

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



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

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2022



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2022 IEC, Geneva, Switzerland

Copyright © 2022 IEEE

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing being secured. Requests for permission to reproduce should be addressed to either IEC at the address below or IEC's member National Committee in the country of the requester or from IEEE.

IEC Secretariat
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland
Tel.: +41 22 919 02 11
info@iec.ch
www.iec.ch

Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc.
3 Park Avenue
New York, NY 10016-5997
United States of America
stds.ipr@ieee.org
www.ieee.org

About the IEC

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

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigendum or an amendment might have been published.

IEC publications search - webstore.iec.ch/advsearchform

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 It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and once a month by email.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: sales@iec.ch.

IEC Products & Services Portal - products.iec.ch

Discover our powerful search engine and read freely all the publications previews. With a subscription you will always have access to up to date content tailored to your needs.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary on electrotechnology, containing more than 22 300 terminological entries in English and French, with equivalent terms in 19 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

A propos de l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC

Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Recherche de publications IEC -

webstore.iec.ch/advsearchform

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études, ...). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et une fois par mois par email.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: sales@iec.ch.

IEC Products & Services Portal - products.iec.ch

Découvrez notre puissant moteur de recherche et consultez gratuitement tous les aperçus des publications. Avec un abonnement, vous aurez toujours accès à un contenu à jour adapté à vos besoins.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire d'électrotechnologie en ligne au monde, avec plus de 22 300 articles terminologiques en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 19 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



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

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

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 27.120.20

ISBN 978-2-8322-5841-5

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD	4
INTRODUCTION	7
1 Scope	9
2 Normative references	9
3 Terms and definitions	9
4 Abbreviated terms and acronyms	10
5 General description	10
6 Applicability and reproducibility	10
7 Measurement procedure	11
7.1 Stabilisation of the polymeric materials	11
7.2 Sampling	11
7.2.1 General	11
7.2.2 Sample requirements	11
7.2.3 Precautions	11
7.3 Sample preparation	12
7.4 Instrumentation	12
7.5 Calibration	12
7.6 OIT measurement method	12
7.6.1 Measurement procedure	12
7.6.2 Temperature profile	13
7.6.3 Gas flow	14
7.6.4 Determining the value of oxidation onset	14
7.6.5 Reporting	15
7.7 OITP measurement method	16
7.7.1 Measurement procedure	16
7.7.2 Temperature profile	16
7.7.3 Gas flow	16
7.7.4 Determining the value of oxidation onset	17
7.7.5 Reporting	17
Annex A (informative) Interpretation of thermogram	19
A.1 Interpretation of OIT thermograms	19
A.2 Interpretation of OITP thermograms	22
Annex B (informative) Example of a measurement report from OITP and OIT	24
B.1 OITP measurements	24
B.2 OIT measurements	26
Annex C (informative) Influence of set temperature on the OIT value	28
Bibliography	29
Figure 1 – OIT measurement – Schematic of temperature and gas profile and corresponding heat flow	13
Figure 2 – Schematic showing the types of baselines (flat, sloping, endothermic dip, melting endotherm) observed for OIT and OITP measurements	14
Figure 3 – Schematic showing definition of onset value for OIT and OITP measurements	15

Figure 4 – Schematic of the temperature for OITP measurements and the corresponding heat flow	16
Figure A.1 – Example of an OIT plot with clear baseline and onset	19
Figure A.2 – Example of OIT plot with multiple onsets.....	20
Figure A.3 – Example of OIT plot where the baseline is difficult to define.....	21
Figure A.4 – Example of OIT plot where heat flow is too low to use standard 0,1 W·g ⁻¹ threshold	21
Figure A.5 – Example of an OITP plot with a well-defined baseline and onset	22
Figure A.6 – Example of an OITP plot for a semi-crystalline material showing a melting endotherm prior to the oxidation onset	23
Figure A.7 – Example of an OITP plot showing an endothermic dip immediately prior to the oxidation onset	23
Figure B.1 – Example of OITP test plot	25
Figure B.2 – Example of OIT test plot	27
Figure C.1 – Example of the influence of set temperature on the OIT value	28
Table B.1 – Example of a measurement report from OITP	24
Table B.2 – Example of a measurement report from OIT	26

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2022

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

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

Part 4: Oxidation induction techniques

FOREWORD

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

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

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

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

- 9) Attention is drawn to the possibility that implementation of this IEC/IEEE Publication may require use of material covered by patent rights. By publication of this standard, no position is taken with respect to the existence or validity of any patent rights in connection therewith. IEC or IEEE shall not be held responsible for identifying Essential Patent Claims for which a license may be required, for conducting inquiries into the legal validity or scope of Patent Claims or determining whether any licensing terms or conditions provided in connection with submission of a Letter of Assurance, if any, or in any licensing agreements are reasonable or non-discriminatory. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any patent rights, and the risk of infringement of such rights, is entirely their own responsibility.

IEC/IEEE 62582-4 was prepared by subcommittee 45A: Instrumentation, control and electrical power systems of nuclear facilities, of IEC technical committee 45: Nuclear instrumentation, in cooperation with Nuclear Power Engineering Committee of the IEEE, under the IEC/IEEE Dual Logo Agreement between IEC and IEEE. It is an International Standard.

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

This second edition cancels and replaces the first edition, published in 2011. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

- a) Consideration of publication of IEC/IEEE 60780-323;
- b) An example added in Annex B and update;
- c) Annex C added.

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

Draft	Report on voting
45A/1435/FDIS	45A/1445/RVD

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

The language used for the development of this International Standard is English.

This document was drafted in accordance with the rules given in the ISO/IEC Directives, Part 2, available at www.iec.ch/members_experts/refdocs. The main document types developed by IEC are described in greater detail at www.iec.ch/standardsdev/publications.

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

The IEC Technical Committee and IEEE Technical Committee have decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under webstore.iec.ch in the data related to the specific document. At this date, the document will be

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

IMPORTANT – The "colour inside" logo on the cover page of this document indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2022

INTRODUCTION

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

This part of IEC/IEEE 62582 specifically focuses on oxidation induction methods for condition monitoring for the management of ageing of electrical equipment installed in nuclear power plants. The methods are primarily suited to samples taken from materials that are polyolefin-based, but they can also be used for some materials based on ethylene-propylene polymers and for some ethylene vinyl acetate materials.

This part 4 of IEC/IEEE 62582 is the fourth part of the IEC/IEEE 62582 series.

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

IEC/IEEE 60780-323 includes the concept and role that condition based qualification could be used in equipment qualification as an adjunct to qualified life. In equipment qualification, the condition of the equipment for which acceptable performance was demonstrated is the qualified condition. The qualified condition is the condition of equipment, prior to the start of a design basis event, for which the equipment was demonstrated to meet the design requirements for the specified service conditions.

Significant research has been performed on condition monitoring techniques and the use of these techniques in equipment qualification as noted in NUREG/CR-6704, Vol. 2 (BNL-NUREG-52610) JNES-SS-0903, 2009 and IAEA-TECDOC-1825/2017.

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

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

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

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

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

c) Recommendations and limitations regarding the application of this standard

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

d) Description of the structure of the IEC SC45A standard series and relationships with other IEC documents and other bodies documents (IAEA, ISO)

The IEC SC 45A standard series comprises a hierarchy of four levels. The top-level documents of the IEC SC 45A standard series are IEC 61513 and IEC 63046.

IEC 61513 provides general requirements for instrumentation and control (I&C) systems and equipment that are used to perform functions important to safety in nuclear power plants (NPPs). IEC 63046 provides general requirements for electrical power systems of NPPs; it covers power supply systems including the supply systems of the I&C systems.

IEC 61513 and IEC 63046 are to be considered in conjunction and at the same level. IEC 61513 and IEC 63046 structure the IEC SC 45A standard series and shape a complete framework establishing general requirements for instrumentation, control and electrical power systems for nuclear power plants.

IEC 61513 and IEC 63046 refer directly to other IEC SC 45A standards for general requirements for specific topics, such as categorization of functions and classification of systems, qualification, separation, defence against common cause failure, control room design, electromagnetic compatibility, human factors engineering, cybersecurity, software and hardware aspects for programmable digital systems, coordination of safety and security requirements and management of ageing. The standards referenced directly at this second level should be considered together with IEC 61513 and IEC 63046 as a consistent document set.

At a third level, IEC SC 45A standards not directly referenced by IEC 61513 or by IEC 63046 are standards related to specific requirements for specific equipment, technical methods, or activities. Usually these documents, which make reference to second-level documents for general requirements, can be used on their own.

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

The IEC SC 45A standards series consistently implements and details the safety and security principles and basic aspects provided in the relevant IAEA safety standards and in the relevant documents of the IAEA nuclear security series (NSS). In particular this includes the IAEA requirements SSR-2/1, establishing safety requirements related to the design of nuclear power plants (NPPs), the IAEA safety guide SSG-30 dealing with the safety classification of structures, systems and components in NPPs, the IAEA safety guide SSG-39 dealing with the design of instrumentation and control systems for NPPs, the IAEA safety guide SSG-34 dealing with the design of electrical power systems for NPPs, the IAEA safety guide SSG-51 dealing with human factors engineering in the design of NPPs and the implementing guide NSS17 for computer security at nuclear facilities. The safety and security terminology and definitions used by the SC 45A standards are consistent with those used by the IAEA.

IEC 61513 and IEC 63046 have adopted a presentation format similar to the basic safety publication IEC 61508 with an overall life-cycle framework and a system life-cycle framework. Regarding nuclear safety, IEC 61513 and IEC 63046 provide the interpretation of the general requirements of IEC 61508-1, IEC 61508-2 and IEC 61508-4, for the nuclear application sector. In this framework, IEC 60880, IEC 62138 and IEC 62566 correspond to IEC 61508-3 for the nuclear application sector.

IEC 61513 and IEC 63046 refer to ISO 9001 as well as to IAEA GSR part 2 and IAEA GS-G-3.1 and IAEA GS-G-3.5 for topics related to quality assurance (QA).

At level 2, regarding nuclear security, IEC 62645 is the entry document for the IEC/SC 45A security standards. It builds upon the valid high level principles and main concepts of the generic security standards, in particular ISO/IEC 27001 and ISO/IEC 27002; it adapts them and completes them to fit the nuclear context and coordinates with the IEC 62443 series. At level 2, IEC 60964 is the entry document for the IEC/SC 45A control rooms standards, IEC 63351 is the entry document for the human factors engineering standards and IEC 62342 is the entry document for the ageing management standards.

NOTE 1 It is assumed that for the design of I&C systems in NPPs that implement conventional safety functions (e.g. to address worker safety, asset protection, chemical hazards, process energy hazards) international or national standards would be applied.

NOTE 2 IEC TR 64000 provides a more comprehensive description of the overall structure of the IEC SC 45A standards series and of its relationship with other standards bodies and standards.

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

Part 4: Oxidation induction techniques

1 Scope

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

The different parts of IEC/IEEE 62582 are measurement standards, primarily for use in the management of ageing in initial qualification and after installation. IEC/IEEE 62582-1 includes requirements for the application of the other parts of the IEC/IEEE 62582 series and some elements which are common to all methods. Information on the role of condition monitoring in the qualification of equipment important to safety is found in IEC/IEEE 60780-323.

2 Normative references

There are no normative references in this document.

3 Terms and definitions

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

ISO, IEC and IEEE maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia: available at <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: available at <http://www.iso.org/obp>
- IEEE Standards Dictionary Online: available at <http://dictionary.ieee.org>

3.1

Oxidation induction time

OIT

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

Note 1 to entry: OIT is expressed in minutes (min).

3.2

Oxidation induction temperature

OITP

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

Note 1 to entry: OITP is expressed in degrees Celsius (°C).

4 Abbreviated terms and acronyms

CSPE	chlorosulphonated polyethylene
DSC	differential scanning calorimeter
EPDM	ethylene propylene diene monomer
EPR	ethylene propylene rubber
EVA	ethylene vinyl acetate
OIT	oxidation induction time
OITP	oxidation induction temperature
PE	polyethylene
PEEK	poly ether ether ketone
PVC	poly vinyl chloride
STA	simultaneous thermal analyzer
XLPE	cross-linked polyethylene

5 General description

Oxidation induction methods are based on the detection of the oxidation exotherm that occurs when a sample is heated in the presence of oxygen. This exotherm is sensitive to the level of degradation in some organic and polymeric materials and can be used as an indicator of ageing. There are two oxidation induction methods available, based on the time required to reach the onset of oxidation at a constant temperature (oxidation induction time – OIT) or based on the temperature at the onset of oxidation during a constant temperature ramp rate (oxidation induction temperature – OITP). The two methods are complementary, in that OITP is often effective in those materials where OIT is difficult to determine. OIT and OITP decrease with increasing degradation. The methods are generally related to the amount of antioxidants present in the material. As degradation proceeds, these antioxidants are depleted. For material without antioxidants OIT is not suitable, but OITP may give a useful result. In general, OIT and OITP are used to measure the thermal stability of polymers under isothermal (OIT) and dynamic (OITP) heating conditions in oxygen.

