

DIN IEC/IEEE 62582-4
(VDE 0491-21-4)
DIN

Diese Norm ist zugleich eine **VDE-Bestimmung** im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Präsidium beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter der oben angeführten Nummer in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der „etz Elektrotechnik + Automation“ bekannt gegeben worden.

VDE

ICS 27.120.20

Einsprüche bis 2021-03-15

Vorgesehen als Ersatz für
 DIN IEC/IEEE 62582-4
 (VDE 0491-21-4):2020-03

Entwurf

**Kernkraftwerke –
 Leittechnik mit sicherheitstechnischer Bedeutung – Zustandsüberwachung
 elektrischer Geräte –
 Teil 4: Oxidationsmethoden
 (IEC 45A/1310/CD:2020);
 Text Deutsch und Englisch**

Nuclear power plants –
 Instrumentation and control important to safety – Electrical equipment condition monitoring
 methods –
 Part 4: Oxidation induction techniques
 (IEC 45A/1310/CD:2020);
 Text in German and English
 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
 (IEC 45A/1310/CD:2020);
 Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-01-15 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
 Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
 Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-
 Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de,
 sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an dke@vde.com möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser
 Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für
 Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in
 DIN und VDE, Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
 Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 53 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn dieser Norm ist ...

Inhalt

Seite

Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Abkürzungen	8
5 Allgemeine Beschreibung	8
6 Anwendbarkeit und Reproduzierbarkeit	8
7 Messverfahren	9
7.1 Stabilisierung des polymeren Materials	9
7.2 Probestück-Gewinnung	9
7.3 Vorbereitung von Probestücken	10
7.4 Mess- und Prüfeinrichtungen	10
7.5 Kalibrierung	10
7.6 ZEO-Messmethode	11
7.7 TEO-Messmethode	14
Anhang A (informativ) Interpretation von Thermogrammen	17
A.1 Interpretation von ZEO-Thermogrammen	17
A.2 Interpretation von TEO-Thermogrammen	19
Anhang B (informativ) Beispiel eines Messprotokolls für TEO- und ZEO-Messungen	22
Anhang C (informativ) Einfluss der Solltemperatur auf den ZEO-Wert	25
Literaturhinweise	26
Bilder	
Bild 1 – ZEO-Messung – Temperatur- und Gasprofile und der entsprechende Wärmefluss	11
Bild 2 – Bei TEO- und ZEO-Messungen zu beobachtende Arten von Bezugslinien eben, schief, endothermer Abfall, schmelzend endotherm)	12
Bild 3 – Bestimmung des Zeitpunkts des Einsetzens der Oxidation bei ZEO- und TEO-Messungen	13
Bild 4 – Temperaturwert beim Einsetzen der Oxidation bei der TEO-Messung und der entsprechende Wärmefluss	14
Bild A.1 – Beispiel einer ZEO-Kurve mit eindeutiger Bezugslinie und Einsetzzeitpunkt	17
Bild A.2 – Beispiel einer ZEO-Kurve mit mehrfachem Einsetzen	18
Bild A.3 – Beispiel einer ZEO-Kurve mit schwierig zu definierender Bezugslinie	19
Bild A.4 – Beispiel einer ZEO-Kurve, bei der der Wärmefluss zu gering ist, um den Standard-Schwellwert von $0,1 \text{ W g}^{-1}$ zu nutzen	19
Bild A.5 – Beispiel einer TEO-Kurve mit einer eindeutig definierten Bezugslinie und der Temperatur bei Einsetzen der Oxidation	20
Bild A.6 – Beispiel einer TEO-Kurve für semi-kristallines Material mit einem endothermen Schmelzeinbruch bevor die Oxidation einsetzt	20
Bild A.7 – Beispiel einer TEO-Kurve mit einem endothermen Einbruch unmittelbar bevor die Oxidation einsetzt	21
Bild B.1 – Beispiel einer TEO-Prüfkurve	23
Bild B.2 – Beispiel einer ZEO-Prüfkurve	24
Bild C.1 – Beispiel für den Einfluss des Temperatursollwerts auf den ZEO-Wert	25

Nationales Vorwort

Das internationale Dokument IEC 45A/1310/CD:2020 „Nuclear power plants – Instrumentation and control important to safety – Electrical equipment condition monitoring methods – Part 4: Oxidation induction techniques“ (CD, en: Committee Draft) ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden. Dieser Norm-Entwurf enthält eine noch nicht autorisierte deutsche Übersetzung.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des CD entsprechend der diesbezüglich durch die IEC erteilten Erlaubnis beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen IEC-Text.

Das internationale Dokument wurde vom SC 45A „Instrumentation, control and electrical power systems of nuclear facilities“ der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) erarbeitet und unterliegt dem Copyright der IEC .

Das Dokument wurde den nationalen Komitees zur Stellungnahme vorgelegt.

Da der Abstimmungszeitraum für einen FDIS nur 6 Wochen beträgt, und dann keine sachlichen Stellungnahmen mehr abgegeben werden können, sondern nur noch eine „JA/NEIN“-Entscheidung möglich ist, wobei eine „NEIN“-Entscheidung fundiert begründet werden muss, wird bereits der CD als DIN-Norm-Entwurf veröffentlicht, um die Stellungnahmen aus der Öffentlichkeit frühzeitig berücksichtigen zu können.

Für dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium UK 967.1 „Elektro- und Leittechnik für kerntechnische Anlagen“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE (www.dke.de) zuständig.

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf ein Dokument ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils aktuellste Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe des Dokuments.

Der Zusammenhang der zitierten Dokumente mit den entsprechenden deutschen Dokumenten ergibt sich, soweit ein Zusammenhang besteht, grundsätzlich über die Nummer der entsprechenden IEC-Publikation. Beispiel: IEC 60068 ist als EN 60068 als Europäische Norm durch CENELEC übernommen und als DIN EN 60068 ins Deutsche Normenwerk aufgenommen.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. IEC ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass die Annahme dieser IEC/IEEE-Publikation die Anwendung von Unterlagen erfordert, die Patentrechte berühren können. Durch Veröffentlichung dieser Norm wird kein Zusammenhang in Bezug auf das Vorhandensein oder die Gültigkeit jeglicher Patentrechte hergestellt. IEC und/oder IEEE sind nicht dafür verantwortlich, wesentliche Patentansprüche, für die eine Lizenz erforderlich sein kann, zu identifizieren, Untersuchungen zur Rechtsgültigkeit oder zum Anwendungsbereich von Patentansprüchen durchzuführen oder festzustellen, ob Lizenzbestimmungen im Zusammenhang mit einem „Letter of Assurance“, falls vorhanden, oder in anderen Lizenzvereinbarungen angemessen und nicht diskriminierend sind. Anwender dieser Norm werden ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Bestimmung der Gültigkeit jeglicher Patentrechte und das Risiko des Verstoßes gegen derartige Rechte ausschließlich in ihrer Verantwortung liegt.

