

ICS 27.120.99

F 83

备案号: 57424—2017

# NB

## 中华人民共和国能源行业标准

NB/T 20421.4—2017

---

### 核电厂安全重要电缆状态监测方法 第4部分: 氧化诱导技术

**The condition monitoring methods of cable important to safety  
in nuclear power plants Part 4: Oxidation induction techniques**

2017-02-10 发布

2017-07-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言 ..... II

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 缩略语 ..... 1

5 基本原理 ..... 2

6 适用性和重现性的要求 ..... 2

7 测量程序 ..... 2

    7.1 聚合物材料性能的稳定 ..... 2

    7.2 取样 ..... 2

    7.3 试件制备 ..... 3

    7.4 仪器 ..... 3

    7.5 校准 ..... 3

    7.6 OIT 测量方法 ..... 4

    7.7 OITP 测量方法 ..... 6

附录 A（资料性附录） 影响 OIT 测量值的设定温度 ..... 9

附录 B（资料性附录） 热谱图的解释 ..... 10

附录 C（资料性附录） OITP 测量报告示例 ..... 14

参考文献 ..... 16

## 前 言

NB/T 20421《核电厂安全重要电缆状态监测方法》分为5个部分：

- 第1部分：总则；
- 第2部分：压痕模量；
- 第3部分：断裂伸长率；
- 第4部分：氧化诱导技术；
- 第5部分：光时域反射。

本部分为NB/T 20421的第4部分。

本部分由能源行业核电标准化技术委员会提出。

本部分由核工业标准化研究所归口。

本部分起草单位：中广核核电运营有限公司，苏州热工研究院有限公司，中国核电工程有限公司，核动力运行研究所，上海核工程研究设计院。

本部分主要起草人：钟帆、陈吉胜、胡浙麟、孙强、余加银、惠兆宇、张益舟、尚雪莲、范遂、楼天杨。



## 核电厂安全重要电缆状态监测方法 第4部分：氧化诱导技术

### 1 范围

NB/T 20421的本部分规定了采用氧化诱导技术对核电厂安全重要电缆进行状态监测的要求,包括试样选择、测量系统、测量条件以及测量结果报告。

本部分适用于有机或聚合物材料结构的核电厂安全重要电缆,也适用于含有机或聚合材料的其他设备。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 19466.6—2009 塑料 差示扫描量热法(DSC)第6部分:氧化诱导时间(等温OIT)和氧化诱导温度(动态OIT)的测定

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**氧化诱导期 Oxidation Induction Time (OIT)**

稳定化材料耐氧化分解的一种相对度量。在常压、氧气或空气气氛及规定温度下,通过量热法测定材料出现氧化放热的时间。

注: OIT测量值的单位是分钟(min)。

#### 3.2

**氧化诱导温度 Oxidation Induction Temperature (OITP)**

稳定化材料耐氧化分解的一种相对度量。在常压、氧气或空气气氛中,以规定的速率升温,通过量热法测定材料出现氧化放热的温度。

注: OITP测量值的单位是摄氏度(℃)。

### 4 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

CSPE: 氯磺化聚乙烯(Chlorosulphonated Polyethylene)

DSC: 差示扫描量热仪(Differential Scanning Calorimeter)

EPDM: 三元乙丙橡胶(Ethylene Propylene Diene Monomer)

EPR: 乙丙橡胶(Ethylene Propylene Rubber)



EVA: 乙烯-醋酸乙烯酯 (Ethylene Vinyl Acetate)  
 OIT: 氧化诱导期 (Oxidation Induction Time)  
 OITP: 氧化诱导温度 (Oxidation Induction Temperature)  
 PE: 聚乙烯 (Polyethylene)  
 PEEK: 聚醚醚酮 (Poly Ether Ether Ketone)  
 PVC: 聚氯乙烯 (Poly Vinyl Chloride)  
 XLPE: 交联聚乙烯 (Cross-linked Polyethylene)

## 5 基本原理

氧化诱导方法是基于检测某一试件在氧气中被加热时所发生的氧化放热现象。这种放热对一些种类的有机或聚合物材料的氧化程度变化比较敏感,可以作为这些材料老化判据的指标。氧化诱导方法有两种,OIT是在设定恒温下材料开始发生氧化反应所需要的时间;OITP是在以一个设定的恒定速率升温过程中材料开始发生氧化反应时的温度。这两种方法是互补的,当OIT难以测定时,可能测定OITP会更有效。OIT和OITP的测量值都会随着材料降质程度的增加而减小,这种方法与材料中添加的抗氧化剂含量有关。随着材料的老化,抗氧化剂含量会逐渐减少。

## 6 适用性和重现性的要求

氧化诱导方法主要适用于电缆护套或绝缘层的聚烯烃(如PE, XLPE)材料。它也可以适用于乙烯-丙烯聚合物(如EPR, EPDM)材料和EVA材料。但该方法不适用于耐高温聚合物,如PEEK材料。

该方法一般不适用于氯化聚合物(如PVC, CSPE),主要是因为测量过程中的降质产物具有腐蚀性,会损坏仪器。对于这些材料,如果试件质量较小(1 mg~2 mg),可考虑谨慎使用该方法。

该方法不适用于核电厂现场使用,但适用于从现场取样,并送到实验室里进行测试。在实验室中一个未老化电缆试件的OIT测量大概需要90 min,并且试件老化越严重,测量时间越短;OITP的测量通常需要30 min~40 min。

一般而言,在同一实验室或在不同实验室之间进行试验时,OIT测量值的标准差通常为平均值的5%~10%;而OITP测量值的标准差通常为平均值的1%~3%。产生偏差的原因之一是试件材料的不均匀性,测量的试件质量越小,这种偏差会变得越明显。同一材料OITP测量值的重现性要优于其OIT的测量值,但是需要以基线数据为支撑。

## 7 测量程序

### 7.1 聚合物材料性能的稳定

在状态监测或加速老化试验之前,新制造电缆的材料需要一段合适的时间来保证性能已达到稳定状态,材料性能稳定所需时间一般取决于工艺助剂和聚合物成分,此段时间为材料性能的稳定周期。如果制造商无法提供材料的稳定周期,则一般将稳定周期设定为6个月。

### 7.2 取样

#### 7.2.1 一般要求

进行OIT或OITP测量时,只能表明特定取样位置电缆的状态信息。现场取样时,所选取的取样部位所处环境应具有代表性区域运行环境,如热源、辐射源附近,因为在最接近热源、辐射源的部位热效



应、辐照效应最为明显，因此取样点应考虑选择热源和辐射源附近有显著老化影响的试样部位，测量中应记录试样测量部位的位置及该部位的历史运行环境信息。

取样过程中应遵循现场安全指示，保证现场人身及设备安全。从现场移动试样时对电缆的动作应尽可能小，如不应为移动试样而过分弯曲电缆。

### 7.2.2 试样要求

为保证取样点的可测试件数量达到5个以上，试样量不应少于50 mg。设备材料取样点表面应保持洁净，必要时可对其表面进行擦拭，但清理表面时不能使用任何溶剂。试件通常以薄片或刮取物的形式取自电缆护套表面，或以薄片的形式取自电缆端部的绝缘。取样时，应记录取样点的位置，包括沿电缆径向取样点的分布情况（如，是从表面取样还是沿厚度径向的切片）。

取样过程中应遵循现场安全指示，保证现场人身及设备安全。取样时对电缆的动作应尽可能小，如不应为移动试样而过分弯曲电缆。

采样后的试样在测量之前应储存在合适的条件下。建议将试样储存在温度不超过25℃、相对湿度在45%~75%之间的避光环境中。

### 7.2.3 其他要求

当为OIT或OITP试验进行现场取样时，应在取样前后对电缆进行目视检查，并记录存档电缆未被损坏。

如果是从核电厂现场运行的电缆上取样，应提前评估取样对设备将来操作使用以及电缆质量的影响。

注：当从在役电缆上取样影响到电缆的鉴定或今后运行时，电缆应停止使用或根据核电厂的有效程序进行维修以确保电缆的鉴定状态。

### 7.3 试件制备

每个OIT或OITP的试件应在10 mg±2 mg的范围内，将试件切成尺寸不超过1 mm的碎屑。建议使用网筛筛选出尺寸直径不大于0.85 mm的试件碎屑，这对测试过程中试件的氧化反应的重现性至关重要。制备好的试件应放入适用于测试仪器的试样盘中。

试样盘应为铝制，上方开口或加有孔的盖子或网眼的盖子，以保证试验过程中氧气能够自由出入试样盘。至少应制作三个这样的测量试件。

注1：如果试件是质量较小的含卤材料，需在测试报告中特别说明。

注2：如果三次OIT测试结果的标准差大于平均值的10%，或者三次OITP测试结果的标准差大于平均值的3%，则必须再增加两个试件进行测试。

### 7.4 仪器

用于测量氧化诱导的仪器应能够识别毫瓦级别的放热量，如DSC。在测量过程中，仪器的恒温稳定性保持在±0.3℃以内，测量时间通常为90 min，温升速率可调。

仪器应允许特定气体以可控速率吹扫试样室，气体切换点至仪器试样室之间的气体管道应尽可能的短，载气的切换时间不得超过1 min，以尽可能的减少载气在切换过程中产生的气体置换体积。例如，采用75 mL/min的载气吹扫速率吹扫时，在气体切换过程中产生的气体置换体积应小于75 mL。