6 Applicability and reproducibility

The oxidation induction method is primarily suited to samples taken from materials (such as cable jackets or insulation) that are polyolefin-based (e.g. PE, XLPE). It can also be used for some materials based on ethylene-propylene polymers (e.g. EPR, EPDM) and for some ethylene vinyl acetate (EVA) materials. Oxidation Induction techniques may not be applicable to high temperature polymers in some cases. It is not applicable to high temperature polymers, such as PEEK. The method can be applied to other materials but problems with interpretation of the results may reduce the effectiveness of the test.

The method is generally not suitable for chlorinated polymers (e.g. PVC, CSPE) because of the corrosive degradation products evolved during the measurements, which can damage the instrument. For these materials, smaller sample masses (1 mg to 2 mg) may enable the method to be used with care. In addition, some modern systems are designed with features that protect the equipment from volatile off gases. To determine if the equipment is protected or if additional protective components are needed, consult the equipment manufacturer.

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

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

7 Measurement procedure

7.1 Stabilisation of the polymeric materials

An appropriate time period shall be allowed for the polymeric materials in recently manufactured equipment to stabilise before any condition monitoring or accelerated ageing programmes are carried out. The time period over which the polymeric materials stabilise is normally dependent on the processing additives and polymer composition. If manufacturers' stabilisation time data are not available, a period of 6 months shall be allowed.

7.2 Sampling

7.2.1 General

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

7.2.2 Sample requirements

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

When sampling dual layer materials, e.g. cables, it shall be clear in the report how the samples have been obtained. The measured value will be dependent on the proportion of each layer included in the sample tested. For this reason, it is recommended that the layers are not mixed when technically possible.

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

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

7.2.3 Precautions

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

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

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

7.3 Sample preparation

Samples for each OIT or OITP measurement shall be $5 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ in mass. Some older, less sensitive equipment may require the use of larger samples. In this case, $10 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ of material should be used for the measurements. Regardless of which value is used, the mass of the sample in each measurement should be consistent. Each sample shall be chopped or ground into pieces with max dimensions of 1 mm. It is recommended that the chopped sample should be screened with a mesh to provide a particle size not greater than 0,85 mm as consistent sample preparation is important to enable reproducible oxidation of the sample during measurement. The chopped or granular sample shall be placed into a sample pan appropriate to the instrument being used and packed to achieve a good contact to the sample pan.

The sample pans shall be of aluminium, ceramic, or platinum and be open or have lids with holes or mesh to allow free access for oxygen during the measurement. A minimum of three samples shall be measured. If the results of measurements on three samples have a standard deviation $> 10 \%$ of the mean value for OIT or $> 3 \%$ of the mean value for OITP, an additional two samples should be measured if sufficient material is available. Out of these five measurements the highest and lowest will be removed and use the mean value of the remaining three samples.

If smaller sample mass needs to be used, e.g. for chlorinated materials, this should be noted in the measurement report.

7.4 Instrumentation

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

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

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

7.5 Calibration

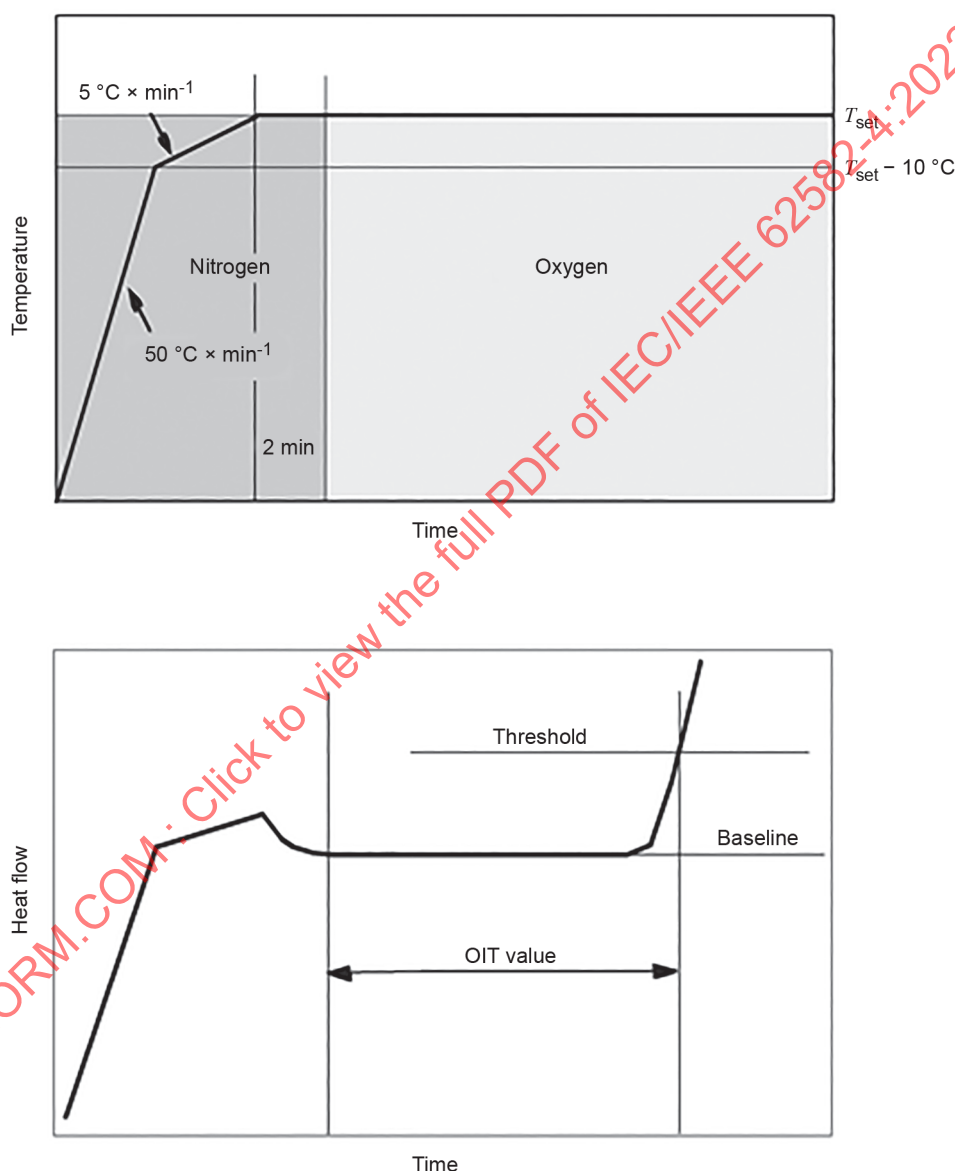
The instrument shall be calibrated according to the manufacturer's recommendations and the relevant QA (quality assurance) procedure, using a suitable calibration standard for the temperature ranges being used (e.g. lead/indium/tin). Measurement of a reference sample shall be carried out prior to each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

7.6 OIT measurement method

7.6.1 Measurement procedure

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

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



IEC

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

7.6.2 Temperature profile

The reproducibility of OIT measurements is dependent on using a standardised thermal history. T_{set} for OIT measurements shall be 210 °C , provided that the oxidation induction time for unaged material is at least 30 min. The OIT value is highly dependent on T_{set} selected, see example in Annex C. If the OIT is less than 30 min for unaged material, then T_{set} shall be

reduced in 10 °C increments until the OIT is > 30 min. If the OIT is > 90 min for unaged material, then T_{set} shall be increased in 10 °C increments until the OIT is < 90 min. Once the value of T_{set} has been selected for a specific material, the same value shall be used for all subsequent measurements on that material.

NOTE OIT > 90 min for unaged material is acceptable provided that the heat flow observed during the oxidation exotherm is sufficient to exceed the required threshold value (see 7.6.4.2).

7.6.3 Gas flow

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

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

7.6.4 Determining the value of oxidation onset

7.6.4.1 Definition of the baseline

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

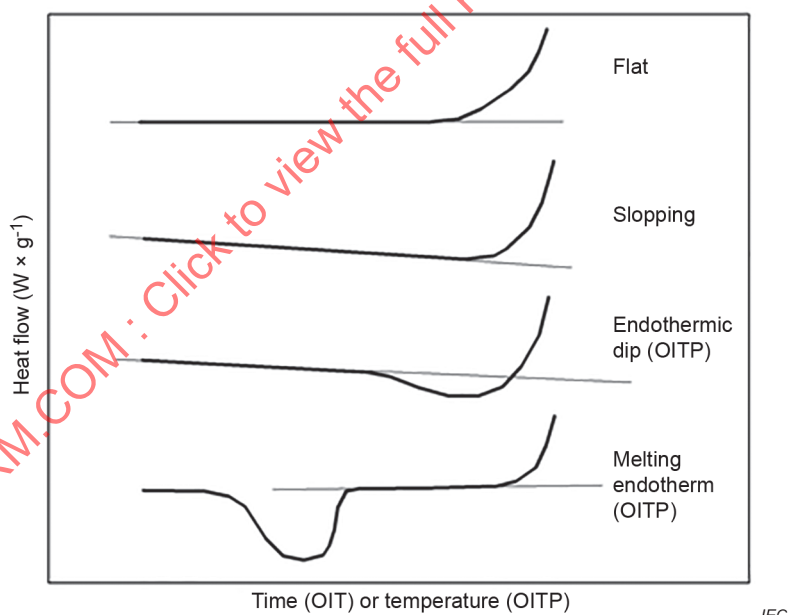
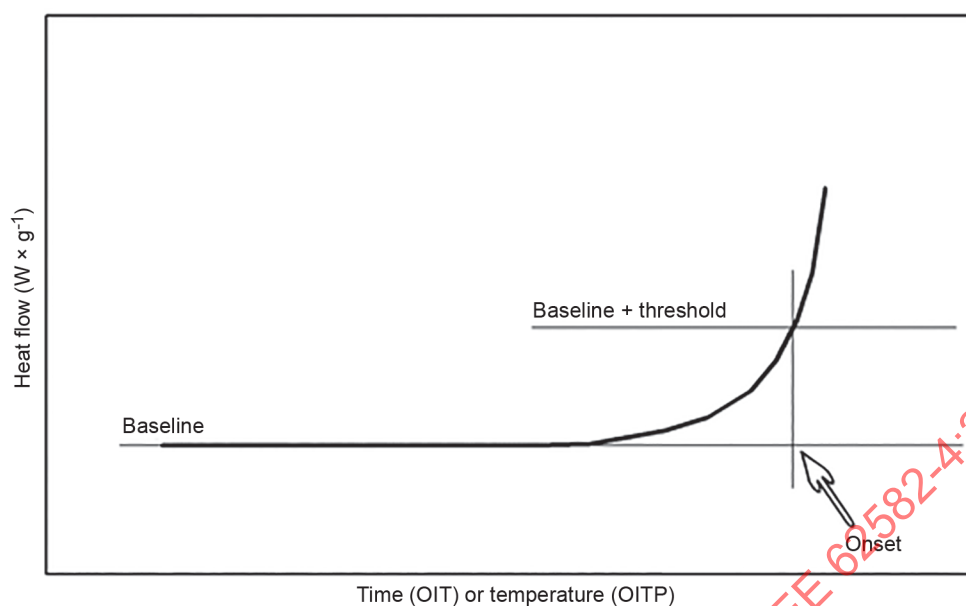


Figure 2 – Schematic showing the types of baselines (flat, sloping, endothermic dip, melting endotherm) observed for OIT and OITP measurements

7.6.4.2 Definition of the threshold and onset time

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



IEC

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

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

7.6.5 Reporting

The measurement report shall include the following items.