In der Reihe DIN IEC/IEEE 62582 (VDE 0491-21) sind folgende Normen erschienen:

- DIN IEC/IEEE 62582-1 (VDE 0491-21-1):2020-03, *Kernkraftwerke – Leittechnik mit sicherheitstechnischer Bedeutung – Zustandsüberwachung elektrischer Geräte – Teil 1: Allgemeines (IEC/IEEE 62582-1:2011)*

E DIN IEC/IEEE 62582-4 (VDE 0491-21-4):2021-02

- DIN IEC/IEEE 62582-2 (VDE 0491-21-2):2020-03, *Kernkraftwerke – Leittechnik mit sicherheitstechnischer Bedeutung – Zustandsüberwachung elektrischer Geräte – Teil 2: Eindringmodul (IEC/IEEE 62582-2: 2011 + A1:2016)*
- DIN IEC/IEEE 62582-3 (VDE 0491-21-3):2020-03, *Kernkraftwerke – Leittechnik mit sicherheitstechnischer Bedeutung – Zustandsüberwachung elektrischer Geräte – Teil 3: Reißdehnung (IEC/IEEE 62582-3: 2012)*
- DIN IEC/IEEE 62582-4 (VDE 0491-21-4):2020-03, *Kernkraftwerke – Leittechnik mit sicherheitstechnischer Bedeutung – Zustandsüberwachung elektrischer Geräte – Teil 4: Oxidation (IEC/IEEE 62582-4: 2011)*
- DIN IEC/IEEE 62582-5 (VDE 0491-21-5):2020-03, *Kernkraftwerke – Leittechnik mit sicherheitstechnischer Bedeutung – Zustandsüberwachung elektrischer Geräte – Teil 5: Optische Zeitbereichsreflektometrie (IEC/IEEE 62582-5:2015)*
- DIN IEC/IEEE 62582-6 (VDE 0491-21-6):2020-05, *Kernkraftwerke – Leittechnik mit sicherheitstechnischer Bedeutung – Zustandsüberwachung elektrischer Geräte – Teil 6: Isolationswiderstand (IEC/IEEE 62582-6:2019)*

Das Original-Dokument enthält Bilder in Farbe, die in der Papierversion in einer Graustufen-Darstellung wiedergegeben werden. Elektronische Versionen dieses Dokuments enthalten die Bilder in der originalen Farbdarstellung.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DKE (www.dke.de) und DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN IEC/IEEE 62582-4 (VDE 0491-21-4):2020-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) im Titel wurde "Oxidation" durch "Oxidationsmethoden" ersetzt;
- b) eine Aussage, wann die Messung der Zeit bis zum Beginn der Oxidation bei einer konstanten Temperatur (ZEO-Messung) nicht geeignet ist, wurde in [Abschnitt 5](#) aufgenommen;
- c) eine Anforderung zur Vorgehensweise bei der Probenahme von mehrlagigen Materialien wurde aufgenommen (siehe [7.2.2](#));
- d) die Anmerkung zur Vorgehensweise im Fall zu großer Abweichungen zwischen den Messwerten eines Satzes von Probestücken wurde in eine Anforderung geändert (siehe [7.3](#));
- e) in [Abschnitt A.1](#) wurde ein Hinweis aufgenommen, dass die Wahl der Bezugslinie bei ZEO-Messungen einen großen Unterschied im Wert des Einsetzzeitpunkts ausmacht;
- f) das Beispiel des Messprotokolls bei ZEO-Messungen in [Anhang B](#) wurde überarbeitet, ein Beispiel für ZEO-Messungen neu aufgenommen;
- g) die Gliederung wurde überarbeitet;
- h) die Literaturhinweise wurden aktualisiert.

Einleitung

a) Technischer Hintergrund, wesentliche Belange und Aufbau der Norm

Dieser Teil der IEC/IEEE 62582 behandelt speziell Oxidationsmethoden^{N1} zur Zustandsüberwachung von in Kernkraftwerken installiertem elektrischem Gerät im Rahmen des Alterungsmanagements. Die Methoden sind primär geeignet für Probestücke aus Polyolefin-basierten Materialien. Sie können aber auch für einige Materialien auf Ethylen-Propylen-Basis und für einige Ethylen-Vinyl-Acetat-Materialien angewandt werden.

Dieser Teil der IEC/IEEE 62582 ist der vierte Teil der Normenreihe IEC/IEEE 62582.

Die Normenreihe IEC/IEEE 62582 wurde als „Doppellogostandard“ veröffentlicht, um sie für das Alterungsmanagement elektrischer Geräte verwenden zu können, die sowohl nach IEEE- als auch nach IEC-Regelwerk qualifiziert wurden.

IEC/IEEE 60780-323 enthält das Konzept und die Rolle, dass zustandsorientierte Qualifizierung als eine Ergänzung zur qualifizierten Nutzungsdauer in der Gerätequalifizierung verwendet werden kann. In der Gerätequalifizierung ist der qualifizierte Zustand derjenige Zustand der Geräte, für den eine akzeptable Leistungsfähigkeit nachgewiesen wurde. Der qualifizierte Zustand ist der Zustand der Geräte vor Beginn eines Auslegungsereignisses, für den gezeigt wurde, dass das Gerät die Auslegungsanforderungen für die festgelegten Betriebsbedingungen erfüllt.

Verfahren auf Basis der Zustandsüberwachung und ihre Anwendung bei der Qualifizierung von Geräten wurden umfänglich erforscht, dokumentiert in NUREG/CR-6704, Vol. 2 (BNL – NUREG-52610) JNES-SS-0903, 2009 und IAEA-TECDOC-1825:2017.

Es ist beabsichtigt, dass diese IEC/IEEE-Norm von Prüflaboren, Kernkraftwerksbetreibern, Gutachtern und Mitarbeitern von Genehmigungsbehörden angewandt wird.

b) Einordnung der Norm in die Struktur der Normen des IEC/SC 45A

Teil 4 der IEC/IEEE 62582 ist ein Dokument der dritten Ebene des IEC/SC 45A, welches die spezifischen Fragen der Anwendung und der Leistungsfähigkeit der Oxidationsmessung im Rahmen der Qualifizierung und des Alterungsmanagements elektrischer und leittechnischer Geräte in Kernkraftwerken behandelt.

Teil 4 der IEC/IEEE 62582 ist in Verbindung mit IEC/IEEE 62582-1 anzuwenden, die allgemeine Anforderungen an die Anwendung von Methoden zur Zustandsüberwachung sicherheitstechnisch wichtiger elektrischer Geräte in Kernkraftwerken enthält.

Weitere Details der Gliederung der Normen des IEC/SC 45A können Abschnitt d) dieser Einleitung entnommen werden.

c) Empfehlungen und Einschränkungen bezüglich der Anwendung dieser Norm

Es ist wichtig, anzumerken, dass diese Norm keine zusätzlichen funktionalen Anforderungen an Sicherheitssysteme einführt.

