose rate dependence even at high dose rates (figure 18); the slope of the plot at high dose rate will be $(1-x)$.

4 Superposition of DED data**4.1 Introduction**

This procedure also makes use of data obtained at elevated temperature under combined thermal-radiation ageing. Time-temperature-dose rate superposition in this case is applied to log-log plots of DED versus dose rate rather than damage parameter versus log (time). The shift factors obtained from superposition of DED versus dose rate data are often a simple function of temperature like the Arrhenius relationship [3] and can often be mechanistically rationalised in terms of the underlying oxidation mechanisms [4]. This procedure can be applied to a wide range of materials, including those for which superposition of time dependent data is inappropriate.

4.2 Test procedure

The general guidelines of IEC 544-2 should be used in the selection of specimen types, radiation source, dosimetry, and temperature control. All irradiations should be carried out in air or at constant oxygen overpressure, although as noted in IEC 1244-1, oxygen overpressure techniques entail some risk of over-ageing the samples. It is important to identify any temperature-dose rate conditions which give heterogeneous oxidation conditions. The homogeneity of oxidation through the specimen thickness should be checked using profiling techniques such as those described in IEC 1244-1. The test report should include details of the irradiation source, dose rate, atmosphere, irradiation temperatures, sample type and thickness and the damage parameter measured.

Data at several dose rates and at least two temperatures are needed for superposition to be carried out. Sufficient data needs to be obtained at each temperature-dose rate condition for the DED value to be determined; DED can be assessed for a number of damage levels.

4.3 Evaluation

Pour chaque condition de température-débit de dose, la valeur de la DDE est déterminée à partir de la courbe du paramètre de dommage en fonction de la dose, comme présenté en figure 2. Ces valeurs de la DDE sont alors portées en fonction du $\log(\text{débit de dose})$, en excluant toute donnée qui n'est pas d'oxydation homogène (figure 19). Ces points de données sont déplacés horizontalement sur l'axe des débits de dose en utilisant les facteurs de déplacement calculés à partir de la relation d'Arrhénius (équation 2). L'énergie d'activation E est déterminée par tâtonnement jusqu'à ce que la superposition de toutes les données soit obtenue (figure 20). Dans quelques cas, l'énergie d'activation empirique déterminée par le processus de superposition se trouve être égale à celle du vieillissement thermique seul. Si une seule valeur de E peut être déterminée qui fournisse des données superposées à différents niveaux de dommage, alors cette valeur de E peut être utilisée pour extrapoler aux plus faibles débits de dose.

4.4 Limitations

Bien que cette méthode puisse être utilisée de façon satisfaisante pour extrapoler les données dans la région homogène (pour les deux comportements de type II et de type III, figure 1) et dans la région à dominance thermique, elle ne peut pas être utilisée si la gamme de températures en question est dans ou près d'une transition thermique du polymère.

L'incertitude sur la valeur de l'énergie d'activation déterminée de cette manière dépendra d'un certain nombre de facteurs. Lorsque les effets de débit de dose sont faibles, c'est-à-dire lorsque la DDE varie peu avec le débit de dose, il y aura de grandes incertitudes. Aux débits de dose où les effets thermiques sont dominants, l'incertitude sur E est beaucoup plus faible et sera proche de celle pour la seule dégradation thermique.

4.5 Exemples

Quelques exemples d'utilisation de la superposition des données de la DDE sont donnés dans les alinéas suivants.

Enveloppe de câble en néoprène:

Des mesures d'allongement en traction ont été effectuées sur ce matériau dans une gamme d'environnements combinés chaleur-rayonnement [3]. L'énergie d'activation déterminée à partir de la superposition des données de DDE s'est avérée être la même que celle déterminée à partir du vieillissement thermique. Pour ce matériau particulier, la superposition se produit pour les données homogènes et hétérogènes à la fois (figure 21). Il est suggéré que cela provient du fait que, dans les éprouvettes hétérogènes, des craquelures qui ont leur origine dans les régions oxydées en surface, peuvent se propager à travers la masse moins oxydée du matériau loin des surfaces. Cela rendrait l'allongement relativement insensible à l'homogénéité de l'oxydation dans les éprouvettes. On peut voir que les données superposées dans la figure 21 approchent asymptotiquement la droite représentant la dégradation thermique seule, indiquant que l'environnement thermique domine la dégradation dans ce matériau à des débits de dose $< 1 \text{ Gy/h}$ à 45°C .

Enveloppe de câble en Hypalon:

La superposition des données de DDE à partir d'éprouvettes uniformément oxydées de ce matériau peut être effectuée en utilisant une énergie d'activation égale à celle obtenue à partir du vieillissement thermique seul (figure 23) [3]. A la différence du matériau en néoprène discuté dans l'exemple précédent, les données hétérogènes ne restent pas sur la courbe superposée, indiquant que l'allongement dans ce matériau est sensible à l'état d'oxydation de l'intérieur des éprouvettes.

4.3 Evaluation

For each temperature-dose rate condition the DED value is determined from a plot of the damage parameter versus dose as shown in figure 2. These DED values are then plotted versus log (dose rate), excluding any data which is not homogeneously oxidised (figure 19). The data points are shifted horizontally on the dose rate axis by using shift factors calculated from the Arrhenius relationship (equation 2). The activation energy E is determined by trial and error until superposition of all of the data is obtained (figure 20). In some cases the empirical activation energy determined from the superposition process is found to be equal to that for thermal-only ageing. If a single value of E can be determined which will yield superposed data at different damage levels, then that value of E can be used to extrapolate to lower dose rates.

4.4 Limitations

Although this procedure can satisfactorily be used to extrapolate data in the homogeneous region (for both type II and type III behaviour, figure 1) and in the thermally dominated region, it cannot be used if the temperature range of interest is at or near a thermal transition of the polymer.

The uncertainty in the value of the activation energy determined in this manner will be dependent on a number of factors. When dose rate effects are small, i.e. DED varies little with dose rate, there will be large uncertainties. At dose rates where thermal effects are dominant, the uncertainty in E is much less and will approach that for thermal-only degradation.

4.5 Examples

Some examples of the use of superposition of DED data are given in the following paragraphs.

Neoprene cable jacket:

Measurements of tensile elongation have been made on this material over a range of combined thermal-radiation environments [3]. The activation energy determined from superposition of DED data was found to be the same as that determined from thermal ageing. For this particular material, superposition occurs for both homogeneous and heterogeneous data (figure 21). It is suggested that this arises because, in heterogeneous samples, cracks which originate in the oxidised surface regions can propagate through the less oxidised bulk material away from the surfaces. This would make the elongation relatively insensitive to the homogeneity of oxidation in the samples. The superposed data in figure 21 can be seen to asymptotically approach the line representing thermal-only degradation, indicating that the thermal environment dominates the degradation in this material at dose rates <1 Gy/h at 45°C .

Hypalon cable jacket:

Superposition of DED data from homogeneously oxidised samples of this material can be carried out using an activation energy equal to that obtained from thermal-only ageing (figure 22) [3]. Unlike the neoprene material discussed in the previous example, heterogeneous data do not lie on the superposed curve, indicating that elongation in this material is sensitive to the state of oxidation of the interior of the samples.

Enveloppe de câble en PVC:

Ce matériau d'enveloppe de câble en PVC particulier a été étudié de façon extensive dans des conditions combinées chaleur-rayonnement [1, 3, 4]. Une énergie d'activation de $96 \cdot 10^6$ J/kmol présente une excellente superposition des données sur une large gamme de températures et de débits de dose. Les données superposées ont une courbe inhabituelle en forme de S où les effets de débit de dose tendent à décroître aux faibles débits de dose (figure 23); cela est typique du comportement de type III présenté schématiquement dans la figure 1. Par opposition aux deux exemples précédents, l'énergie d'activation déterminée à partir de la superposition n'est pas égale à l'énergie d'activation thermique seule qui est de $142 \cdot 10^6$ J/kmol. Des études détaillées des cinétiques de dégradation dans ce matériau ont montré que les effets de débit de dose et la dégradation accrue aux températures élevées sont dus à la décomposition d'espèces d'hydroperoxydes produites sous irradiation, déterminant la vitesse [4, 11]. On a montré que l'énergie d'activation pour cette étape déterminant la vitesse était de $96 \cdot 10^6$ J/kmol, c'est-à-dire identique à la valeur empirique trouvée à partir de la superposition. La forme de la courbe superposée dans la figure 23 est aussi consistante avec le modèle théorique des cinétiques détaillées des réactions chimiques en question.

5 Conclusions

Un certain nombre de méthodes pour prédire le comportement à long terme de matériaux polymériques à faibles débits de dose dans des environnements sous rayonnement ont été discutés dans les articles précédents. Toutes les méthodes décrites requièrent un grand nombre de données obtenues sur des durées considérables. On a trouvé que chaque méthode était d'une utilisation pratique à l'intérieur de ses limitations, mais aucune méthode ne peut être utilisée lorsqu'il y a plus d'un mécanisme opérant avec différentes énergies d'activation apparentes.

La méthode d'extrapolation en loi de puissance (article 2) est la plus simple des techniques de prédiction et requiert la plus faible quantité de données expérimentales. Cette méthode ne peut pas être utilisée pour des débits de dose suffisamment faibles pour que le vieillissement thermique domine, mais elle apparaît valide pour l'extrapolation de données obtenues à des températures proches de l'ambiante (20 °C à 30 °C) pour des polymères tels que les polyoléfinés. En raison du nombre limité des données en cause, il convient d'être prudent en extrapolant par plus d'un facteur 10 dans le débit de dose.

Les deux méthodes de superposition peuvent utiliser des données obtenues à température élevée et sont capables de prédire le comportement dans le régime de débit de dose où la dégradation thermique est importante, mais requièrent considérablement plus de données expérimentales que la méthode d'extrapolation en loi de puissance. La superposition de données dépendantes du temps (article 3) ne s'applique pas à tous les matériaux; par exemple, elle ne peut pas être utilisée avec des matériaux qui présentent des effets complexes de débit de dose tels qu'un comportement de type III. Lorsqu'elle est applicable, la méthode se prête au calcul des effets de conditions assez complexes température-débit de dose. La superposition des données de DDE (article 4) peut être utilisée pour la plupart des matériaux, mais, comme toutes les méthodes, elle ne peut pas être utilisée pour extrapoler au travers des transitions thermiques du polymère, ou lorsque le mécanisme dominant change dans la gamme de débit de dose-température en question.

PVC cable jacket:

This particular PVC cable jacketing material has been studied extensively under combined radiation-thermal conditions [1, 3, 4]. An activation energy of $96 \cdot 10^6$ J/kmol yields excellent superposition of the data over a wide range of temperatures and dose rates. The superposed data have an unusual S-shaped curve where dose rate effects tend to decrease at low dose rates (figure 23); this is typical of the type III behaviour shown schematically in figure 1. In contrast to the two previous examples, the activation energy determined from superposition does not equal the thermal only activation energy which is $142 \cdot 10^6$ J/kmol. Detailed studies of the kinetics of degradation in this material have shown that the dose rate effects and enhanced degradation at elevated temperatures are due to the rate-determining breakdown of hydroperoxide species produced under irradiation [4, 11]. The activation energy for this rate-determining step has been shown to be $96 \cdot 10^6$ J/kmol, i.e. identical to the empirical value found from superposition. The shape of the superposed curve in figure 23 is also consistent with the theoretical modelling of the detailed kinetics of the chemical reactions involved.

5 Conclusions

A number of procedures for predicting the long-term behaviour of polymeric materials at low dose rates in radiation environments have been discussed in the previous clauses. All of the procedures described require extensive data obtained over considerable periods of time. Each method has been found to be of practical use within its limitations, but none of the methods can be used where there is more than one mechanism operating with different apparent activation energies.

The power-law extrapolation method (clause 2) is the simplest of the predictive techniques and requires the least amount of experimental data. This procedure cannot be used at dose rates low enough for thermal ageing to dominate, but appears to be valid for extrapolation of data obtained at near ambient temperatures (20 °C to 30 °C) for polymers such as polyolefins. Because of the limited data involved caution should be used in extrapolating by more than a factor of 10 in dose rate.

Both of the superposition methods can make use of data obtained at elevated temperature and are able to predict behaviour in the dose rate regime where thermal degradation is important, but require considerably more experimental data than the power-law extrapolation method. The superposition of time-dependent data (clause 3) is not applicable to all materials; for instance, it cannot be used with materials which exhibit complex dose rate effects such as type III behaviour. Where it is applicable, the procedure does lend itself to calculation of the effects of quite complex temperature-dose rate conditions. The superposition of DED data (clause 4) can be used for most materials but, like all of the procedures, it cannot be used to extrapolate through thermal transitions of the polymer, or where the dominant mechanism changes in the dose rate-temperature range of interest.