- a) Identification of the equipment sampled. This shall include:
 - details of the material being sampled, e.g. the generic polymer type, specific formulation numbers;
 - where the sample was taken from, e.g. surface scraping, through thickness slice;
 - for samples taken in plant, location within the plant.
- b) Prehistory of the equipment sampled. This shall include:
 - time in service, or ageing time for laboratory aged samples;
 - the environmental conditions to which it has been exposed, e.g. temperature, radiation.
- c) Sampling method, including sample preparation, have dual layer been separated (7.2).
- d) Place and date of the measurements.
- e) Instrument used and software version used for analysis (7.4).
- f) Calibration procedure (7.5).
- g) Type of sample pan used (7.3).
- h) Oxygen flow rate during test (7.6.3).
- i) Temperature profile, including ramp rates and hold times (7.6.2).
If the instrument is capable of generating the information, the actual temperature profile should be included.
- j) Baseline type and the rationale for using that specific baseline (7.6.4.1).
- k) Onset type and the rationale for the selection of the onset in multiple onsets.
- l) Threshold value used and the rationale if a non-standard value is used (7.6.4.2).
- m) Number of samples measured (7.3).
- n) Mean value of OIT, and standard deviation, in minutes.

- o) Examples of the heat flow vs. time plot, particularly if the material does not show a flat baseline with single well-defined onset.

7.7 OITP measurement method

7.7.1 Measurement procedure

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

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

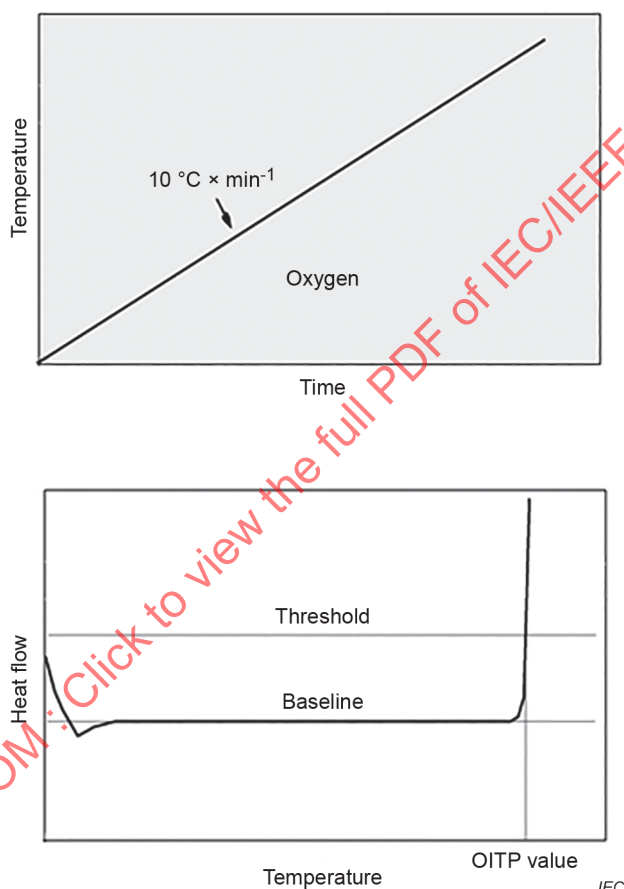


Figure 4 – Schematic of the temperature for OITP measurements and the corresponding heat flow

7.7.2 Temperature profile

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

7.7.3 Gas flow

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

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

7.7.4 Determining the value of oxidation onset

7.7.4.1 Definition of the baseline

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

7.7.4.2 Definition of the threshold and onset temperature

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

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

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

7.7.5 Reporting

The measurement report shall include the following items.

- a) Identification of the equipment sampled. This shall include:
 - details of the material being sampled e.g. the generic polymer type, specific formulation numbers;
 - where the sample was taken from, e.g. surface scraping, through thickness slice;
 - for samples taken in plant, location within the plant.
- b) Prehistory of the equipment sampled. This shall include:
 - time in service, or ageing time for laboratory aged samples;
 - the environmental conditions to which it has been exposed, e.g. temperature, radiation.
- c) Sampling method, including sample preparation, have dual layers been separated (7.2).
- d) Instrument used and software version used for analysis (7.4).
- e) Place and date of the measurement.
- f) Calibration procedure (7.5).
- g) Type of sample pan used (7.3).
- h) Oxygen flow rate (7.7.3).
- i) Temperature ramp rate.

If the instrument is capable of generating the information, the actual temperature profile should be included.
- j) Baseline type and the rationale for using that specific baseline (7.7.4.1).
- k) Threshold value used and the rationale if a non-standard value is used (7.7.4.2).
- l) Number of samples measured.
- m) Mean value of OITP, and standard deviation, in $^{\circ}\text{C}$.
- n) Examples of the heat flow versus temperature plot, particularly if the material does not show a flat baseline with a well-defined onset.

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2022

Annex A (informative)

Interpretation of thermogram

A.1 Interpretation of OIT thermograms

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

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

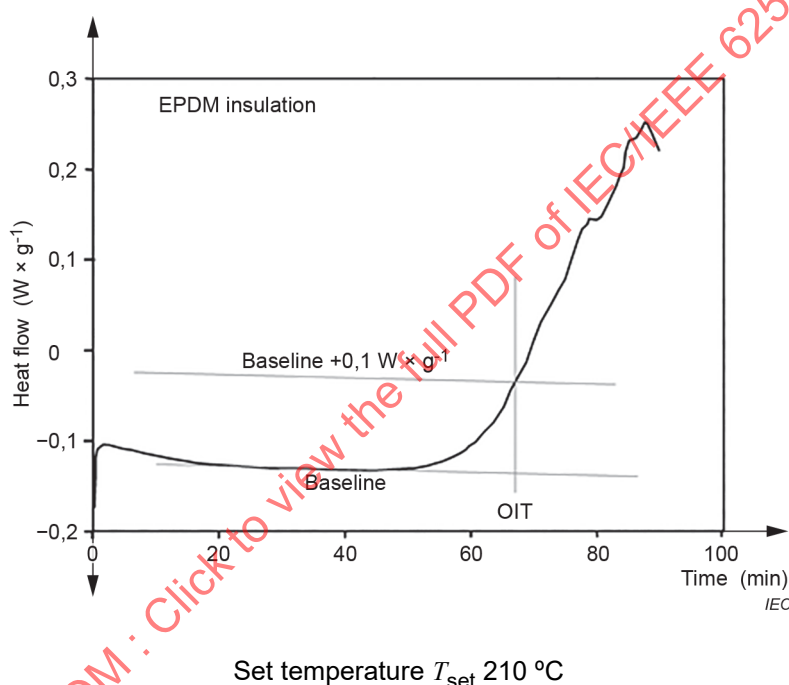
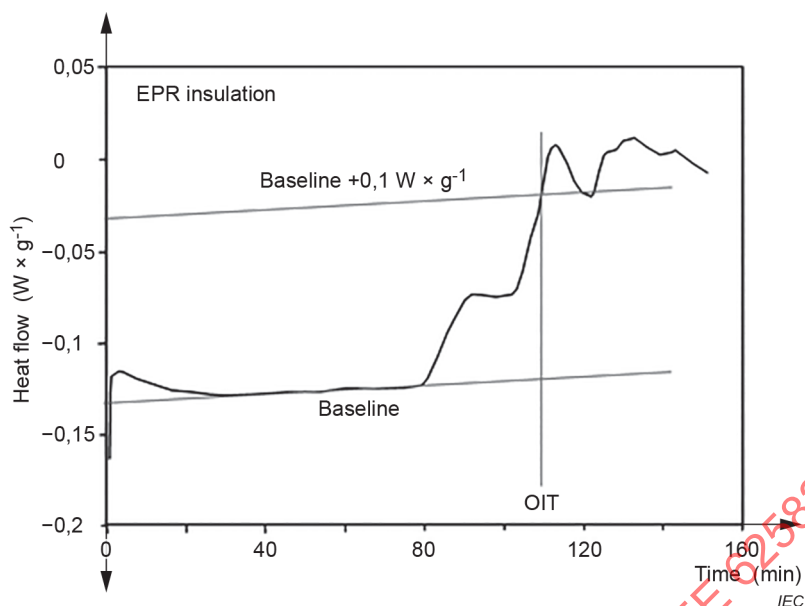


Figure A.1 – Example of an OIT plot with clear baseline and onset

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

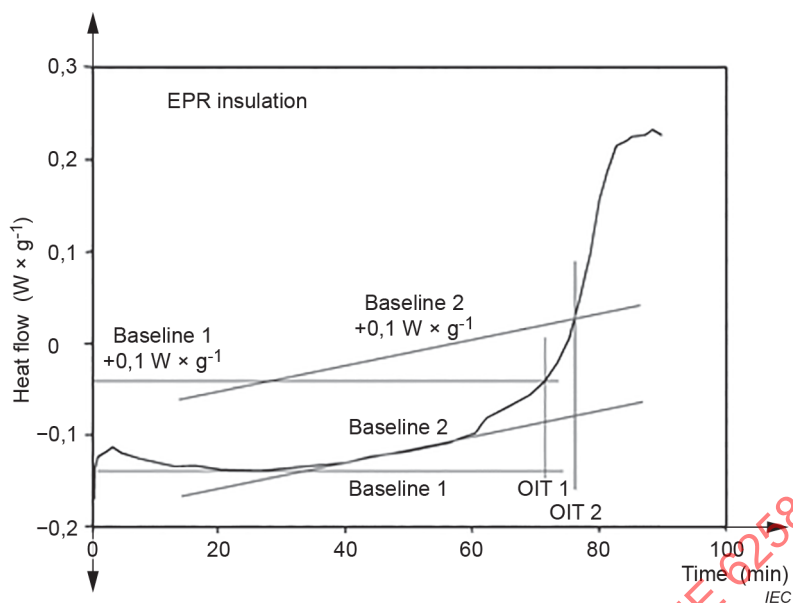
In the two examples shown in Figure A.1 and Figure A.2, the baseline was relatively simple to define, with a good section of either constant heat flow or linearly increasing heat flow. However, in many cases it is not obvious how to define the baseline. The example in Figure A.3 shows one of this type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



Set temperature T_{set} 210 °C

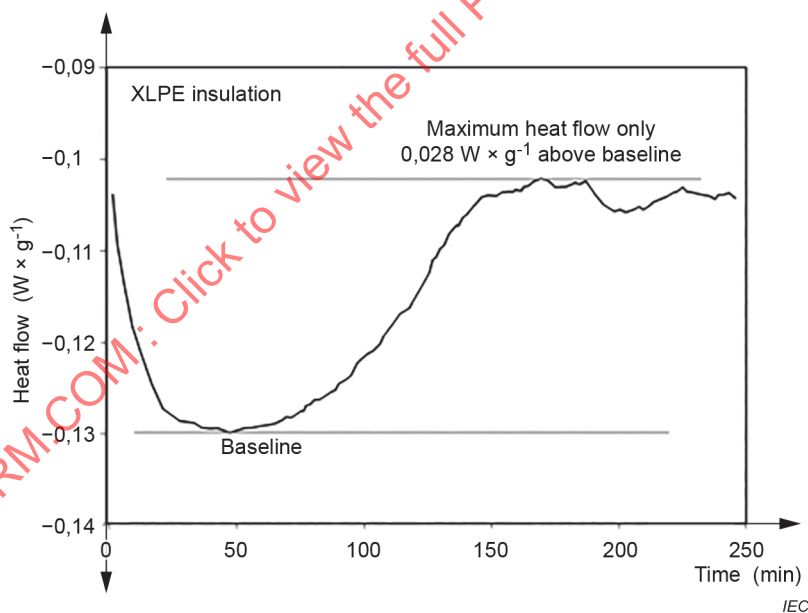
Figure A.2 – Example of OIT plot with multiple onsets

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



Set temperature T_{set} 210 °C

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



Set temperature T_{set} 190 °C

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

A.2 Interpretation of OITP thermograms

Interpretation of OITP plots is usually more straightforward than for OIT plots. This is because baselines are usually consistent and single onsets with a high heat flow are normally observed. Figure A.5 shows the type of plot seen in an OITP measurement on a non-crystalline polymer sample.

