

Bepaling van de veroudering door straling op lange termijn van polymeren.
Deel 1: Technieken voor het controleren van door diffusie beperkte oxidatie
(IEC 1244-1:1993)

Determination of long-term radiation ageing in polymers.
Part 1: Techniques for monitoring diffusion-limited oxidation
(IEC 1244-1:1993)

1e druk, maart 1996
ICS 17.240;83.080

Als Nederlandse praktijkrichtlijn is aanvaard de internationale norm IEC 1244-1, 1e druk, 1993

Dit document mag slechts op een stand-alone PC worden geïnstalleerd. Gebruik op een netwerk is alleen toestaan als een aanvullende licentieovereenkomst voor netwerkgebruik met NEN is afgesloten.
This document may only be used on a stand-alone PC. Use in a network is only permitted when a supplementary license agreement for us in a network with NEN has been concluded.

VOORBEELD
Preview

Nederlands Elektrotechnisch Comité (NEC)

Behoudens uitzondering door de wet gesteld mag zonder schriftelijke toestemming van het Nederlands Normalisatie-instituut niets uit deze uitgave worden verveelvoudigd en/of openbaar gemaakt door middel van fotokopie, microfilm, opslag in computerbestanden of anderszins, hetgeen ook van toepassing is op gehele of gedeeltelijke bewerking.

Het Nederlands Normalisatie-instituut is met uitsluiting van ieder ander gerechtigd de door derden verschuldigde vergoedingen voor verveelvoudiging te innen en/of daartoe in en buiten rechte op te treden, voor zover deze bevoegdheid niet is overgedragen c.q. rechtens toekomt aan de Stichting Reprorecht.

Hoewel bij deze uitgave de uiterste zorg is nagestreefd, kunnen fouten en onvolledigheden niet geheel worden uitgesloten. Het Nederlands Normalisatie-instituut en/of de leden van de commissies aanvaarden derhalve geen enkele aansprakelijkheid, ook niet voor directe of indirecte schade, ontstaan door of verband houdende met toepassing van door het Nederlands Normalisatie-instituut gepubliceerde uitgaven.

Voorbeeld
Preview

**RAPPORT
TECHNIQUE
TECHNICAL
REPORT**

**CEI
IEC
1244-1**

Première édition
First edition
1993-10

**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 1:

Techniques for monitoring diffusion-limited
oxidation



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 1244-1: 1993

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 électro-technique;*
- 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
1244-1**

Première édition
First edition
1993-10

**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 1:
Techniques for monitoring diffusion-limited
oxidation

© CEI 1993 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

V

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

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
INTRODUCTION	8
Articles	
1 Domaine d'application	12
2 Techniques de profilage pour contrôler l'oxydation limitée par diffusion	12
2.1 Techniques de profilage infrarouge	12
2.2 Profilage de module	14
2.3 Profilage de densité	18
2.4 Microanalyse par rayons X	18
2.5 Techniques diverses de profilage	20
3 Traitements théoriques de l'oxydation limitée par diffusion	20
4 Mesures de perméation	24
5 Mesures de la consommation d'oxygène	26
6 Comparaison des théories avec les résultats expérimentaux	26
7 Technique de la suppression d'oxygène	30
8 Résumé	32
Figures	34
Annexes	
A Développement d'un traitement théorique de l'oxydation limitée par diffusion	54
B Bibliographie	62

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
INTRODUCTION	9
1 Scope	13
2 Profiling techniques to monitor diffusion-limited oxidation	13
2.1 Infra-red profiling techniques	13
2.2 Modulus profiling	15
2.3 Density profiling	19
2.4 X-ray microanalysis	19
2.5 Miscellaneous profiling techniques	21
3 Theoretical treatments of diffusion-limited oxidation	21
4 Permeation measurements	25
5 Oxygen consumption measurements	27
6 Comparison of theory with experimental results	27
7 Oxygen overpressure technique	31
8 Summary	33
Figures	35
Annexes	
A Derivation of theoretical treatment of diffusion-limited oxidation	55
B Bibliography	62

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**DÉTERMINATION DU VIEILLISSEMENT À LONG TERME
SOUS RAYONNEMENT DANS LES POLYMÈRES**
**Partie 1: Techniques pour contrôler l'oxydation
limitée par diffusion**

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 en ce qui concerne les questions techniques, préparés par les comités d'études où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 3) Ces décisions constituent des recommandations internationales publiées sous forme de normes, de rapports techniques ou de guides et agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

DETERMINATION OF LONG-TERM RADIATION AGEING IN POLYMERS

Part 1: Techniques for monitoring diffusion-limited oxidation

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 cooperation 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, prepared by technical committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 3) They have the form of recommendations for international use 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.

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, 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 du rapport est issu des documents suivants:

Projet de comité	Rapport de vote
15B(SEC)138	15B(SEC)147

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

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.

Toutes les figures publiées dans ce document sont extraites d'autres publications. Elles ont été reproduites sans modification. Pour chaque figure, les références sont citées et peuvent être trouvées en annexe B.

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

Committee draft	Report on voting
15B(SEC)138	15B(SEC)147

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.

All figures published in this document are extracted from other publications. They have been reproduced without modification. Appropriate references are given in the caption to each figure and can be found in annex B.