为了进行分析，应准确测量参比盘和试样盘之间的热流量差值，该测量值为时间的函数（OIT测量法）或温度的函数（OITP测量法）。

### 7.5 校准



仪器应按照制造商的建议和相关的质量保证（QA）程序要求，使用适当的标准物质（如：铅，铟，锡）对仪器在其使用温度范围内进行校正。每次进行成批次的OIT或OITP试验前，应对标准物质进行测量以确认仪器的校准情况。具体校准要求见GB/T 19466.6。

7.6 OIT 测量方法

7.6.1 测量程序

测量过程如图1所示，包括以下步骤：

- a) 试件置于氮气气氛中以 50 °C/min 的升温速率进行加热，直至试件温度达到低于设定温度（Tset）10 °C。然后以 5 °C/min 的升温速率，将试件加热至设定温度（Tset）；
- b) 试件在氮气气氛中保持设定温度 2 min 后，将仪器炉内气氛由氮气切换到氧气；
- c) 通过检测热流量的快速增加来判断试件发生了氧化放热现象；
- d) 从切换到氧气气氛到确定试件开始氧化放热的时间就是 OIT。

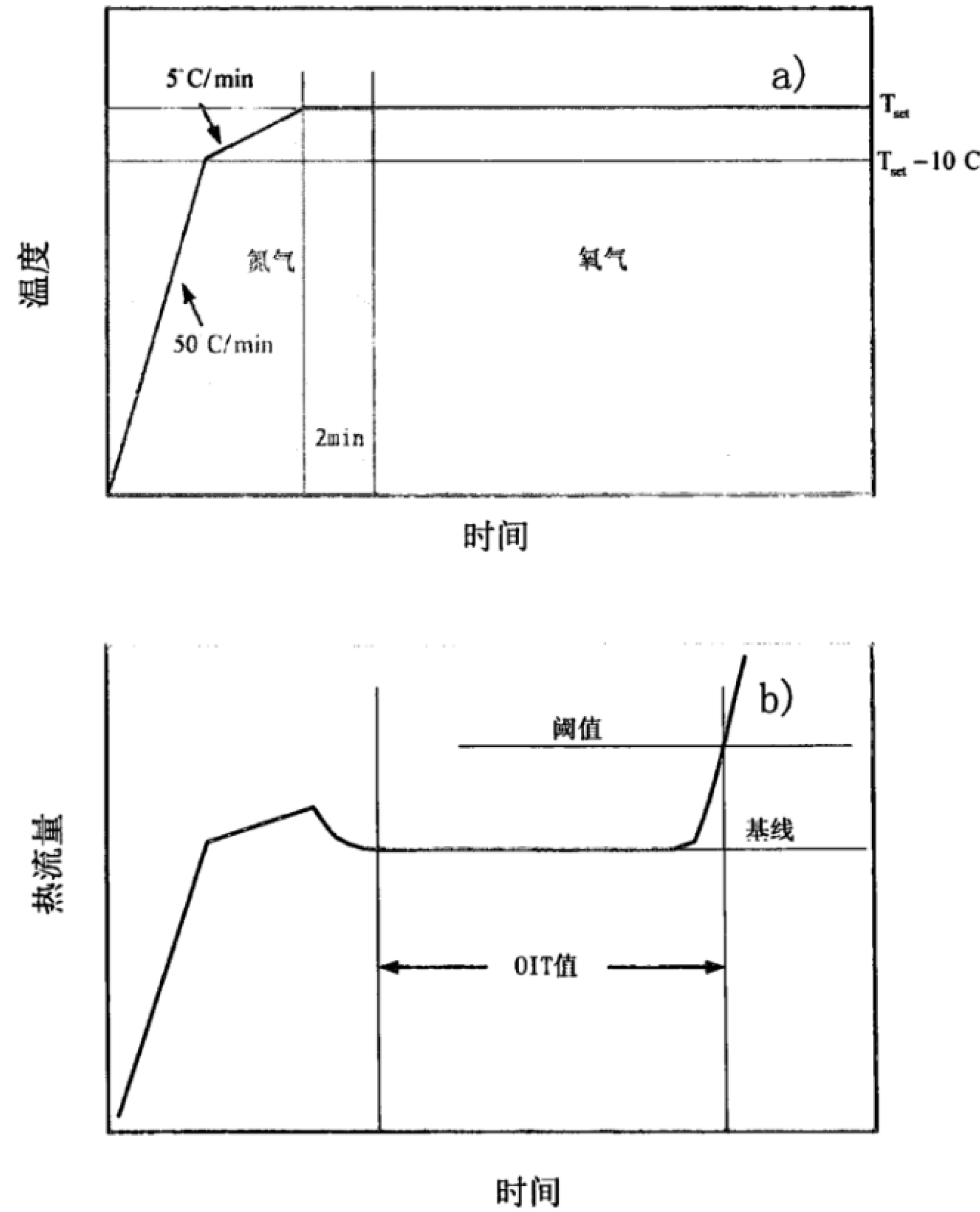


图1 OIT 测量过程中试件温度和气体气氛随时间的变化 a) 以及相应的热流量变化 b) 示意图

7.6.2 温度曲线

OIT测量的重现性依赖于使用一个标准化的加热过程，将OIT测量的设定温度 ( $T_{set}$ ) 设定为210℃，测量未老化材料的OIT。OIT的数值大小依赖于设定温度 ( $T_{set}$ ) (如附录A所示)。如果未老化材料的OIT小于30 min，则将设定温度 ( $T_{set}$ ) 以10℃递减，直到OIT大于30 min。如果未老化材料的OIT大于90 min，则将设定温度 ( $T_{set}$ ) 以10℃递增，直到OIT小于90 min。一旦设定温度 ( $T_{set}$ ) 选定，相同试件的后续试验须按此数值进行。

- 注1:  $T_{set}$ : OIT 试验中的设定温度。
- 注2: 如果未老化材料氧化放热产生的热流量超过了规定的阈值 (见 6.6.4.2)，则其 OIT 测量值即使大于 90 min 也是能够接受的。

7.6.3 气体流量

OIT 试验期间的氧气通入流量应设定为75 ml/min±25 ml/min。在OIT试验的初始阶段氮气的通入流量不是关键参数，推荐值为75 ml/min±25 ml/min。

- 注: 测试中氧气通入流量会影响氧化诱导测试结果。OIT测试中低氧气流速 (小于50 ml/min) 会增加OIT测量值。但氧气流量在50 ml/min~100 ml/min时，氧气流速对OIT测量值影响并不大。

7.6.4 确定氧化反应起始点

7.6.4.1 基线的定义

氧化诱导阈值的确定与基线选择相关，如图2所示。在氧化放热发生前通常存在一段恒定的热流，可作为基线。有一些材料，在氧化放热发生前的热流是线性变化的，也可作为一个倾斜基线。