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

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

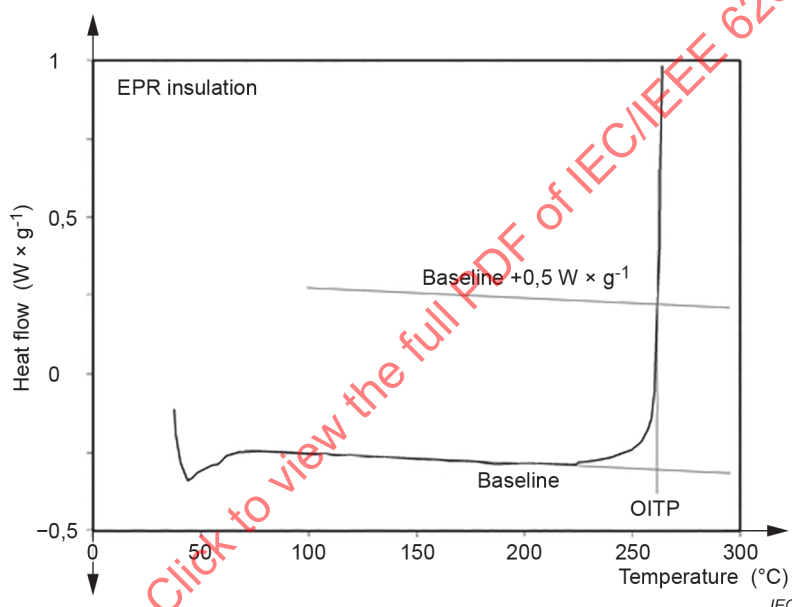


Figure A.5 – Example of an OITP plot with a well-defined baseline and onset

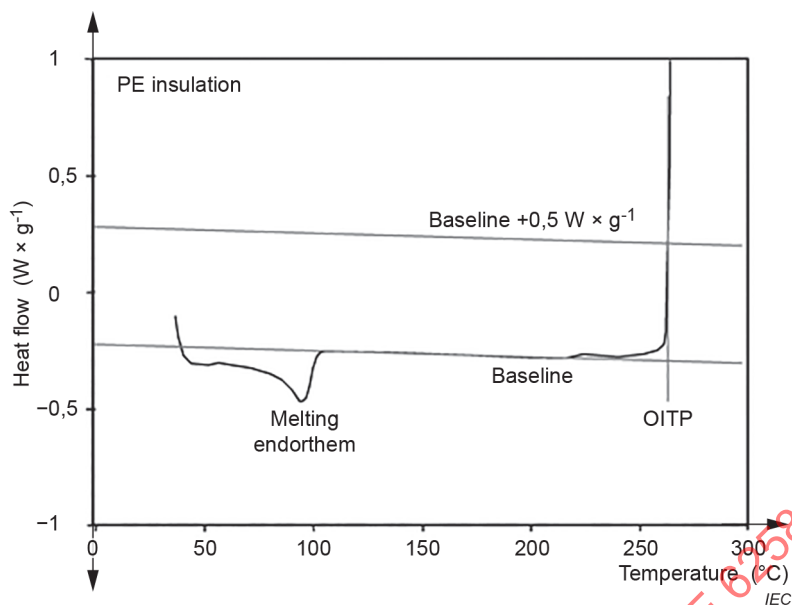


Figure A.6 – Example of an OITP plot for a semi-crystalline material showing a melting endotherm prior to the oxidation onset

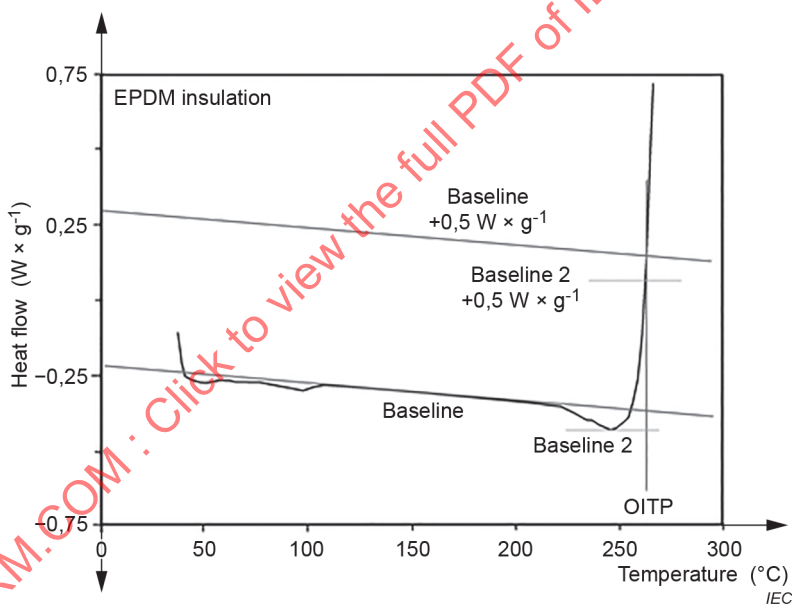


Figure A.7 – Example of an OITP plot showing an endothermic dip immediately prior to the oxidation onset

Annex B (informative)

Example of a measurement report from OITP and OIT

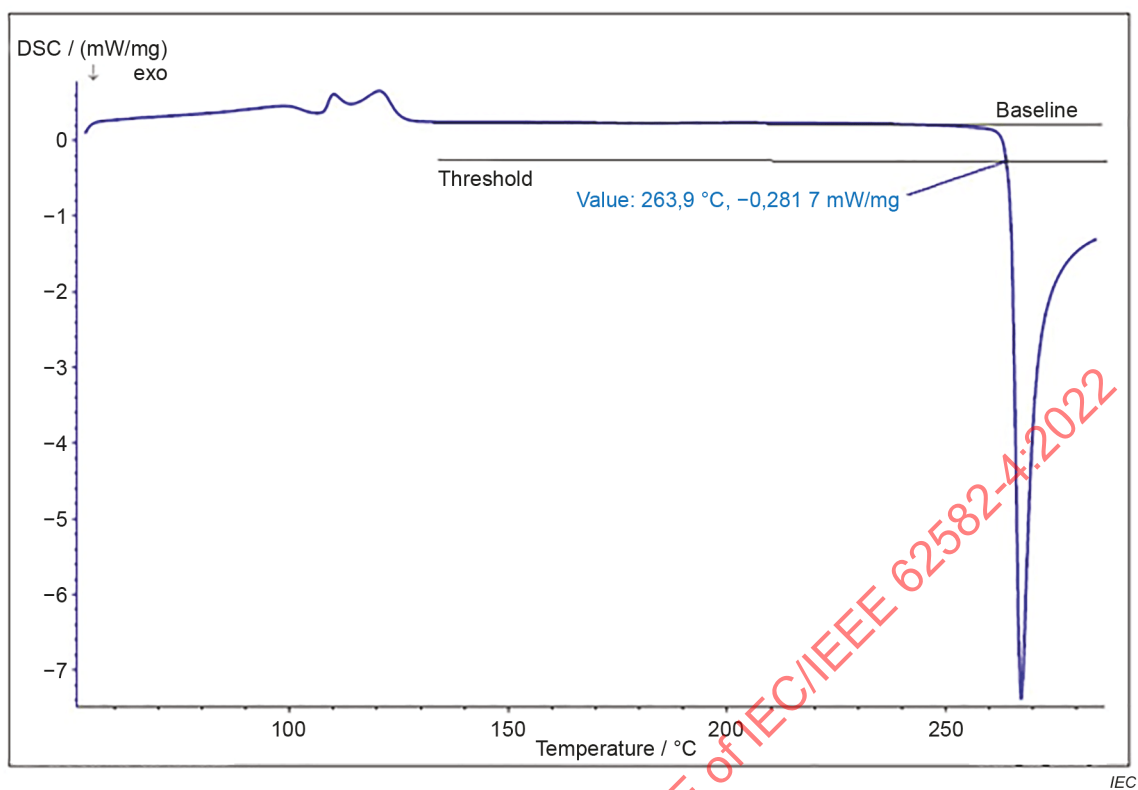
B.1 OITP measurements

These examples in Table B.1 and Figure B.1 are from the round-robin test programme carried out as part of an IAEA coordinated research programme on cable ageing (IAEA-TECDOC-1825:2017).

Table B.1 – Example of a measurement report from OITP

Specimen ID	Rockbestos Firewall III
Material	XLPE flame retardent insulation
Sample type	Through thickness slice
Prehistory	As-received, unaged
Place and date of measurement	3-Dec-2012 VUJE, Slovakia
Sampling method and mass	Chopped with sharp blade to < 1 mm, screened with no. 20 mesh to 0,85 mm sample mass 10 mg
Instrument	Netzsch DSC 200F3
Calibration method	KNO ₃ , In, Sn, Bi, Zn, CsCl standard sample.
Sample pan	Al open pan
Oxygen flow rate	100 ml·min ⁻¹
Temperature ramp rate	10 °C ·min ⁻¹
Baseline type	flat
Threshold value	0,5 W·g ⁻¹
No. of samples measured	3
OITP value	Mean value 262,4 °C; Standard deviation 1,4 °C

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



NOTE Exotherm is down in this plot.

Figure B.1 – Example of OITP test plot

Signature:

Date:

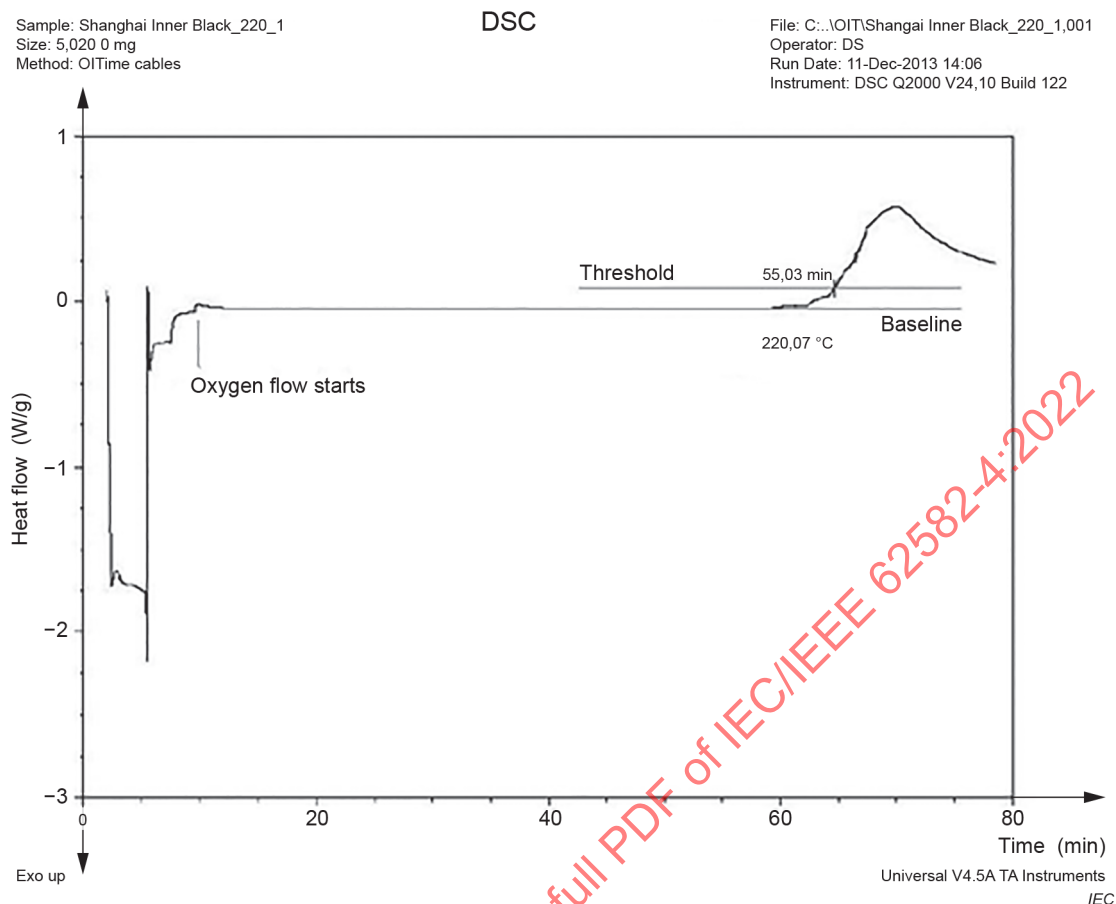
B.2 OIT measurements

These examples in Table B.2 and in Figure B.2 are from the round-robin test programme carried out as part of an IAEA coordinated research programme on cable ageing (IAEA-TECDOC-1825:2017).

Table B.2 – Example of a measurement report from OIT

Specimen ID	WDZA-HK1-KEGJ
Material	XLPO halogen-free flame retardant insulation (black), Shanghai Special Cable, China
Sample type	Through thickness slice
Prehistory	As-received, unaged
Place and date of measurement	11-Dec-2013 NIST, USA
Sampling method and mass	Chopped with sharp blade to <1 mm sample mass 5 mg
Instrument	TA Instruments Universal V4.5A
Calibration method	Indium/lead/tin standard sample
Sample pan	Al open pan
Oxygen flow rate	100 ml·min ⁻¹
Set temperature	220 °C
Temperature ramp rate	50 °C ·min ⁻¹ to 210 °C, then 10 °C ·min ⁻¹ to set temperature
Baseline type	flat
Threshold value	0,1 W·g ⁻¹
No. of samples measured	3
OIT value	Mean value 53,0 min; Standard deviation 2,3 min

Example of test plot (see Figure B.2):



NOTE Exotherm is up in this plot.