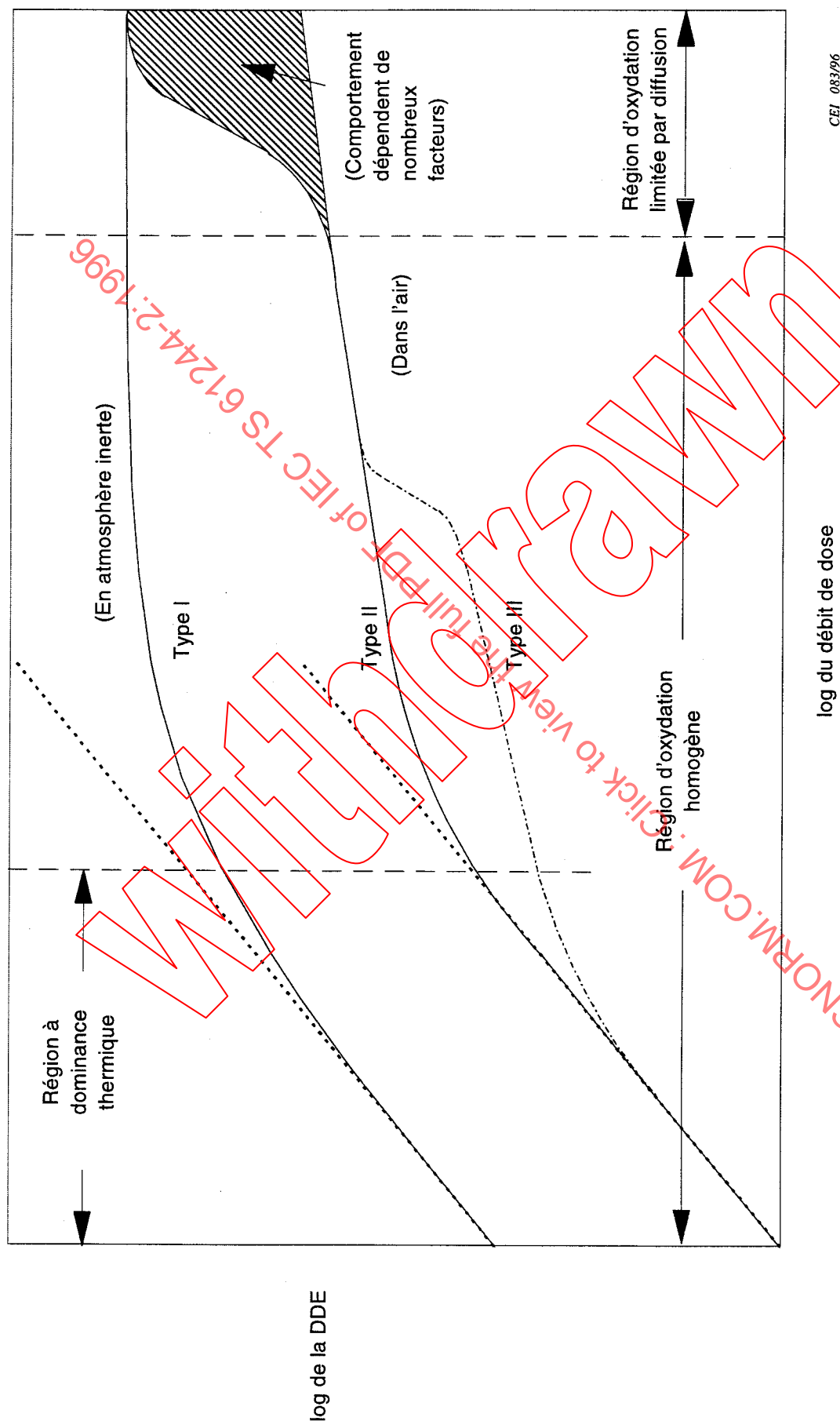


Figure 1 – Schéma illustrant les types d'effets de débit de dose qui peuvent se produire dans les matériaux polymériques vieilliss sous rayonnement

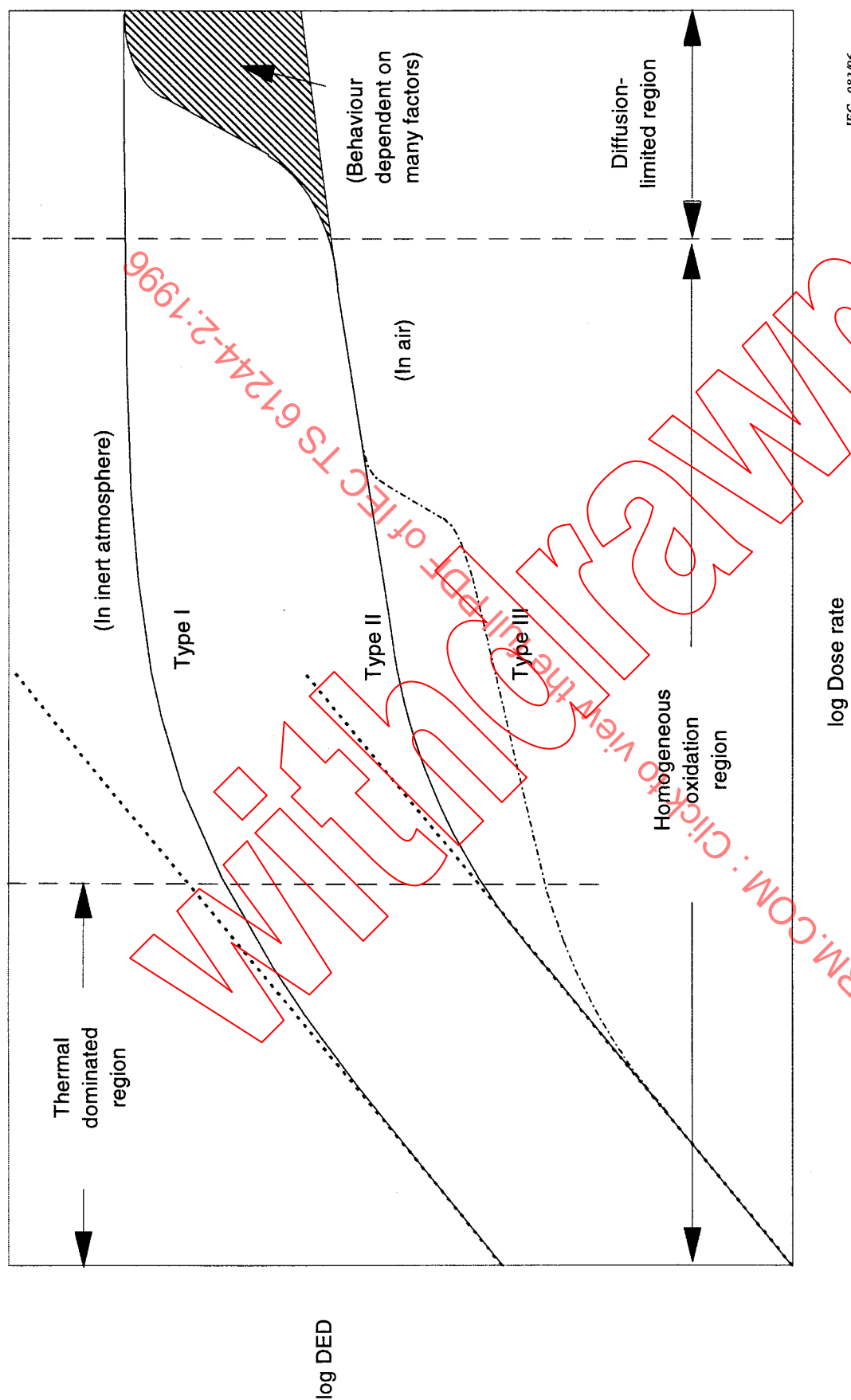


Figure 1 – Schematic illustrating the types of dose rate effects which can occur in radiation-aged polymeric materials

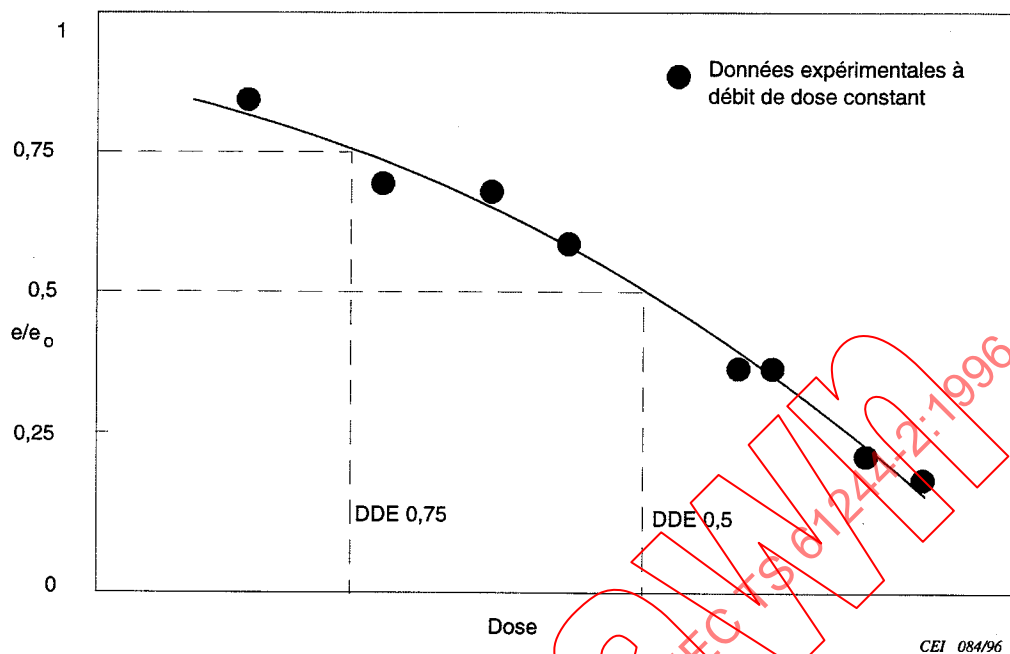


Figure 2 – Interpolation schématique de la dose de point limite

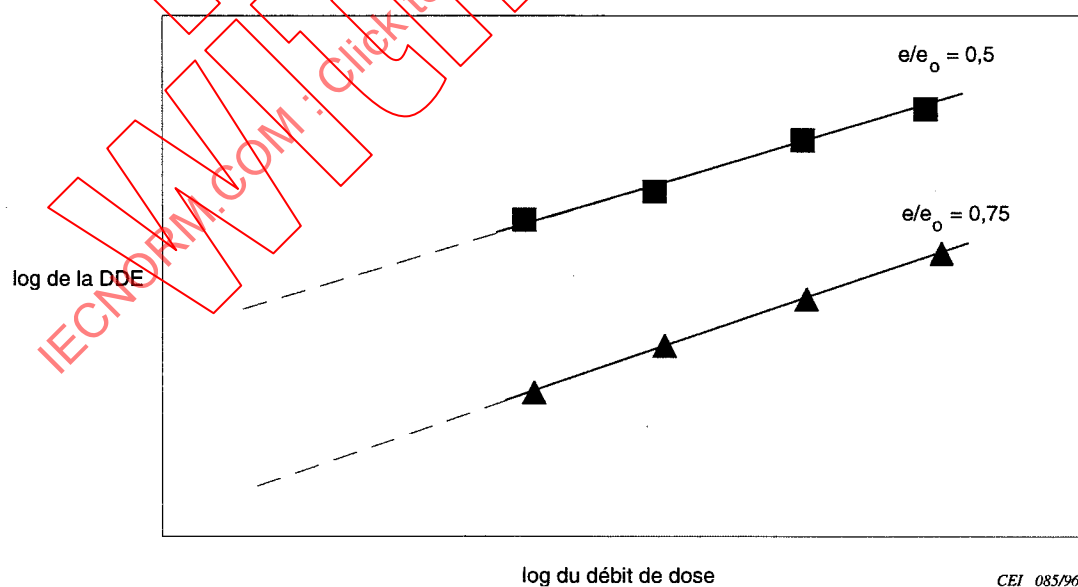


Figure 3 – Extrapolation schématique de la dose de point limite à plus faibles débits de dose