^{N1} Nationale Fußnote: Die in der englischen Fassung der IEC-Publikation verwendete Kombination der Worte „Oxidation“ und „Induction“ (verwendet in den Abkürzungen OIT = Oxidation Induction Time und OITP= Oxidation Induction Temperature) soll anzeigen, dass hier eine Oxidation gezielt herbeigeführt wird. Für die deutsche Übersetzung hat es DKE/UK 967.1 als hinreichend erachtet, den Begriff „Induction“, der eine aktive Maßnahme indizieren soll, nicht wörtlich zu übersetzen, sondern den Titel der Norm auf „Oxidationsmethoden“ zu ergänzen.

d) Beschreibung der Struktur der Normen des IEC/SC 45A und der Beziehungen zu weiteren Dokumenten der IEC sowie Dokumenten anderer Organisationen (IAEA, ISO)

IEC 61513 stellt das Eingangsdokument zu den Normen des IEC/SC 45A dar. Sie enthält allgemeine Anforderungen an die leittechnischen Systeme und Geräte, die zur Ausführung sicherheitstechnisch wichtiger Funktionen in Kernkraftwerken genutzt werden. Durch **IEC 61513** werden die Normen des IEC/SC 45A strukturiert.

In **IEC 61513** wird direkt auf andere Normen des IEC/SC 45A verwiesen, die allgemeine Themen wie die Kategorisierung von Funktionen und die Klassifizierung von Systemen, Qualifizierung, Trennung von Systemen, Maßnahmen gegen Versagen aufgrund gemeinsamer Ursache, Softwareaspekte rechnerbasierter Systeme, Hardwareaspekte rechnerbasierter Systeme sowie Auslegung von Warten behandeln. Die Normen, auf die direkt verwiesen wird, bilden die zweite Ebene und sollten zusammen mit **IEC 61513** als ein in sich konsistenter Satz von Dokumenten betrachtet werden.

Die dritte Ebene bilden Normen des IEC/SC 45A, auf die in **IEC 61513** nicht direkt verwiesen wird. Diese Normen behandeln spezielle Geräte, technische Methoden oder spezifische Aktivitäten. Sie beziehen sich hinsichtlich der allgemeinen Themen auf die Dokumente der zweiten Ebene, können jedoch im Allgemeinen für sich allein benutzt werden.

Eine vierte Ebene erweitert die Normen des IEC/SC 45A um Technische Berichte, die nicht normativ sind.

Für **IEC 61513** wird ein Darstellungsformat verwendet, das dem der grundlegenden Sicherheitsnorm IEC 61508 ähnlich ist, mit einem Sicherheits-Lebenszyklus als Gesamtrahmen und zusätzlich einem System-Lebenszyklus. Mit **IEC 61513** werden die allgemeinen Anforderungen von **IEC 61508-1**, **IEC 61508-2** und **IEC 61508-4**, für die Anwendung auf dem nuklearen Sektor umgesetzt. In diesem Rahmen entsprechen **IEC 60880** und **IEC 62138** für den nuklearen Sektor der **IEC 61508-3**.

IEC 61513 bezieht sich bei Themen der Qualitätssicherung (QS) sowohl auf ISO als auch auf IAEA 50-C-QA (inzwischen ersetzt durch IAEA GS-R-3).

In den Normen des IEC/SC 45A werden die Prinzipien und grundsätzlichen Sicherheitsaspekte des IAEA-Codes für die Sicherheit von Kernkraftwerken und der IAEA-Sicherheitsserie umgesetzt, insbesondere die Requirements NS-R-1, *Safety of Nuclear Power Plants: Design*, und der Safety Guide NS-G-1.3, *Instrumentation and control systems important to safety in Nuclear Power Plants*. Terminologie und Definitionen in den Normen des IEC/SC 45A stimmen mit den von der IAEA verwendeten überein.

**Kernkraftwerke –
Leittechnik mit sicherheitstechnischer Bedeutung – Zustandsüberwachung
elektrischer Geräte –
Teil 4: Oxidationsmethoden**

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der IEC/IEEE 62582 beschreibt die Verwendung von Oxidationstechniken zur Zustandsüberwachung organischer und polymerer Werkstoffe in Geräten der Elektro- und Leittechnik^{N2} mit dem Ziel, hinreichend genaue und reproduzierbare Messergebnisse zu erlangen. Dies schließt Anforderungen an die Aufbereitung der Probestücke, Anforderungen an Messsysteme und Anforderungen an Messbedingungen und die Dokumentation der Messergebnisse ein.

Die verschiedenen Teile der IEC/IEEE 62582 sind Normen über Messverfahren, primär zur Anwendung des Alterungsmanagements im Rahmen von Eignungsprüfungen und nach Einbau und Betrieb. IEC/IEEE 62582-1 enthält Anforderungen an die Anwendung der anderen Teile der Reihe IEC/IEEE 62582 und einige allgemeine Anforderungen, die für alle Messverfahren gelten. Informationen über die Aufgabe der Zustandsüberwachung im Rahmen der Qualifizierung sicherheitstechnisch wichtiger Geräte können IEC/IEEE 60780-323 entnommen werden.

2 Normative Verweisungen

Keine.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Zeit bis zum Einsetzen der Oxidation

ZEO

(en: oxidation induction time (OIT))

relatives Maß des Widerstands eines stabilisierten Materials gegen oxidativen Abbau, bestimmt durch die kalorimetrische Messung des Zeitintervalls bis zum Beginn der exothermen Oxidation des Materials bei einer spezifizierten Temperatur, in einer Sauerstoffatmosphäre unter atmosphärischem Druck

Anmerkung 1 zum Begriff: ZEO wird in Minuten (min) ausgedrückt.

3.2

Temperatur beim Einsetzen der Oxidation

TEO

(en: oxidation induction temperature (OITP))

kalorimetrische Bestimmung der Temperatur, bei der die exotherme Oxidation des Materials beginnt, wenn es in einer Sauerstoffatmosphäre unter atmosphärischem Druck einer spezifizierten Erwärmungsrate ausgesetzt ist

Anmerkung 1 zum Begriff: TEO wird in Grad Celsius (°C) ausgedrückt.

^{N2} Nationale Fußnote: Abweichend vom englischen Text wurde „instrumentation and control systems“ mit „Geräte der Elektro- und Leittechnik“ übersetzt, weil a) die Norm gemäß des neuen Scopes des IEC/SC 45A auch für die Elektrotechnik gilt und b) es die physikalische Alterung der die Systeme bildenden Geräte betrifft (obgleich sich sowohl der Titel der IEC 61513 als auch deren Anwendungsbereich aus historischen Gründen im Wesentlichen auf Leittechnik beziehen).