Figure B.2 – Example of OIT test plot

Signature:

Date:

Annex C (informative)

Influence of set temperature on the OIT value

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

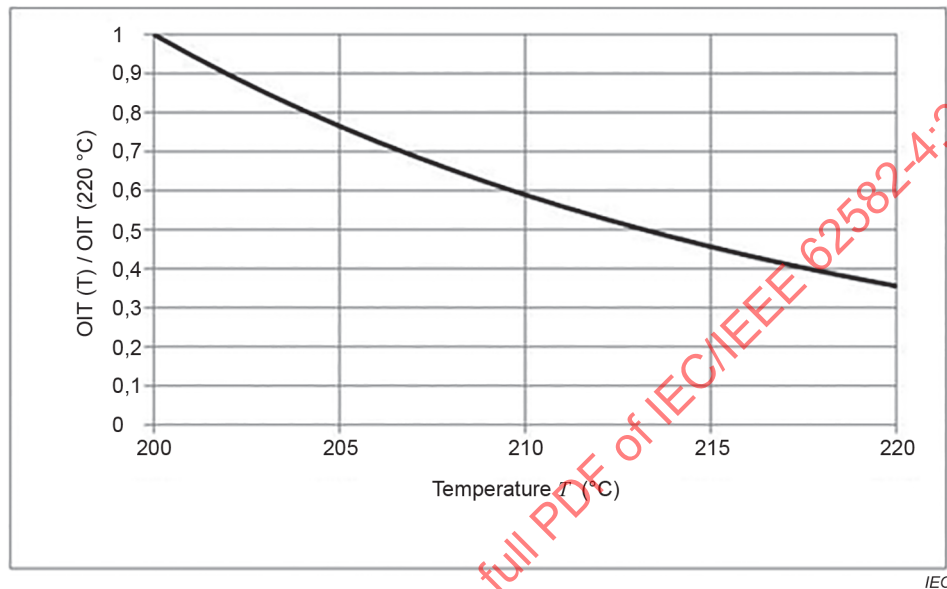


Figure C.1 – Example of the influence of set temperature on the OIT value

Bibliography

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

IEC/IEEE 60780-323, *Nuclear facilities – Electrical equipment important to safety – Qualification*

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

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

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

IAEA-TECDOC-1825:2017, *Benchmark analysis for condition monitoring test techniques of aged low voltage cables in nuclear power plants. Final Results of a Coordinated Research Project*, IAEA, Vienna

JNES-SS-0903:2009, *The final report of the project “Assessment of cable ageing for nuclear power plant”*. T. Yamamoto, T. Minikawa, Japan Nuclear Energy Safety Organisation, Nuclear Energy System Safety Division

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	32
INTRODUCTION	35
1 Domaine d'application	38
2 Références normatives	38
3 Termes et définitions	38
4 Abréviations et acronymes	39
5 Description générale	39
6 Applicabilité et reproductibilité	40
7 Procédure de mesure	40
7.1 Stabilisation des matériaux polymères	40
7.2 Échantillonnage	41
7.2.1 Généralités	41
7.2.2 Exigences applicables à l'échantillon	41
7.2.3 Précautions	41
7.3 Préparation des échantillons	42
7.4 Instrumentation	42
7.5 Étalonnage	42
7.6 Méthode de mesure OIT	43
7.6.1 Procédure de mesure	43
7.6.2 Profil de température	44
7.6.3 Débit gazeux	44
7.6.4 Détermination de la valeur de début de l'oxydation	44
7.6.5 Compte-rendu	46
7.7 Méthode de mesure OITP	47
7.7.1 Procédure de mesure	47
7.7.2 Profil de température	48
7.7.3 Débit gazeux	48
7.7.4 Détermination de la valeur de début de l'oxydation	48
7.7.5 Compte-rendu	49
Annexe A (informative) Interprétation des thermogrammes	50
A.1 Interprétation des thermogrammes d'OIT	50
A.2 Interprétation des thermogrammes d'OITP	53
Annexe B (informative) Exemple de rapport de mesure d'OIT et d'OITP	55
B.1 Mesurages OITP	55
B.2 Mesurages OIT	57
Annexe C (informative) Influence de la température prévue sur la valeur d'OIT	59
Bibliographie	60
Figure 1 – Mesurage OIT – Schéma du profil de température et de gaz et flux thermique correspondant	43
Figure 2 – Schéma de représentation des types de valeurs initiales (constante, en pente, chute endothermique, fusion endothermique) observés pour les mesurages OIT ou OITP	45
Figure 3 – Schéma de représentation de la définition de la valeur de début de la réaction pour les mesurages OIT et OITP	46

Figure 4 – Schéma de température pour les mesurages OITP et flux thermique correspondant.....	48
Figure A.1 – Exemple de tracé d'OIT avec une valeur initiale et un début de réaction clairement définis.....	50
Figure A.2 – Exemple de tracé d'OIT avec des débuts multiples	51
Figure A.3 – Exemple de tracé d'OIT pour lequel la valeur initiale est difficile à déterminer	52
Figure A.4 – Exemple de tracé d'OIT pour lequel le flux thermique est trop faible pour utiliser le seuil normal de $0,1 \text{ W.g}^{-1}$	52
Figure A.5 – Exemple de tracé d'OITP avec une valeur initiale et un début bien définis	53
Figure A.6 – Exemple de tracé d'OITP pour un matériau semi-cristallin qui présente une fusion endothermique avant le début de l'oxydation	54
Figure A.7 – Exemple de tracé d'OITP qui présente une chute endothermique immédiatement avant le début de l'oxydation	54
Figure B.1 – Exemple de tracé d'essai OITP	56
Figure B.2 – Exemple de tracé d'essai OIT	58
Figure C.1 – Exemple de l'influence de la température prévue sur la valeur d'OIT	59
Tableau B.1 – Exemple de rapport de mesure d'OITP	55
Tableau B.2 – Exemple de rapport de mesure d'OIT	57

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2022

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

Partie 4: Techniques d'induction à l'oxydation

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Électrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. À cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). 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 l'IEC, participent également aux travaux.

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

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

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

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

L'IEC/IEEE 62582-4 a été établie par le sous-comité 45A: Systèmes d'instrumentation, de contrôle-commande et d'alimentation électrique des installations nucléaires, du comité d'études 45 de l'IEC: Instrumentation nucléaire, en coopération avec le "Nuclear Power Engineering Committee" de l'IEEE, selon l'accord double logo IEC/IEEE. Il s'agit d'une Norme internationale.

Le présent document est publié en tant que norme IEC/IEEE double logo.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, parue en 2011. Cette édition constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente:

- a) Prise en considération de la publication de l'IEC/IEEE 60780-323;
- b) Ajout d'un exemple dans l'Annexe B et mise à jour;
- c) Ajout de l'Annexe C.

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants de l'IEC:

Projet	Rapport de vote
45A/1435/FDIS	45A/1445/RVD

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

La version française de cette norme n'a pas été soumise au vote.

La langue employée pour l'élaboration de cette Norme internationale est l'anglais.

Ce document a été rédigé conformément aux règles données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2, disponibles à l'adresse www.iec.ch/members_experts/refdocs. Les principaux types de documents développés par l'IEC sont décrits plus en détail sous www.iec.ch/standardsdev/publications.

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

Le comité d'études de l'IEC et le comité d'études de l'IEEE ont décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous webstore.iec.ch dans les données relatives au document recherché. À cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

IMPORTANT – Le logo "colour inside" qui se trouve sur la page de couverture de ce document indique qu'il contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer ce document en utilisant une imprimante couleur.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC/IEEE 62582-4:2022

INTRODUCTION

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

La présente partie de l'IEC/IEEE 62582 s'intéresse plus particulièrement aux méthodes d'induction à l'oxydation utilisées dans le cadre de la surveillance de l'état pour la gestion du vieillissement des matériels électriques installés dans les centrales nucléaires de puissance. Ces méthodes sont principalement adaptées pour les échantillons prélevés sur des matériaux de la famille des polyoléfinés, mais elles peuvent aussi être utilisées pour certains matériaux de la famille des polymères éthylène-propylène et pour certains matériaux acétate de vinyle éthylène.

La présente partie (4) de l'IEC/IEEE 62582 est la quatrième partie de la série IEC/IEEE 62582.

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

La norme IEC/IEEE 60780-323 couvre le concept et le rôle complémentaire que peut jouer la qualification reposant sur l'état du matériel dans le cadre de la qualification des matériels au niveau de la durée de vie qualifiée. Dans le cadre de la qualification du matériel, l'état du matériel pour lequel des performances acceptables ont été prouvées correspond à l'état qualifié. L'état qualifié est l'état du matériel qui prévaut au début d'un événement de dimensionnement, pour lequel il a été démontré que le matériel satisfaisait aux exigences de conception pour les conditions de service spécifiées.

Des recherches importantes ont été réalisées sur les techniques de surveillance de l'état des matériels et l'utilisation de ces techniques dans le cadre de la qualification desdits matériels, comme cela est indiqué dans les documents NUREG/CR-6704, Vol. 2 (BNL-NUREG-52610), JNES-SS-0903, 2009 et AIEA TECDOC-1825:2017.

L'objectif du présent document est d'être utilisé par les laboratoires d'essai, les exploitants de centrales nucléaires de puissance, les évaluateurs de systèmes et les régulateurs.

b) Position de la présente norme dans la structure de la série de normes du SC 45A de l'IEC

L'IEC/IEEE 62582-4 est le document du SC 45A de l'IEC de troisième niveau qui traite du problème particulier de l'application et des performances des mesurages réalisés par induction à l'oxydation dans le cadre de la gestion du vieillissement des matériels électriques et des matériels de commande utilisés dans les centrales nucléaires de puissance.

La norme IEC/IEEE 62582-4 doit être lue avec l'IEC/IEEE 62582-1, qui fournit les éléments de contexte et des lignes directrices pour l'application des méthodes de surveillance de l'état des matériels électriques importants pour la sûreté des centrales nucléaires de puissance.

Pour de plus amples informations sur la collection de normes du SC 45A de l'IEC, voir l'article d) de la présente introduction.

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

Il est important de noter que le présent document n'établit pas d'exigence fonctionnelle supplémentaire pour les systèmes de sûreté.

d) Description de la structure de la série de normes du SC 45A de l'IEC et relations avec d'autres documents de l'IEC, et d'autres organisations (AIEA, ISO)

La série de normes du SC 45A de l'IEC comprend une hiérarchie de quatre niveaux. Les documents de niveau supérieur de la série de normes du SC 45A de l'IEC sont les normes IEC 61513 et IEC 63046.

L'IEC 61513 fournit des exigences générales relatives aux systèmes et matériels d'instrumentation et de contrôle-commande (I&C) utilisés pour accomplir les fonctions importantes pour la sûreté des centrales nucléaires de puissance (NPPs – *Nuclear power plants*). L'IEC 63046 fournit des exigences générales relatives aux systèmes d'alimentation électrique des NPP; elle couvre les systèmes d'alimentation électrique jusqu'à et y compris les alimentations des systèmes d'instrumentation et de contrôle-commande.

L'IEC 61513 et l'IEC 63046 doivent être étudiées ensemble et au même niveau. L'IEC 61513 et l'IEC 63046 structurent la série de normes du SC 45A de l'IEC et forment un cadre complet qui établit les exigences générales relatives aux systèmes et matériels d'instrumentation et de contrôle-commande, ainsi qu'aux systèmes d'alimentation électriques des centrales nucléaires de puissance.

L'IEC 61513 et l'IEC 63046 font directement référence aux autres normes du SC 45A de l'IEC pour les exigences générales relatives à des sujets particuliers, tels que la catégorisation des fonctions et le classement des systèmes, la qualification, la séparation des systèmes, la protection contre la défaillance de cause commune, la conception des salles de commande, la compatibilité électromagnétique, l'ergonomie, la cybersécurité, les aspects logiciels et matériels relatifs aux systèmes numériques programmables, la coordination des exigences de sûreté et de sécurité et la gestion du vieillissement. Il convient de considérer les normes référencées directement à ce deuxième niveau, ainsi que l'IEC 61513 et l'IEC 63046, comme un ensemble cohérent de documents.

