

전기용품 안전기준

K61026

[IEC 1991-05]

전기 절연재료의 내열성 시험을 위한
분석적 시험 방법의 적용 지침

목 차

개요	2
제1절 - 일반 측면	
1 적용범위 및 목적	4
2 일반원리	4
3 반응율 측정을 위한 분석적 방법	5
제2절 - 시험절차 A, 단일 반응의 경우	
4 절차 A의 적용범위	8
5 절차 A에서의 반응율 측정	9
6 절차 A에서의 일반 노화 시험	10
7 절차 A에서의 평가	10
8 절차 A에서의 보고	11
제3절 - 시험절차 B, 복합 반응의 경우	
9 절차 B의 적용범위	12
10 절차 B에서의 반응율 측정	14
11 절차 B에서의 계산	16
12 절차 B에서의 일반 노화 시험	18
13 절차 B에서의 평가	19
14 절차 B에서의 보고	20
제4절 - 시험절차 C, 확산 복합 반응	
15 절차 C의 적용범위	22
16 절차 C에서의 반응율 측정	22
17 절차 C에서의 계산	23
18 절차 C에서의 일반 노화 시험	25
19 절차 C에서의 평가	26
20 절차 C에서의 보고	26
부록 A - 시험 절차 B, C의 이론적 원리	28
그림	29

전기 절연재료의 내열성 시험을 위한 분석적 시험 방법의 적용 지침

개요

분석적 방법은 25년 이상 동안 전기 절연재료의 노화 프로세스 연구 및 노화 반응을 측정에 적용되었다. 본 보고서에 첨부된 참고 문헌은 민감한 분석적 방법이 재료의 적용 온도 범위까지의 반응을 측정에 적용되는 경우에 관한 연구로 한정한다.

최초 연구자들[1,2]¹⁾은 이후 간행된 여러 결과물[5,7,10,11]과 함께 기체 크로마토그래피, 질량분석법 기법을 분석적 방법으로 사용하였다. 이 기법들은 본 보고서 절차 A의 효시가 된다.

이후의 연구자들은 발전된 이론[9] 및 기타 발행물[6,12,13,14]과 함께 새로운 분석기기인 등온시차열량계를 사용하였다. 이 기법은 본 보고서 절차 B, C의 바탕이 된다.

다른 연구자들은 신속한 분석적 기법(열중량 분석 TGA와 시차열분석 DTA 등)의 사용 및 이러한 측정만을 기초로 한 내열성 평가의 유도에 집중하였다. 이러한 방법들은 새로운 중합체를 개발했을 때 또는 장기 내열성 시험의 재료를 선택할 때 가치 있는 도구가 될 수 있다. 그러나 이러한 방법들은 넓은 주파수 스펙에 걸쳐 시험 결과에 외삽을 실시, 잘못된 결론이 나올 수 있으므로 본 보고서에서는 다루지 아니한다.

따라서 이 분야에서는 충분한 지식이 축적되었으며 향후 방법 표준화의 발판이 되도록 IEC 보고서 등의 형태로 세부 절차를 정하고 있다. 본 보고서는 또한 절연재료의 내열성 시험을 위한 분석적 방법의 적용에 대한 앞으로의 연구를 촉진하기 목적으로 기획되었다.

본 보고서는 다음의 원리에 기초한다.

- 1) 사용되는 분석적 방법은 재료의 최저 적용 온도까지 노화 반응을 측정할 수 있을 만큼 충분한 감도가 있어야 한다.
- 2) 복수의 분석적 방법이 반응을 측정에 적합하고 반응율에 대한 유사한 정보를 생성함이 입증되었다. 그러므로 시험 절차에서는 복수의 분석적 방법을 허용한다.
- 3) 노화 반응율 측정은 노화(또는 분리 반응) 프로세스의 비율을 결정하여 정보, 예를 들면 내열

1) 대괄호 안의 숫자는 부록 B - 참고문헌의 번호를 나타낸다.

성 그래프의 기울기 정보 등을 생성하기 위한 목적으로 사용한다.

- 4) 반응열 값 단독으로는 재료의 내열성을 설명할 수 없다. IEC 규격 216과 동일한 형태로 실제의 내열성 값을 산출하려면 일반적인 유형의 노화 시험과 결합되어야 한다.
- 5) 분석적 반응열 측정의 목적은 더 큰 비율에서가 아니라 적용 온도에서의 일반적인 노화 시험에서 동일한 물리화학적 노화 구조를 확인하는 것이다.
- 6) 노화 프로세스가 다양한 복잡성을 갖는 재료가 있다. 시험 절차는 일반적(모든 재료에 적용 가능한)이거나 다양한 복잡성을 가져야 한다.

본 보고서에서 기술한 시험 절차를 현재 IEC 규격 216에서 규정하고 있는 표준화된 일반 내열성 시험 방법과 비교하는 경우, 다음의 차이점이 드러난다.

- 본 보고서의 시험 절차는 외삽법에 대한 필요성을 배제하고 재료의 최저 적용 온도 범위까지의 실험적 데이터를 산출한다.
- 일반 노화 시험에서 지속시간이 짧은 경우는 거의 없으므로 총 시험 시간은 더 짧아 질 것이다. 그리고 분석적 절차 자체는 거의 시간이 걸리지 않는다.
- 실제 수행 조건은 특히 대기 습도 및 산화로 인한 노화에 관하여 정확하게 모의실험 해야 한다.

상기한 1)에서 6)의 원리에 따라 복잡성을 증가시키는 세 가지 시험 절차를 본 보고서에 기술한다. 이 절차들은 IEC 규격 216을 사용하여 얻은 파라미터에 더하여 재료의 기초 파라미터를 규정하는 데 있어 매우 유용한 것으로 알려졌다.

본 보고서에서는 IEC 규격 216에서 기술된 용어와 개념을 사용한다.

제1절 - 일반 측면

1 적용범위 및 목적

본 보고서에서는 시험 가속의 결정을 위한 민감한 분석적 방법과 일반 노화 시험의 병용을 토대로 전기 절연재료의 내열성을 평가하기 위한 시험 절차를 기술한다. 본 보고서에서는 시험 절차에서 준수해야 하는 조건을 기술하고 어떻게 시험 결과에서 온도 지수(TI) 및 IEC 규격 216의 2등분 간격(HIC)에 대응하는 특성을 유도하는지 보인다.

2 일반원리

2.1 시험 절차의 기술

절연재료의 열 노화는 주로 점진적으로 재료의 물리적 특성을 변화시키고 종국에는 기능성에 영향을 미치는 화학 반응에 의해 일어난다. 따라서 화학적 합성(열 노화로 인한 열화의 결과) 및 재료의 모든 물리적 성질 값은 밀접하게 관련된다.

따라서 적절한 노화 반응율(열화의 속도를 기술하는)의 측정과 일반 유형의 노화 시험을 결합하여 재료의 장기 성능을 평가하는 수단을 제공하는 것이 가능하다.

상기한 상관관계는 가변적인 복잡성을 지니고 있기 때문에, 노화 프로세스의 복잡성 증가를 고려하여 본 지침에서는 세 가지 시험 절차(A, B, C)를 기술한다.

절차 A에서, 열 노화 프로세스는 하나의 노화 반응이 노화 프로세스를 좌우한다고 가정하여 하나의 반응으로 취급한다. 이 경우, 일반 노화 시험에서의 종결점 도달 시간은 노화 온도에서 노화 반응에 반비례한다. 따라서 곡선이 고정적이어서 일반 노화 시험의 실제 결과로부터 결정된 지점을 포함한다면 온도의 함수인 반응율 값의 역수를 내열성 그래프를 기술하는 데 사용할 수 있다. 이렇게 작성된 내열성 그래프를 토대로 온도 지수 TI와 2등분 간격 HIC(IEC 규격 216 참조)에 대응하는 내열성 특성값을 얻을 수 있다.