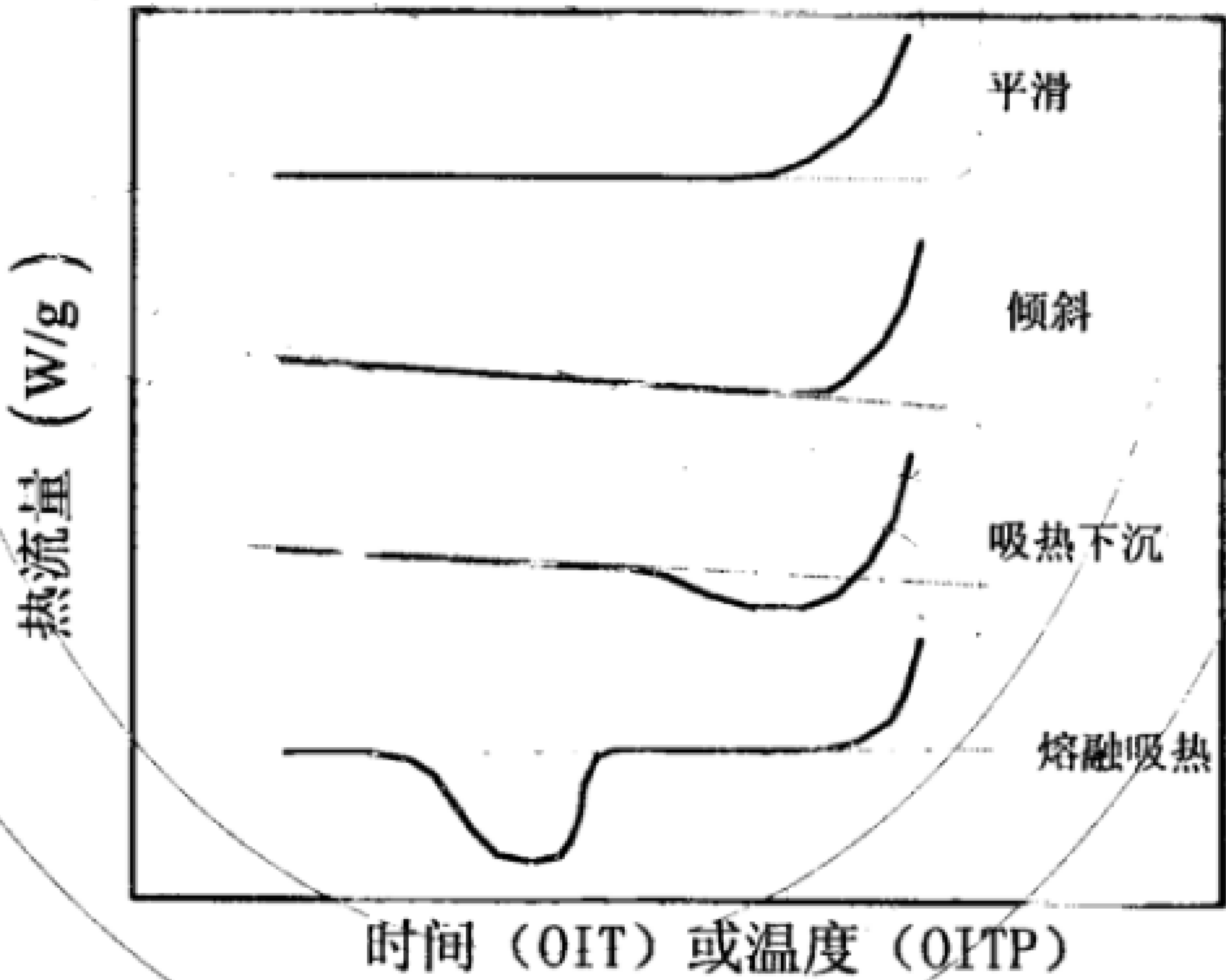


图2 由 OIT 和 OITP 测量观察到的基线类型 (平滑、倾斜、吸热下沉、熔融吸热)

7.6.4.2 阈值和起始时间的定义

将高于基线0.1 W/g位置定义为阈值，将测试曲线与该阈值的交点定义为起始时间，如图3所示。OIT 量热法在实际中测量的例子如附录B所示。



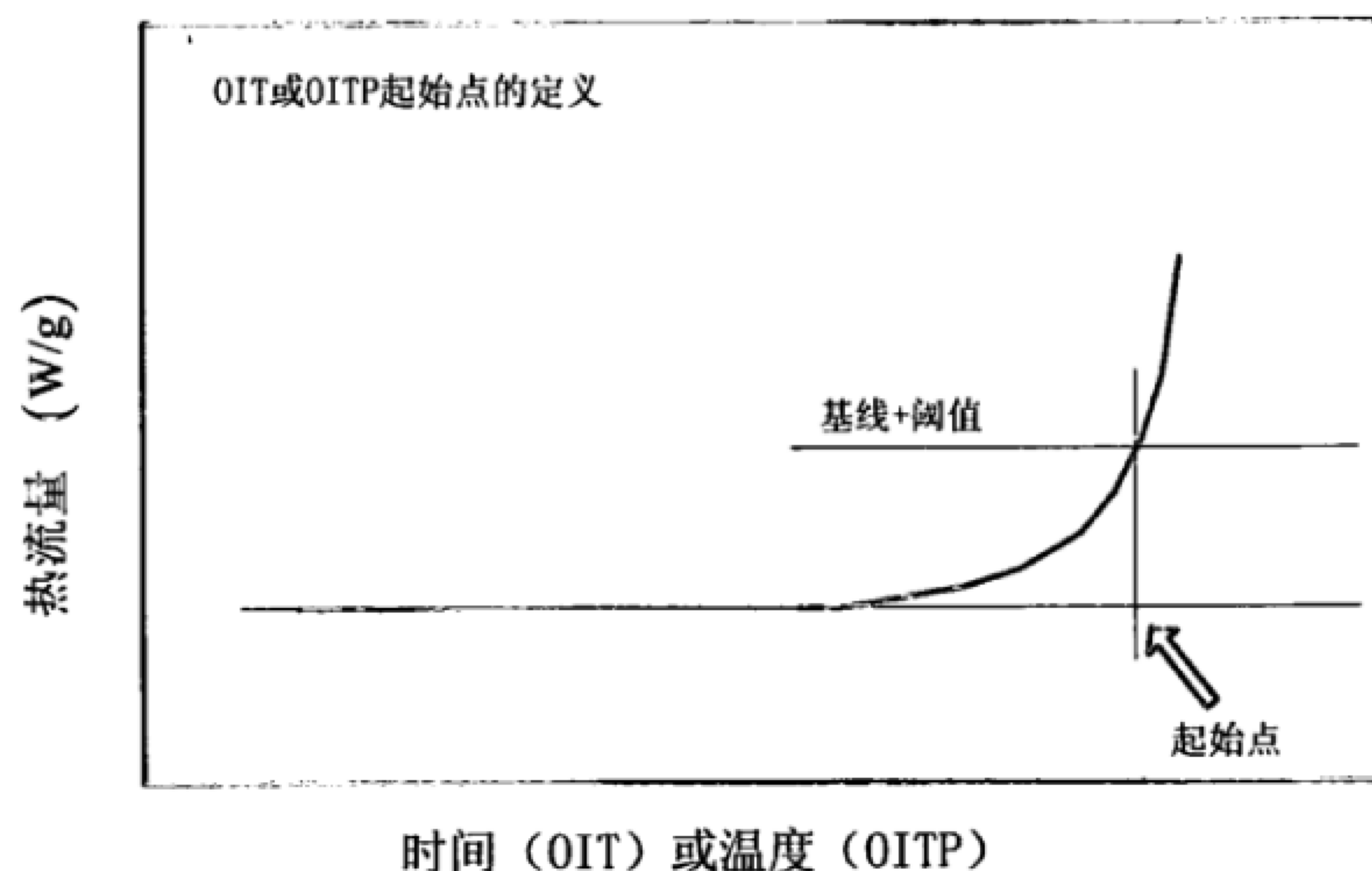


图3 OIT 和 OITP 测量曲线起始点的定义示意图

### 7.6.5 报告

测量报告应包括以下内容：

a) 取样试样的标识，包括：

- 1) 取样材料的详细资料，如聚合物类型结构、配方（材料牌号）；
- 2) 取样的位置，如表面取样或径向切片；
- 3) 对于取自核电厂的试样，应记录取样点在核电厂的位置。

b) 采样设备的历史情况，包括：

- 1) 运行时间或在实验室老化试样的老化时间；
- 2) 已经受环境条件，例如温度，辐照情况。

c) 取样方法和试件制备（见6.3）；

d) 测量的地点和日期；

e) 用于分析的仪器和软件版本（见6.4）；

f) 校准程序（见6.5）；

g) 所使用的试样盘的规格（见6.3）；

h) 试验过程中的通入的氧气流量速率（见6.6.3）；

i) 温度曲线，包括升温速率和保持时间（见6.6.2）；

注：如果使用的仪器具备温度测量功能，则应包含试件温度的实测曲线。

j) 基线类型和使用该种特定的基线的理由和依据（见6.6.4.1）；

k) 起始点类型和选择该起始点的理由和依据；

l) 使用的阈值和使用非标准阈值的理由和依据（见6.6.4.2）；

m) 测量试件的数量（见6.3）；

n) OIT的平均值和标准差，单位为分（min）；

o) 给出热流量—时间坐标曲线，特别是热流曲线不满足“能够明确氧化起始点的一段平滑基线”要求时。

### 7.7 OITP 测量方法

#### 7.7.1 测量程序

测量过程如图4所示，包括以下步骤：



- a) 试件在氧气气氛中以 10 °C/min 的速率升温加热；
- b) 通过检测热流量的快速增加来判断试件的氧化放热；
- c) 试件开始氧化的温度即为 OITP。