4 Abkürzungen

Deutsch		Englisch	
CSPE	chlorosulfoniertes Polyethylen	CSPE	chlorosulfonated polyethylene
DDK	dynamische Differenzkalorimetrie ^{N3}	DSC	differential scanning calorimeter
EPDM	Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk	EPDM	ethylene propylene diene methylene
EPR	Ethylen-Propylen-Kautschuk	EPR	ethylene propylene rubber
EVA	Ethylenvinylacetat	EVA	ethylene vinyl acetate
ZEO	Zeit bis zum Einsetzen der Oxidation	OIT	oxidation induction time
TEO	Temperatur beim Einsetzen der Oxidation	OITP	oxidation induction temperature
PE	Polyethylen	PE	polyethylene
PEEK	Polyetheretherketon	PEEK	poly ether ether ketone
PVC	Polyvinylchlorid	PVC	poly vinyl chloride
XLPE	vernetztes Polyethylen	XLPE	cross-linked polyethylene

5 Allgemeine Beschreibung

Oxidationsmethoden basieren auf der Erkennung der exothermen Oxidation, die eintritt, wenn ein Probestück in der Gegenwart von Sauerstoff erhitzt wird. Der Eintritt dieser exothermen Oxidation ist abhängig vom Grad der Verschlechterung einiger organischer und polymerer Materialien und kann als Indikator ihrer Alterung genutzt werden. Es gibt zwei Arten von Oxidationsmethoden: basierend auf der Zeit, die erforderlich ist, um den Beginn der Oxidation bei einer konstanten Temperatur zu erreichen (Zeit bis Einsetzen der Oxidation – ZEO), oder basierend auf der Temperatur zu Beginn der Oxidation bei stetig gesteigerter Temperatur (Temperatur beim Einsetzen der Oxidation – TEO). Beide Methoden ergänzen einander in der Weise, dass TEO häufig bei solchen Materialien wirksam ist, bei denen ZEO schwierig bestimmt werden kann. TEO und ZEO verringern sich mit zunehmender Verschlechterung des Materials. Die Methoden stehen in Beziehung zu der Menge der Antioxidantien, die im Material enthalten sind. Mit fortschreitender Verschlechterung verringern sich diese Antioxidantien. ZEO ist für Materialien ohne Antioxidationsmittel ungeeignet, aber TEO könnte dafür brauchbare Ergebnisse liefern.

6 Anwendbarkeit und Reproduzierbarkeit

Die Oxidationsmethode ist am besten bei Probestücken geeignet, die polyolefinbasierten Materialien (z. B. PE, XLPE) entnommen wurden (wie z. B. Kabelmänteln oder Aderisolierungen). Sie kann auch bei einigen Materialien angewendet werden, die auf Ethylen-Propylen basieren (z. B. EPR, EPDM), und einigen Ethylen-vinylacetat-Materialien. Sie ist nicht anwendbar für hochtemperaturstabile Polymere, wie z. B. PEEK.

Die Methode ist bei chlorierten Polymeren (z. B. PVC, CSPE) grundsätzlich nicht anwendbar, weil die durch die Messung freigesetzten korrosiven Abbauprodukte die Messeinrichtung beschädigen können. Kleinere Probestücke dieser Materialien (1 mg bis 2 mg) können jedoch eine vorsichtige Anwendung ermöglichen.

Die Methode ist nicht anwendbar bei Messungen vor Ort in Kernkraftwerken. Stattdessen können Probestücke aus dem Kraftwerk entnommen werden, die dann im Labor gemessen werden. Eine ZEO-Messung kann für ungealterte Probestücke bis zu 90 min dauern, abnehmend mit zunehmend gealterten Probestücken, wohingegen TEO-Messungen typischerweise 30 min bis 40 min dauern.

ZEO-Messungen haben typischerweise eine Standardabweichung von 5 % bis 10 % des Mittelwerts, wohingegen TEO-Messungen typischerweise eine Standardabweichung von 1 % bis 3 % des Mittelwerts haben. Dies gilt sowohl für Messungen im gleichen Labor als auch in unterschiedlichen Laboren. Einige dieser

^{N3} Nationale Fußnote: Ein Verfahren der thermischen Analyse zur Messung von abgegebener oder aufgenommener Wärmemenge einer Probe bei Aufheizung, Abkühlung oder einem isothermen Prozess. Definition nach ISO 11357-2.

Abweichungen resultieren aus der Inhomogenität der Probestück-Materialien, was sich bei Zustandsmessungen an Probestücken sehr geringer Masse nennenswert auswirkt. ZEO-Messungen sind üblicherweise besser reproduzierbar als TOI-Messungen. Sie erfordern jedoch Referenzwerte, um Änderungen zu interpretieren.

7 Messverfahren

7.1 Stabilisierung des polymeren Materials

Polymeren in erst vor kurzem gefertigtem Gerät muss ausreichend Zeit gegeben werden, sich zu stabilisieren, bevor irgendwelche Zustandsbestimmungs- oder beschleunigte Alterungsmaßnahmen vorgenommen werden. Der Zeitraum für die Stabilisierung eines Polymers hängt üblicherweise von den Verarbeitungszuschlagstoffen und der Zusammensetzung des Polymers ab. Sind keine Angaben zu Stabilisierungszeiten des Herstellers verfügbar, muss eine Dauer von 6 Monaten angenommen werden.

7.2 Probestück-Gewinnung

7.2.1 Allgemeines

Messungen der ZEO oder der TEO liefern lediglich Informationen über den Zustand des entsprechenden Geräts für Einbauorte, an denen das Probestück entnommen wurde^{N4}. Die Wahl des Entnahmeorts zur Zustandsüberwachung muss auf Basis der für den Kraftwerksbetrieb repräsentativen Umgebungsbedingungen erfolgen. Es ist wesentlich, dass diese Entnahmeorte einen möglichst großen Bereich von Alterungsbedingungen repräsentieren, unter besonderer Beachtung von Einbauorten, an denen die Alterungsbedingungen besonders hoch sind, z. B. im Fall von Hotspots. Der Einbauort, dem das Probestück entnommen wurde, und die verfügbare Information über den zeitlichen Verlauf der Umgebungsbedingungen am gewählten Einbauort müssen dokumentiert werden.

7.2.2 Anforderungen an die Probenahme

Um die Durchführung von 5 Messungen an einem einzelnen Probestück zu ermöglichen, ist mindestens 50 mg Material erforderlich. Das entnommene Material muss von Ablagerungen auf der Oberfläche gereinigt werden. Für die Reinigung der Oberfläche dürfen keine Lösungsmittel verwendet werden. Probestücke haben üblicherweise die Form von Splintern oder Spänen von der Oberfläche eines Kabelmantels oder einer dünnen Scheibe der Isolierung an einem Kabelende. Der Ort der Probestück-Gewinnung muss aufgezeichnet werden, einschließlich seiner radialen Verteilung (d. h., ob es sich um eine Oberflächenprobe oder um einen Schnitt durch die Dicke handelt).

Falls zweilagige Materialien, z. B. Kabel, entnommen werden, muss im Bericht deutlich werden wie die Probestücke gewonnen wurden. Der Messwert hängt vom Mengenverhältnis der Lagen im geprüften Probestück ab. Aus diesem Grund wird empfohlen, die Lagen nicht zu vermischen, wenn technisch möglich.

Probestück-Gewinnung und Messverfahren müssen die jeweils geltenden Anweisungen bezüglich der Sicherheit von Personen und Geräten erfüllen.