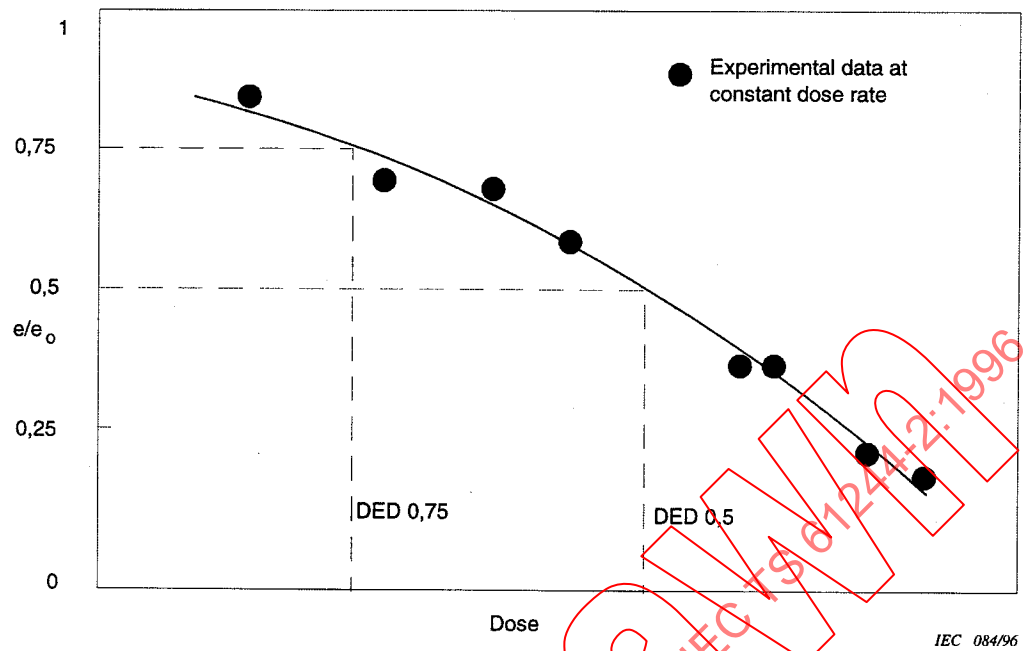


Figure 2 – Interpolation of the end-point dose – Schematic

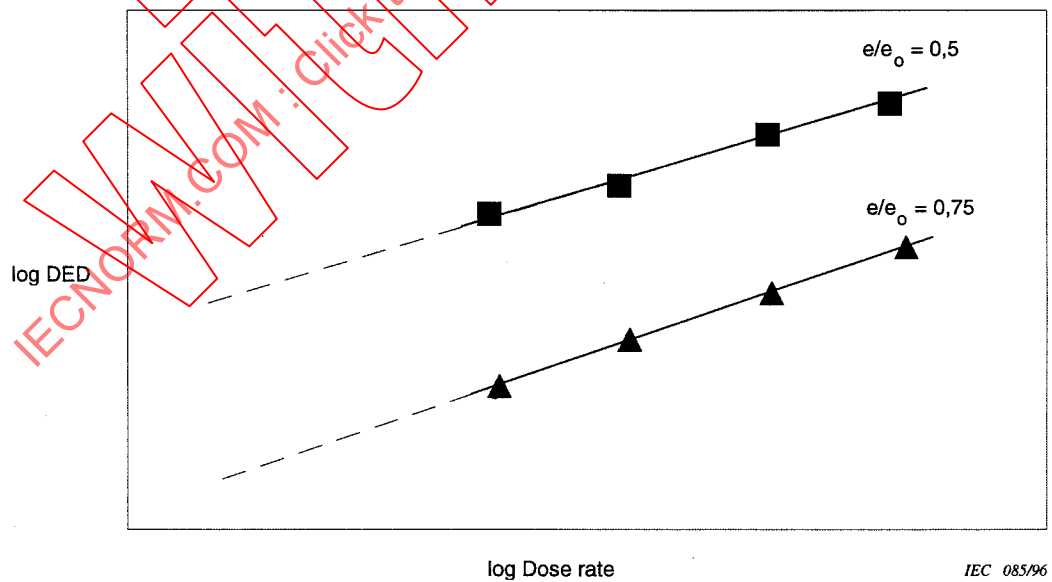


Figure 3 – Extrapolation of end-point dose to lower dose rates – Schematic

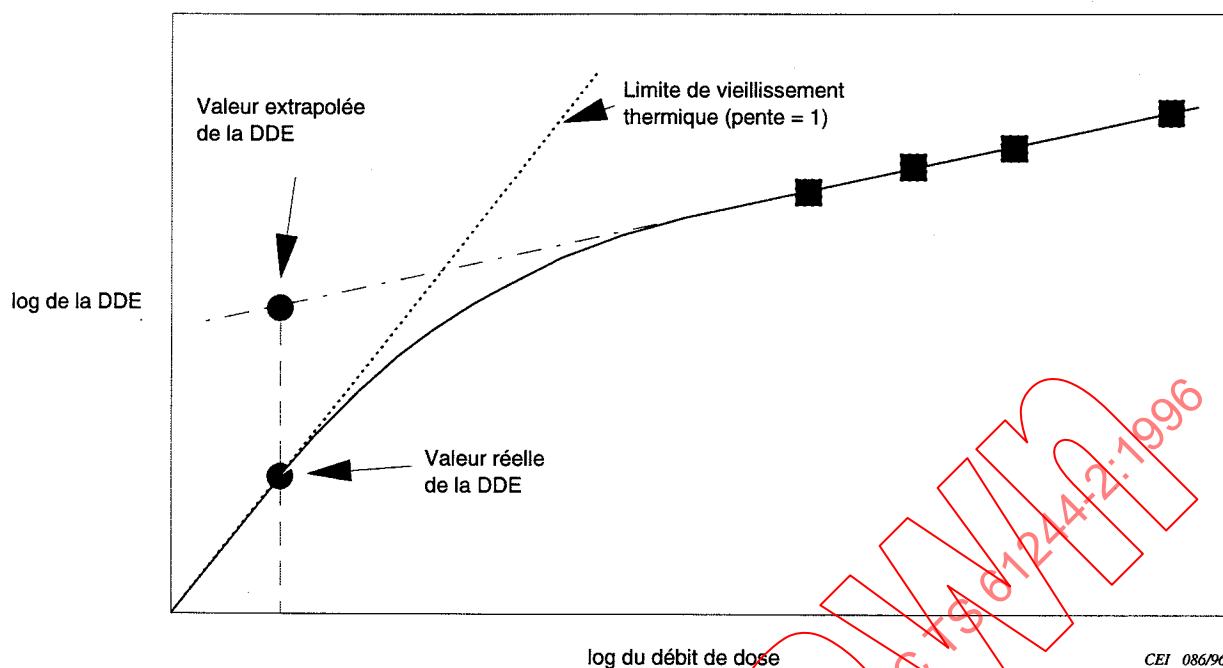


Figure 4a – Limitations – Extrapolation de la DDE près de la limite de vieillissement thermique

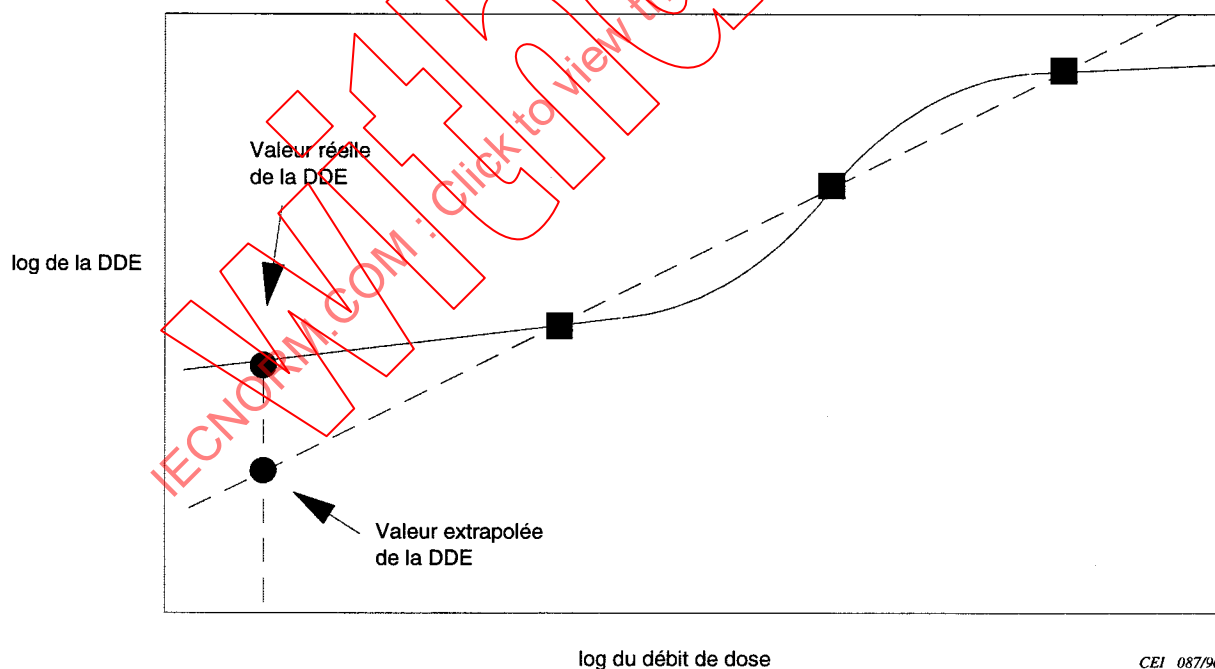


Figure 4b – Limitations – Extrapolation de la DDE dans un polymère avec un comportement de type III

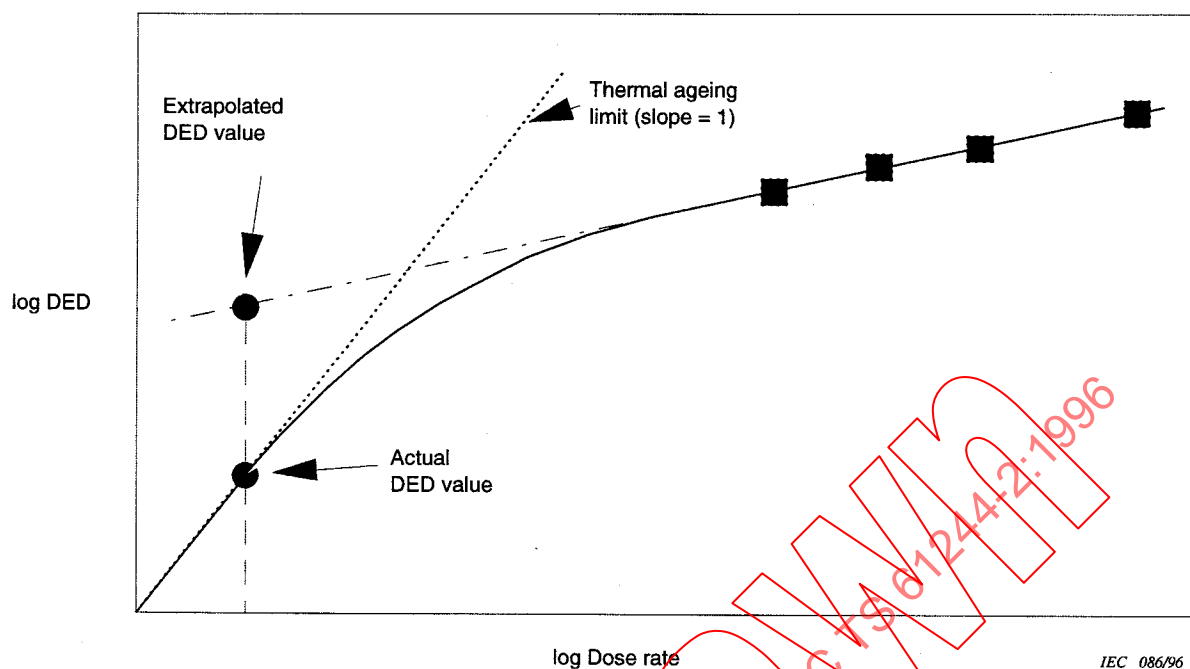


Figure 4a – Limitations – Extrapolation of DED near thermal ageing limit

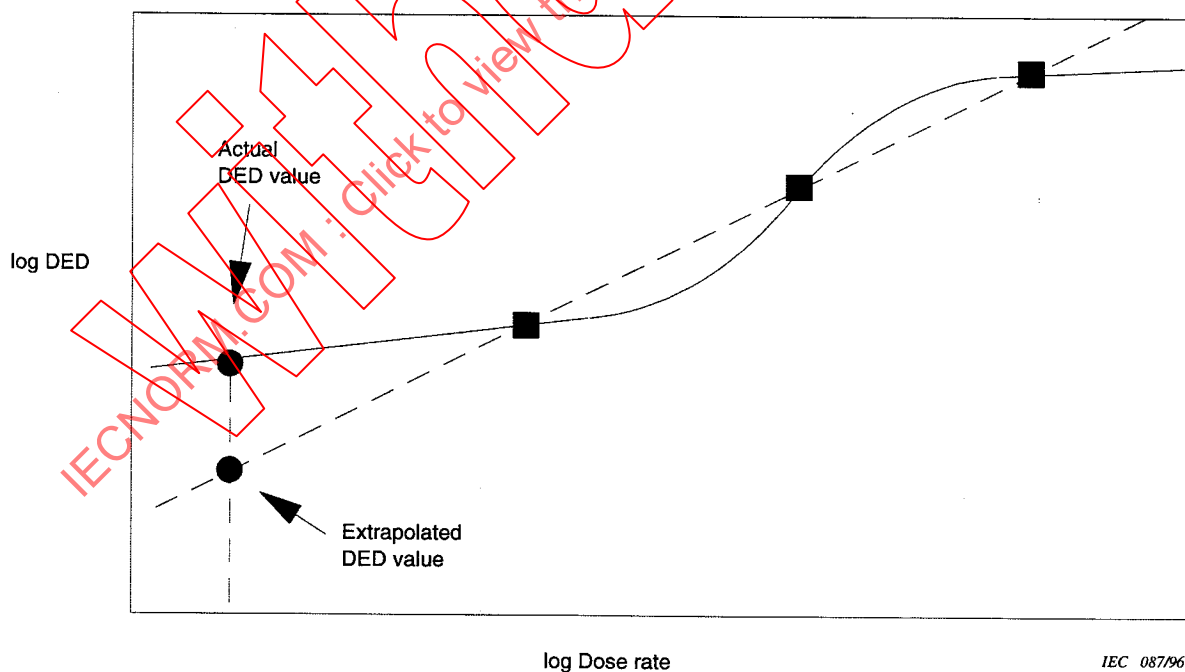


Figure 4b – Limitations – Extrapolation of DED in a polymer with type III behaviour

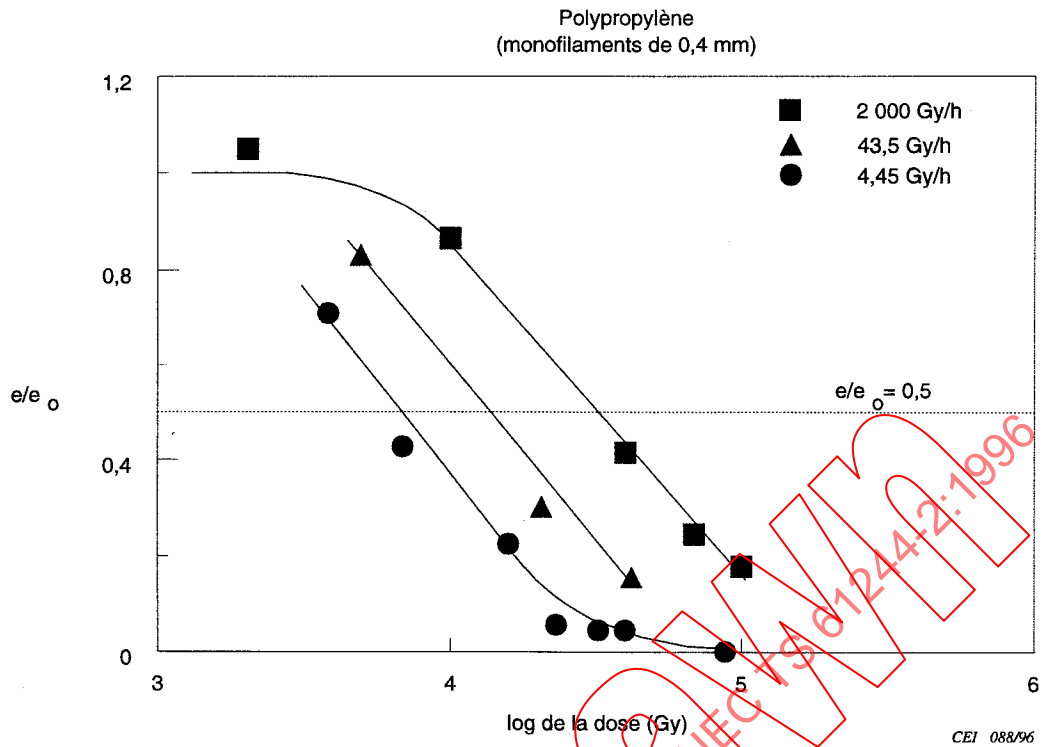


Figure 5 – Allongement à la rupture de polypropylène irradié dans l'air (tiré de [7])