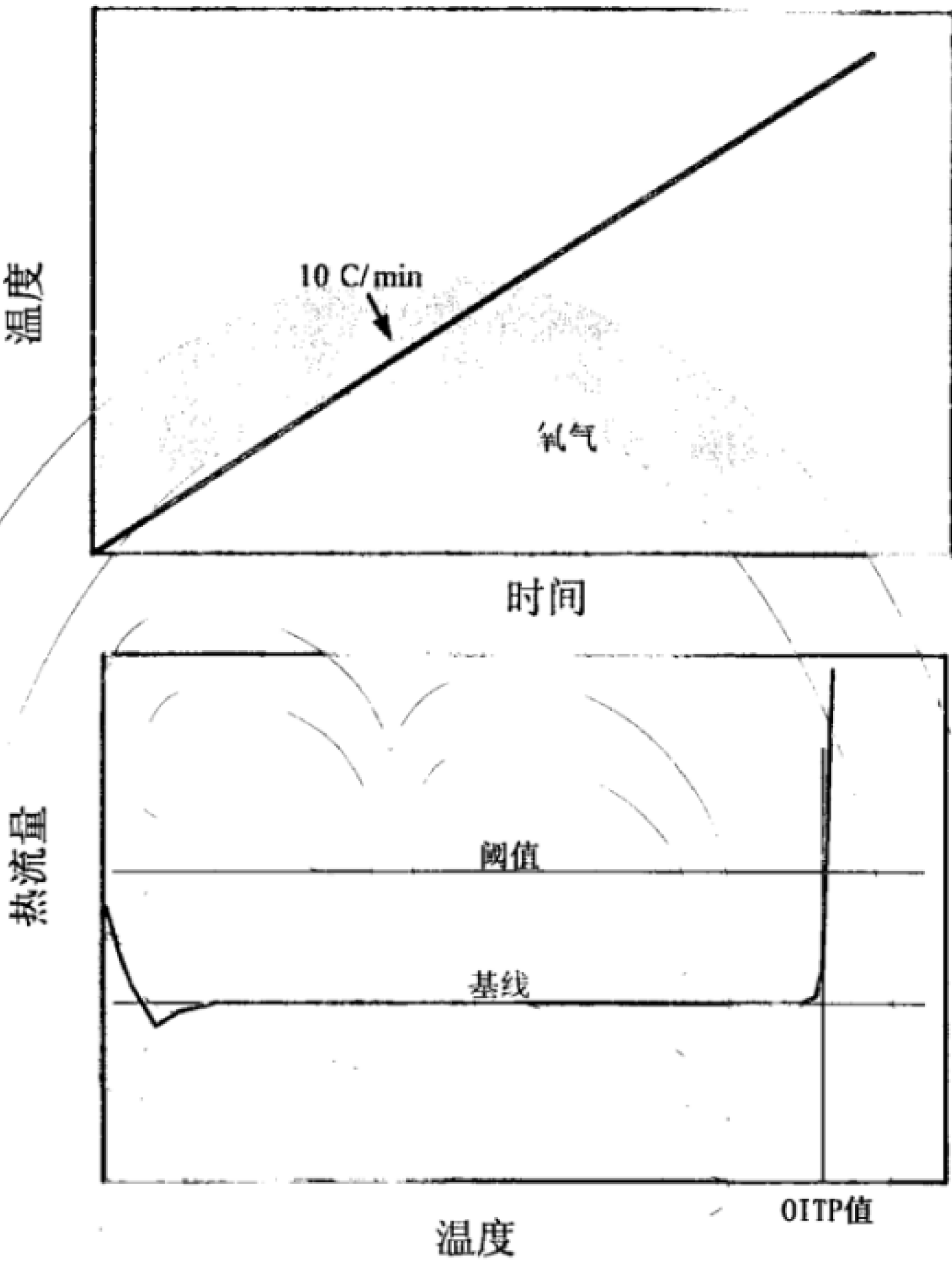


图4 OITP 测量过程中试件温度随时间的变化（上）以及相应的热流量随温度的变化（下）示意图

7.7.2 温度曲线

从起始温度到发生氧化前的升温速率为10 °C/min，如进行连续测试，起始温度应小于50 °C。

7.7.3 气体流量

OITP 试验期间通入氧气的流量应为75 ml/min±25 ml/min。

注：测试中氧气（通入流量会影响氧化诱导测试。在OITP测试中低氧气流速（小于50 ml/min）会增加OITP测量值。但氧气流量在50 ml/min~100 ml/min时，氧气流量值对OITP测量值影响并不大。

7.7.4 确定氧化反应起始值

7.7.4.1 基线的定义

氧化诱导阈值的确定与基线选择相关，如图2所示。在氧化放热发生前通常存在一段恒定的热流，可作为基线。有一些材料，在氧化发生前热流是线性变化的，也可作为一个倾斜基线。

7.7.4.2 阈值和起始温度的定义



定义的阈值应在相对于基线0.5 W/g位置，定义的起始温度是阈值测试曲线相对于基线的交点，如图3所示。OITP法在实际中应用示例参见附录B。

注：一般热流量在OITP测量时会比在OIT测量时高，由于选择了更高的基线，所以OITP会比OIT获得更稳定的阈值。

### 7.7.5 报告

测量报告应包括以下内容：

- a) 取样试样的标识，包括：
  - 1) 被取样材料的详细资料，如通用聚合物类型、配方（材料牌号）；
  - 2) 取样的位置，如表面取样或径向切片；
  - 3) 对于取自核电厂的试样，应记录取样点在核电厂的位置。
- b) 采样设备的历史情况，包括：
  - 1) 运行时间或在实验室老化试样的老化时间；
  - 2) 已经受环境条件，例如温度，辐照情况。
- c) 取样方法和试件制备（见 6.3）；
- d) 用于分析的仪器和软件版本（见 6.4）；
- e) 测量的地点和日期；
- f) 校准程序（见 6.5）；
- g) 所使用的试样盘的规格（见 6.3）；
- h) 试验过程中的通入的氧气流量速率（见 6.7.3）；
- i) 温度上升曲线，包括升温速率；
 

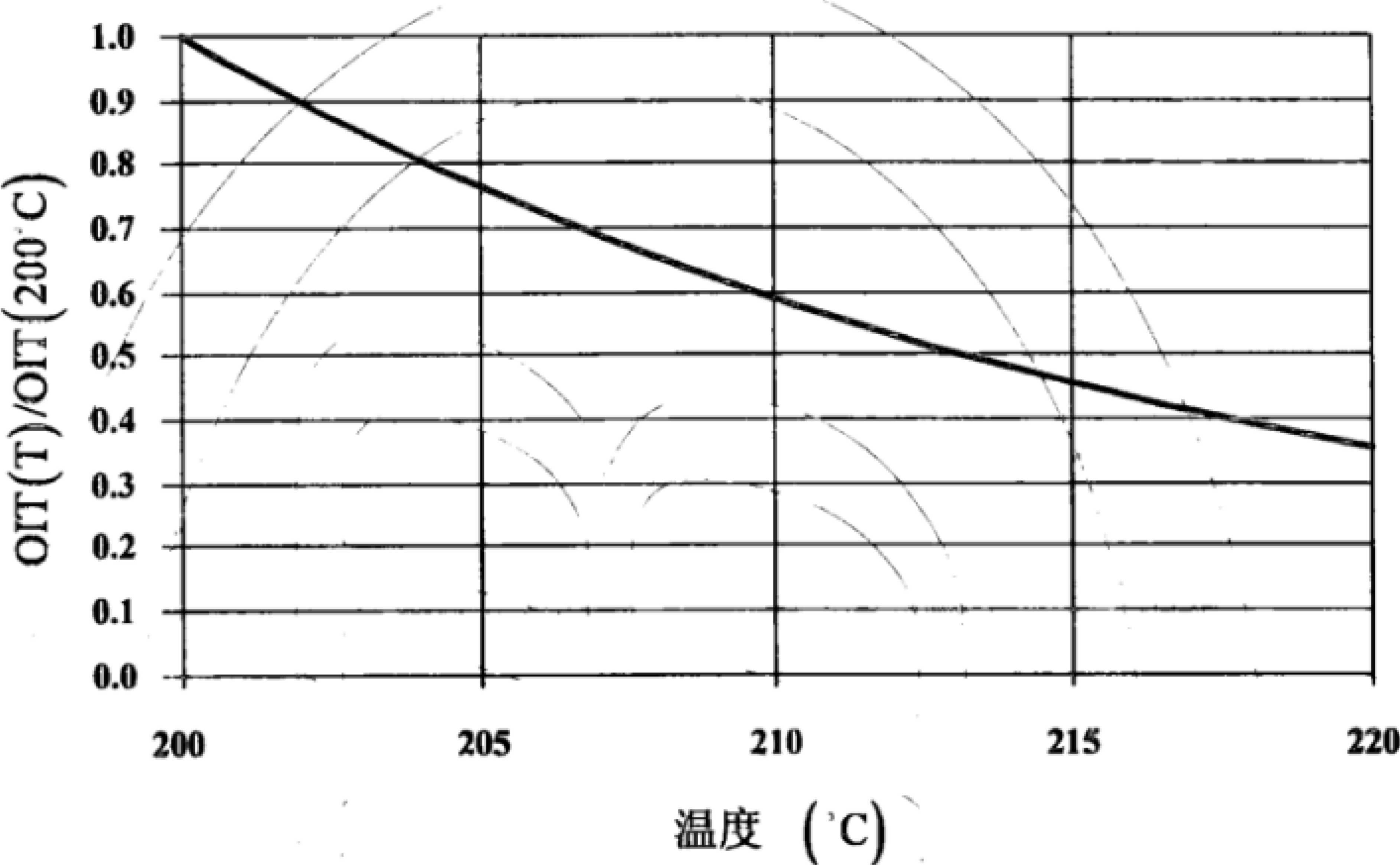
注：如果使用的仪器具备温度测量功能，则应包含试件温度的实测曲线。
- j) 基线类型和使用该种特定的基线的理由和依据（见 6.7.4.1）；
- k) 使用的阈值及使用非标准阈值的理由和依据（见 6.7.4.2）；
- l) 测量试件的数量（见 6.3）；
- m) OITP 的平均值和标准差，单位为摄氏度；
- n) 给出热流量-温度坐标曲线，特别是测量曲线不满足“能够明确氧化起始点的一段平滑基线”要求时。

测量报告的一个示例参见附录C所示。



附录 A  
(资料性附录)  
影响 OIT 测量值的设定温度

OIT 的测量值很大程度上依赖于设定温度的选择，抗氧化剂的消耗通常可以被描述为一个热活化过程。图 A.1 显示了在不同温度下的 OIT 值和 200 °C 时 OIT 值之间的比值。