Au troisième niveau, les normes du SC 45A de l'IEC, qui ne sont pas référencées directement par l'IEC 61513 ou l'IEC 63046, sont liées à des exigences spécifiques relatives à des matériels particuliers, ainsi qu'à des méthodes techniques ou à des activités spécifiques. Généralement, ces documents, qui font référence aux documents de deuxième niveau pour les exigences générales, peuvent être utilisés seuls.

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

La série de normes du SC 45A de l'IEC met en œuvre et détaille de manière cohérente les principes de sûreté et de sécurité, ainsi que les aspects fondamentaux fournis dans les normes de sûreté pertinentes de l'AIEA et dans les documents pertinents de la série sur la sécurité nucléaire (NSS – *nuclear security series*) de l'AIEA. Cette disposition inclut plus particulièrement les exigences SSR-2/1 de l'AIEA qui établissent les exigences de sûreté relatives à la conception des centrales nucléaires de puissance, le guide de sûreté SSG-30 de l'AIEA qui traite du classement de sûreté des structures, systèmes et composants des centrales nucléaires de puissance, le guide de sûreté SSG-39 de l'AIEA qui traite de la conception de l'instrumentation et du contrôle-commande des centrales nucléaires de puissance, le guide de sûreté SSG-34 de l'AIEA qui traite de la conception des systèmes d'alimentation électrique des centrales nucléaires de puissance, le guide de sûreté SSG-51 de l'AIEA qui traite de l'ergonomie dans la conception des centrales nucléaires de puissance et le guide de mise en œuvre NSS17 relatif à la sécurité informatique des installations nucléaires. La terminologie et les définitions utilisées pour la sûreté et la sécurité dans les normes produites par le SC 45A sont conformes à celles utilisées par l'AIEA.

L'IEC 61513 et l'IEC 63046 ont adopté une présentation similaire à celle de la publication fondamentale de sécurité IEC 61508, avec un cadre de cycle de vie global et un cadre de cycle de vie du système. En ce qui concerne la sûreté nucléaire, l'IEC 61513 et l'IEC 63046 interprètent les exigences générales des normes IEC 61508-1, IEC 61508-2 et IEC 61508-4, pour le secteur des applications nucléaires. Dans ce cadre, l'IEC 60880, l'IEC 62138 et l'IEC 62566 correspondent à l'IEC 61508-3 pour le secteur des applications nucléaires.

L'IEC 61513 et l'IEC 63046 font référence à l'ISO 9001, ainsi qu'aux documents AIEA GSR partie 2, AIEA GS-G-3.1 et AIEA GS-G-3.5 pour les sujets liés à l'assurance qualité (AQ).

Au niveau 2, concernant la sécurité nucléaire, l'IEC 62645 constitue le document chapeau pour les normes de sécurité produites par le SC 45A de l'IEC. Cette norme s'appuie sur les principes de haut niveau et les principaux concepts valides des normes de sécurité génériques, notamment l'ISO/IEC 27001 et l'ISO/IEC 27002, qu'elle adapte et complète pour répondre au contexte nucléaire et les coordonne avec la série IEC 62443. Au niveau 2, l'IEC 60964 constitue le document chapeau pour les normes du SC 45A de l'IEC portant sur les salles de commande, l'IEC 63351 constitue le document chapeau pour les normes portant sur l'ergonomie et l'IEC 62342 constitue le document chapeau pour les normes portant sur la gestion du vieillissement.

NOTE 1 Par hypothèse, des normes nationales ou internationales sont appliquées pour la conception des systèmes d'instrumentation et de contrôle-commande dans les centrales nucléaires de puissance qui mettent en œuvre des fonctions de sûreté conventionnelles (par exemple, pour assurer la sécurité des travailleurs et la protection des biens, répondre aux dangers chimiques et aux dangers liés à l'énergie procédé).

NOTE 2 L'IEC TR 64000 fournit une description plus complète de la structure globale de la série de normes produites par le SC 45A de l'IEC et de sa relation avec d'autres organismes de normalisation et d'autres normes.

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

Partie 4: Techniques d'induction à l'oxydation

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC/IEEE 62582 établit des méthodes de surveillance de l'état des matériaux organiques et polymères présents dans les systèmes d'instrumentation et de contrôle-commande, par l'utilisation des techniques d'induction à l'oxydation selon un processus détaillé nécessaire pour obtenir des mesurages reproductibles et exacts. La présente partie comprend les exigences relatives à la préparation d'échantillons, au système et aux conditions de mesure, ainsi qu'au compte-rendu des résultats de mesure.

Les différentes parties de l'IEC/IEEE 62582 sont des normes de mesure, principalement destinées à être utilisées pour la gestion du vieillissement dans le cadre de la qualification initiale et après installation. L'IEC/IEEE 62582-1 comprend des exigences pour l'application des autres parties de la série IEC/IEEE 62582 et certains éléments communs à toutes les méthodes. L'IEC/IEEE 60780-323 fournit des informations concernant le rôle de la surveillance de l'état dans la qualification des matériels importants pour la sûreté.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

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

L'ISO, l'IEC et l'IEEE tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>
- IEEE Standards Dictionary Online: disponible à l'adresse <http://dictionary.ieee.org>

3.1 temps d'induction à l'oxydation

OIT

mesure relative de la résistance stabilisée d'un matériau à la décomposition par oxydation, déterminée par le mesurage calorimétrique de l'intervalle de temps qui précède le début de l'oxydation exothermique du matériau à une température spécifiée, sous atmosphère d'oxygène et sous pression atmosphérique

Note 1 à l'article: L'OIT est exprimé en minutes (min).

Note 2 à l'article: L'abréviation "OIT" est dérivée du terme anglais développé correspondant "Oxidation Induction Time".

3.2

température d'induction à l'oxydation

OITP

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

Note 1 à l'article: L'OITP est exprimée en degrés Celsius (°C).

Note 2 à l'article: L'abréviation "OITP" est dérivée du terme anglais développé correspondant "Oxidation Induction Temperature".

4 Abréviations et acronymes

CSPE	(chlorosulphonated polyethylene) polyéthylène chlorosulphoné
DSC	(differential scanning calorimeter) calorimètre différentiel à balayage
EPDM	(ethylene propylene diene monomer) caoutchouc d'éthylène-propylène-diène
EPR	(ethylene propylene rubber) caoutchouc d'éthylène-propylène
EVA	(ethylene vinyl acetate) éthylène-acétate de vinyle
OIT	(oxidation induction time) temps d'induction à l'oxydation
OITP	(oxidation induction temperature) température d'induction à l'oxydation
PE	polyéthylène
PEEK	(poly ether ketone) polyéther éther cétone
PVC	(poly vinyl chloride) chlorure de polyvinyle
STA	(simultaneous thermal analyzer) analyseur thermique simultané
XLPE	(cross-linked polyethylene) polyéthylène réticulé

5 Description générale

Les méthodes d'induction à l'oxydation reposent sur la détection de l'oxydation exothermique qui survient lorsqu'un échantillon est chauffé en présence d'oxygène. Cette réaction exothermique est sensible au niveau de dégradation de certains matériaux organiques et polymères et peut être utilisée comme un indicateur du vieillissement. Il existe deux méthodes d'induction à l'oxydation, qui reposent sur la durée exigée pour que débute l'oxydation à température constante (temps d'induction à l'oxydation – OIT) ou sur la température observée au début de l'oxydation lors d'une vitesse constante d'augmentation de la température (température d'induction à l'oxydation – OITP). Les deux méthodes sont complémentaires, en ce sens que l'OITP est souvent efficace pour les matériaux pour lesquels l'OIT est difficile à déterminer. L'OIT et l'OITP diminuent avec l'augmentation de la dégradation. Les méthodes sont généralement liées à la quantité d'antioxydants présents dans le matériau. Au fur et à mesure de la dégradation, ces antioxydants s'épuisent. Pour les matériaux qui ne comportent pas d'antioxydants, l'OIT n'est pas adapté, mais l'OITP peut donner des résultats utiles. En général, l'OIT et l'OITP permettent de mesurer la stabilité thermique des polymères dans des conditions de chauffage isotherme (OIT) et adiabatique (OITP) sous oxygène.

6 Applicabilité et reproductibilité

La méthode d'induction à l'oxydation est principalement adaptée aux échantillons prélevés sur les matériaux (tels que les gaines externes ou l'isolant des câbles) qui sont de la famille des polyoléfinés (par exemple, le PE, le XLPE). Elle peut aussi être utilisée pour certains matériaux de la famille des polymères éthylène-propylène (par exemple, l'EPR, l'EPDM) et pour certains matériaux éthylène-acétate de vinyle EVA. Les techniques d'induction à l'oxydation peuvent ne pas être applicables aux polymères à haute température dans certains cas. La méthode d'induction à l'oxydation n'est pas applicable aux polymères à haute température, tels que le PEEK. La méthode peut être appliquée à d'autres matériaux, mais les problèmes d'interprétation des résultats peuvent réduire l'efficacité de l'essai.

La méthode n'est généralement pas adaptée pour les polymères chlorés (par exemple, le PVC, le CSPE) en raison des produits de dégradation corrosifs dégagés pendant les mesurages, qui peuvent endommager l'appareil de mesure. Pour ces matériaux, des masses d'échantillons plus faibles (de 1 mg à 2 mg) peuvent permettre d'utiliser la méthode avec précaution. En outre, certains systèmes modernes sont conçus avec des caractéristiques qui protègent le matériel contre les gaz d'échappement volatils. Pour déterminer si le matériel est protégé ou si des composants de protection supplémentaires sont nécessaires, consulter le fabricant dudit matériel.

La méthode n'est pas adaptée pour une utilisation sur le terrain dans une centrale nucléaire de puissance, mais elle utilise des échantillons prélevés sur la centrale, qui sont ensuite mesurés en laboratoire. Chaque mesurage OIT en laboratoire peut durer jusqu'à 90 min pour les échantillons non vieillis, et diminuer pour les échantillons fortement vieillis, alors que les mesurages OITP durent généralement de 30 min à 40 min.

Les mesurages OIT présentent généralement un écart type compris entre 5 % et 10 % de la valeur moyenne, tandis que les mesurages OITP présentent généralement un écart type compris entre 1 % et 3 % de la valeur moyenne. Dans les deux cas, les mesurages sont effectués dans le même laboratoire et dans des laboratoires différents. Une partie de cette variation est due à l'inhomogénéité des matériaux des échantillons, qui devient significative lors de mesurages de l'état sur des échantillons dont la masse est très faible. Les mesurages OITP sont généralement plus reproductibles que les mesurages OIT, mais ils exigent des données de référence pour pouvoir interpréter les variations.

7 Procédure de mesure

7.1 Stabilisation des matériaux polymères

Une durée appropriée doit être prévue pour que les matériaux polymères des matériels fabriqués récemment se stabilisent avant que des programmes de surveillance de l'état ou de vieillissement accéléré ne soient réalisés. La durée pendant laquelle les matériaux polymères se stabilisent dépend normalement des additifs de traitement et de la composition des polymères. En l'absence de données du fabricant sur le temps de stabilisation, un délai de 6 mois doit être prévu.

7.2 Échantillonnage

7.2.1 Généralités

Les mesurages OIT ou OITP donnent des informations sur l'état du matériel uniquement à l'emplacement spécifique soumis à échantillonnage. Le choix des emplacements d'échantillonnage à des fins de surveillance de l'état doit s'effectuer sur la base des conditions environnementales dans des zones représentatives pendant le fonctionnement de la centrale. Il est important que ces emplacements représentent une plage de conditions de vieillissement aussi étendue que possible, avec une attention particulière pour les emplacements auxquels les conditions de vieillissement peuvent être sévères, par exemple, les points chauds. L'emplacement d'échantillonnage et les informations disponibles concernant l'historique environnemental de l'emplacement choisi doivent être documentés.

7.2.2 Exigences applicables à l'échantillon

Pour que cinq mesurages puissent être réalisés sur un échantillon particulier, une quantité minimale de 50 mg de matériau est nécessaire. Le matériau à échantillonner doit être nettoyé des débris de surface. Aucun solvant ne doit être utilisé pour nettoyer la surface. Les échantillons peuvent généralement prendre la forme d'éclats ou de raclures de matériau prélevés à la surface d'une gaine externe de câble ou d'une fine tranche à travers l'isolant d'une extrémité. L'emplacement de la position d'échantillonnage doit être noté, y compris sa distribution radiale (c'est-à-dire s'il s'agit d'un échantillon de surface ou d'une tranche d'épaisseur traversante).