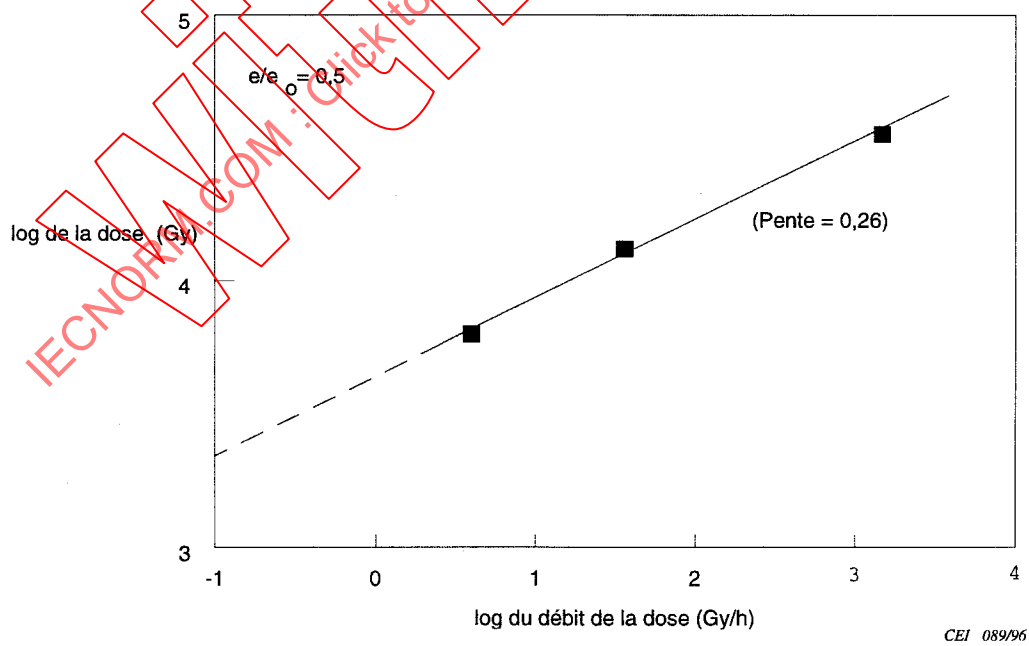


Figure 6 – Extrapolation de la dose de point limite d'après les données à la figure 5

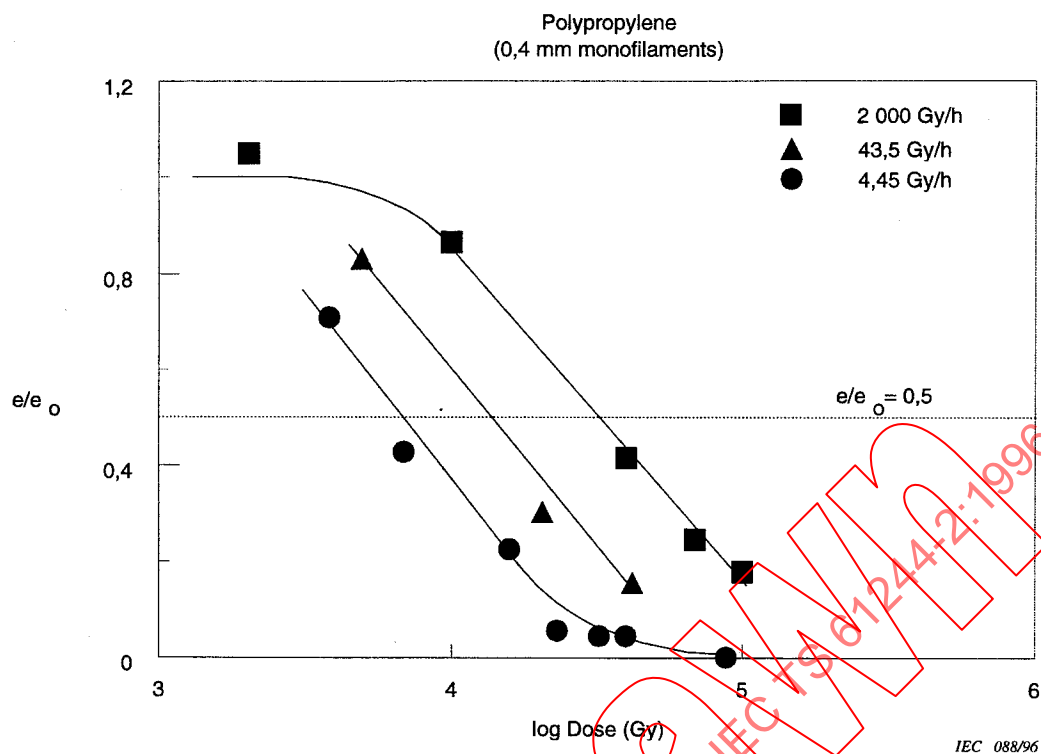


Figure 5 – Elongation at break of polypropylene irradiated in air (from [7])

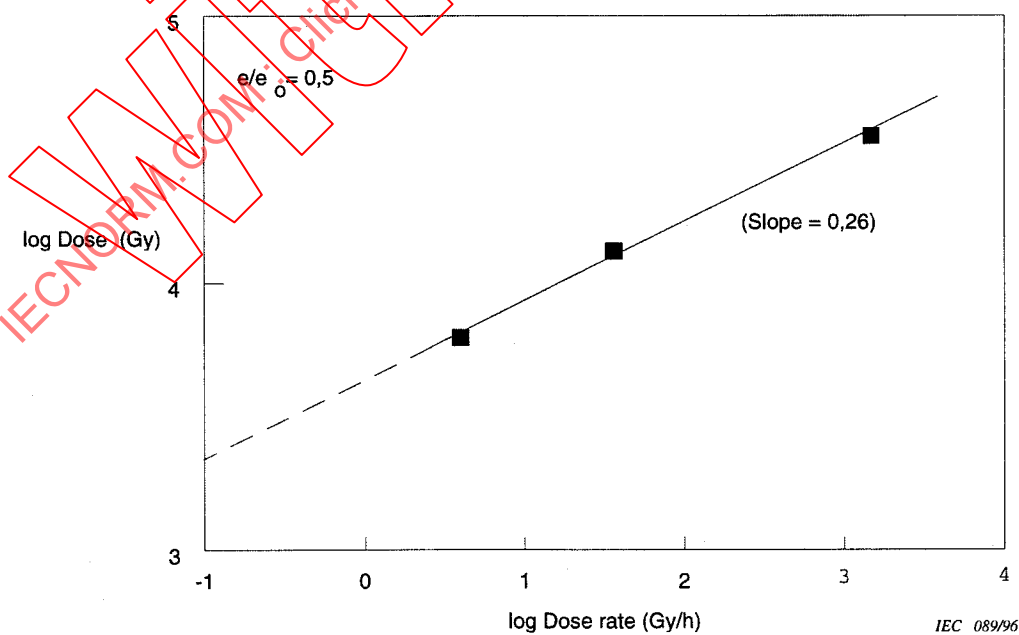


Figure 6 – Extrapolation of end-point dose from data in figure 5

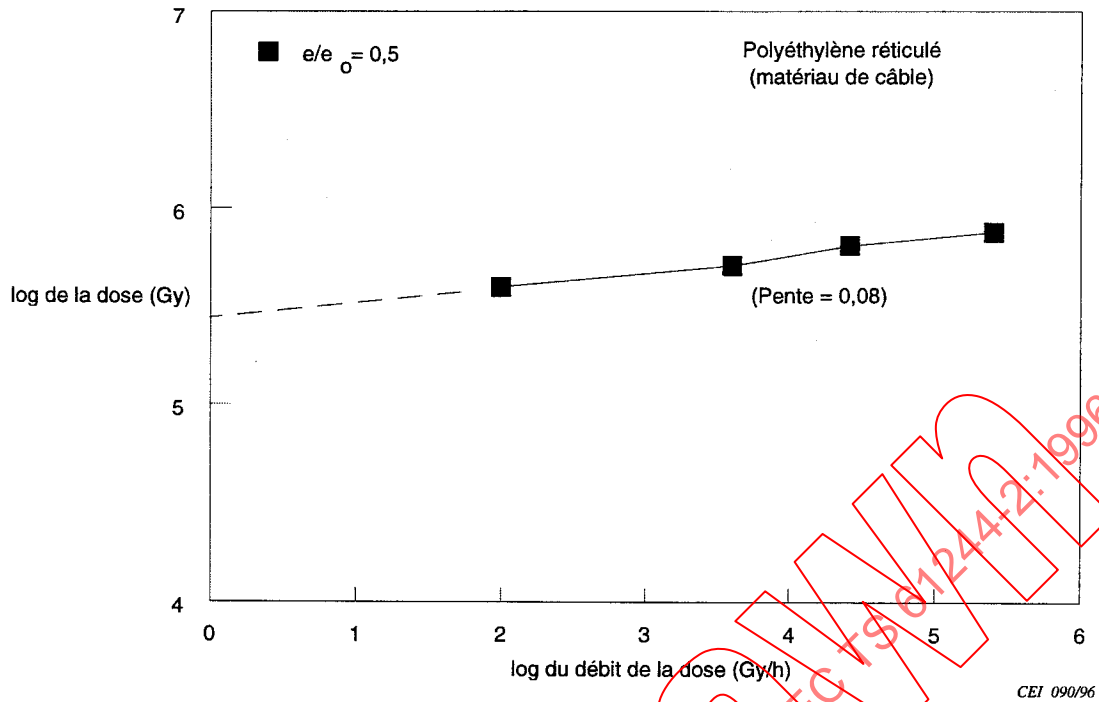


Figure 7 – Extrapolation de la dose de point limite pour du PE-X (tiré de [7])

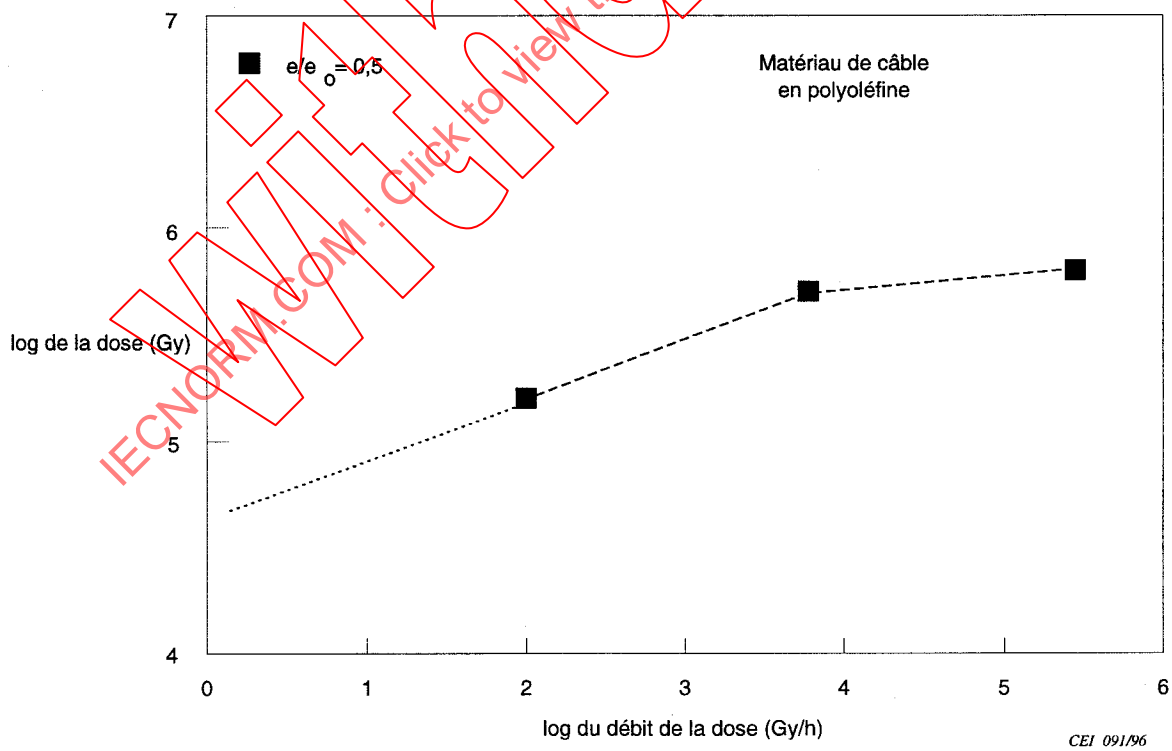


Figure 8 – Exemple où l'extrapolation de la dose de point limite n'est pas possible