图A.1 设定温度对 OIT 值的影响

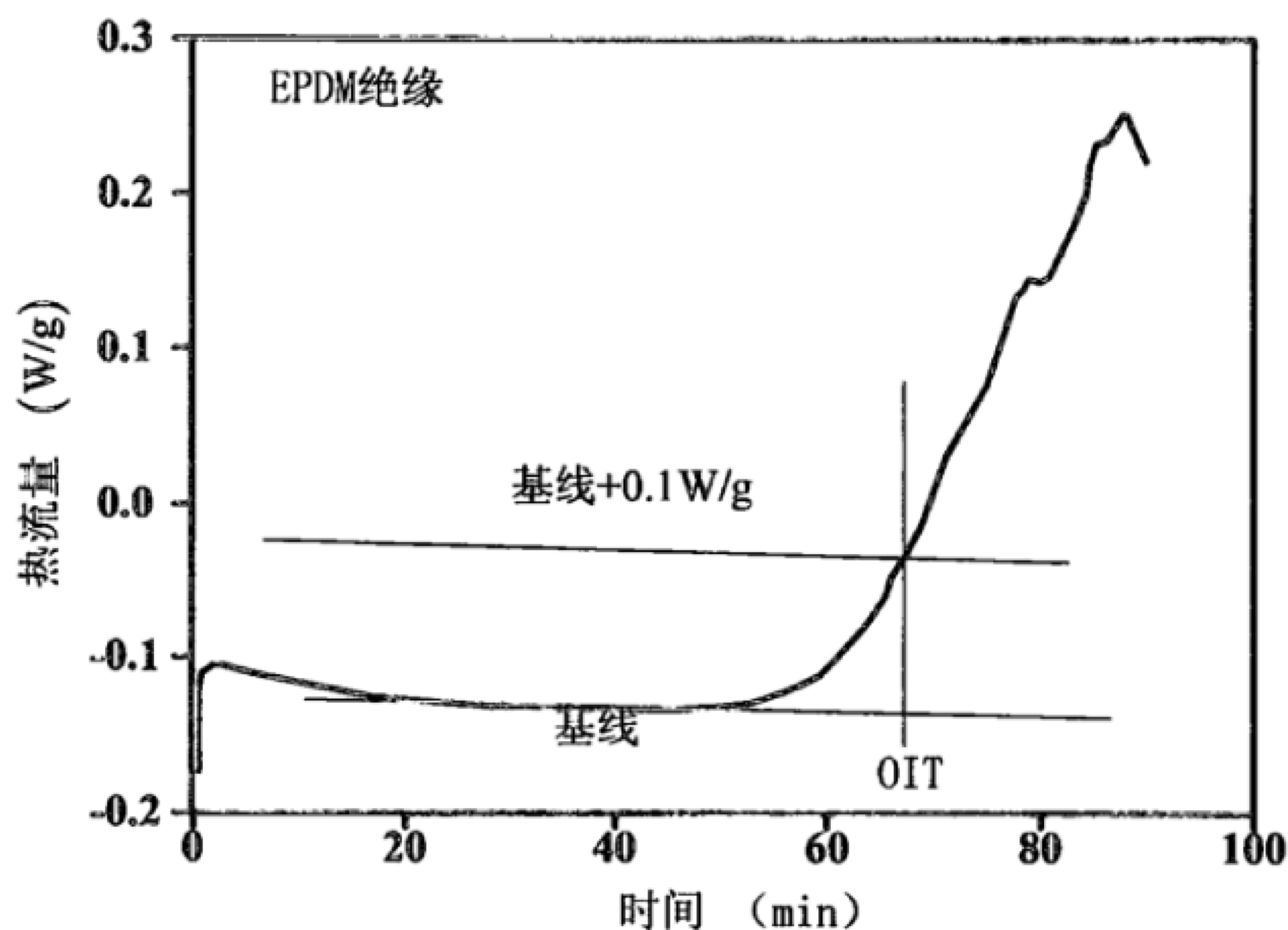


附录 B  
(资料性附录)  
热谱图的解释

### B.1 OIT的热谱图解释

理想的热流量随时间变化的OIT曲线(如图3所示)在实践中是很少见的,通常,基线是倾斜的或难以界定的。一些实际的情况如下所示,以下方法可用于对每种类型进行简要的探讨。所有的例子都是来自真实的OIT测量图。

如图B.1所示,如果有一个清晰的基线和明确的氧化放热现象,就可以直接定义基线和0.1 W/g阈值位置上的氧化起始时间。

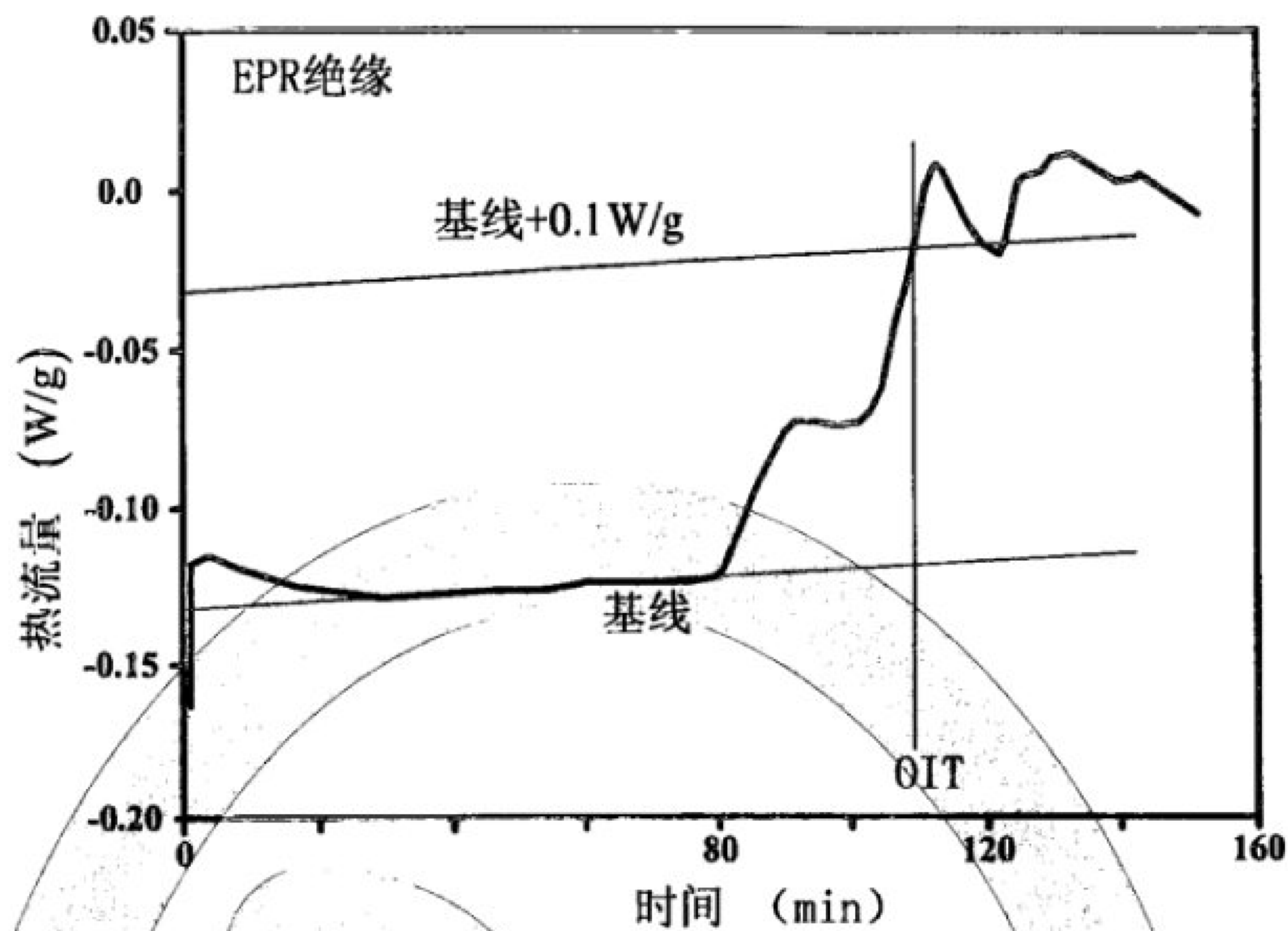


注: 设定温度为210℃。

图B.1 基线和氧化起始时间清晰的OIT图示例

复杂的情况多出现在EPR和EVA材料中,在这种情况下,0.1 W/g的标准阈值可能忽略一个氧化起始点,如图B.2所示。然而,第一个氧化起始点对定义降质可能是非常重要的,所以需要有一个适当的附加阈值来定义这个起始点。此外,不同的阈值水平决定了不同的氧化开始值,在这种情况下,应在报告中明确说明所选阈值及相应的氧化起始点的理由。