절차 B, C에서, 불활성 대기 중에서 진행되는 열분해, 산화, 가수분해의 세 가지 노화(또는 이중 최소한 두 가지의 반응)를 중요한 것으로 가정한다. 동일한 종류(예를 들면 복수의 산화 반응)의 반응이 하나 이상 발생하는 경우, 한 반응이 그러한 반응 그룹을 좌우하는 것으로 가정한다. (즉, 한 산화 반응이 산화 반응을 주도한다) 주요 원리는 세 가지 주반응이 모두 동일한 양으로 가속될 수 있도록 노화 조건을 선택하여 가능한 한 가까운 낮은 온도에서 실제 노화 프로세스를 촉진하는 것이다. 이 과정은 두 단계를 거친다.

우선 반응율 측정을 통해 세 반응 각각의 가속도를 결정한다. (일정한 조건에서) 두 번째로 프로세스를 균등하게 하는 산소 및 수증기 농도로 일반 노화 시험을 실시한다. 이 시험 방법을

EAP 방법(균등 노화 프로세스)이라 한다. 절차 B에서는 모든 노화 반응이 본질적으로 독립적이며 균질한 것으로 가정한다. (즉, 시험 재료의 어디에서나 동일하게 진행된다) 시험 결과로부터 절차 A에서와 같이 내열성을 계산할 수 있다.

노화 반응의 하나가 확산 제어형인 경우, 그 반응은 더이상 재료의 치수(주로 두께)에 독립적인 것으로 취급하지 않는다.

2.2 시험 절차의 선택

피시험 재료의 복잡성 정도 및 이용가능한 장비에 따라 적절한 시험 절차 및 분석적 방법을 선택해야 한다. 각 절차에 대한 기본 가정(4.1, 9.1, 15.1항 참조)이 만족되어야 한다.

3 반응을 측정을 위한 분석적 방법

3.1 일반 요건

본 보고서에서는 반응을 측정에 중요한 분석적 방법의 특징만을 다룬다. 필요한 장비의 정밀도는 선택한 분석적 방법에 따라 달라진다.

전기 절연재료의 노화 비율 측정에 적합한 무수한 방법들이 있다. 분석적 방법에 대한 가장 중요한 요건은 다음과 같다.

- 방법의 감도는 재료의 적용 온도 범위 또는 예상 TI 온도에서 측정의 재현이 가능할 정도로 충분히 높아야 한다. 반응에 따라서 적절한 방법을 적용한다.
- 방법에 요구되는 선택성은 사용되는 절차에 달려 있다. 절차 A에서는 “총” 반응을 또는 가장 강력한 반응율을 측정한다. 따라서 선택성은 중요성이 덜하다.
- 절차 B와 C에서는 세 가지의 주반응을 명확히 구분해야 한다. 열분해 반응의 경우, 직접적인 분리가 불가능할 수 있다. 그러한 경우에는 적절한 분리 기술을 적용할 수 있다(3.5항 참조).
- 측정 시간은 그러한 결과가 합리적인 시간에 얻어질 수 있을 정도로 충분히 짧아야 한다. 필요한 시간에 요구되는 높은 감도에 의해 주 순서로 최저 온도에서 1000시간까지 승인되었다.

시험 재료의 열 노화는 측정시 가능한 한 작은 것이 필수이다. 10.3항을 참조한다.

- 안정화된 생성물. 각각의 시험 온도에서 측정이나 샘플 수집 시간은 측정 반응율이 안정화

될 수 있도록 충분히 길어야한다. 안정화 시간은 시험 시료의 두께 및 재료에 달려 있다.

3.2 기체 크로마토그래피 및 질량분석법

기체 크로마토그래피(GC) 또는 질량분석법(MS)의 사용은 열 노화 반응의 결과로 인해 기체의 반응 생성물이 방출된다는 사실에 기초한다. 여러 공표된 연구에서[10 등] “방출 기체 분석”(EGA)이라는 용어는 이러한 관계로 사용된다. 적절한 방법으로 생성물을 수집하고 정량적으로 분석한다.

두 방법에서 반응율은 어떤 기체 반응 생성물(종종 CO, CO₂)의 방출 비율로 측정된다.

주기적, 연속적인 두 가지 절차가 가능하다.

주기적 절차

시험 온도에서 단기 열노출 중에 시험 시료를 용접밀폐한 컨테이너에 보관한다. 이 기간후 이 컨테이너에서 유발되는 기체의 샘플을 GC나 MS 또는 그 조합으로 분석한다.

연속적 절차

단기 열노출 중에 느린 기체 흐름을 시료 컨테이너에 공급한다. 수시로 컨테이너 방출구로부터 수집된 견본을 GC나 MS 또는 그 조합으로 분석한다.

절차 B 또는 C의 응용으로 다른 반응율을 동시에 또는 각각 측정할 수 있다.

동시 측정은 각 해당 반응의 특정 반응 생성물을 발견할 수 있는 경우에만 가능하다. 개별 측정은 다른 기체 성분에서의 단기 열노출을 실행하여 이루어진다. 열분해 반응을 위한 불활성 대기, 산화를 위한 산소 함유 대기, 가수 분해를 위한 수증기 함유 대기. 후자의 두 대기에서는, 불활성 기체에서의 각각의 방출 비율을 해당 반응율을 얻기 위하여 측정값으로부터 빼야 한다. 3.5항을 참조한다.

주 - 기체 크로마토그래피(GC) 또는 질량분석법(MS)은 절차 A의 기반이 되는 간행 연구물에서 대부분 사용된다.[1,2,5,7,10,11,14].

3.3 등온시차열량측정

등온시차열량측정(ITC)은 등온 조건에 있는 시험 시료의 반응율과 반응 열흐름 사이의 비례성을 이용하는 민감한 열흐름 측정에 기초를 둔다[4]. 따라서 반응율의 단위는 시험 재료 1g당 μW 수($\mu W/g$)이다. 0.01 $\mu W/g$ 의 감도는 TI 온도 이하에서 대부분 재료의 반응율 측정이 가능하게 한다. 열흐름 측정 감도가 1 μW 수준이라면 높은 감도를 달성하기 위해서는 5g에서 100g의 질

량을 가진 큰 시험 시료가 필요하다. 현재 상용 DSC 장비(시차주사열량계) 및 유사 장비는 동일한 존재를 측정하는 반면 이러한 필요한 감도를 가지고 있지 않다.

IDC에서는 시료의 총 반응 열흐름을 항상 측정할 수 있으며 절차 A에서 직접 사용할 수 있다. 절차 B와 C의 경우, 다른 반응열의 분리는 3.5항에 기술되어 있는 다른 기법을 사용하여 가능하다.

주 - IDC는 주로 절차 B와 C의 토대가 되는 간행 연구물에서 사용된다[4,6,9,12,14].

3.4 기타 방법

절차 A, B, C는 3.1항의 기본 요건을 충족하는 모든 분석적 방법을 사용하여 적용할 수 있다.

등온열중량측정[14] 또는 액체 색층분석[8]을 적용해왔다. 그러나 현재의 경험은 한정적이다.

3.5 차이 방법에 의한 반응 분리

종종 두 가지 열 노화 반응은 직접 측정으로 구별될 수 없다. 이것은 GC 또는 MS에서 모든 주요 반응에 대한 특성 반응 생성물이 발견되지 않는 경우이다. IDC를 사용할 때 열분해 반응(2.1항 참조)은 산화 또는 가수분해 비율이 결정되었을 때 항상 존재한다.