Lors de l'échantillonnage de matériaux à double couche, par exemple des câbles, le rapport doit indiquer clairement le mode d'obtention des échantillons. La valeur mesurée dépend de la proportion de chaque couche incluse dans l'échantillon soumis à l'essai. Pour cette raison, il est recommandé que les couches ne soient pas mélangées lorsque cela est techniquement possible.

Les procédures d'échantillonnage et de mesure doivent être conformes aux consignes locales, compte tenu de la sécurité du personnel et des matériels.

Il faut veiller à ce que les conditions de stockage ne soient pas inadéquates au cours de la durée comprise entre l'échantillonnage et les mesurages. Il est recommandé que les échantillons soient stockés dans l'obscurité à des températures qui ne dépassent pas 25 °C et dans des conditions d'humidité comprises entre 45 % et 75 %.

7.2.3 Précautions

Lors du prélèvement sur le terrain des échantillons destinés aux mesurages OIT ou OITP, le matériel doit faire l'objet d'une inspection visuelle avant et après l'échantillonnage afin de documenter qu'il n'est pas endommagé.

Si des échantillons doivent être prélevés sur un matériel opérationnel de la centrale, la conséquence de cet échantillonnage sur l'utilisation opérationnelle future et la qualification de ce matériel doit être évaluée avant l'échantillonnage.

Lorsque le retrait d'un matériau constitutif du matériel opérationnel est considéré comme préjudiciable à la qualification ou à une utilisation future, il convient de retirer ce matériel du service ou de le réparer selon les procédures locales du réseau pour assurer le maintien de la qualification.

7.3 Préparation des échantillons

Les échantillons pour chaque mesurage OIT ou OITP doivent avoir une masse de $5 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$. Certains matériels plus anciens et moins sensibles peuvent exiger l'utilisation d'échantillons plus grands. Dans ce cas, il convient d'utiliser $10 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ de matériau pour les mesurages. Quelle que soit la valeur utilisée, il convient que la masse de l'échantillon utilisé dans chaque mesurage soit cohérente. Chaque échantillon doit être haché ou broyé en morceaux d'une dimension maximale de 1 mm. Il convient de tamiser l'échantillon haché à l'aide d'une maille pour obtenir une taille de particule qui ne dépasse pas 0,85 mm, dans la mesure où une préparation cohérente de l'échantillon est importante pour permettre une oxydation reproductible de ce dernier pendant le mesurage. L'échantillon haché ou granulaire doit être placé dans une coupelle appropriée à l'appareil de mesure utilisé et emballé de manière à obtenir un bon contact avec la coupelle.

Les coupelles d'échantillonnage doivent être en aluminium, en céramique ou en platine et être ouvertes ou équipées de couvercles avec des trous ou des mailles pour laisser librement circuler l'oxygène pendant le mesurage. Trois échantillons au moins doivent être mesurés. Lorsque les résultats des mesurages sur trois échantillons présentent un écart type $> 10 \%$ de la valeur moyenne pour la méthode OIT ou un écart type $> 3 \%$ pour la méthode OITP, il convient de mesurer deux échantillons supplémentaires si la quantité de matériaux présents est suffisante. Le mesurage le plus élevé et le mesurage le plus faible sont éliminés de ces cinq mesurages et la valeur moyenne des trois échantillons restants est appliquée.

S'il est nécessaire d'utiliser une masse d'échantillons plus petite, par exemple, pour les matériaux chlorés, il convient de noter ce point dans le rapport de mesure.

7.4 Instrumentation

L'appareil de mesure utilisé pour les mesurages d'induction à l'oxydation doit être capable de déterminer les réactions exothermiques dans la plage des sous-milliwatts, par exemple, un calorimètre différentiel à balayage (DSC), un analyseur thermique simultané (STA) ou un analyseur thermique différentiel (DTA – *differential thermal analyzer*). Il doit être également capable de maintenir une stabilité isotherme de $\pm 0,3 \text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant la durée du mesurage, généralement jusqu'à 90 min. La vitesse d'augmentation de la température doit être programmable.

L'appareil de mesure doit permettre de purger la chambre à échantillons avec des gaz spécifiques à un débit contrôlable. Il est nécessaire de maintenir une distance aussi courte que possible entre le point de commutation du gaz et la cellule de l'appareil, avec un temps mort inférieur à 1 min, afin de réduire le plus possible le volume de commutation. En conséquence, pour un débit de 75 ml min^{-1} , le volume mort doit être inférieur à 75 ml.

À des fins d'analyse, la différence de flux thermique entre une coupelle de référence et la coupelle d'échantillonnage en fonction du temps (pour les mesurages OIT) ou en fonction de la température (pour les mesurages OITP) doit être mesurée.

7.5 Étalonnage

L'appareil de mesure doit être étalonné selon les recommandations du fabricant et selon la procédure d'assurance qualité (AQ) appropriée, au moyen d'un étalon de référence adapté pour les plages de températures utilisées (par exemple, plomb/indium/étain). Le mesurage d'un échantillon de référence doit être effectué avant chaque lot de mesurages OIT ou OITP pour vérifier cet étalonnage.

7.6 Méthode de mesure OIT

7.6.1 Procédure de mesure

La procédure de mesure est représentée à la Figure 1. Elle comprend les étapes suivantes:

- L'échantillon est chauffé dans l'azote à une vitesse de montée en température de 50 °C min^{-1} jusqu'à 10 °C au-dessous de la température prévue T_{set} . La vitesse d'augmentation est alors réduite à 5 °C min^{-1} pour atteindre la température prévue.
- L'échantillon est alors maintenu pendant 2 min à la température prévue dans l'azote, puis l'atmosphère de l'appareil de mesure passe à l'oxygène.
- L'oxydation exothermique est détectée par une augmentation rapide du flux thermique.
- Le temps entre le passage de l'atmosphère à l'oxygène et le début de l'oxydation de l'échantillon est déterminé. Cet intervalle de temps est le temps d'induction à l'oxydation.

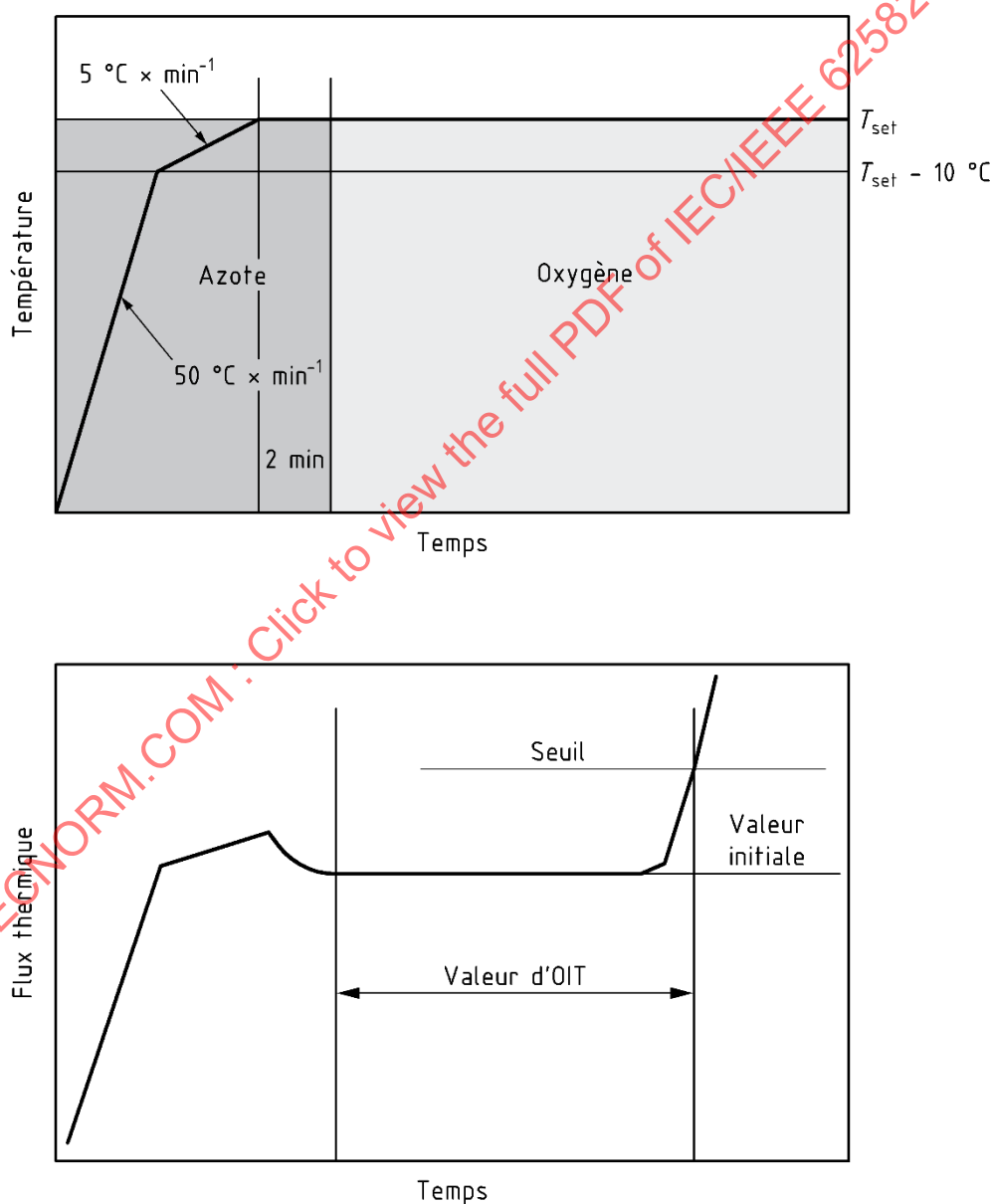


Figure 1 – Mesurage OIT – Schéma du profil de température et de gaz et flux thermique correspondant

7.6.2 Profil de température

La reproductibilité des mesurages OIT dépend de l'utilisation d'un historique thermique normalisé. La température T_{set} pour les mesurages OIT doit être de 210 °C, à condition que le temps d'induction à l'oxydation pour un matériau non vieilli soit d'au moins 30 min. La valeur OIT dépend fortement de la température T_{set} choisie, voir exemple à l'Annexe C. Si le temps d'induction à l'oxydation est inférieur à 30 min pour un matériau non vieilli, alors la température T_{set} doit être réduite par incréments de 10 °C jusqu'à ce que l'OIT soit > 30 min. Si le temps d'induction à l'oxydation est > 90 min pour un matériau non vieilli, alors T_{set} doit être augmenté par incréments de 10 °C jusqu'à ce que l'OIT soit < 90 min. Après que la valeur de T_{set} a été choisie pour un matériau spécifique, la même valeur doit être utilisée pour tous les mesurages ultérieurs sur ce matériau.

NOTE Un OIT > 90 min pour un matériau non vieilli est acceptable, à condition que le flux thermique observé pendant l'oxydation exothermique soit suffisant pour dépasser la valeur de seuil exigée (voir 7.6.4.2).

7.6.3 Débit gazeux

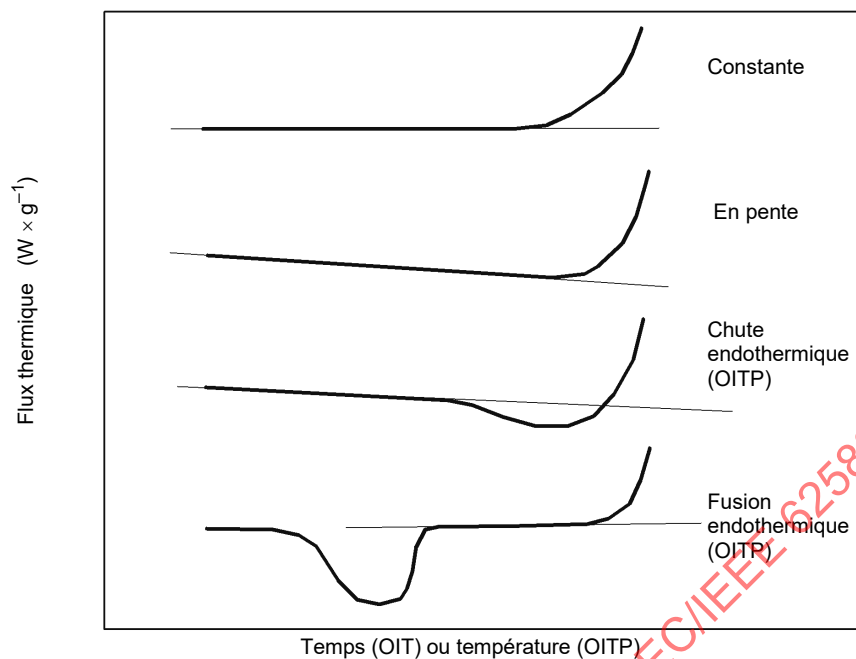
Le débit d'oxygène pendant les essais OIT doit être de $75 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1} \pm 25 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$. Le débit d'azote durant la phase initiale des essais OIT n'est pas essentiel, mais il est recommandé d'utiliser un débit de $75 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1} \pm 25 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$.