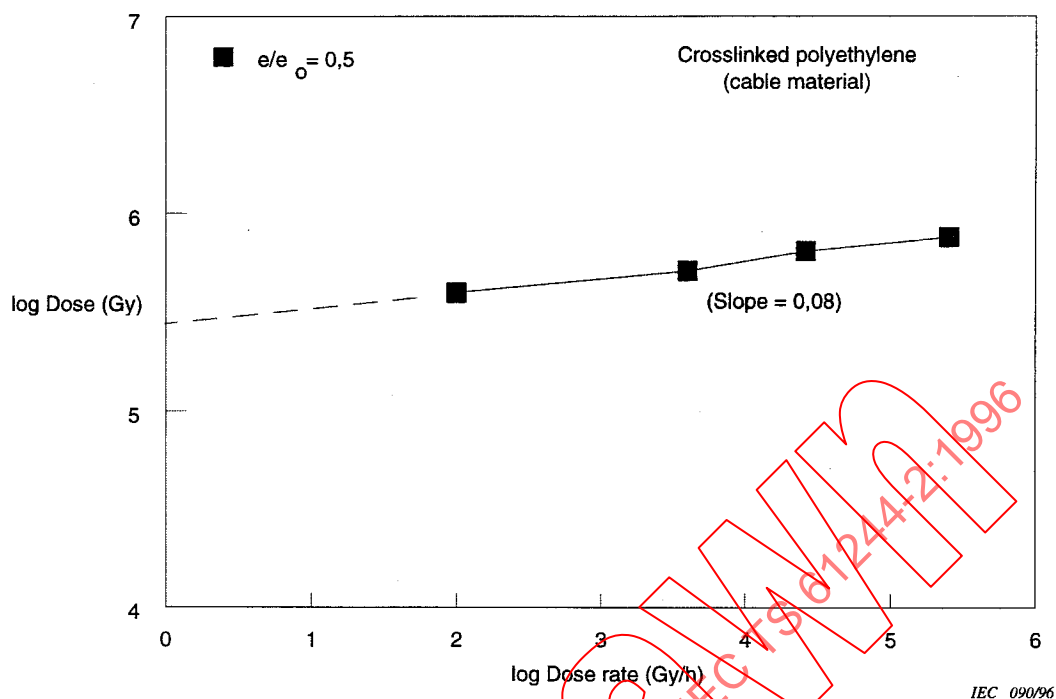


Figure 7 – Extrapolation of end-point dose for XLPE (from [7])

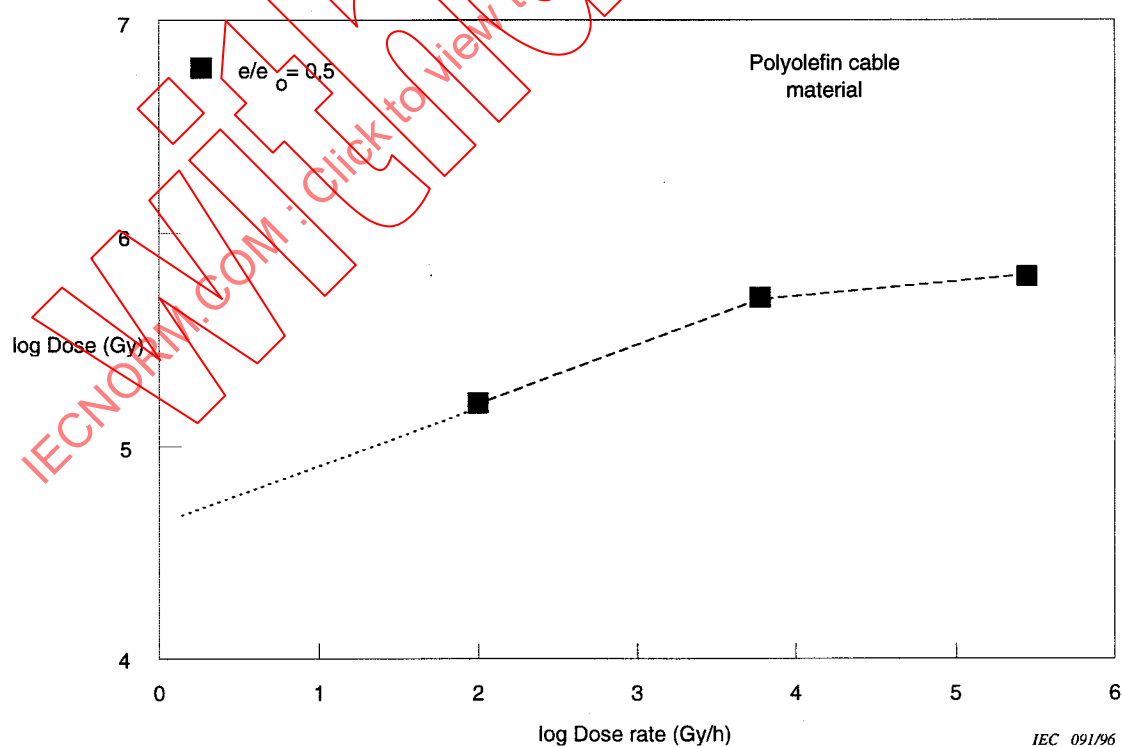


Figure 8 – Example where extrapolation of end-point dose is not feasible

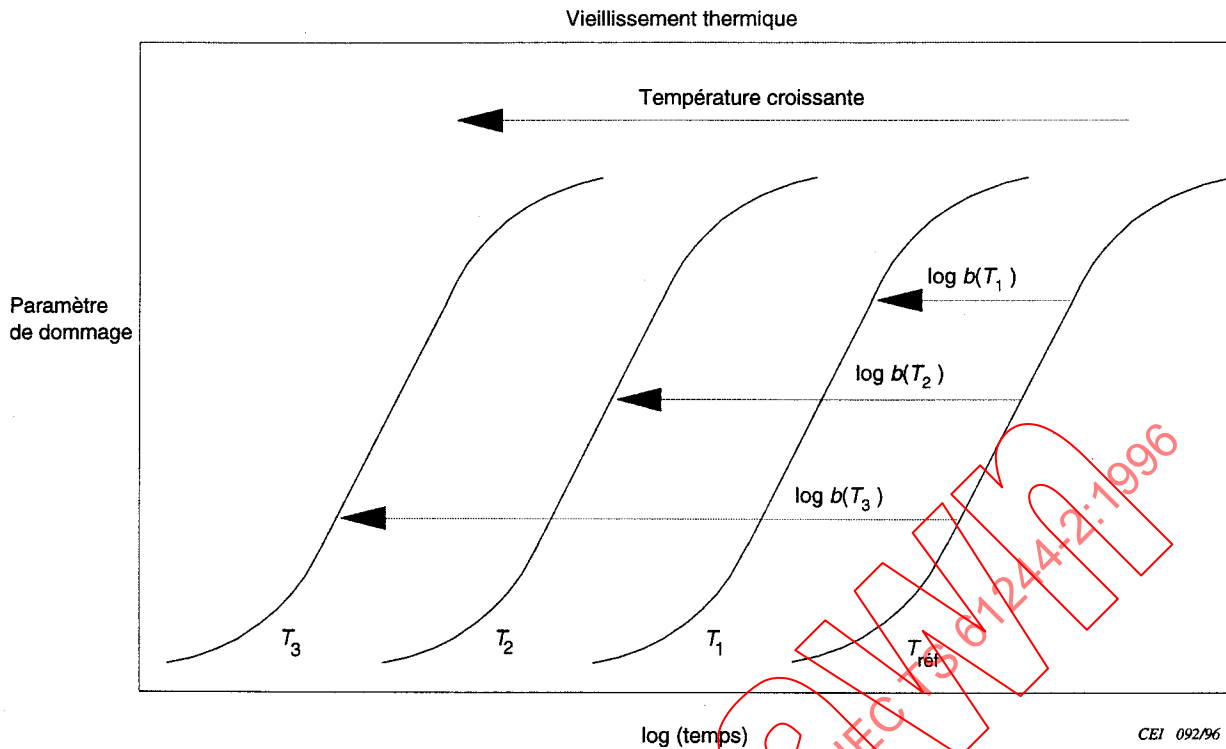


Figure 9a – Vieillissement thermique

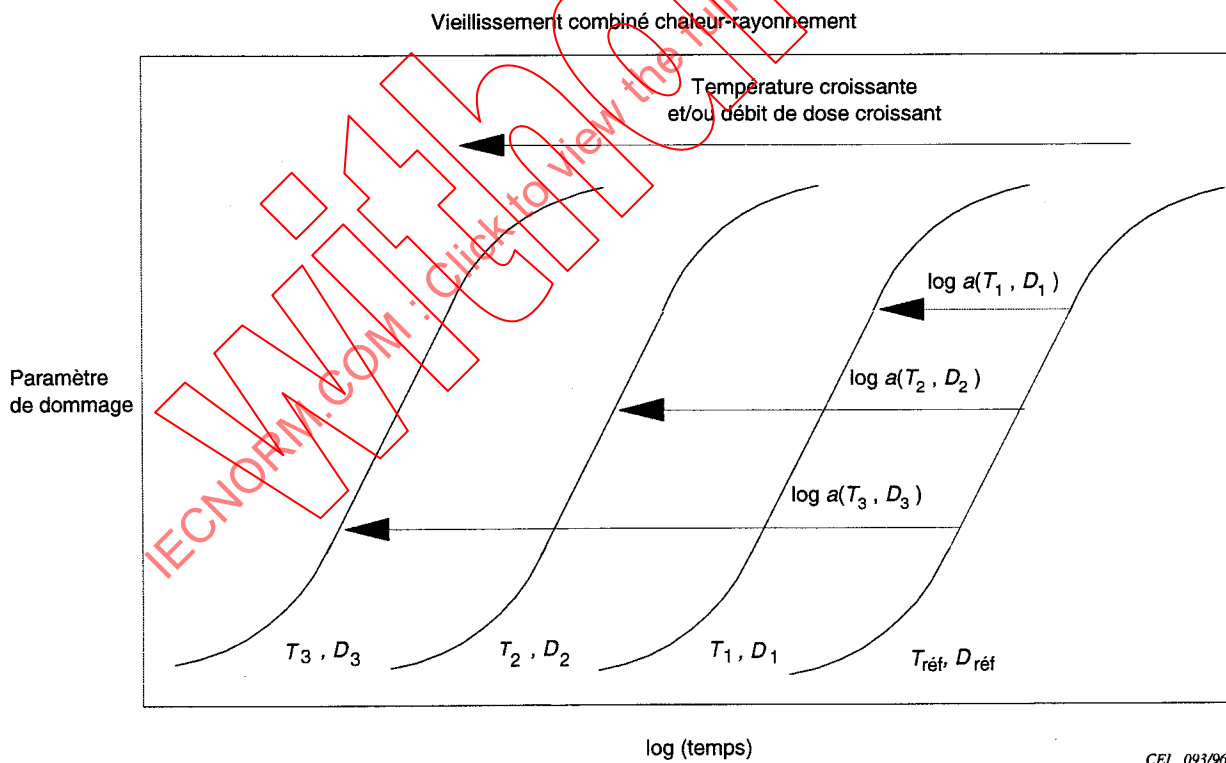


Figure 9b – Vieillissement combiné chaleur-rayonnement

Figure 9 – Schéma du principe de superposition pour un vieillissement thermique et un vieillissement combiné chaleur-rayonnement