다음의 차이 방법 중 하나는 개별적인 반응열을 측정할 때 유용하다. 열분해 반응은 R_{inert} 로 표시하고 활성 기체에 의해 생성되는 반응열은 R_{act} 로 표시한다.

I. 두 가지 충분히 강한 반응

적절한 불활성 기체로 반응열 R_1 을 측정한다. 규정 농도의 활성 기체를 함유한 혼합 기체로 대기를 변경하고 반응열 R_2 를 읽는다. 그러면,

$$\begin{aligned} R_{inert} &= R_1 \\ R_{act} &= R_2 - R_1 \end{aligned}$$

II. 활성 기체로 인한 약한 반응

우선 불활성 기체로 온도와 반응열을 안정화시키고 반응열(R_1)을 읽는다. 알려진 활성 기체량이 포함된 기체 흐름을 변경한다. 그런 다음 생성물을 다시 안정화시키고 판독(R_2)한다. 불활성 기체로 다시 기체 흐름을 변경하고 생성물 안정화후 판독한다(R_3). 판독값 R_1 과 R_3 는 서로

비슷해야 한다. 반응율을 계산한다.

$$R_{inert} = (R_1 + R_3) / 2$$

$$R_{act} = R_2 - R_{inert}$$

주 - 활성 기체로 변경했을 때, 더 낮은 수준으로 안정화되기 전에 종종 열흐름(IDC 사용시)에서 강한 피크가 나타난다. 가수 분해 반응에 의해 그것은 안정시 재료로 유입되는 물의 응축 가열에 의해 유발된다.

3.6 시험 시료의 안정화

반응율 측정을 위한 시험 시료는 측정 전에 안정화되어야 한다. 휘발성 및 급성 경화 반응 등을 완성하기 위하여 적절한 열처리에 의해서 안정화가 이루어진다. 통상 예상 TI 온도에서는 48시간이 적당하다.

제2절 - 시험 절차 A, 단일 반응의 경우

4 절차 A의 적용범위

4.1 기본 가정

다음 두 가지 조건이 만족되는 경우, 절차 A가 내열성 시험에 이용된다.

- 1) 해당 온도 범위에서(TI 온도에서 일반 노화 시험의 최고 온도까지), 하나의 노화 반응이 노화 프로세스를 좌우하는 것으로 알려졌다. 이러한 지식은 이전의 노화 및 반응율 시험(즉, 밀접하게 유사한 재료)이나 재료의 이미 알려진 열화 구조에 근거한다.
- 2) 주도적인 반응은 확산 제어형이 아니거나 피시험 재료가 반응이 균일하게 일어날 수 있을 정도로 충분히 얇다.

4.2 적용범위

반응율 곡선은 해당 온도 범위에서 본질적으로 선형이다. 반응율 곡선의 굴곡은 주도적인 반응의 변화 또는 확산 제어 반응으로의 전환을 나타낸다. 그러한 경우, 절차 A의 일반 노화 시험은 굴곡 아래의 온도에서 수행되어야 한다. 또는 절차 B와 C가 실시되어야 한다.

주

1 반응율 곡선의 굴곡은 물리적 성질의 열화를 결정하는 노화 반응의 상대적인 중요성 변화와 반드시 일치하는 것은 아니다. 그러나 그것은 그러한 변화에 근접했음을 나타낼 수 있다.

2 다른 특성이나 끝지점 값이 사용되었을 때, 몇몇 재료에서는 IEC 규격 216에 따른 시험 절차가 내열성 특성의 다른 기울기를 나타낼 수 있다. 이러한 재료는 절차 B 또는 C에 따라 시험되어야 한다.

5 절차 A에서의 반응율 측정

5.1 반응율 측정의 일반적인 측면

선정된 분석적 방법은 재료의 예상 TI 온도에서 주도 반응율을 측정하는 데 적합해야 한다.

매우 낮은 경우에 산화는 특히 내열성이 적은(TI <130) 재료에서 주도 반응이 된다. 그러한 경우, 전체 산화 비율이나 CO 와 CO_2 의 총 확산 비율은 반응율의 유효한 측정이다.

내열성이 큰 재료의 경우, 주도 반응을 찾을 때 주의를 요한다. 예를 들면 산화는 높은 온도에서만 일어날 수 있다.

3항에 기술된 모든 방법은 원리적으로 절차 A의 반응율 측정에 적합하다.

5.2 반응율 측정을 위한 시험 온도

온도 범위에서의 비선형 가능성을 고려하여, 반응율 측정을 위한 시험 온도는 예상 TI 온도 아래에서부터 일반 노화 시험의 최고 온도에 20K를 더한 온도까지로 선택해야 한다.

측정은 네 가지 이상의 시험 온도에서 수행해야 한다.

5.3 시험 결과

반응율 측정에서 두 가지 가능한 시험 전략이 있다. 각 시험 온도에서 새로운 시료를 사용하거나 동일한 시료를 모든 시험 온도에서 연속적으로 사용하는 것이다. 모든 시료는 가능한 한 비슷한(되도록 동일할 것) 것으로 하고 시험에 필요한 고온 노출 기간 동안의 열 노화 범위는 가능한 한 작게 할 것이 요구된다.

5.4 가속 계수

절차 A에서는 한 반응이 노화 프로세스를 주도하는 것으로 가정한다. 결과적으로 반응율은 일반 노화 시험에서의 종결점 시간에 반비례한다.

낮은 온도에서 노화 온도까지의 가속 계수는 각 반응율의 몫의 역수로 계산한다.

6 절차 A에서의 일반 노화 시험

6.1 노화 시험 온도

일반 노화 시험을 위해 한 노화 시험 온도를 선택한다.

종결점까지의 중간 시간이 대략 1000시간이 되는 일반 노화 시험의 온도를 선택하는 것이 바람직하다.

반응율 곡선에 굴곡이 있다면 노화 온도는 굴곡 아래에서 선택해야 한다.

6.2 절차

일반 노화 시험에서, 시험 시료, 측정된 성질, 종결점 및 일반 노화 시험의 수행에 관하여 IEC 규격 216과 관련 IEC 재료 명세를 따른다.

7 절차 A에서의 평가

7.1 내열성 그래프

재료의 내열성 그래프(어떤 성질 및 종결점에 대응하는)는 다음과 같이 구성된다(그림 3 참조).

아레니우스 그래프 종이에 절차 A의 일반 노화 시험으로 얻은 종결점에 대한 중간 시간 또는 평균 시간(대수 평균)을 표시한다. 이점을 수직 방향으로 이동시켜(시간축을 따라 이동시켜) 이 점을 지나는 역반응율 곡선을 그린다.

7.2 내열성 특성의 추정

수치적 추정

7.1과 같이 역방향 반응율 곡선의 회귀선을 계산하고 일반 노화 시험의 측정된 결과 지점을 지나도록 위치시킨다. 종결점까지 20000시간에 해당하는 온도 및 2등분 간격을 계산한다. 이 값을 온도 지수/분석적 절차 A(TI_A) 및 2등분 간격/분석적 절차 A(HIC_A)로 보고한다.

주 - 기호 TI_A 는 특별한 목적으로 IEC 규격 216-3에서 사용되는 TI_a 와 혼용하여 쓰지 않는다.

그래프 측정

7.1에서 측정된 그래프로부터 종결점까지 20000시간에 해당하는 온도 및 2등분 간격을 판독한다. TI_A 와 HIC_A 를 보고한다. 내열성 그래프 측정을 위해 IEC 규격 216-3에서 정한 지시를 적용할 수 있다.