INTRODUCTION

Il est habituellement nécessaire d'évaluer la durée de vie prévue d'un matériau polymérique dans divers environnements d'utilisation. Pour de longues durées de vie (années), cela exige souvent l'application de techniques de vieillissement accéléré qui impliquent typiquement la modélisation des résultats obtenus à des niveaux de contrainte environnementale plus élevés que le niveau de contrainte ambiante. Pour beaucoup d'applications pratiques, l'air est présent pendant les expositions environnementales – ceci implique ordinairement que des effets importants d'oxydation sont à la base de la dégradation du matériau. Malheureusement, l'exposition des polymères à l'air pendant le vieillissement a souvent comme conséquence une oxydation non homogène des échantillons, complication qui affecte les tentatives pour comprendre le processus d'oxydation et pour extrapoler des expositions accélérées aux conditions à long terme.

La complication la plus importante d'une oxydation non homogène consiste en une oxydation limitée par diffusion. L'importance de cette complication dans divers environnements caractérisés par la température [1]*, le rayonnement [2 à 4] et l'ultra-violet [5] a été reconnue depuis longtemps. L'oxydation limitée par diffusion peut se produire toutes les fois que la vitesse de consommation de l'oxygène dans un matériau est plus grande que la vitesse de réapprovisionnement de l'oxygène à l'intérieur du matériau par les processus de diffusion à partir de l'air atmosphérique environnant. Dans de tels cas, on aura en conséquence une baisse progressive de la concentration d'oxygène de sa valeur de sorption d'équilibre sur la surface de l'échantillon jusqu'à une valeur réduite ou inexistante à l'intérieur de l'échantillon. Ceci mènera ordinairement à une hétérogénéité de l'oxydation à travers le matériau, avec une oxydation d'équilibre (par exemple, correspondant aux conditions de saturation d'air) se produisant sur la surface de l'échantillon et une oxydation réduite ou faible à l'intérieur.

L'importance de l'effet dépendra clairement de la géométrie du matériau associée à la vitesse de consommation de l'oxygène, au coefficient de perméabilité à l'oxygène et à la pression partielle d'oxygène entourant l'échantillon [5 à 8]. Puisque la vitesse de consommation d'oxygène dépend typiquement du niveau de contrainte environnementale (par exemple température, débit de dose du rayonnement) et que la vitesse de consommation et le coefficient de perméabilité peuvent changer pendant la dégradation du matériau [9, 10], l'importance de l'oxydation limitée par diffusion variera également avec le niveau de contrainte et la dégradation. Ceci implique souvent que le pourcentage de l'échantillon qui est oxydé dans des conditions environnementales accélérées (de haut niveau) est sensiblement inférieur au pourcentage oxydé sous plus faible niveau, en application continue. [5 à 7, 10 à 16]. Ainsi, comme cela est clair depuis longtemps, l'aptitude à contrôler et à comprendre quantitativement les effets d'oxydation limitée par diffusion est une condition critique, pour extrapoler au long terme avec confiance des simulations de conditions de vieillissement accéléré de court terme.

Puisque beaucoup de progrès a été récemment accompli dans ce domaine, cet objectif est maintenant réaliste. Le but de ce rapport est de passer en revue ce secteur. L'article 2 décrit les méthodes expérimentales de profilage qui peuvent être utilisées pour contrôler l'oxydation limitée par diffusion. Les descriptions théoriques du phénomène sont brièvement données dans l'article 3. Puisque la forme des profils théoriques dépend du coefficient de perméabilité à l'oxygène et de la vitesse de consommation de l'oxygène, ces quantités doivent être mesurées ou évaluées afin de valider quantitativement les théories. Beaucoup de méthodes expérimentales ont été développées pour mesurer les

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

Bestelformulier

Stuur naar:

NEN Standards Products & Services
t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214
2600 WB Delft



NEN Standards Products & Services

Postbus 5059
2600 GB Delft

Vlinderweg 6
2623 AX Delft

T (015) 2 690 390
F (015) 2 690 271

www.nen.nl/normshop

Ja, ik bestel

__ ex. NPR 11244-1:1996 en Bepaling van de veroudering door straling op lange termijn van polymeren - Deel 1: Technieken voor het controleren van door diffusie beperkte oxidatie € 85.00

Wilt u deze norm in PDF-formaat? Deze bestelt u eenvoudig via www.nen.nl/normshop

Gratis e-mailnieuwsbrieven

Wilt u op de hoogte blijven van de laatste ontwikkelingen op het gebied van normen, normalisatie en regelgeving? Neem dan een gratis abonnement op een van onze e-mailnieuwsbrieven. www.nen.nl/nieuwsbrieven

Gegevens

Bedrijf / Instelling _____

T.a.v. _____ O M O V

E-mail _____

Klantnummer NEN _____

Uw ordernummer _____ BTW nummer _____

Postbus / Adres _____

Postcode _____ Plaats _____

Telefoon _____ Fax _____

Factuuradres (indien dit afwijkt van bovenstaand adres)

Postbus / Adres _____

Postcode _____ Plaats _____

Datum _____ Handtekening _____

Retourneren

Fax: 015 2 690 271

E-mail: klantenservice@nen.nl

Post: NEN Standards Products & Services,

t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214,
2600 WB Delft

(geen postzegel nodig).

Voorwaarden

- De prijzen zijn geldig tot 31 december 2018, tenzij anders aangegeven.
- Alle prijzen zijn excl. btw, verzend- en handelingskosten en onder voorbehoud bij o.m. ISO- en IEC-normen.
- Bestelt u via de normshop een pdf, dan betaalt u geen handeling en verzendkosten.
- Meer informatie: telefoon 015 2 690 391, dagelijks van 8.30 tot 17.00 uur.
- Wijzigingen en typfouten in teksten en prijsinformatie voorbehouden.
- U kunt onze algemene voorwaarden terugvinden op: www.nen.nl/leveringsvoorwaarden.