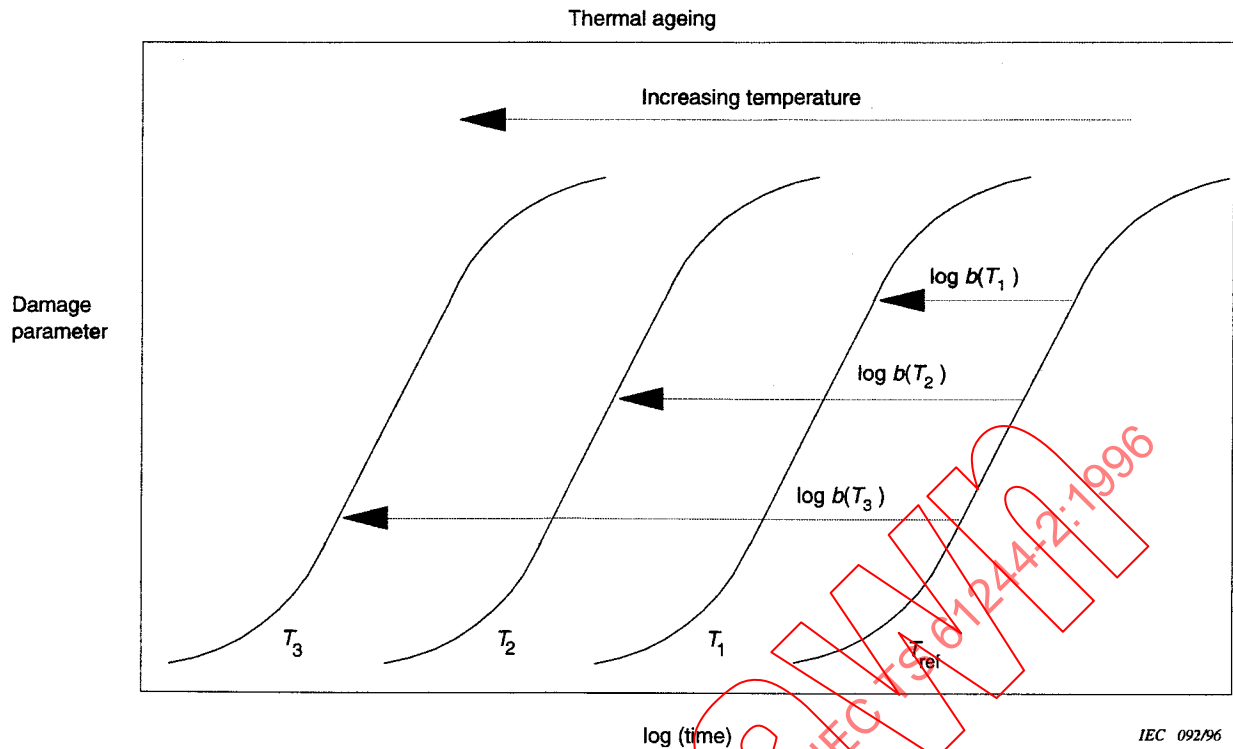


Figure 9a – Thermal ageing

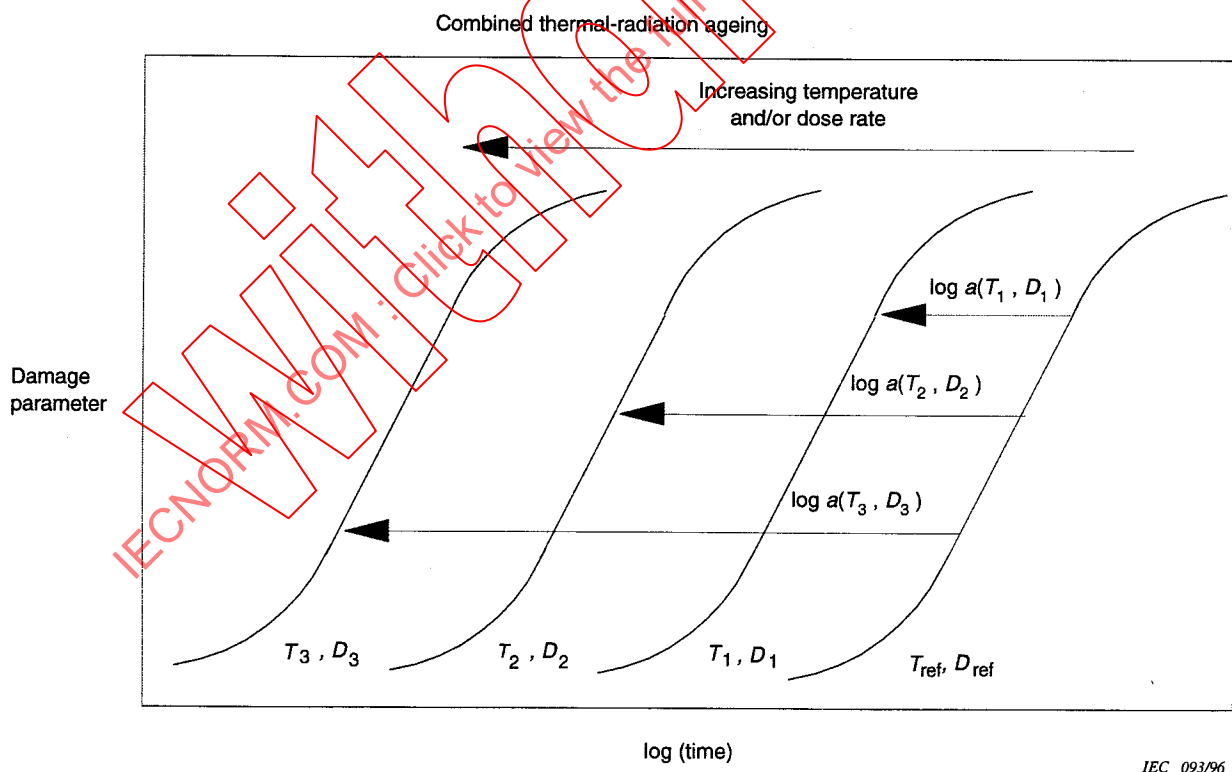


Figure 9b – Combined thermal-radiation ageing

Figure 9 – Schematic – Superposition principle for thermal ageing and combined thermal-radiation ageing

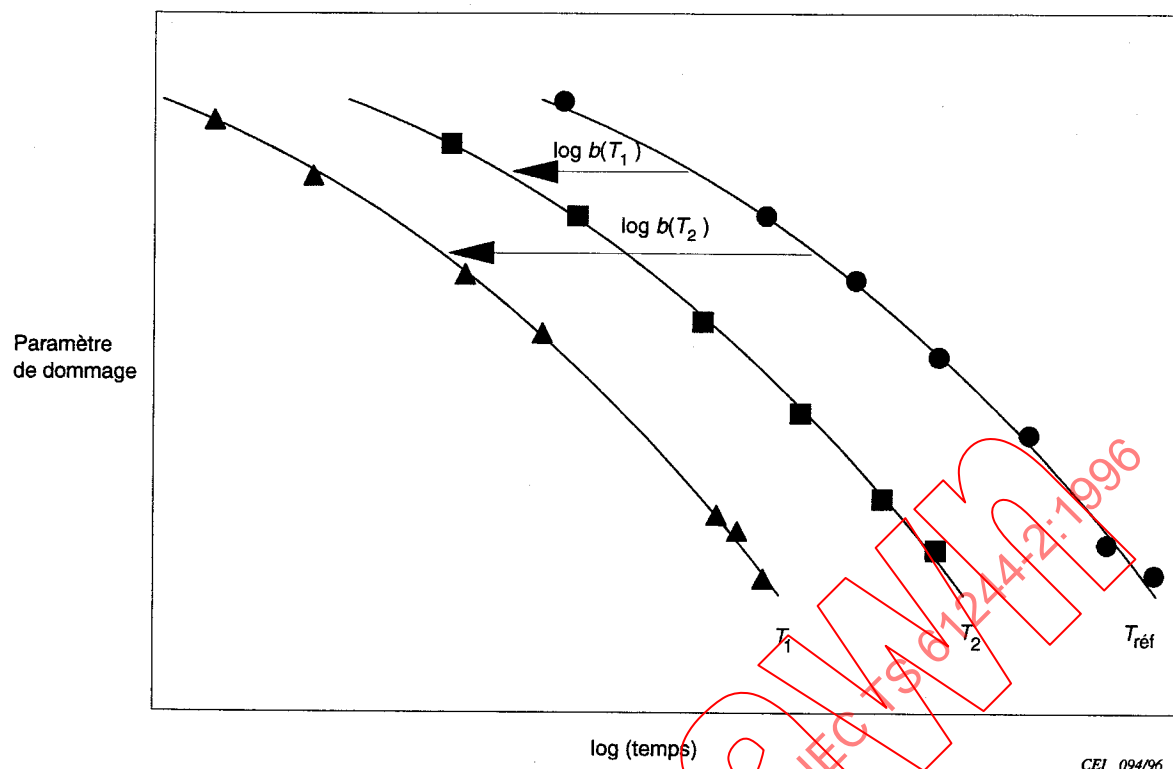


Figure 10a – Détermination des facteurs de déplacement $b(T)$ pour le vieillissement thermique