7.3 기본 가정의 정당성 확인

피시험 재료에 대한 일반 시험 결과가 존재하고 그러한 결과들이 절차 A로 얻은 결과와 일관되게 잘 부합된다면 4.1항의 기본 가정은 타당성을 갖는다. 절차 A의 일반 시험에서 피시험 특성 및 사용된 종결점이 이전의 시험에 사용된 것과 동일하지 않은 경우, 이전의 시험과 새로운 시험에서 내열성 그래프의 기울기가 서로 근접해 있다면 충분할 수 있다.

4.1항 기본 가정의 정당성을 검사하는 또 다른 방법은 절차 A에서 얻은 결과를 검증할 수 있을 정도로 충분히 낮은 온도에서 IEC 규격 216에 따라 일반 노화 시험을 수행하는 것이다. 그러한 시험은 TI_A 나 그보다 조금 높은 온도에서 실시할 수 있으며 필요한 시험 시간은 최대 20000 시간이다. 이러한 시험은 극도로 오래 유지되기 때문에 이 확인 방법은 단지 일부의 연구실로 한정한다.

절차 A의 일반적인 평가를 위한 자료를 수집하기 위하여 그러한 검사가 다른 화학적 범주의 재료에 대해서 이루어지도록 권장한다.

8 절차 A에서의 보고

8.1 시험 보고서

시험 보고서는 다음을 포함한다.

- 사용된 시험 표준 목록과 본 규격의 절차 A.
- 피시험 재료의 개별규격.
- 다음을 포함한 반응율 시험 방법의 설명.
 - 계측장비
 - 시험 시료
 - 안정화 처리
 - 시험 진행순서
- 반응율 측정 결과 및 추정 정확도

- 다음을 포함하는 일반 노화 시험 규정

- 노화 온도
- 시험 시료
- 피시험 성질
- 사용한 종결점 기준

- 다음을 포함하는 일반 노화 시험 결과

- 노화 곡선
- 종결점 도달 시간 및 신뢰도 한계 계산

- 다음을 포함한 7항에 따른 시험 결과 평가

- 내열성 그래프
- 내열성 특성 결과 및 적절한 신뢰도 한계

8.2 요약 보고

절차 A에서 얻은 내열성을 요약된 형태로 기술할 때 다음 정보가 주어져야 한다.

- 8.1항과 같은 시험 표준
- 사용한 성질 및 종결점
- 내열성 결과

추가적으로, 종결점까지의 중간 또는 평균 시간을 명확히 표시하고 내열성 그래프를 재현할 것을 권장한다.

제3절 - 시험 절차 B, 복합 반응의 경우

9 절차 B의 적용범위

9.1 기본 가정

절차 B는 해당 온도 범위(TI 온도에서 일반 노화 시험의 최고 온도까지)에서 다음의 모든 조건이 충족되는 경우에 내열성 시험에 적용된다.

- 1) 한 반응이 모든 반응 그룹을 주도하며 모든 반응 그룹은 분리될 수 있으며 동일한 유형의 반응으로 구성되어 있다(예를 들면 한 산화 반응이 산화 반응 그룹을 주도한다).
- 2) 불활성 대기에서 일어나는 중요한 반응 그룹이 오직 하나 존재한다.
- 3) 주도 반응이 확산 제어형이 아니거나 피시험 재료가 반응이 균일할 정도로 충분히 얇다.

일반적으로 중요한 세 가지 반응그룹이 있는 것으로 가정한다. 불활성 대기에서 일어나는 열분해 반응, 산화 반응, 가수분해 반응(대기의 수증기와 평형 상태인 재료 속의 물에 의해 유발). 발행된 연구물의 관점에서 이러한 가정이 관련이 있는 것으로 보인다.

각각 새로운 그룹의 반응을 유발하고 일반 노화 시험 조건에서 기체의 농도를 제어할 수 있다면 절차 B가 다른 반응 그룹을 수용할 수 있다.

9.2 적용범위

반응율 곡선은 해당 온도 범위에서 본질적으로 선형이어야 한다. 반응율 곡선의 굴곡은 그룹 내 주도 반응의 변화나 확산 제어 반응으로의 변환을 가리킨다. 그러한 경우, 절차 B의 일반 노화 시험은 굴곡 아래의 온도에서 수행되어야 한다. 굴곡이 확산 제어 반응(16.2.1 참조)과 관련되는 경우, 절차 C를 실시한다.

9.1항에 기술된 기본 가정을 만족하는 주요 노화 반응이 두 가지 이상 있다면 절차 B를 적용한다.

9.3 절차 B의 원리

절차 B는 다섯 단계로 구성된다.

- 두 기준 온도 및 적합한 대기 기준 조건의 선택
- 개별 주요 노화 반응율 측정
- 반응율 측정의 결과에 기초한 계산
 - 일반 노화 시험의 일반적인 가속 계수
 - 일반 노화 시험에 사용되는 대기 조건(산소 및 수증기 농도). 일반 노화 시험 조건에서 동일한 모든 중요한 반응을 가속하는 것이 목적이다.
 - 위의 계산은 사전 선택된 기준 온도와 일반 노화 시험에 사용되는 노화 온도를 위해 수행한다. 두 온도를 쌍으로 하여 계산을 반복한다.

- 다음, 일반적인 방법으로 일반 노화 시험을 실시한다. 단, 위에서 계산한 대기 조건을 적용한다. 여기서 각 일반 노화 시험의 노화 프로세스를 사전 선택된 기준 온도중 하나에서의 노화 프로세스와 동일하도록 변환한다. 단, 일반 가속 계수로 가속한다.
- 동일한 일반 가속 계수를 이용하여 일반 노화 시험에서 얻은 종결점 도달 시간을 기준 온도에서의 각각의 시간으로 변환할 수 있다. 시험 결과의 평가는 이러한 사실에 근거한다.

10 절차 B에서의 반응율 측정

10.1 반응율 측정의 일반적인 측면

3항에 설명된 모든 방법은 원리적으로 절차 B에서의 반응율 측정에 적합하다. 선택된 분석적 방법은 재료의 예상 TI 온도서 다른 반응율의 측정에 적합해야 한다.

동종 반응 그룹(예를 들면 산화 반응)에서, 주도 반응이 달리 알려지지 않은 경우 가장 강한 반응을 주도 반응으로 취하여 그 비율을 측정할 수 있다.

IDC 사용시, 생성물은 유사 반응 그룹의 모든 반응 열흐름의 합계에 대응한다. 생성물은 그룹에서 가장 강한 반응에 의해 결정되기 때문에 이를 그 그룹의 주도 반응을 나타내는 것으로 취한다.

10.2 반응율 측정을 위한 시험 온도

반응율 측정을 위한 시험 온도는 예상 TI 온도 아래의 온도부터 일반 노화 시험의 가능한 최고 온도에 20K을 더한 온도까지의 범위를 포괄하도록 선택해야 한다.

측정은 네 가지 이상의 시험 온도에서 수행해야 한다.

10.3 반응율 측정의 시험 순서

반응율 측정에서 두 가지의 가능한 시험 전략이 있다. 각 시험 온도마다 새로운 시료를 사용하거나 동일한 시료를 모든 시험 온도에서 연속적으로 사용하는 것이다. 모든 시료는 가능한 한 비슷하고(되도록 동일할 것) 반응율 측정에 필요한 고온 주기 동안 피상적인 열 노화가 일어나지 않을 것이 요구된다.

다른 반응율 측정과 관련하여 두 가지 시험 순서가 가능하다. 시료를 오직 하나의 반응율 측정에 사용하거나 또는 두 가지 이상의 반응율 측정에 사용하는 것이다. 3항에서 설명한 바와 같이 다른 방법은 이러한 측면에서 다른 시험 순서를 요구한다.

어떠한 시험 전략을 사용하더라도 항상 시험 재료의 동일한 상태 즉, 반응율을 측정하기 전 안정화 처리후의 상태를 대표하는 안정화된 반응율을 측정하는 것이 중요하다. 3.6항 참조.