Es muss darauf geachtet werden, dass ungeeignete Umgebungsbedingungen während der Lagerung, von der Probestück-Gewinnung bis zu seiner Messung, vermieden werden. Es wird empfohlen, die Probestücke im Dunkeln bei Temperaturen nicht über 25 °C und einer Luftfeuchte im Bereich von 45 % bis 75 % zu lagern.

^{N4} Nationale Fußnote: Abweichend vom englischen Text des IEC-Entwurfs ist die Gültigkeit auch für solche Einbauorte gegeben, die bezüglich der betrieblichen Belastungen mit dem Entnahme-Einbauort vergleichbar sind.

7.2.3 Vorsichtsmaßnahmen

Werden Probestücke für ZEO/TEO vor Ort entnommen, muss das jeweilige Gerät vor und nach der Entnahme der Probestücke visuell kontrolliert werden, um dokumentieren zu können, dass das Gerät nicht beschädigt ist.

Sollen Probestücke von einem Gerät, das im Kraftwerk in Betrieb ist, entnommen werden, muss die Auswirkung auf den weiteren Betrieb und den qualifizierten Zustand vor der Entnahme bewertet werden.

ANMERKUNG Ist die Entnahme von Material aus einem Gerät, das in Betrieb ist, nachteilig für den qualifizierten Zustand oder den weiteren Betrieb, sollte das Gerät ausgetauscht oder entsprechend den Anweisungen des Betreibers repariert werden, um den qualifizierten Zustand zu aufrechtzuerhalten.

7.3 Vorbereitung von Probestücken

Probestücke für jede ZEO- oder TEO-Messung müssen ein Gewicht von $5 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ haben. Jedes Probestück muss in Stücke von maximal 1 mm geschnitten werden. Es wird empfohlen, das zerschnittene Probestück durch ein Sieb zu filtern, um Stückgrößen zu erhalten, die nicht größer als 0,85 mm sind, da eine einheitliche Probestück-Vorbereitung wichtig ist, um eine reproduzierbare Oxidation des Probestücks während der Messung sicherzustellen. Das zerschnittene Probestück muss in eine zur verwendeten Prüfeinrichtung passende Probestück-Pfanne gegeben und verdichtet werden, um einen guten Kontakt zur Probestück-Pfanne zu erreichen.

Es müssen Probestück-Pfannen aus Aluminium verwendet werden, die offen sind oder Deckel mit Löchern oder Sieben haben, um einen freien Zutritt des Sauerstoffs während der Messung zu gestatten. Es müssen mindestens drei Probestücke geprüft werden. Wenn die Ergebnisse der Messungen der drei Probestücke eine Standardabweichung $> 10 \%$ des Mittelwerts bei ZEO oder $> 3 \%$ des Mittelwerts bei TEO aufweisen, sollten zusätzlich zwei Probestücke gemessen werden, falls genügend Material vorhanden ist. Von diesen fünf Messungen werden der höchste und der niedrigste Wert verworfen und es wird der Mittelwert der drei verbliebenen Probestücke verwendet.

ANMERKUNG 1 Wenn es erforderlich ist, kleinere Probestück-Gewichte zu verwenden, z. B. bei chloriertem Material, sollte das im Prüfprotokoll vermerkt werden.

7.4 Mess- und Prüfeinrichtungen

Die Messeinrichtung für Oxidationsmessungen muss in der Lage sein, exotherme Wärmefreisetzungen im Sub-Milliwatt-Bereich zu messen, z. B. eine dynamische Differenzkalorimetrie (DDK). Sie muss in der Lage sein, eine isotherme Konstanz von $\pm 0,3 \text{ °C}$ über die Dauer der Messung aufrechtzuerhalten, üblicherweise bis zu 90 min. Die Steigerungsrate der Temperatur muss programmierbar sein.

Die Prüfeinrichtung muss die Probestück-Kammer mit verschiedenen Gasen in einer regelbaren Geschwindigkeit spülen können. Der Abstand zwischen der Gasumschaltstelle und der Messzelle muss so kurz wie möglich gehalten werden, mit einer Totzeit von weniger als 1 min, um das Umschaltvolumen so gering wie möglich zu halten. Entsprechend muss das Totvolumen bei einem Durchfluss von 75 ml min^{-1} kleiner als 75 ml sein.

Für Analysezwecke muss der Unterschied des Wärmeflusses zwischen einer Referenzpfanne und einer Probestück-Pfanne als Funktion der Zeit (ZEO-Messung) bzw. der Temperatur (TEO-Messung) gemessen werden.

7.5 Kalibrierung

Die Mess- und Prüfeinrichtungen müssen entsprechend den Empfehlungen des Herstellers und der relevanten Qualitätssicherungsprozeduren unter Verwendung eines für die relevanten Temperaturbereiche geeigneten Kalibriernormals (z. B. Blei/Indium/Zinn) kalibriert werden. Messungen eines Referenz-Probestücks müssen vor jeder Charge der ZEO- bzw. TEO-Messungen durchgeführt werden, um die Gültigkeit der Kalibrierung zu verifizieren.

7.6 ZEO-Messmethode

7.6.1 Vorgehensweise

Die Vorgehensweise bei der Messung ist in Bild 1 dargestellt. Sie enthält die folgenden Schritte.

- Das Probestück wird in Stickstoff erhitzt, mit einer Temperaturanstiegsrate von 50 °C min^{-1} bis 10 °C unterhalb der Solltemperatur T_{set} . Danach muss die Temperaturanstiegsrate bis zum Erreichen der Solltemperatur auf 5 °C min^{-1} reduziert werden.
- Das Probestück wird dann für 2 min bei der Solltemperatur in Stickstoff gehalten, danach wird die Atmosphäre in der Messzelle auf Sauerstoff umgeschaltet.
- Die exotherme Oxidation wird durch einen raschen Anstieg des Wärmeflusses nachgewiesen.
- Die Zeit von der Umschaltung der Atmosphäre auf Sauerstoff bis zum Beginn der Oxidation des Probestücks wird bestimmt. Diese Zeit ist die Zeit bis zum Einsetzen der Oxidation.