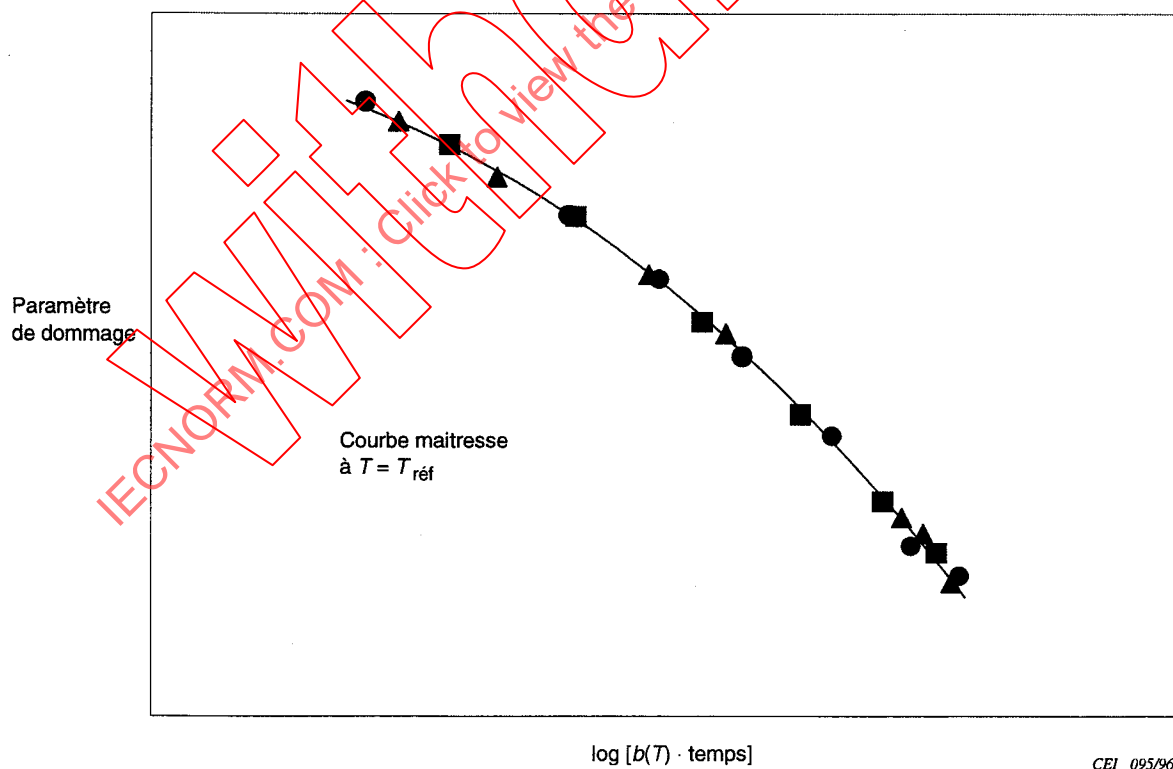


Figure 10b – Superposition des données pour fournir la courbe maîtresse

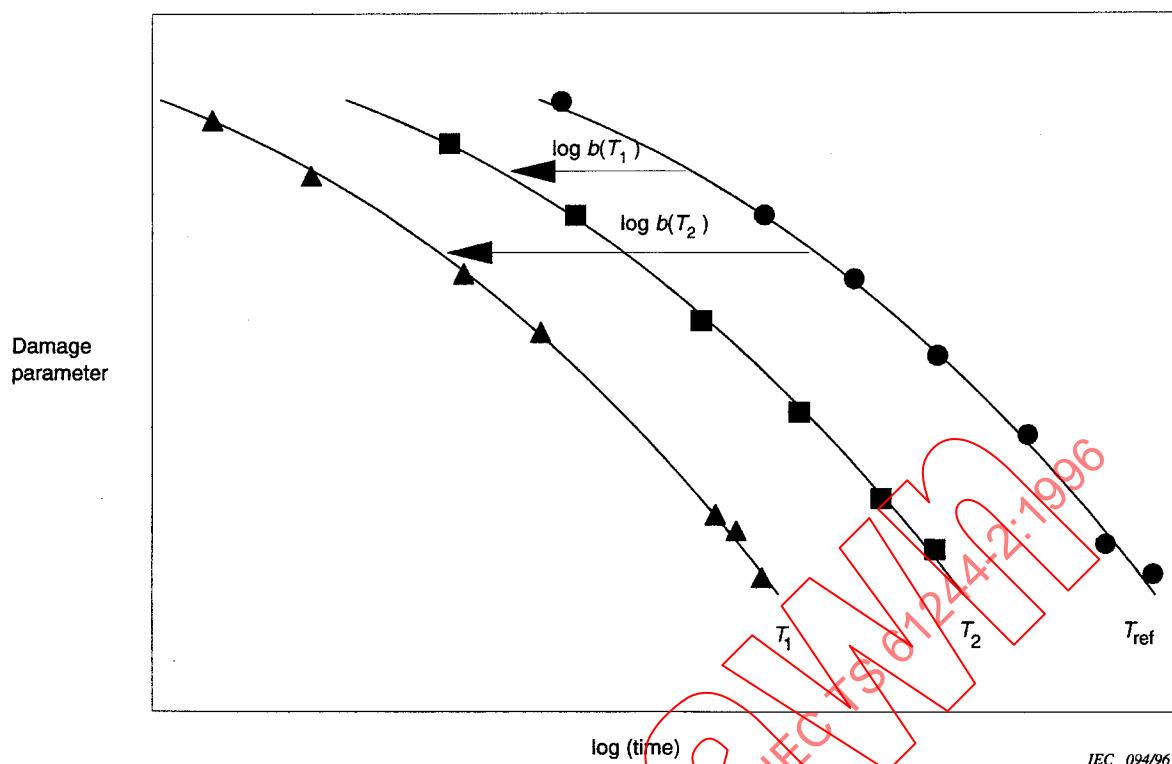


Figure 10a – Determining shift factors $b(T)$ for thermal ageing

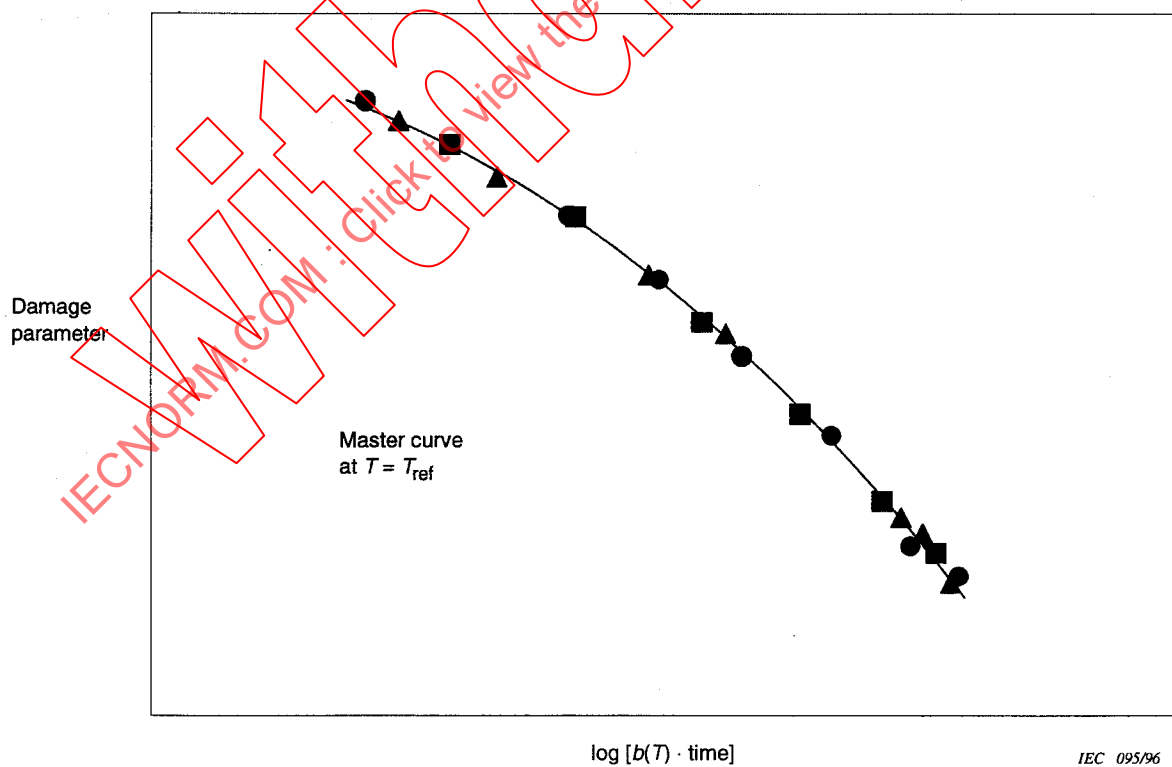


Figure 10b – Superposition of data to yield master curve

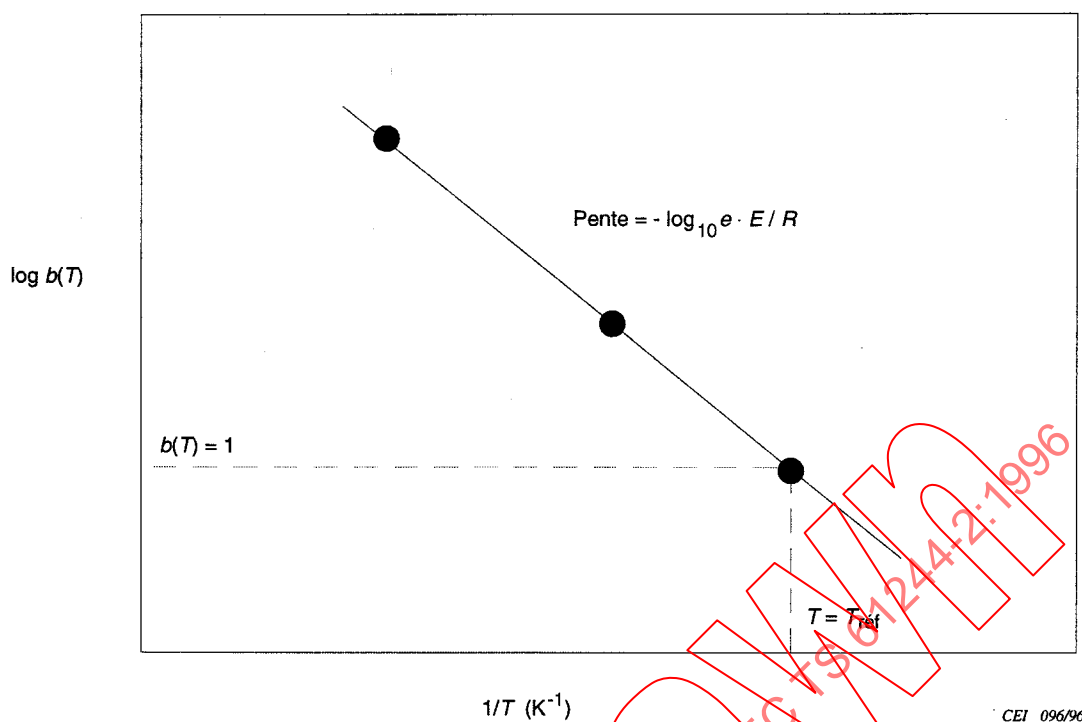


Figure 11 – Détermination de l'énergie d'activation E

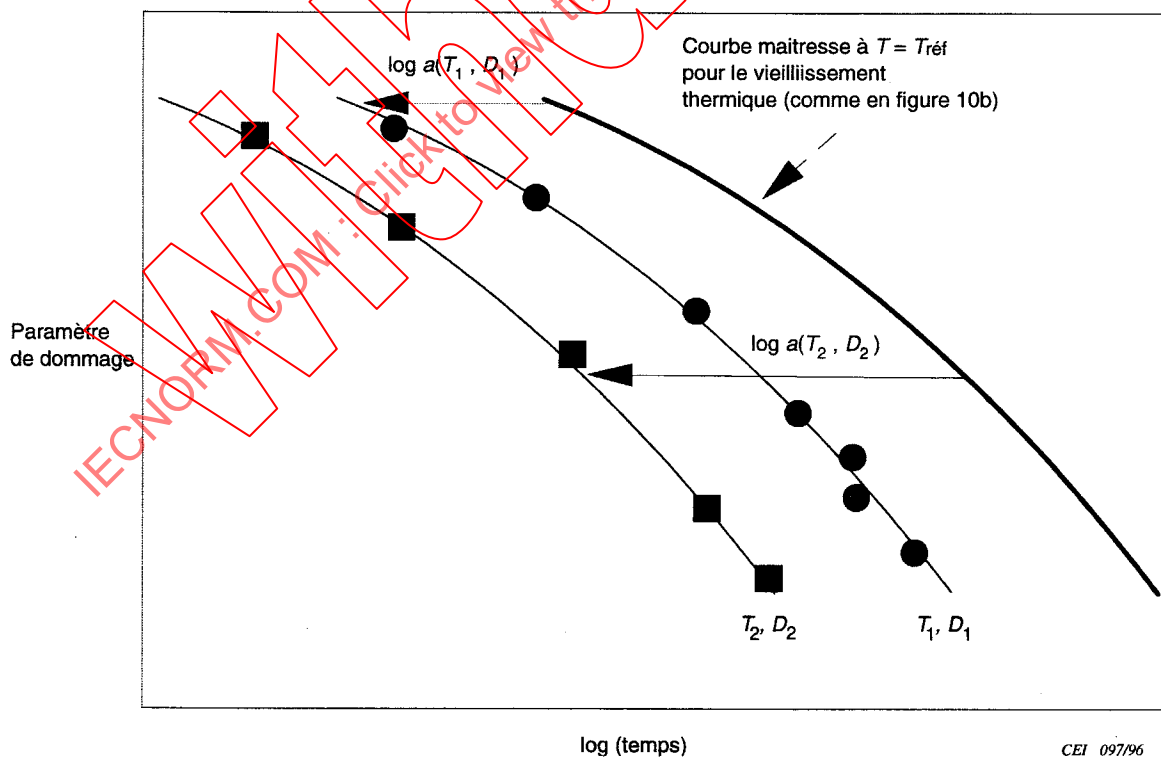


Figure 12 – Détermination des facteurs de déplacement $a(T,D)$ pour le vieillissement combiné chaleur-rayonnement

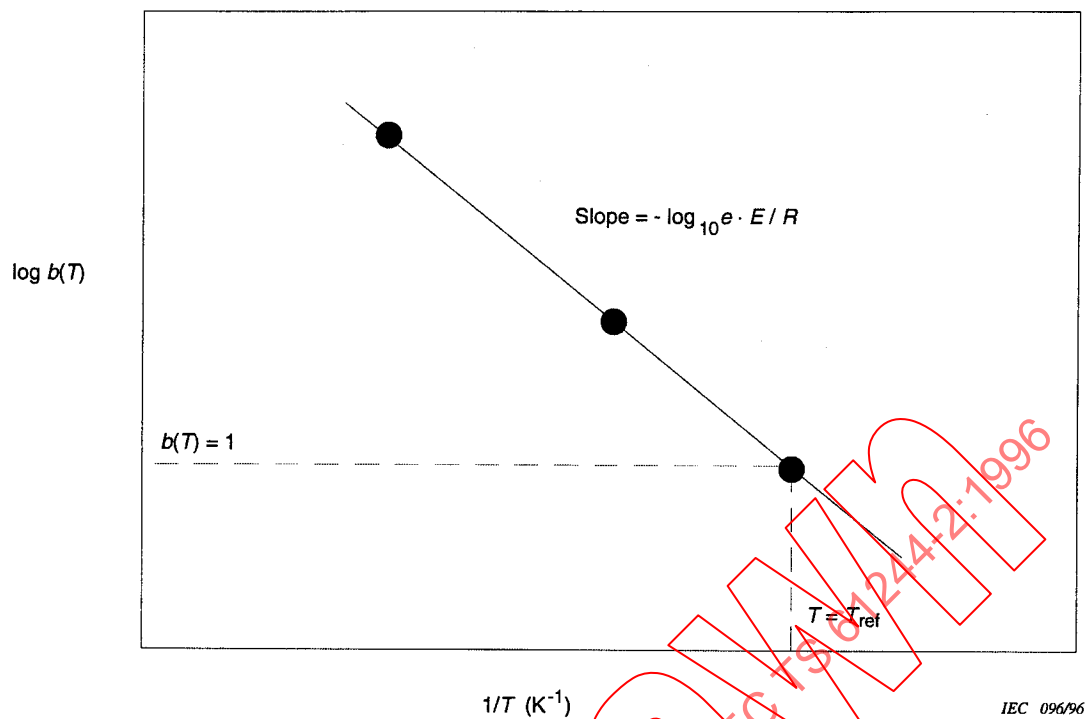
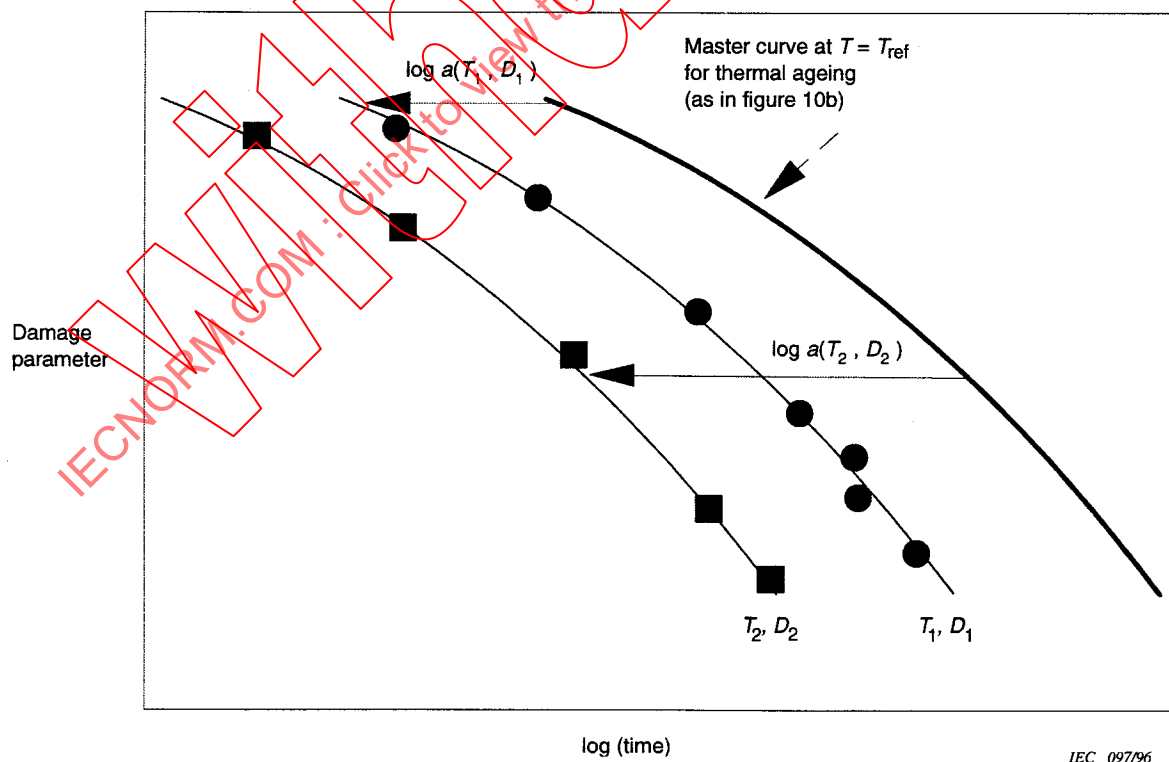


Figure 11 – Determination of activation energy E

Figure 12 – Determination of shift factors $a(T,D)$ for combined thermal-radiation ageing

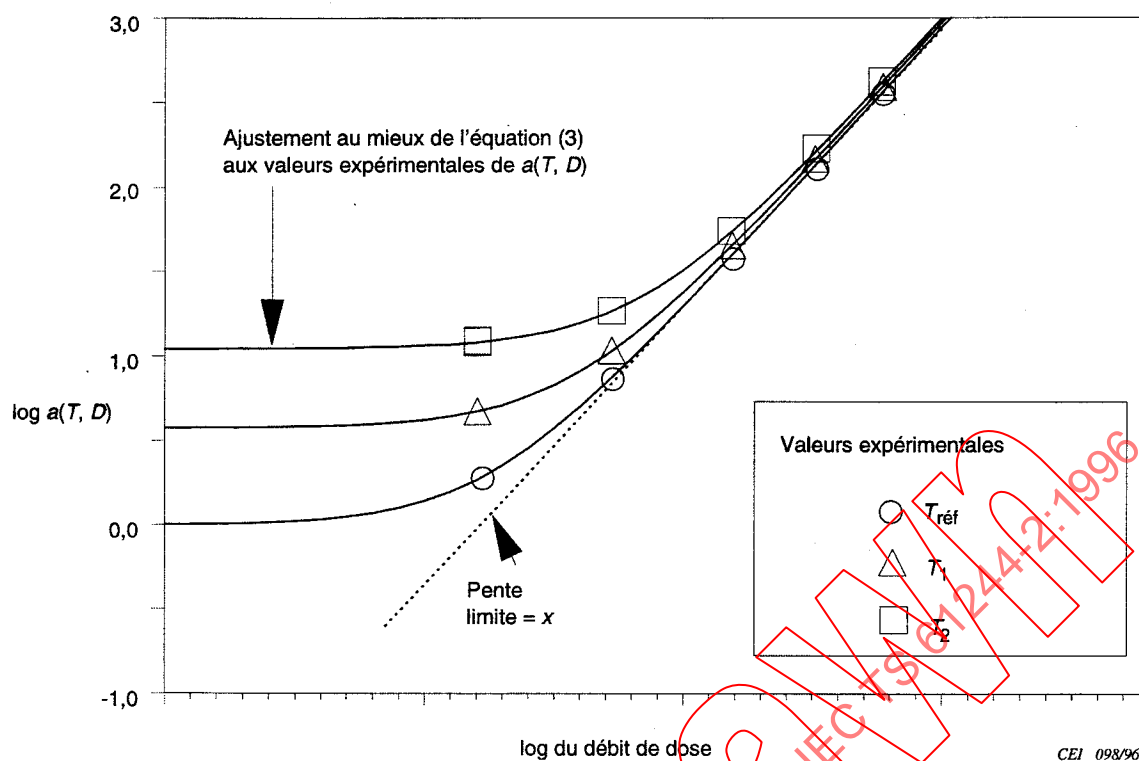


Figure 13 – Ajustement des valeurs expérimentales de $a(T, D)$ à l'équation-modèle empirique (3)