10.4 열분해 반응

불활성 대기에서 진행되는 열화 반응은 흔히 감지되는 다른 반응보다 약하다. 따라서 적절한 불활성 기체를 사용하여 열분해 반응율을 측정하는 것이 유리하다. 보통 순도 99,999%의 질소를 사용한다.

GC 또는 MS가 사용될 때, 반응 그룹을 나타내는 적절한 반응 생성물이 발견되어야 한다. 결정적인 반응이 교차 연결 반응인 경우 그러한 생성물이 발견되지 않을 수도 있다. 그러나 분열 반응 유형은 대부분의 경우 주도 반응이며 감지, 비율 측정이 가능하다.

IDC를 사용하는 경우, 올바른 안정화 처리(3.6항 참조)가 다른 방법에서보다 중요하다. 휘발성 재료의 증발 또는 급성 경화 반응이 불명확한 생성물을 만들어내기 때문이다. 반응율 측정시 반응율이 실제로 안정하고 그릇된 피상 반응의 영향을 받지 않는지 확인할 필요가 있다. 한가지 유용한 확인 방법은 일련의 시험을 완료한 후 최저 온도에서 일련의 시험 중 시작 부분에서 실시한 측정을 반복하는 것이다.

반응율 곡선 기울기의 재현성을 높이기 위해, 동일한 시험 시료를 사용하여 연속적으로 상승하는 온도에서 반응율을 측정하는 것이 바람직하다. 전체 측정 과정에서 시료에 피상적인 노화가 나타나지 않는다면 이를 수행할 수 있다.

약한 열분해 반응에는 예를 들면 산화 비율 측정을 위하여 더 큰 시료가 필요할 수 있다.

10.5 산화

산소 농도는 20-21%이어야 한다. 단, 산소 농도의 함수로 추가적인 산화 비율 측정이 이루어지는 한두 온도에서는 예외로 한다. 이 온도에서의 산소 농도 범위는 5-59%로 한다.

시료는 모든 표면이 산소와 자유로이 접할 수 있도록 구성한다.

GC 또는 MS 사용시 CO 와 CO_2 의 총 방출 비율을 측정한다. 용접밀폐한 컨테이너를 사용하는 경우, 산소가 고갈되지 않았는지 확인하기 위해 시험 기간 말미의 산소 농도 또한 측정해야 한다.

IDC 사용시 산화 비율은 산소 함유 대기와 불활성 기체에서의 열흐름 차로 계산한다. 산화 비율이 열분해 반응율과 비교하여 약한 경우, 3.5항에서 기술된 방법을 적용해야 한다.

10.6 가수분해

시험 시료를 둘러싼 기체의 수증기 농도는 10 g/m^3 이어야 한다. 단, 수증기 농도의 함수로 추가적인 가수분해 비율 측정이 이루어지는 한두 온도에서는 예외로 한다. 이 온도에서의 수증기 농도 범위는 $5\text{--}25 \text{ g/m}^3$ 로 한다.

발행된 연구물에서, IDC는 주로 가수분해 비율의 측정에 사용되었다. 가수분해 반응율은 수증기를 함유하는 불활성 기체와 순수한 불활성 기체에서 열흐름의 차이로 측정된다.

통상 가수분해 반응은 반응 열흐름이 관련되는 한 가장 약한 반응이다. 따라서 큰 시료를 사용해야 한다. 안정화 처리(3.6항 참조)는 안정적이고 재현가능한 반응을 판독값을 얻을 수 있도록 고온에서 실시해야 한다. 3.5항에 기술된 시험 순서를 적용해야 한다.

GC 또는 MS 사용시 방출 비율이 수증기 농도에 달려 있는 하나 또는 몇 가지의 반응 생성물이 발견되어야 한다. 그러한 생성물이 알려지지 않은 경우, 여러 가지 수증기 농도에서 반응을 측정을 실시하여 확인할 수 있다.

11 절차 B에서의 계산

11.1 기준 조건

두 세트의 기준 조건을 선택해야 한다. 이러한 조건들은 피시험 재료의 해당 범위를 설명한다. 다음 방법으로 기준 조건을 선택할 것을 권장한다.

- 온도. 예상 TI 온도에 가까운 두 온도(T_{r1} 과 T_{r2})를 선정한다. 예를 들면 10K 정도 낮거나 높은 온도를 선택한다.
- 습도. 권장값은 절대습도 10 g/m^3 이다. 이 경우, 아래 식(7)에서 $C_{H_2O}(\text{ref.}) = 10 \text{ g/m}^3$ 이다.
- 산소 농도. 정상적인 대기 농도를 기준값으로 사용한다. 단, 특별한 적용은 예외로 한다. 따라서 아래의 식(6)에서 $C_{O_2}(\text{ref.}) = 21\%$ 이다.

결론적으로, 권장 기준 조건의 두 세트는,

$$[T_{r1}, \text{습도 } 10 \text{ g/m}^3, 21\% \text{ O}_2] \text{ 및 } [T_{r2}, \text{습도 } 10 \text{ g/m}^3, 21\% \text{ O}_2]$$

권장 기준 조건을 사용할 때, 기준 온도 범위의 재료의 내열성 그래프(12항에 따라 일반 노화 시험에 사용되는 특성 및 종결점에 대하여)를 측정하는 것이 가능하다.

11.2 가속 계수

기준 온도(T_{r1} 또는 T_{r2})에서 일반 노화 시험의 각 온도(T_{a1} 또는 T_{a2} , 12.2 참조)까지의 가속도 계수(A)는 해당 열분해 반응율의 몫의 역수로 계산한다.

주 - 열분해 반응이 감지하기에 너무 약하다면 산화 또는 가수분해 반응을 기본 반응으로 사용한다. 다른 반응도 동등하며 가속 계수 A를 결정한다.

11.3 일반 노화 시험에서의 조건 계산

원리

일반 노화 시험에서 다양한 반응의 가속은 동일해야 한다. 이는 노화 시험에서 활성 기체 (O_2 와 H_2O)의 농도를 변화시켜 수행한다. 노화 시험의 가속도는 활성 기체의 양에 의해서 열분해 반응의 가속도(A)과 일치한다. 다음은 여기에 필요한 계산이다.

일정 농도에서의 반응율 곡선

일정한 농도에서의 반응율 측정 결과로부터 반응율식의 상수를 계산한다.

$$\log(RR_{th}) = R0_{th} - b_{th}/T \quad (1a)$$

$$\log(RR_{O_2}) = R0_{O_2} - b_{O_2}/T \quad (1b)$$

$$\log(RR_H) = R0_H - b_H/T \quad (1c)$$

여기서 RR 은 반응율, $R0$, b 는 상수, T 는 열역학적(절대) 온도를 나타낸다. 하첨자 th , O_2 , H 는 각각 열분해, 산화, 가수분해 반응을 나타낸다.

농도 종속성

농도(C)의 함수로 나타낸 반응율 측정의 결과로부터 식에서 상수 k 와 n 을 계산한다.

$$\log(RR_{O_2}) = k_{O_2} + n_{O_2} \log C_{O_2} \quad (2a)$$

$$\log(RR_H) = k_H + n_H \log C_H \quad (2a)$$

여기서 상수 k 는 통상 0에 가깝다. 상수 n 은 해당 활성 기체로 인한 반응의 발생 순서를 나타낸다. 그리고 C 는 시험 시료 주위의 대기 중 활성 기체의 농도이다.

일반 노화 시험의 조건

식(1a), (1b), (1c)에 따라 모든 반응에 대한 가속 계수를 계산한다.