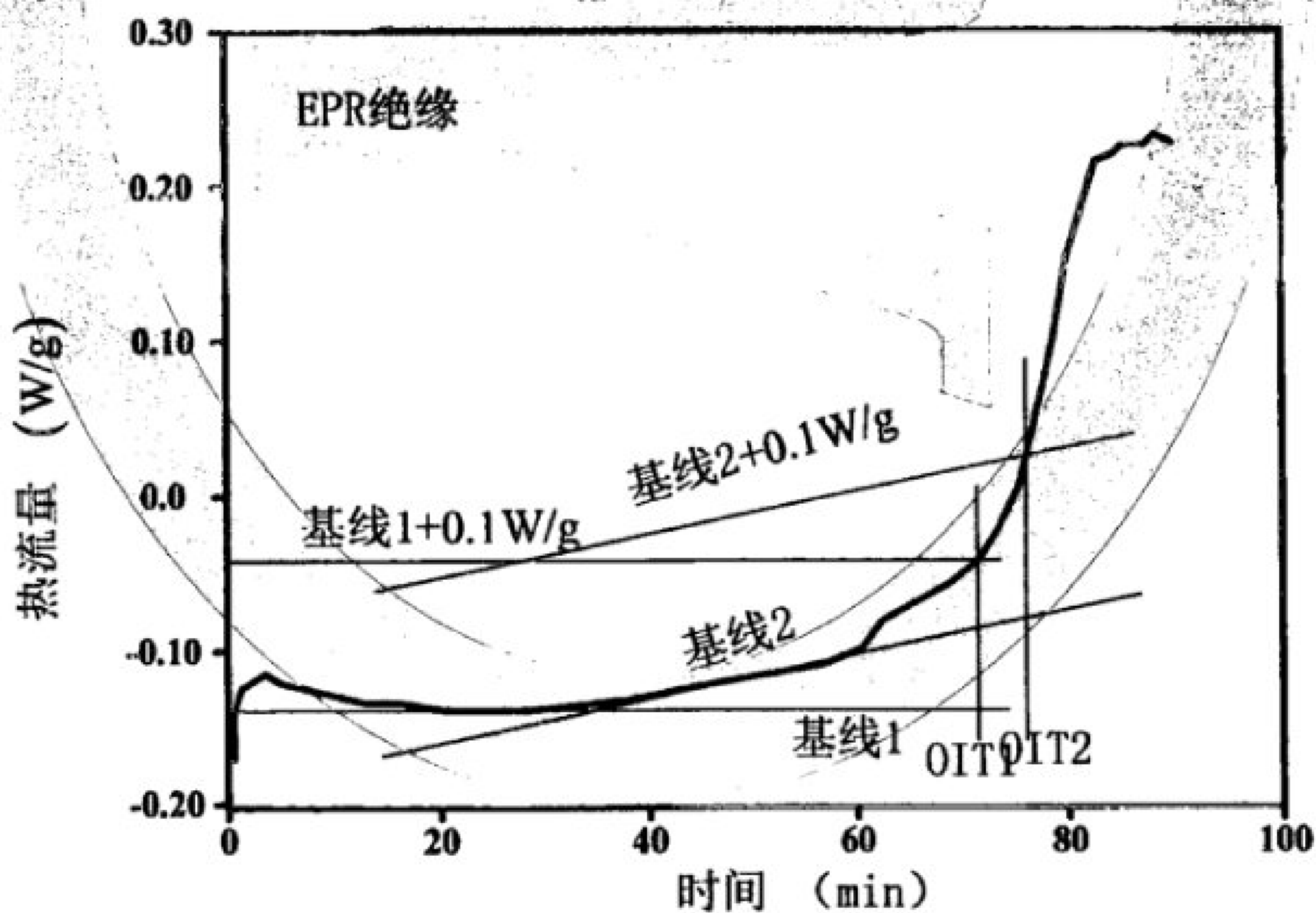




注：设定温度为210℃。

图B.2 复杂氧化反应的OIT图示例

在图B.1和图B.2中，定义的基线都相对简单，都存在一段恒热流或线性变化的热流曲线。然而，在很多情况下，是很难明确定义基线的，图B.3就给出了一个这样的例子。既可以使用热流的最小值（基线1）作为基线，也可使用一段区间内线性变化的斜线（基线2）作为基线。可以注意到，不同基线的选择对氧化起始时间的确定影响极大，特别是氧化放热开始比较平缓的时候，如同本范例所示。因此，使用定义一致的基线进行测量非常重要。不同基线的选择也是不同实验室测量的OIT不同的原因之一。



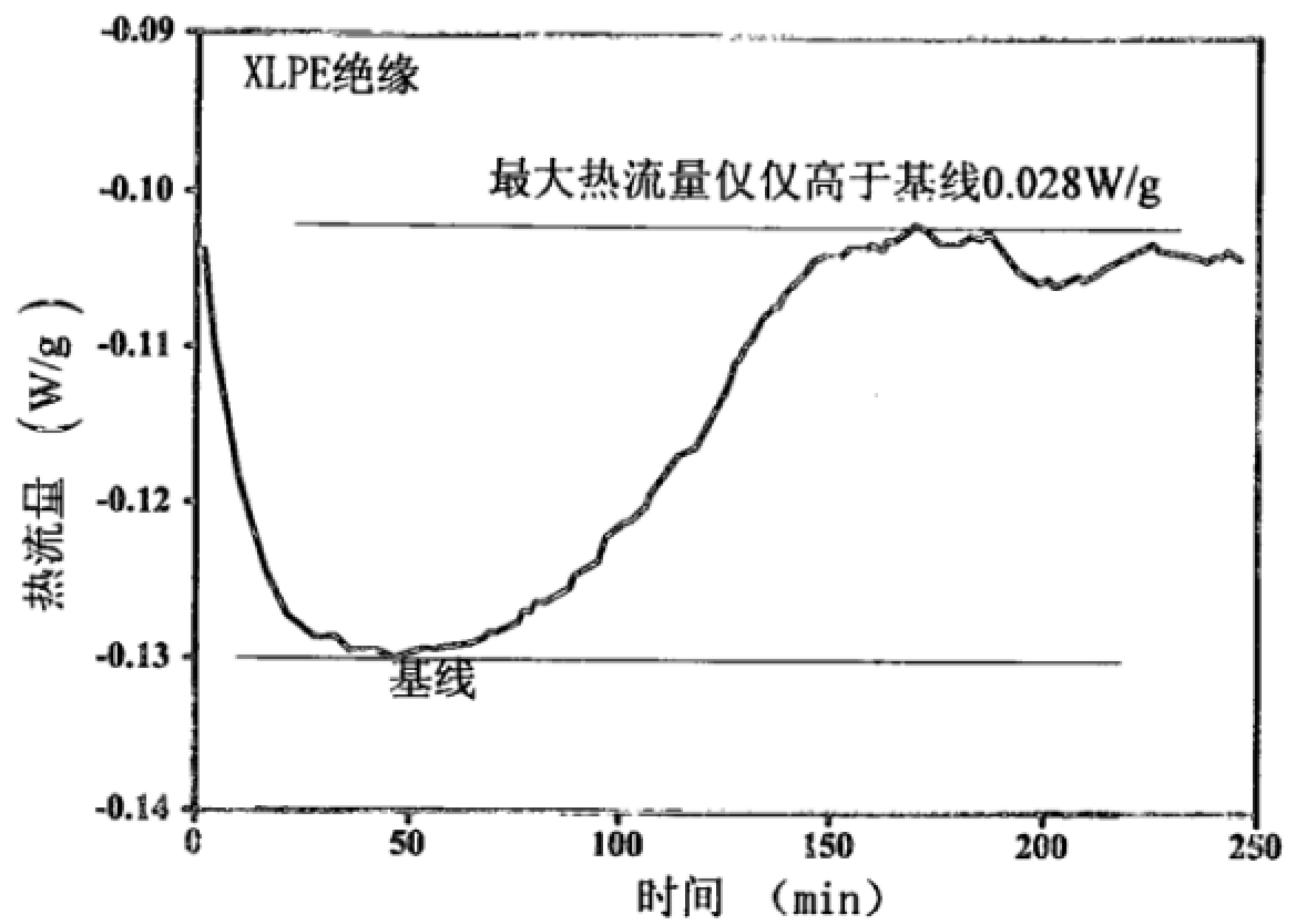
注：设定温度为210℃。

图B.3 基线难以界定的OIT图示例

另一个可能导致问题的原因是氧化放热量与标准阈值0.1 W/g相比太小了，如图B.4的例子所示，图中能够观察到最大热流量仅高于最低值0.028 W/g，而且还没有确定基线（相对于其他例子，这个测试的时间范围被放大了很多）。因此对这种材料，可以以最小热流量为基线，采用更低的阈值。根据测