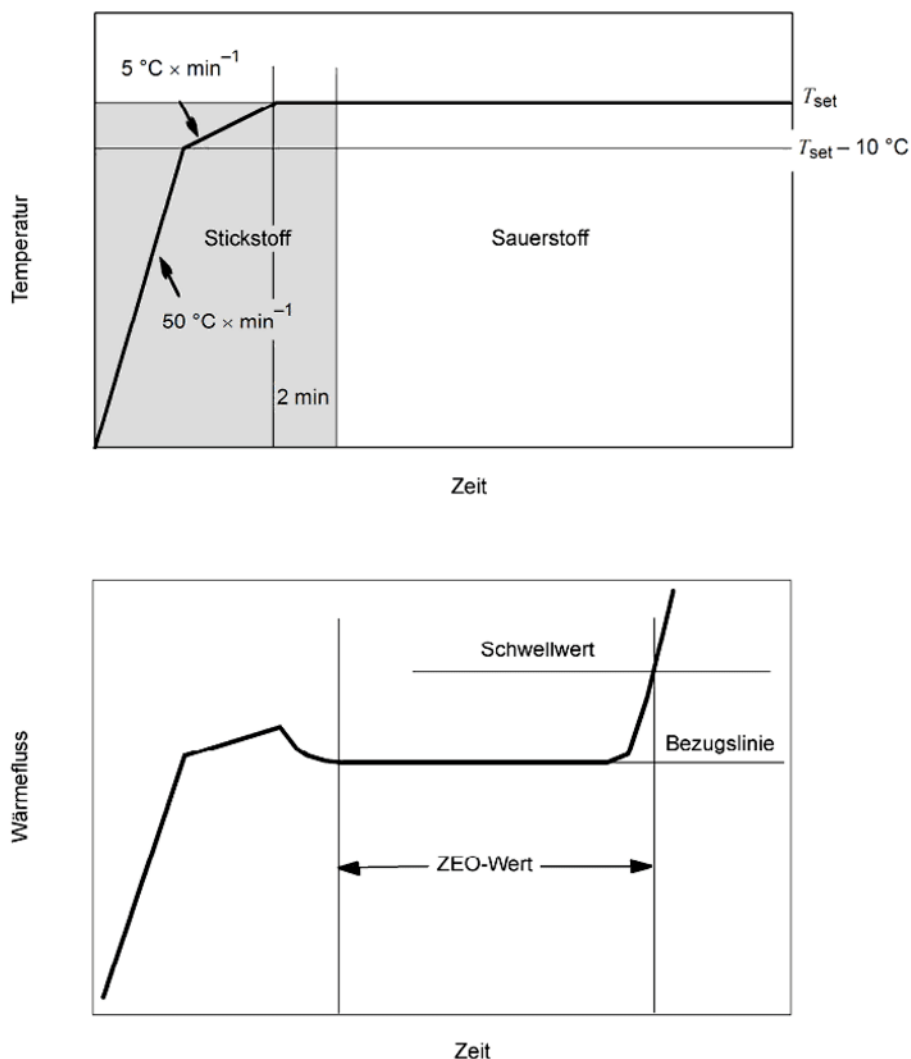


Bild 1 – ZEO-Messung – Temperatur- und Gasprofile und der entsprechende Wärmefluss

7.6.2 Temperaturprofil

Die Reproduzierbarkeit von ZEO-Messungen hängt vom Gebrauch eines standardisierten Zeitverlaufs ab. Der Temperatursollwert T_{set} bei ZEO-Messungen muss 210 °C betragen, vorausgesetzt, dass die Oxidationszeit für ungealtertes Material mindestens 30 min beträgt. Der Wert der ZEO ist zudem hochgradig abhängig von der gewählten Solltemperatur T_{set} , siehe hierzu das Beispiel in Anhang . Ist die ZEO für ungealtertes

Material geringer als 30 min, muss die Solltemperatur T_{set} in 10-°C-Schritten reduziert werden, bis die ZEO größer als 30 min ist. Wenn die ZEO für ungealtertes Material größer als 90 min ist, muss die Solltemperatur T_{set} in 10-°C-Schritten erhöht werden, bis die ZEO kleiner als 90 min ist. Nachdem der Wert von T_{set} für ein spezifisches Material gewählt wurde, muss der gleiche Wert für alle nachfolgenden Messungen an dem Material verwendet werden.

ANMERKUNG Eine ZEO > 90 min ist für ungealtertes Material akzeptabel, vorausgesetzt, dass der beobachtete Wärmefluss während der exothermen Oxidation ausreichend ist, um den geforderten Schwellwert zu überschreiten (siehe 6.6.4.2).

7.6.3 Gasdurchfluss

Der Durchfluss des Sauerstoffs muss während einer ZEO-Prüfung $75 \text{ ml min}^{-1} \pm 25 \text{ ml min}^{-1}$ betragen. Der Durchfluss des Stickstoffs zu Beginn der ZEO-Prüfung ist nicht kritisch, es wird aber empfohlen, dass er ebenfalls $75 \text{ ml min}^{-1} \pm 25 \text{ ml min}^{-1}$ beträgt.

ANMERKUNG Oxidationsmessungen können durch den Durchfluss des Sauerstoffs während der Prüfung beeinflusst werden. Für geringe Durchflüsse ($< 50 \text{ ml min}^{-1}$) kann dies bei ZEO-Prüfungen zu erhöhten ZEO-Zeiten führen. Im Bereich von Durchflüssen von 50 ml min^{-1} bis 100 ml min^{-1} sind die ZEO-Zeiten weniger stark vom Sauerstoffdurchfluss abhängig.

7.6.4 Bestimmung des Zeitpunkts des Beginns der Oxidation

6.6.4.1 Bestimmung der Bezugslinie

Der Schwellwert für die Oxidation wird, wie in Bild 2 gezeigt, relativ zu einer Bezugslinie gemessen. Vor Beginn der Oxidation gibt es üblicherweise eine Periode konstanten Wärmeflusses; diese wird als Bezugslinie genutzt. In einigen Materialien gibt es eine lineare Änderung des Wärmeflusses bevor die Oxidation einsetzt. Auch dieser Verlauf kann als Bezugslinie genutzt werden, referenziert als „schiefe Bezugslinie“.

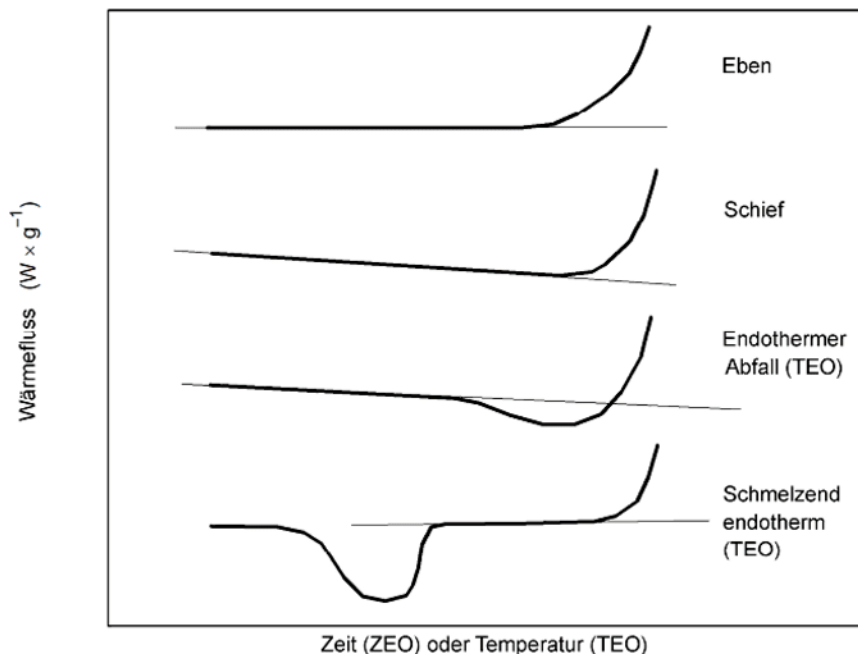


Bild 2 – Bei TEO- und ZEO-Messungen zu beobachtende Arten von Bezugslinien eben, schief, endothermer Abfall, schmelzend endotherm)

7.6.4.2 Bestimmung des Schwellwerts und des Zeitpunkts des Einsetzens der Oxidation

Der Schwellwert muss mit $0,1 \text{ W g}^{-1}$, bezogen auf die Bezugslinie, definiert werden. Die Temperatur des Einsetzens der Oxidation ist definiert durch den Kreuzungspunkt der Prüfkurve mit der um den Schwellwert parallel verschobenen Linie relativ zur Bezugslinie, dargestellt in Bild 3.