열분해

$$\log A = b_{th}(1/T_r - 1/T_a) \quad (3)$$

산화

$$\log A_{O_2} = b_{O_2}(1/T_r - 1/T_a) \quad (4)$$

가수분해

$$\log A_H = b_H(1/T_r - 1/T_a) \quad (5)$$

이 식에서 T_r 은 기준 온도(T_{r1} 또는 T_{r2} , 11.1항 참조), T_a 는 일반 노화 시험에서의 노화 시험 온도(T_{a1} 또는 T_{a2} , 12.2항 참조)이다.

T_a 와 T_r 에서 노화 프로세스의 등가는 기체 농도를 바꿔 이루어진다.

산화

$$C_{O_2}(\text{ageing}) = C_{O_2}(\text{ref.}) \times (A/A_{O_2})^{1/n_{O_2}} \quad (6)$$

가수분해

$$C_{H_2O}(\text{ageing}) = C_{H_2O}(\text{ref.}) \times (A/A_{H_2O})^{1/n_{H_2O}} \quad (7)$$

계산(식 (3)에서 (7))을 두 기준 온도에 대해 반복한다. (선택된 노화 온도 T_{a1} , T_{a2} 이 동일한 경우에도)

12항에 따른 일반 노화 시험에서 위에서 계산한 산소, 수증기 농도를 전체 노화 시험 동안 적용한다.

12 절차 B에서의 일반 노화 시험

12.1 노화 오븐

절차 B(절차 C)의 노화 오븐은 특별한 유형이다. 시험 챔버 대기 중의 O_2 와 H_2O 농도를 제어하기 위하여, 시험 시료가 담기고 사전혼합한 혼합물이 유입되는 꼭맞는 챔버를 오븐에 추가 설치한다.

시험 챔버의 기체 유동율은 반응 생성물이나 활성 기체 고갈에 의한 부정적인 효과를 막을 수 있게 충분히 커야 한다. 보통 시간당 시험 용기 부피의 5배인 기체 흐름이 적절하다.

혼합 기체는 다음과 같이 준비한다.

혼합하는 기체로는 순수 질소, 순수 산소, 산소 20% 함유 혼합 기체 중 목표로 하는 산소 농도에 적절한 기체를 사용한다. 유량계 등으로 측정한 기체의 유동량을 계산하여 이 기체 중 두 가지를 혼합한다. 탈 이온화된 무산소수에서 담근 적당한 길이의 실리콘 고무관을 통하여 기체의 흐름을 유도한다. 수온을 통제하여 관벽을 따라 확산되는 수량을 기체 흐름이 필요한 수증기 농도를 머금을 수 있게 조정한다. 후자의 농도는 기체 흐름 시스템에 영구적으로 위치해 있으며 펄스에 요소로 냉각되는 반사경인 이슬점계로 측정한다.

12.2 노화 온도

적어도 300 시간의 종결점 중간시간을 형성하는 일반 노화 시험 온도를 선택하는 것이 바람직하다. 특별한 조건(11.3항에 따른)이 외견상으로 시험 결과에 영향을 줄 수 있으나 IEC 규격 216-1의 표 1이 온도 선택에 유용하다.

반응율 곡선의 일부에 굴곡이 있다면 노화 온도는 굴곡 아래에서 선택해야 한다. 아니면 굴곡이 확산 제어 반응에 의한 것인 경우, 절차 C를 실시해야 한다.

12.3 절차

일반 노화 시험에서는 시험 시료, 측정 성질, 종결점 및 일반 노화 시험 수행과 관련하여 IEC 규격 216과 관련 IEC 재료 명세를 따라야 한다.

13 절차 B에서의 평가

13.1 내열성 그래프

내열성 그래프(그림 4)는 선택한 기준 온도(T_{r1} , T_{r2}) 범위에서 다음에 따라 구성한다.

- T_{r1} 에서의 산정 종결점 도달 시간을 알기 위해서 일반 노화 시험 1에서 얻은 종결점 도달 시간(L_{a1} , 온도 T_{a1} 에서의)을 가속 계수 A_1 과 곱한다.

$$L_{r1} = A_1 \times L_{a1}$$

- 마찬가지로 T_{r2} 에 대한 L_{r2} 를 얻는다.

$$L_{r2} = A_2 \times L_{a2}$$

- 포인트(L_{r1}, T_{r1})과 (L_{r2}, T_{r2})은 기준 온도 범위에서 시험 시료의 내열성 그래프를 정의한다. 이 값을 사용하여 내열성 그래프 상수(L_0 과 b_L)를 계산한다.

$$\log L = L + b_L / T \quad (8)$$

13.2 내열성 특성 계산

식 (8)을 사용하여 20000 시간의 종결점 도달 시간에 해당하는 온도와 2등분 간격을 계산한다. IEC 규격 216-3-1 참조. 이 값들을 온도 지수/분석적 절차 B(TI_B)와 2등분 간격/분석적 절차 B(HIC_B)로 보고한다.

13.3 기본 가정의 정당성 확인

유효하나 시간이 걸리는 확인 방법은 기준(통상 $10g/m^3$ 의 절대 습도, 정상적인 공기) 대기 조건을 사용하여 선택된 더 높은 기준 온도에서 일반 노화 시험을 수행하는 것이다. 이 시험에서 얻은 노화 곡선은 12항에서 기술하고 13.1항에 따라 기준 온도까지 계산한, 동일 특성에 대한 일반 시험에서 얻은 노화 곡선과 일치해야 한다.

또한 상기의 비교는 피시험 성질에 대하여 동일한 결과를 생성해야 한다.

14 절차 B에서의 보고

14.1 시험 보고서

시험 보고서는 다음을 포함한다.

- 사용한 시험 표준 목록 및 본 보고서의 절차 B
- 피시험 재료의 개별규격
- 선택한 기준 조건
- 다음을 포함한 반응을 시험 방법의 설명
 - 계측장비
 - 시험 시료
 - 안정화 처리
 - 시험 순서

- 반응을 측정 결과 및 추정 정확도
- 일반 노화 시험을 위해 계산한 산소 및 수증기 농도
- 다음을 포함한 일반 노화 시험의 설명
 - 노화 온도
 - 시험 시료
 - 피시험 성질
 - 사용한 종결점 기준
- 다음을 포함하는 일반 노화 시험 결과
 - 노화 곡선
 - 종결점 도달하는 시간 및 신뢰도 한계 계산
- 다음을 포함한 13항에 따른 시험 결과 평가
 - 내열성 그래프
 - 구한 내열성 특성 및 적절한 신뢰도 한계
- 일반 노화 시험 조건에서의 기체 농도

14.2 요약 보고

절차 B에서 얻은 내열성을 요약 기술하는 경우, 다음 정보를 기술해야 한다.

- 14.1항에서와 같은 시험 표준
- 사용한 성질 및 종결점
- 구한 내열성 특성

추가적으로, 내열성 그래프를 재현하고 종결점 중간 도달 시간 또는 평균 시간을 명확히 표시할 것을 권장한다.

제4절 - 시험 절차 C, 확산 복합 반응

15 절차 C의 적용범위

15.1 기본 가정

절차 C는 다음의 모든 조건이 충족되면 해당 온도 범위(TI 온도에서 일반 노화 시험 최고 온도까지)에서 내열성 시험에 적용할 수 있다.

- 1) 한 반응이 모든 반응 그룹을 주도하며 모든 반응 그룹은 분리될 수 있으며 동일한 유형의 반응으로 구성된다. (예를 들면 한 산화 반응이 산화 반응 그룹을 주도한다)
- 2) 불활성 기체에서 오직 하나의 중요 반응 그룹이 발생한다.
- 3) 주도 반응 중 겨우 하나가 확산 제어 반응이다.