试图，对于这种材料，使用的OIT测量程序并不合适。 较长的试验时间和较低的热流量表明所设定的试验温度过低。

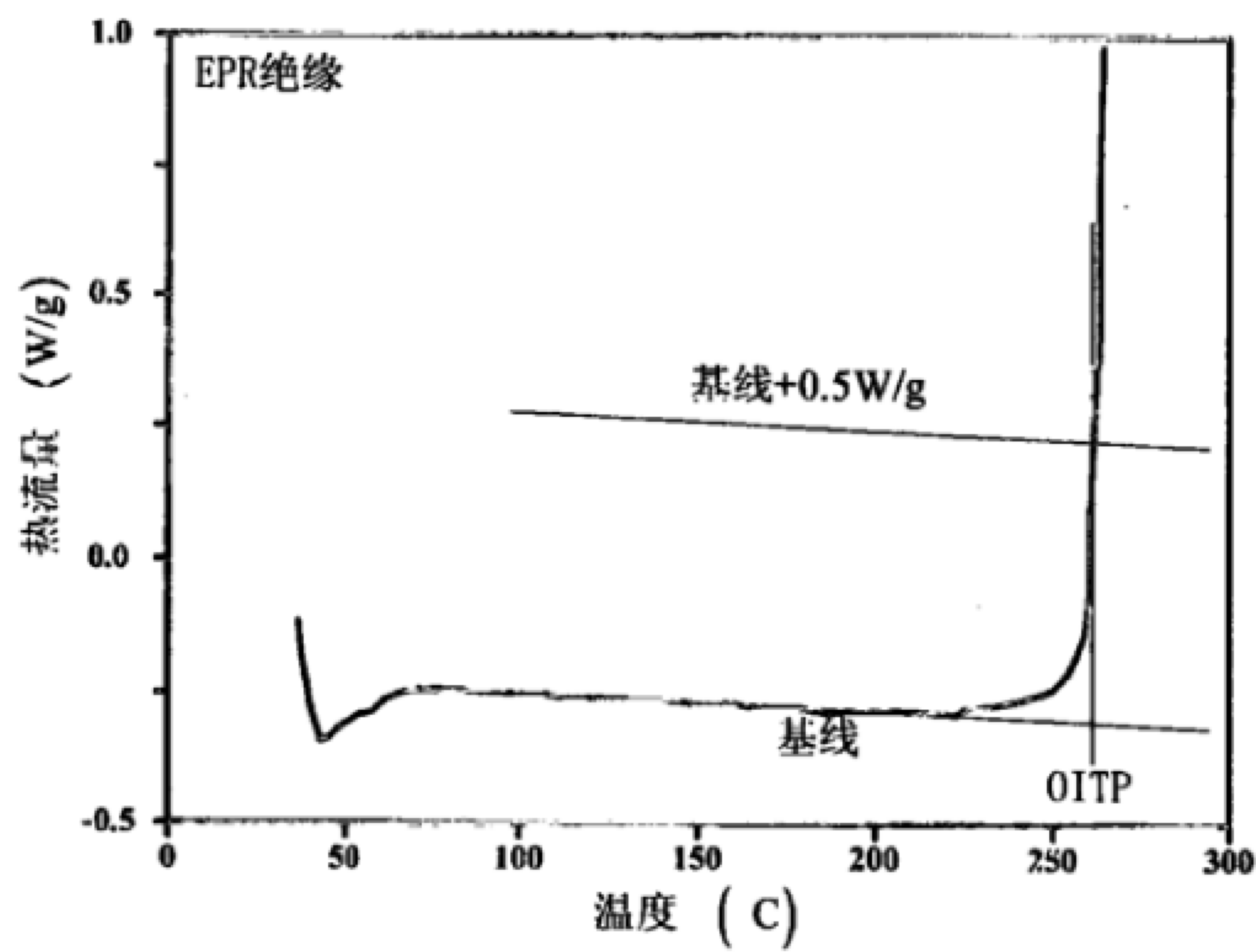


注：设定温度为190℃。

图B.4 使用阈值标准 0.1 W/g，热流量太低的 OIT 图示例

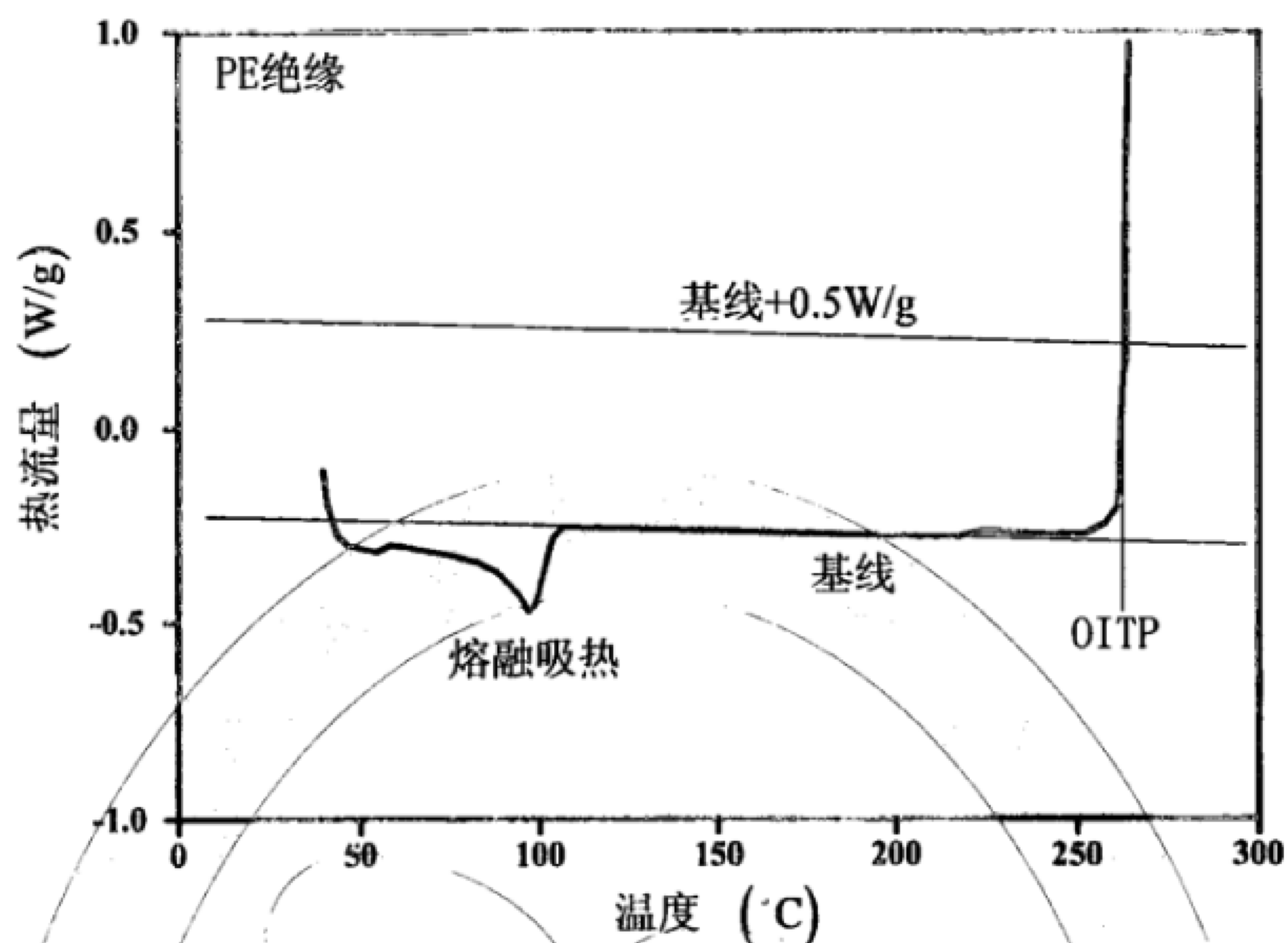
B.2 OITP的热谱图解释

OITP的热谱图一般比OIT的热谱图更加简单明晰，因为通常可以观察到平稳的基线和氧化产生的高热流量。这使得定义氧化起始点不依赖于基线的选择。图B.5给出了非结晶聚合物试件的OITP测量曲线图。