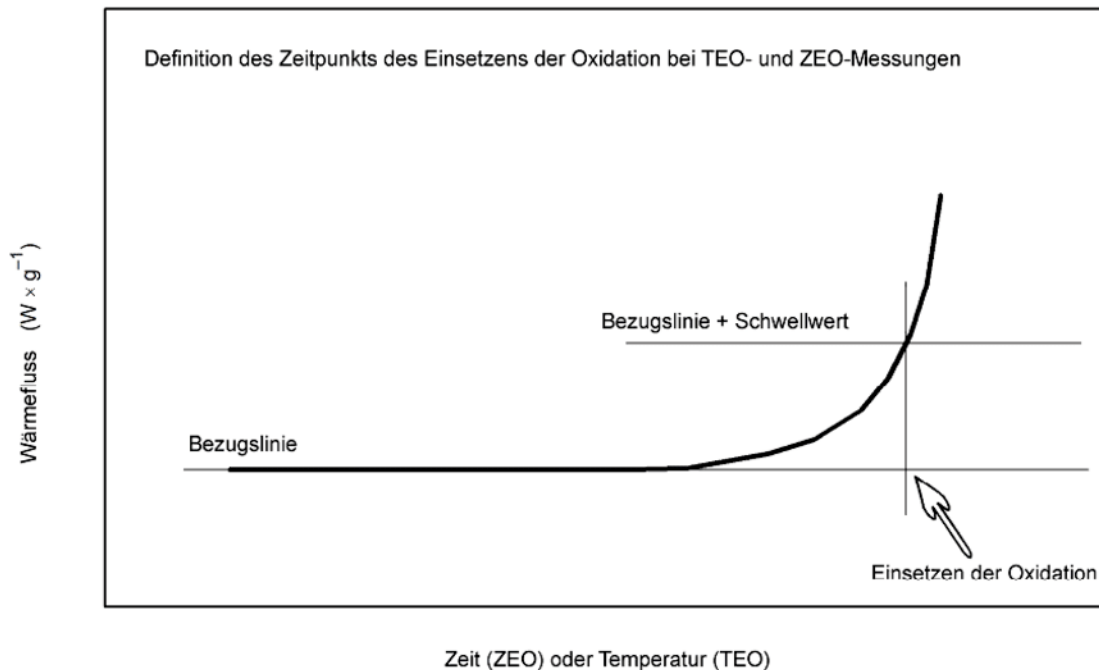


Bild 3 – Bestimmung des Zeitpunkts des Einsetzens der Oxidation bei ZEO- und TEO-Messungen

Anhang A enthält Beispiele von ZEO-Thermogramm-Arten aus der Praxis.

7.6.5 Messprotokoll

Das Messprotokoll muss die folgenden Angaben enthalten.

- Beschreibung des Geräts, dem das Probestück entnommen wurde. Diese muss umfassen:
 - Details des Materials des Probestücks, z. B. der allgemeine Polymer-Typ, die Nummer der chemischen Zusammensetzung (Rezeptur);
 - Stelle, an der das Probestück entnommen wurde, z. B. durch Schaben der Oberfläche, durch Abschälen einer dünnen Scheibe;
 - für Probestücke aus einem Kraftwerk: Örtlichkeit innerhalb des Kraftwerks.
- Vorgeschichte des Geräts, dem das Probestück entnommen wurde. Diese muss umfassen:
 - Dauer des Betriebs oder Dauer der Alterung für Probestücke, die im Labor gealtert wurden;
 - die Umgebungsbedingungen, denen das Probestück ausgesetzt war, z. B. Temperatur, Strahlung.
- Methode der Probestückerstellung, einschließlich Vorbereitung des Probestücks, ob doppelte Lagen getrennt wurden (7.2).
- Ort und Datum der Messungen.
- Verwendete Messgeräte und Software-Versionen, die für Analysen genutzt wurden (7.4).
- Kalibrierverfahren (7.5).
- Typ der eingesetzten Probestück-Pfanne (7.3)
- Durchfluss des Sauerstoffs während der Prüfung (7.6.3).
- Temperaturprofil, einschließlich Grade des Anstiegs und Verweildauer (7.6.2).

ANMERKUNG Falls das Messgerät dazu in der Lage ist, diese Informationen zu erzeugen, sollte das aktuelle Temperaturprofil der Dokumentation hinzugefügt werden.

- j) Art der Bezugslinie und Begründung ihrer Wahl (7.6.4.1).
- k) Typ des Einsatzpunkts und Begründung der Wahl des Einsatzpunkts bei mehrfachen Einsatzpunkten.
- l) Benutzter Schwellwert und Begründung, falls kein Standardwert benutzt wurde (7.6.4.2).
- m) Anzahl der gemessenen Probestücke (7.3).
- n) Mittelwert der ZEO-Messungen und Standardabweichung in Minuten.
- o) Beispiele von Aufzeichnungen des Wärmeflusses über der Zeit, insbesondere wenn das Material keine flache Bezugslinie mit einem gut definierten Einsatzzeitpunkt zeigt.

7.7 TEO-Messmethode

7.7.1 Vorgehensweise

Die Vorgehensweise bei der Messung ist in Bild 4 dargestellt. Sie enthält die folgenden Schritte:

- Das Probestück wird in der Prüfeinrichtung in einer Sauerstoffatmosphäre mit 10 °C min^{-1} erhitzt.
- Die exotherme Oxidation wird durch einen raschen Anstieg des Wärmeflusses festgestellt.
- Die Temperatur, bei der das Probestück zu oxidieren beginnt, wird ermittelt. Dies ist die Temperatur beim Einsetzen der Oxidation.