일반적으로 세 가지 중요 반응 그룹이 있는 것으로 가정한다. 불활성 대기에서 일어나는 열 분해 반응, 산화 반응 및 가수분해 반응(대기의 수증기와 평형 상태인 재료에서 물에 의해 유발). 발행된 연구물의 관점에서 이 가정은 관련이 있는 것으로 보인다.

각각의 새로운 그룹의 반응을 유발하는 구체적인 활성 기체가 있고 일반 노화 시험 조건에서 기체의 농도를 제어하는 것이 가능한 경우, 절차 C는 다른 반응 그룹을 수용할 수 있다.

15.2 적용범위

반응율 곡선은 해당 온도 범위에서 본질적으로 선형이어야 한다. 단, 확산 제어 반응은 예외가 될 수 있다. 반응율 곡선의 굴곡은 그룹내 주도 반응의 변화나 확산 제어 반응으로의 변환을 나타낸다. 그러한 경우, 절차 C의 일반 노화 시험은 비확산 제어 반응의 선형 범위에서 실시해야 한다.

15.1.1항의 기본 가정을 만족하는 중요 노화 반응이 두 가지 이상인 경우, 절차 C를 적용해야 한다.

16 절차 C에서의 반응율 측정

16.1 반응율 측정의 일반적인 측면

3항에 설명된 모든 방법은 원리적으로 절차 C의 반응율 측정에 적합하다. 선택한 분석적 방법은 재료의 예상 TI 온도에서 다른 반응율의 측정에 적절하다.

동종 반응 그룹에서(예를 들면 산화 반응) 주도 반응이 달리 알려지지 않았다면 가장 강한 반응을 주도 반응으로 취하여 그 반응열을 측정할 수 있다. IDC 사용시 생성물은 유사 반응 그룹의 모든 반응 열흐름의 총합에 해당한다.

시험 시료의 안정화와 관련하여 반응열 측정을 위한 시험 온도, 시험 순서, 다른 반응의 특징은 3.5항과 10.2~10.6항의 지시를 따른다.

절차 C에 정한 모든 반응열 측정은 모든 노화 반응이 균일하게 일어날 수 있는 얇은 시험 시료를 사용하여 실시해야 한다. 필요한 경우, 16.2.1항에 따라 필름 두께가 충분히 얇음을 알기 위한 예비 측정을 실시해야 한다. 또한 16.2항에서 설명하는 측정을 수행해야 한다.

16.2 확산 제어 반응 경우의 추가적인 측정

16.2.1 확산 제어 반응의 감지

확산 제어 반응을 발견하는 올바른 방법은 다른 두께의 시료를 사용하여 반응열 측정의 일부를 수행하는 것이다. 균일한 반응에서 반응열은 시료의 질량에 비례한다. 반면, 확산 제어 반응에서는 반응열이 시료의 표면 면적에 달려 있다. 완전한 확산 제어 반응의 경우(확산하는 기체의 농도가 시험 시료의 가장 깊은 부분에서 0이 되는 경우), 반응열은 시료의 표면 면적에 비례한다.

16.2.2 추가 반응열 측정

확산 제어 반응이 완전하게 확산 제어될(16.2.1항 참조) 정도로 두꺼운 시험 시료를 사용하여 16.1항의 측정과 마찬가지로 동일한 온도 범위에서 확산 제어 반응열을 측정하기 위한 측정을 수행한다.

주

1 - 확산 제어 반응에 관여되는 활성 기체의 확산 상수와 그 온도 종속성이 측정 온도 범위에 대하여 알려진 경우, 추가 측정은 필요하지 않다.

2 - 완전한 확산 제어 반응이 일어나는 재료 두께를 찾을 수 없거나 사용할 수 없는 경우, 좀더 상세한 절차는 참고 문헌 [9]를 참조한다.

17 절차 C에서의 계산

17.1 기준 조건

두 가지 기준 조건 세트를 선택해야 한다. 이 조건들은 피시험 재료에 대한 해당 범위를 설명한다. 다음 방법으로 기준 조건을 선택할 것을 권장한다.

- 온도. 예상 TI 온도에 근접한 두 온도를 선택한다. 예를 들면 10K 높은 온도와 낮은 온도를 선택한다.
- 습도. 권장값은 절대 습도 10 g/m^3 이다. 이 경우 11.3항의 식(7)에서 $C_{H_2O}(\text{ref.}) = 10 \text{ g/m}^3$ 이다.
- 산소 농도. 정상 대기 농도를 기준값으로 사용한다. 단, 특별한 적용의 경우는 예외로 한다. 따라서 11.3항 식(6)에서 $C_{O_2}(\text{ref.}) = 21\%$ 이다.
- 일반 노화 시험의 기본이 되는 시험 시료 치수를 선택한다. 이 치수는 성질 측정을 위한 시험 표준을 따르거나 전형적인 절연재료를 반영해야 한다. 다음으로 노화 프로세스의 등가 원리를 만족하기 위해 일반 노화 시험에서의 실제 치수를 계산함에 유의한다. (17.4항 참조)

권장 기준 조건을 사용하면 기준 온도 범위에서 재료의 내열성 그래프(18항에 따라 일반 노화 시험에 사용되는 성질, 종결점, 기준 두께에 대하여)를 결정하는 것이 가능하다.

17.2 가속 계수

11.2항의 규칙을 따른다.

17.3 일반 노화 시험 조건의 계산

얇은 시험 시료의 반응율 값을 이용하며 11.3항의 규칙을 따른다.

17.4 일반 노화 시험을 위한 시료 치수의 계산

온도 T_a 에서의 일반 노화 시험의 경우, 산화 반응이 확산 제어 반응이라 가정하고 다음 식을 사용하여 시료 치수 d_a 를 계산한다.

$$d_a = \frac{d_r}{A_{O_2}} \times \left[\frac{RE_a}{RD_r} \right]^{1/2} \times \left[\frac{C_{O_2}(\text{ageing})}{C_{O_2}(\text{ref})} \right]^{(1-n_{O_2})/2} \quad (9)$$

위의 기호는 다음 의미를 갖는다.

d_a 와 d_r 은 각각 시험 시료의 치수(즉, 두께)이며 하첨자 a는 일반 노화 시험, r은 기준 조건을 뜻한다.

A_{O_2} 는 산화 반응의 가속 계수를 나타낸다. 식(4) 참조.

RD_a 와 RD_r 은 16.2.2항에 따라 결정된 각 조건에서의 “두꺼운” 시험 시료의 반응율이다.

$C_{O_2}(ageing)$ 와 $C_{O_2}(ref)$ 는 식(6)에서와 동일한 의미를 갖는다.

n_{O_2} 는 산화 반응에 대한 식(2)에서 계산된 n값.

다른 일부 반응이 산화 반응이 아닌 확산 제어 식(9)의 하첨자 O_2 를 따라서 변경해야 한다.

반응율 측정이 16.2항에서 기술한 측정과 어긋나는 경우, 계산 방법을 변경할 수 있다. 그러한 경우는 참고문헌 [9]를 참조한다.

주 - 확산 상수 값이 알려진 경우, 식(9)의 RD_a 를 $RR_a \times RD_a$ 로 바꾼다. 여기서 RR_a 는 온도 T_a 에서 얇은 시험 시료의 반응율, D_a 는 T_a 에서의 확산계수를 나타낸다. RD_r 도 따라서 변경한다.

18 절차 C에서의 일반 노화 시험

18.1 노화 오븐

12.1항의 설명을 따른다.

18.2 노화 온도

적어도 300시간의 종결점 도달 중간 시간을 생성하는 두 일반 노화 시험 온도(T_{a1} 또는 T_{a2})를 선택하는 것이 바람직하다. 특별 조건(17.3항에 따른)이 외견상 시험 결과에 영향을 주나 IEC 규격 216-1의 표 1은 온도 선택에 유용하다.