NOTE Les mesurages d'induction à l'oxydation peuvent être affectés par le débit d'oxygène utilisé pendant les essais. Des débits faibles ($< 50 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$), peuvent avoir pour conséquence une augmentation des temps d'induction lors des essais OIT. Pour la plage de débits compris entre $50 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ et $100 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$, les temps d'induction à l'oxydation ne dépendent pas fortement du débit d'oxygène.

7.6.4 Détermination de la valeur de début de l'oxydation

7.6.4.1 Définition de la valeur initiale

Le seuil d'induction à l'oxydation est mesuré par rapport à une valeur initiale, comme cela est représenté à la Figure 2. Une période de flux thermique constant est généralement observée avant le début de l'oxydation. Cette période sert de valeur initiale. Certains matériaux présentent une variation linéaire du flux thermique avant le début de l'oxydation. Cette variation peut aussi être utilisée comme valeur initiale et désignée comme pente de référence.

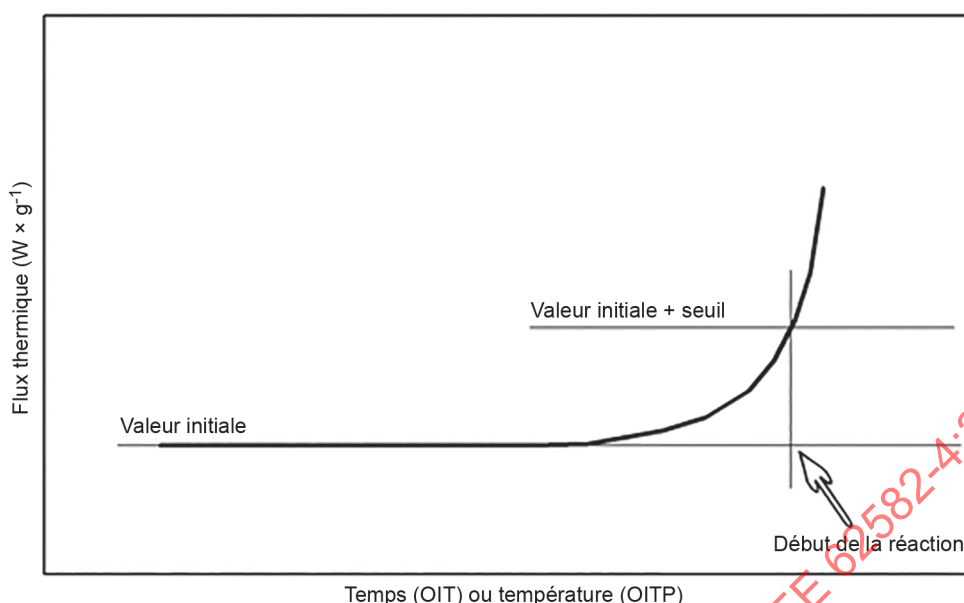


IEC

Figure 2 – Schéma de représentation des types de valeurs initiales (constante, en pente, chute endothermique, fusion endothermique) observés pour les mesurages OIT ou OITP

7.6.4.2 Définition du seuil et du début de réaction

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



IEC

Figure 3 – Schéma de représentation de la définition de la valeur de début de la réaction pour les mesurages OIT et OITP

L'Annexe A donne des exemples de types de thermogrammes d'OIT observés en pratique.

7.6.5 Compte-rendu

Le rapport de mesure doit comprendre les éléments suivants:

- a) Identification du matériel échantillonné, ce qui doit comprendre:
 - les informations détaillées concernant le matériau échantillonné, par exemple, type générique du polymère, numéros de formules particuliers,
 - le lieu de prélèvement de l'échantillon, par exemple, éclat de surface, tranche d'épaisseur traversante;
 - pour les échantillons prélevés dans la centrale, l'emplacement exact dans cette dernière.
- b) Historique avant mesurage du matériel échantillonné, ce qui doit comprendre:
 - le temps de service, ou le temps de vieillissement pour les échantillons vieillis en laboratoire;
 - les conditions environnementales auxquelles l'échantillon a été exposé, par exemple, température, rayonnements,
- c) Méthode d'échantillonnage, y compris la préparation de l'échantillon pour laquelle les doubles couches ont été séparées (7.2).
- d) Lieu et date des mesurages.
- e) Appareil de mesure utilisé et version logicielle utilisée pour l'analyse (7.4).
- f) Procédure d'étalonnage (7.5).
- g) Type de coupelle d'échantillonnage utilisé (7.3).
- h) Débit d'oxygène utilisé pendant l'essai (7.6.3).
- i) Profil de température, y compris les vitesses d'augmentation et les temps de latence (7.6.2).

Si l'appareil de mesure est capable de générer des informations, il convient d'inclure le profil de température réel.

- j) Type de valeur initiale et justification de l'utilisation de cette valeur initiale spécifique (7.6.4.1).
- k) Type de début choisi et justification du choix de ce début parmi les différents débuts observés.
- l) Valeur de seuil utilisée et justification si une valeur non normalisée est utilisée (7.6.4.2).
- m) Nombre d'échantillons mesurés (7.3).
- n) Valeur moyenne de l'OIT et écart type, en minutes,
- o) Exemples de tracé du flux thermique par rapport au temps, en particulier si le matériau ne présente pas de valeur initiale de type constante, avec un début de réaction unique bien défini.

7.7 Méthode de mesure OITP

7.7.1 Procédure de mesure

La procédure de mesure est représentée à la Figure 4. Elle comprend les étapes suivantes:

- L'échantillon est chauffé dans l'appareil de mesure sous oxygène à une vitesse de $10\text{ }^{\circ}\text{C.min}^{-1}$.
- L'oxydation exothermique est détectée par une augmentation rapide du flux thermique.
- La température à laquelle l'oxydation de l'échantillon débute est mesurée. Il s'agit de la température d'induction à l'oxydation.

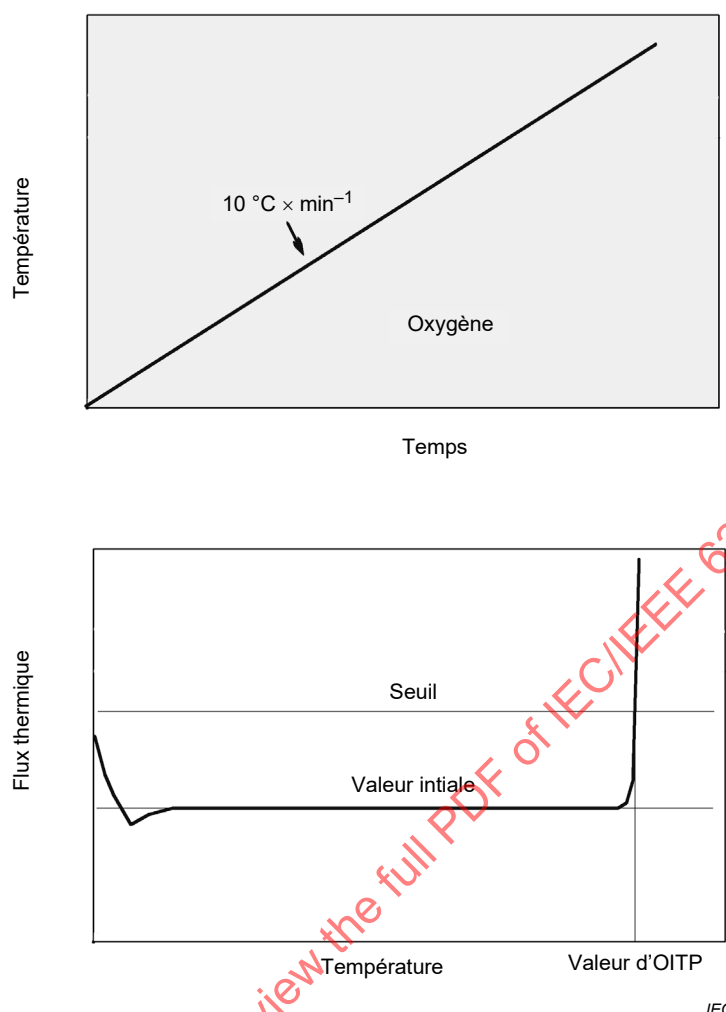


Figure 4 – Schéma de température pour les mesurages OITP et flux thermique correspondant

7.7.2 Profil de température

La vitesse d'augmentation de la température doit être de $10\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ sous oxygène, de la température initiale jusqu'à ce que le début de l'oxydation soit observé. Lors de mesurages consécutifs, la température initiale doit être $< 50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

7.7.3 Débit gazeux

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

NOTE Les mesurages d'induction à l'oxydation peuvent être affectés par le débit d'oxygène utilisé pendant les essais. Des débits faibles ($< 50\text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$) peuvent avoir pour conséquence une augmentation des températures d'induction lors des essais OITP. Pour la plage de débits compris entre $50\text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ et $100\text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$, les températures d'induction à l'oxydation ne dépendent pas fortement du débit d'oxygène.

7.7.4 Détermination de la valeur de début de l'oxydation

7.7.4.1 Définition de la valeur initiale

Le seuil d'induction à l'oxydation est mesuré par rapport à une valeur initiale comme cela est représenté à la Figure 2. Une période de flux thermique constant est généralement observée avant le début de l'oxydation. Cette période sert de valeur initiale. Certains matériaux présentent une variation linéaire du flux thermique avant le début de l'oxydation. Cette variation peut aussi être utilisée comme valeur initiale et désignée comme pente de référence.

7.7.4.2 Définition du seuil et de la température de début

Le seuil doit être défini à $0,5 \text{ W} \cdot \text{g}^{-1}$ par rapport à la valeur initiale. La température de début est définie par l'intersection de la courbe d'essai avec le seuil relatif à la valeur initiale, comme cela est représenté à la Figure 3.

NOTE Les flux thermiques observés pendant les mesurages OITP sont considérablement plus élevés que ceux observés lors des mesurages OIT. Le choix d'une valeur de seuil plus élevée que celle utilisée pour les mesurages OIT permet d'obtenir une valeur plus cohérente de la température initiale.

L'Annexe A donne des exemples de types de thermogrammes d'OITP observés en pratique.

7.7.5 Compte-rendu

Le rapport de mesure doit comprendre les éléments suivants:

- a) Identification du matériel échantillonné, ce qui doit comprendre:
 - les informations détaillées concernant le matériau échantillonné, par exemple, type générique du polymère, numéros de formules particuliers;
 - le lieu de prélèvement de l'échantillon, par exemple, éclat de surface, tranche d'épaisseur traversante;
 - pour les échantillons prélevés dans la centrale, l'emplacement exact dans cette dernière.
- b) Historique avant mesurage du matériel échantillonné, ce qui doit comprendre:
 - le temps de service, ou le temps de vieillissement pour les échantillons vieillis en laboratoire;
 - les conditions environnementales auxquelles l'échantillon a été exposé, par exemple, température, rayonnements,
- c) Méthode d'échantillonnage, y compris la préparation de l'échantillon pour laquelle les doubles couches ont été séparées (7.2).
- d) Appareil de mesure utilisé et version logicielle utilisée pour l'analyse (7.4).
- e) Lieu et date du mesurage.
- f) Procédure d'étalonnage (7.5).
- g) Type de coupelle d'échantillonnage utilisé (7.3).
- h) Débit d'oxygène (7.7.3).
- i) Vitesse d'augmentation de la température.
Si l'appareil de mesure est capable de générer des informations, il convient d'inclure le profil de température réel.
- j) Type de valeur initiale et justification de l'utilisation de cette valeur initiale spécifique (7.7.4.1).
- k) Valeur de seuil utilisée et justification si une valeur non normalisée est utilisée (7.7.4.2).
- l) Nombre d'échantillons mesurés.
- m) Valeur moyenne de l'OITP et écart type en °C.
- n) Exemples de tracé du flux thermique par rapport à la température, en particulier si le matériau ne présente pas de valeur initiale de type constante, avec un début de réaction bien défini.

Un exemple de rapport de mesure est donné à l'Annexe B.