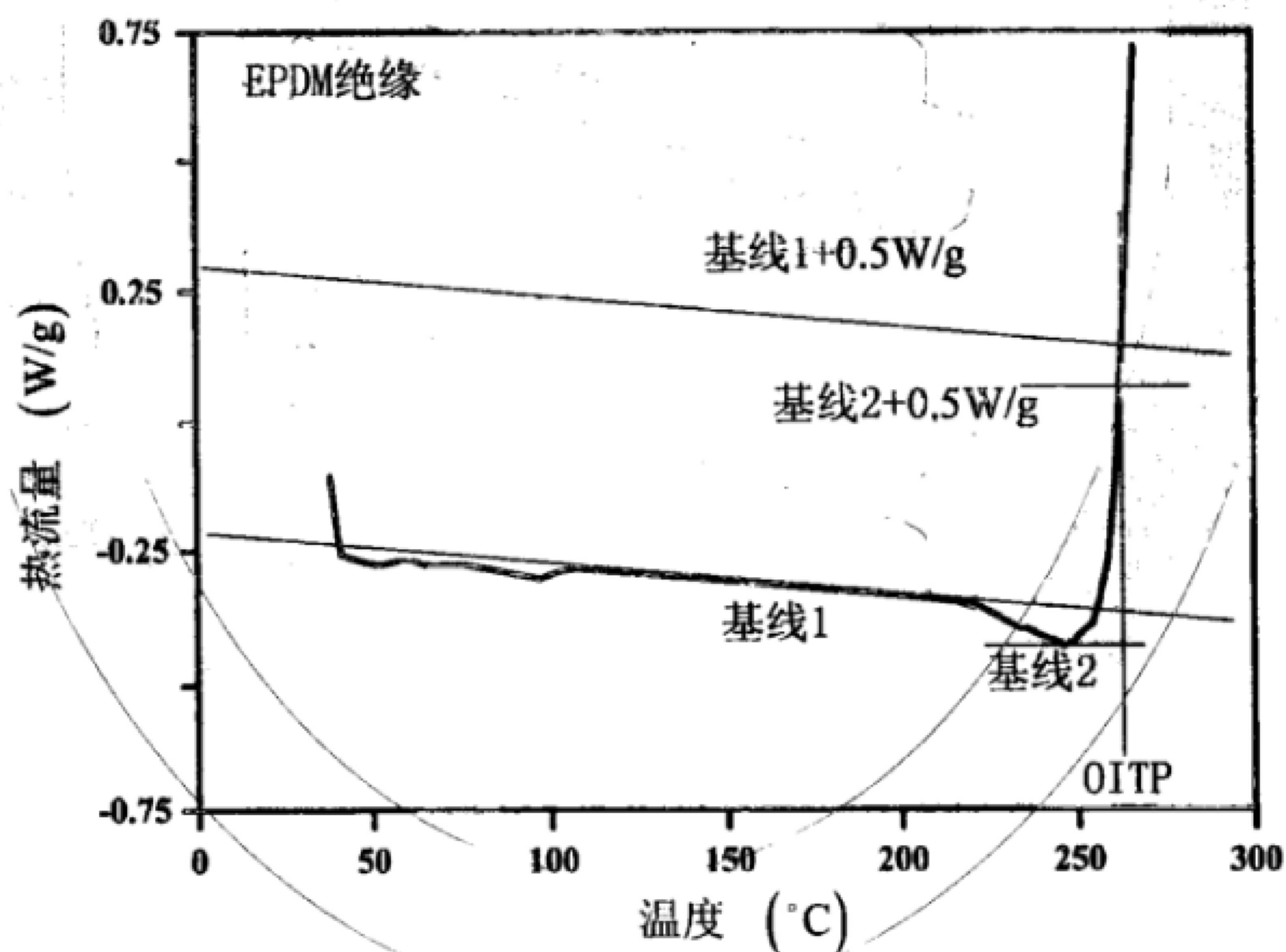
图B.5 基线和氧化反应清晰的 OITP 图示例

对于半结晶材料如XLPE的OITP测量图，可以观察熔融吸热现象，该现象比氧化诱导开始温度要低的多，因此，仍然可以确定一个合适的基线。图B.6给出了半结晶材料的OITP测量曲线图。



图B.6 半结晶材料的OITP图示例

对于EPR和EVA材料的OITP测量图，通常能够看到试件在氧化放热前有个短暂的吸热过程，在这种情况下，基线应由吸热下沉之前的曲线确定，如图B.7所示。如果用最低的恒温点来代替（图B.7中基线2），则应在报告中说明。可以看出，诱导温度起始点不依赖于基线的选择。



图B.7 吸热后立即发生氧化的OITP图



附录 C  
(资料性附录)  
OITP 测量报告示例

该示例是来自IAEA电缆老化研究项目中的一份试验报告，详见表C.1和图C.1。

表C.1 电缆老化试验报告

试样编号	1129 电缆绝缘，由美国 AIW 制造，来自 D14 型电缆。
材料	4 芯，EPR + CSPE 复合绝缘，绞合铜导体，黑色，绝缘厚度 1 mm
试样类型	厚度方向切片
历史	实验室的模拟老化环境，方法参见 IEC 60068 Ba，老化条件：120 ℃，42 d
测量日期和地点	1998 年 1 月 13 日，安大略电力公司
抽样方法和重量	用锋利的刀片切碎至小于 1 mm，用 20 号网筛筛选 0.85 mm 试件重量 10 mg。
仪器	杜邦 DSC 2100
校准	铟/锡/铅标准物质。 见校准报告 No. XXXX
试样盘	铝开口盘
氧气流量	100 ml/min
温升速率	10 ℃/min
基线类型	斜线
阈值	0.1 W/g
测量试件数量	3
OITP 测量值	平均值 255.8 ℃，标准差 0.6 ℃

试验曲线示例（见图C.1）

试样：1129电缆绝缘

重量：10.8 mg

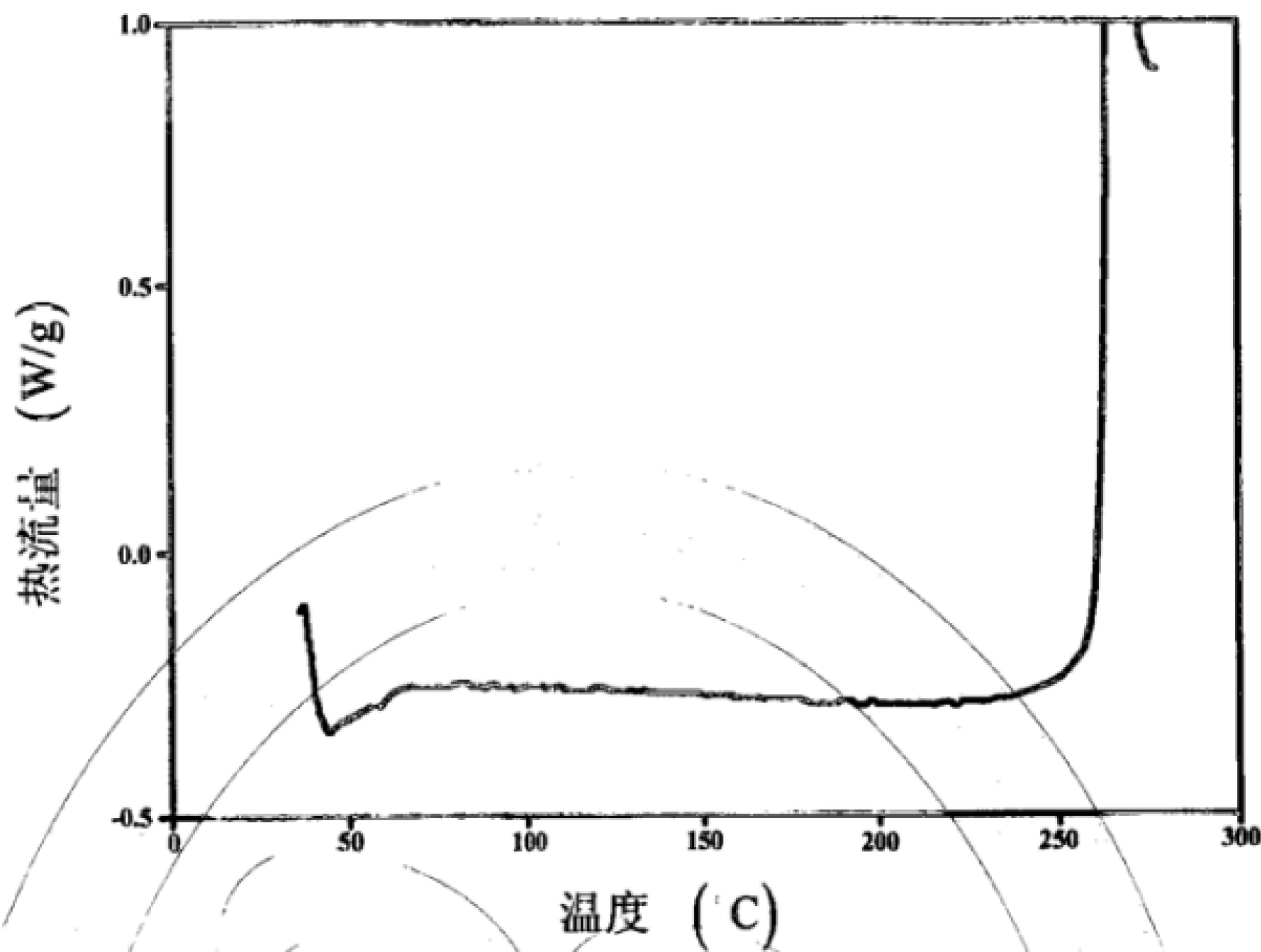
试验方法：OITP

注释：黑色，在氧气下10 ℃/min

文件号：11291.034

DSC 测量者：TM

测量日期：1998-1-13 22:39



图C.1 测量图

签名:  
日期:



### 参 考 文 献

- [1] GB/T 19466.6-2009 塑料 差示扫描量热法 (DSC) 第 6 部分: 氧化诱导时间 (等温 OIT) 和氧化诱导温度 (动态 OIT) 的测定
  - [2] GB/T 20087-2012 核电厂安全重要仪控电缆老化管理指南
  - [3] IEC 60544-5 Electrical insulating materials-Determination of the effects of ionizing radiation-Part 5: Procedures for assessment of ageing in service
  - [4] IEC 60780 Nuclear power plants-Electrical equipment of the safety system-Qualification
  - [5] IEC/IEEE 62582-1 Nuclear power plants-Instrumentation and control important to safety-Electrical equipment condition monitoring methods-Part 1: General
  - [6] IEEE Std 323: 2003 IEEE Standard for qualifying Class 1E equipment for nuclear power generating stations
  - [7] 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
-

中 华 人 民 共 和 国  
能 源 行 业 标 准  
核电厂安全重要电缆状态监测方法  
第 4 部分：氧化诱导技术  
NB/T 20421.4—2017

\*

核工业标准化研究所出版发行  
北京海淀区骚子营 1 号院  
邮政编码：100091  
电 话：010-62863505  
原子能出版社印刷  
版权专有 不得翻印

\*

2017 年 7 月第 1 版 2017 年 7 月第 1 次印刷  
印数 1—50 定价 37.00 元