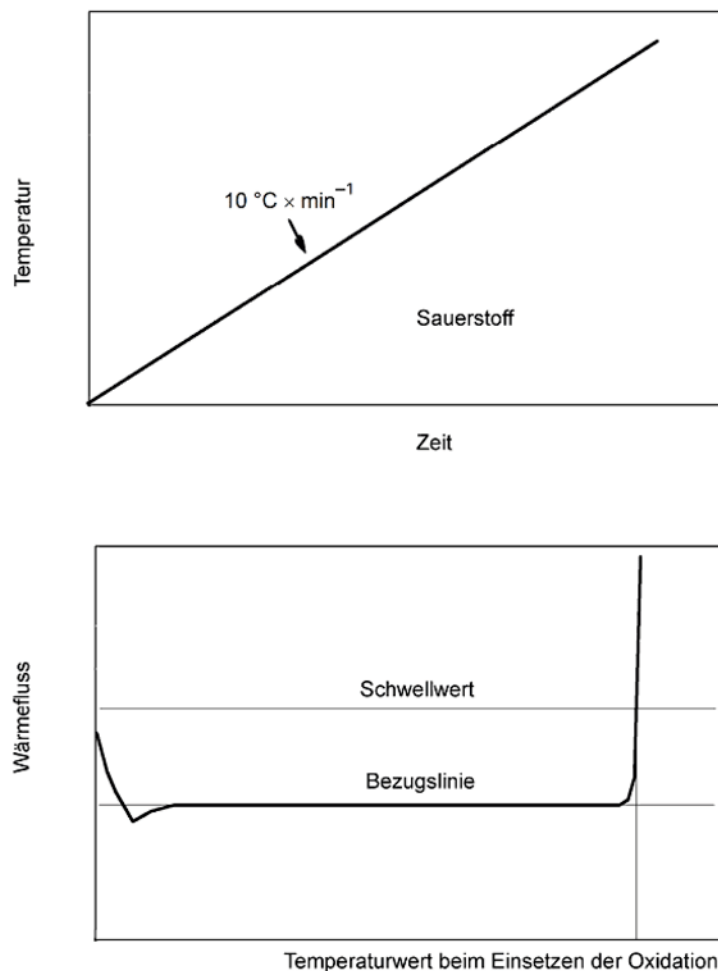


Bild 4 – Temperaturwert beim Einsetzen der Oxidation bei der TEO-Messung und der entsprechende Wärmefluss

7.7.2 Temperaturprofil

Die Temperatursteigerungsrate im Sauerstoff muss 10 °C min^{-1} betragen, beginnend mit der Anfangstemperatur, bis das Einsetzen der Oxidation beobachtet wird. Werden Messungen fortlaufend durchgeführt, muss die jeweilige Anfangstemperatur $< 50\text{ °C}$ sein.

7.7.3 Gasdurchfluss

Der Durchfluss während TEO-Messungen muss für Sauerstoff $75\text{ ml min}^{-1} \pm 25\text{ ml min}^{-1}$ sein.

ANMERKUNG TEO-Messungen können durch den Sauerstoff-Durchfluss während der Prüfung beeinflusst werden. Für kleine Durchflussraten ($< 50\text{ ml min}^{-1}$) kann das zu erhöhten TEO-Werten führen. Für den Bereich von Durchflüssen ab 50 ml min^{-1} bis 100 ml min^{-1} sind die TEO-Werte weniger stark vom Sauerstoff-Durchfluss abhängig.

7.7.4 Bestimmung des Zeitpunkts des Einsetzens der Oxidation

7.7.4.1 Bestimmung der Bezugslinie

Der Schwellwert des Einsetzens der Oxidation wird, wie in [Bild 2](#) dargestellt, relativ zur Bezugslinie gemessen. Üblicherweise wird der Wärmefluss für den Zeitraum vor Einsetzen der Oxidation konstant sein; dieser Verlauf wird als Bezugslinie genutzt. In einigen Materialien gibt es vor Einsetzen der Oxidation eine lineare Änderung des Wärmeflusses. Auch dieser Verlauf kann als Bezugslinie genutzt werden. Er wird dann „schiefe Bezugslinie“ genannt.

7.7.4.2 Bestimmung des Schwellwerts und der Temperatur des Einsetzens der Oxidation

Der Schwellwert ist zu definieren mit $0,5\text{ W g}^{-1}$, bezogen auf die Bezugslinie. Die Temperatur des Einsetzens der Oxidation ist definiert durch den Kreuzungspunkt des Temperaturverlaufs mit der um den Schwellwert parallel verschobenen Linie relativ zur Bezugslinie, wie in [Bild 3](#) dargestellt.

ANMERKUNG Der Wärmefluss während der TEO-Messungen ist nennenswert höher als bei ZEO-Messungen. Die Wahl eines höheren Schwellwerts für die TEO-Messung, im Vergleich zur ZEO-Messung, ermöglicht es, einen gleichbleibenden Wert für das Einsetzen der Oxidation zu erhalten.

Anlage A enthält Beispiele von TEO-Thermogramm-Arten aus der Praxis.

7.7.5 Messprotokoll

Das Messprotokoll muss die folgenden Angaben enthalten.

- a) Beschreibung des Geräts, dem das Probestück entnommen wurde. Sie muss umfassen:
 - Details des Materials des Probestücks, z. B. der allgemeine Polymer-Typ, die Nummer der chemischen Zusammensetzung (Rezeptur);
 - Stelle, an der das Probestück entnommen wurde, z. B. durch Schaben der Oberfläche, durch Abschälen einer dünnen Scheibe;
 - für Probestücke aus einem Kraftwerk: Örtlichkeit innerhalb des Kraftwerks.
- b) Vorgeschichte des Geräts, dem das Probestück entnommen wurde. Sie muss umfassen:
 - Dauer des Betriebs oder Dauer der Alterung für Probestücke, die im Labor gealtert wurden;
 - die Umgebungsbedingungen, denen das Probestück ausgesetzt war, z. B. Temperatur, Strahlung.
- c) Methode der Probestückerstellung einschließlich Vorbereitung des Probestücks, wurden doppelte Lagen getrennt ([7.2](#)).
- d) Verwendete Messgeräte und Software-Versionen, die für Analysen genutzt wurden ([7.4](#)).
- e) Ort und Datum der Messungen.

E DIN IEC/IEEE 62582-4 (VDE 0491-21-4):2021-02

- f) Kalibrierverfahren (7.5).
- g) Typ der eingesetzten Probestück-Pfanne (7.3)
- h) Durchfluss des Sauerstoffs (7.7.3).
- i) Temperatur-Anstiegsrate.

ANMERKUNG Falls das Messgerät dazu in der Lage ist, diese Informationen zu erzeugen, sollte das aktuelle Temperaturprofil der Dokumentation hinzugefügt werden.

- j) Art der Bezugslinie und Begründung ihrer Wahl (7.7.4.1).
- k) Benutzter Schwellwert und Begründung, falls kein Standardwert benutzt wurde (7.7.4.2).
- l) Anzahl der gemessenen Probestücke.
- m) Mittelwert der TEO-Messungen in °C und Standardabweichung in °C.
- n) Beispiele von Aufzeichnungen des Wärmeflusses über der Zeit, insbesondere wenn das Material keine flache Bezugslinie mit einem gut definierten Einsetzzeitpunkt der Oxidation zeigt.

Anhang zeigt ein Beispiel eines Messprotokolls.