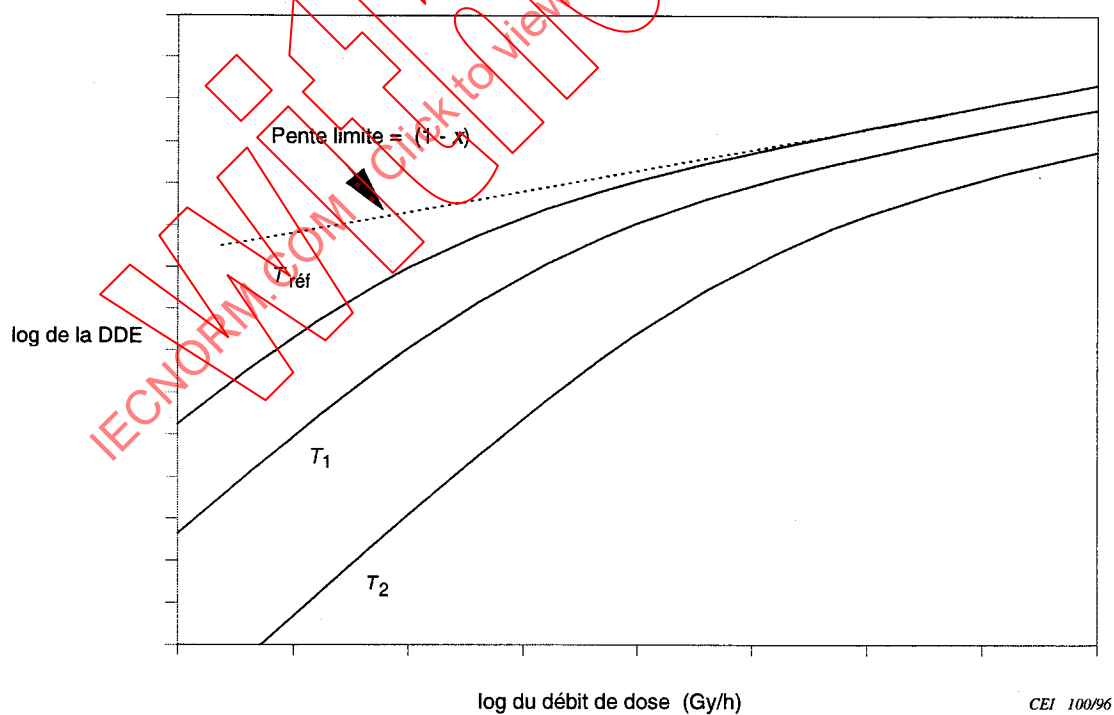


Figure 14 – DDE calculée en utilisant l'équation (3)

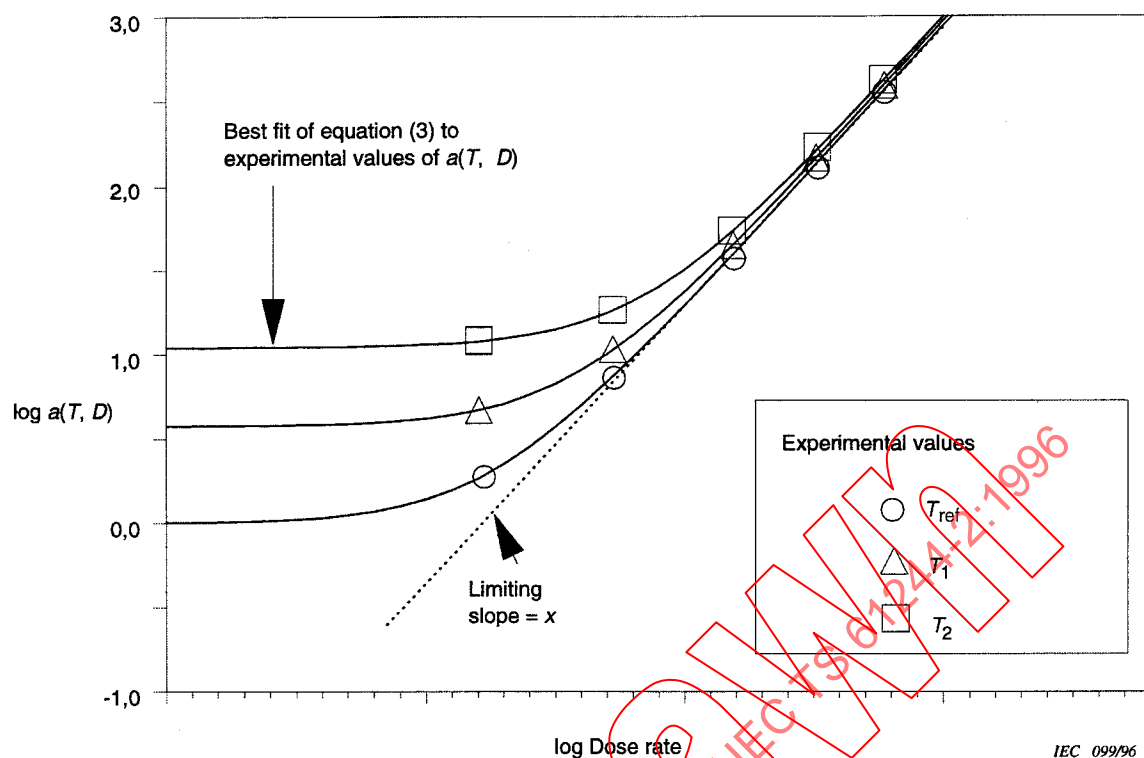


Figure 13 – Fitting experimental values of $a(T, D)$ to the empirical model—equation (3)

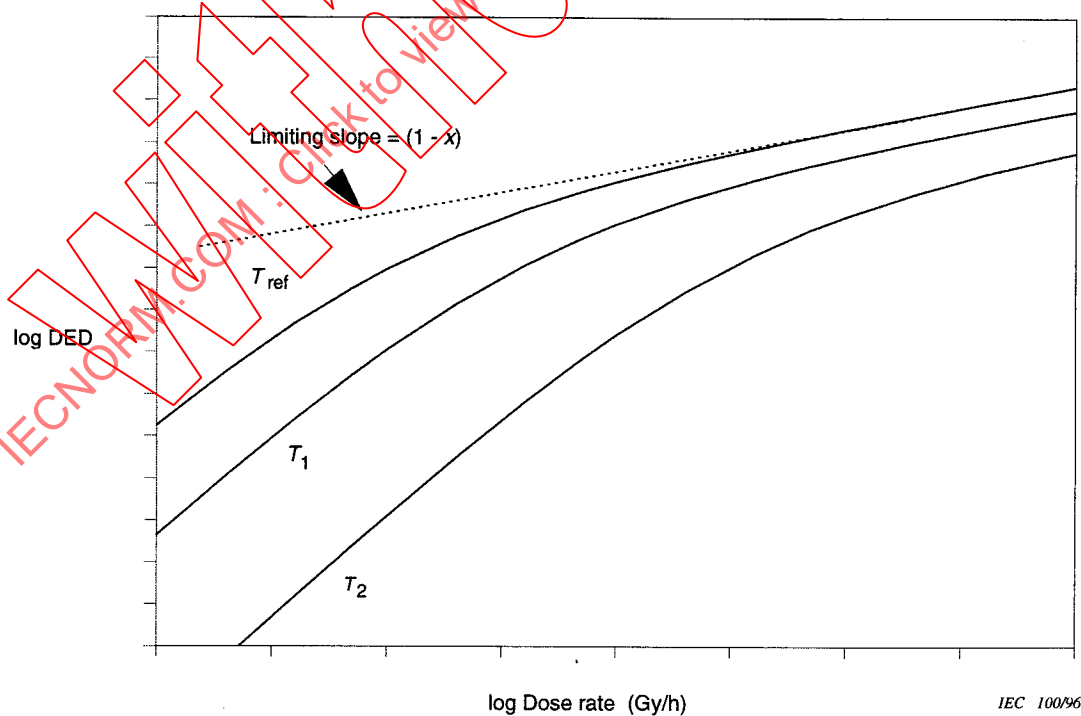


Figure 14 – Calculated DED using equation (3)

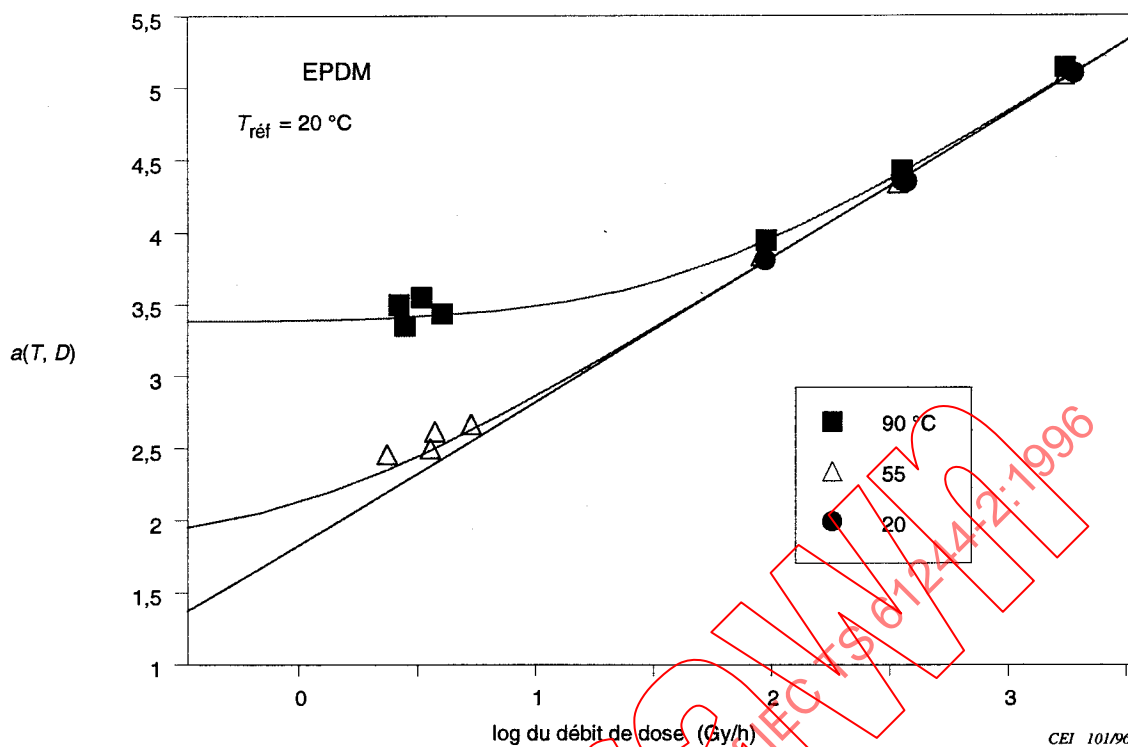


Figure 15 – Données expérimentales pour un élastomère EPDM ajustées au modèle de superposition

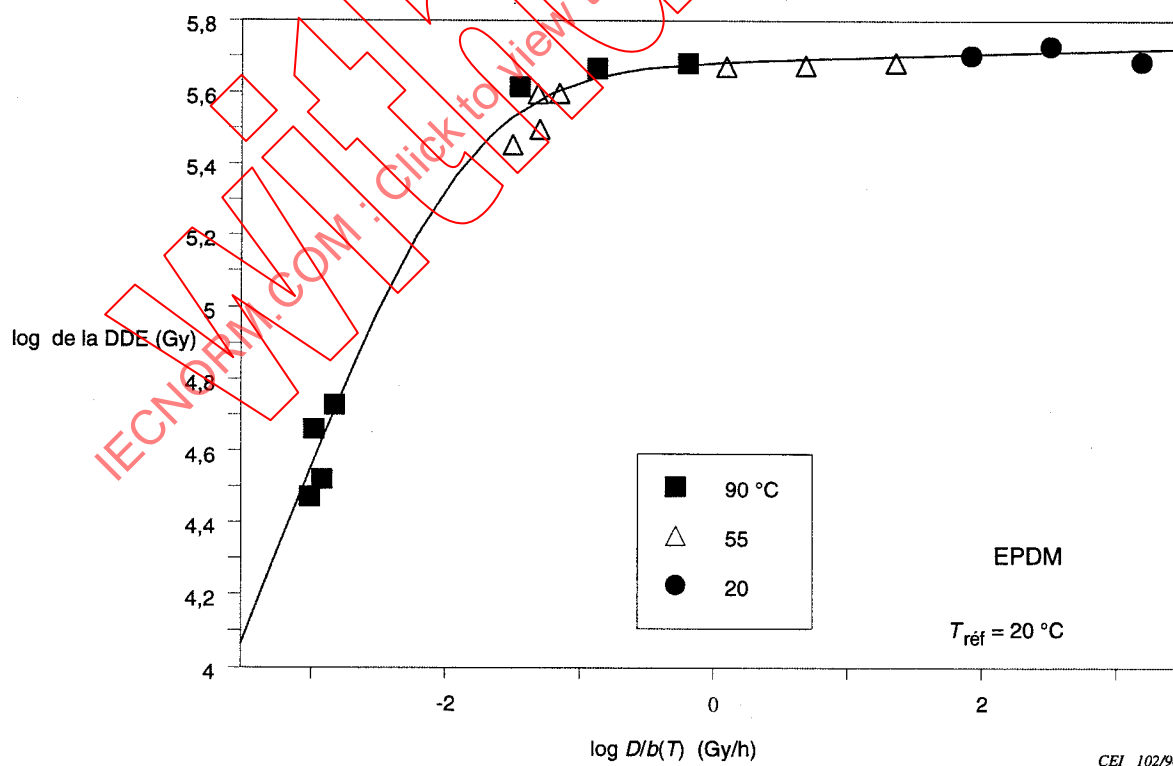


Figure 16 – DDE calculée pour des caractéristiques de compression à 50 %