18.3 절차

일반 노화 시험에서, 피측정 성질, 종결점, 노화 시험의 수행과 관련하여 IEC 규격 216 및 관련 IEC 재료 명세를 따라야 한다.

시험 시료는 17.4항에서 계산된 치수여야 한다. 그렇지 않은 경우, IEC 규격 216 또는 관련 IEC 재료 명세를 따른다.

19 절차 C에서의 평가

19.1 내열성 그래프

13.1항에서 정한 규칙을 따른다.

19.2 내열성 특성 계산

식(8)을 사용하여 20000 시간의 종결점 도달 시간 및 2등분 간격에 대응하는 온도를 계산한다. IEC 규격 216-3-1을 참조한다. 이 온도를 지수/분석적 절차 C(TI_c) 및 2등분 간격/분석적 절차 C(HIC_c)로 보고한다.

19.3 기본 가정의 정당성 확인

13.3항 참조

20 절차 C에서의 보고

20.1 시험 보고서

시험 보고서는 다음을 포함한다.

- 사용한 시험 표준 목록 및 본 보고서의 절차 C
- 시험 재료의 개별규격
- 선택한 기준 조건
- 다음을 포함한 반응율 시험 방법의 설명
 - 계측장비
 - 시험 시료
 - 안정화 처리
 - 시험 순서
- 반응율 측정 결과 및 추정 정확도
- 일반 노화 시험을 위해 계산된 산소 및 수증기 농도

- 다음을 포함하는 일반 노화 시험의 설명

- 노화 온도
- 시험 시료 및 두께
- 피시험 성질
- 사용한 종결점 기준

- 다음을 포함하는 일반 노화 시험 결과

- 노화 곡선
- 종결점 도달 시간 및 신뢰도 한계 계산

- 다음을 포함한 13항에 따른 시험 결과 평가

- 내열성 그래프
- 구한 내열성 특성 및 적절한 신뢰도 한계

14.2 요약 보고

절차 C에서 얻은 내열성을 요약 기술하는 경우, 다음 정보를 기술해야 한다.

- 20.1항에서와 같은 시험 표준

- 사용한 성질 및 종결점

- 구한 내열성 특성

추가적으로 내열성 그래프를 재현하고 종결점 도달 중간 시간 또는 평균 시간을 명확히 표시할 것을 권장한다.

부록 A

시험 절차 B, C의 이론적 원리

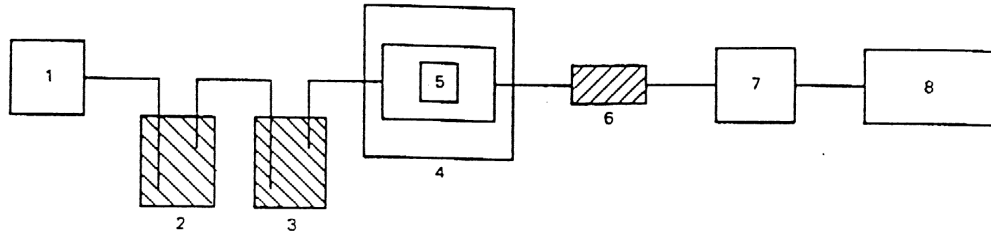
절차 B의 주원리는 온도 T_a 에서 진행되는 노화 프로세스를 더 낮은 기준 온도 T_r 에서의 노화 프로세스와 동일하게 변경하는 것이다. 노화 프로세스의 모든 노화 반응이 동일한 양으로 가속된다면 이 노화 프로세스들은 정의에 따라 동일하다. 이는 그러한 경우, T_a , T_r 에서의 상대적인 반응율만 달라졌을 뿐 재료의 화학적 성분에는 동일한 변화가 일어남을 보여준다.(따라서 T_r 에서의 가속도에 비례하는 T_a 에서의 노화 프로세스의 일반 가속도가 정의된다) 결과적으로 동일한 가속도가 물리적 노화 즉, 일반 유형의 노화 시험에서 재료의 성질 열화에도 적용된다.

모든 반응(적어도 한 가지)이 주위 대기의 활성 기체에 의해 일어나는 경우(산소에 의한 산화 및 물에 의한 가수분해), 중요 노화 반응은 증가할 수 있다. 이 반응율은 기체의 농도를 적당히 바꿈으로써 변할 수 있다. 불활성 대기에서도 진행되는 반응은 열분해 반응이라 하며 그 가속도(T_a 와 T_r 사이)는 다른 반응이 수용되는 일반 가속 계수를 결정한다.

실제 시험에서 이러한 원리를 구현하려면 우선 개별 반응율을 적절한 온도 범위에서 측정해야 한다. 다음으로 반응이 증가가 되는 시험 대기를 적용하여 일반 유형의 노화 시험을 실시한다.

위에서 결정한 일반 가속 계수는 물리적 노화에도 적용되므로 일반 노화 시험에서 성질 값에 도달하는 시간은 일반 가속 계수를 곱하여 선택한 기준 온도에서의 시간으로 변환할 수 있다.

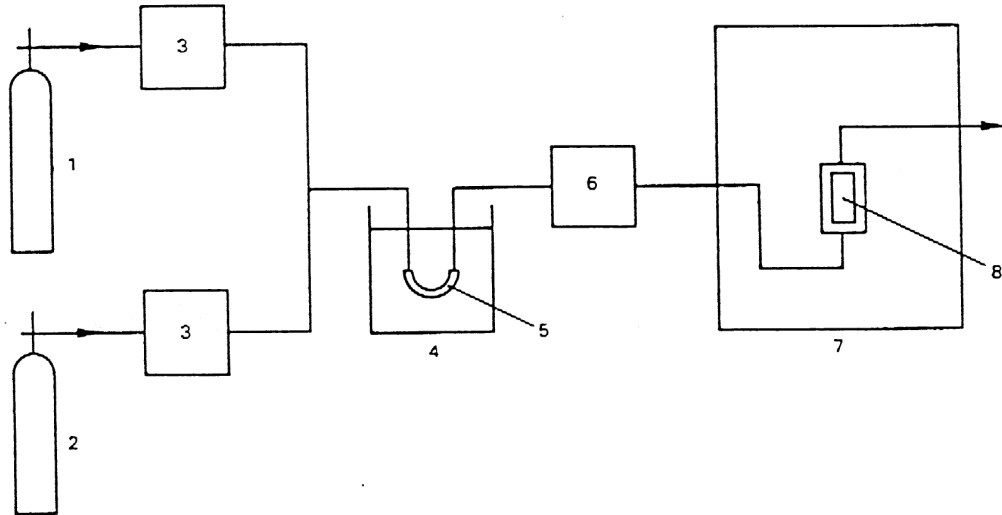
절차 C의 원리는 절차 B의 원리에 밀접하게 따른다. 단, 절차 C에서는 반응 중 하나가 확산 제어 반응일 수도 있다. 재료에서 활성 기체의 확산율은 농도 구배에 비례한다(즉, 그러한 확산은 Fick의 법칙을 따른다)는 가정 아래 절차 B에서와 동일한 원리가 여기에 적용됨을 보일 수 있다. 한 가지 추가 조건은 온도 T_a 에서 시험 시료의 치수는 T_r 에 대해서 유효한 것으로 가정한 치수와 특정한 관계를 가져야 하는 것이다.



IEC 465/91

- 1 - 공기 흐름 조절기가 부착된 압축기
- 2 - CO_2 흡수체
- 3 - H_2O 흡수체
- 4 - 공기 교환 조절용 밀폐 챔버가 부착된 오븐
- 5 - 시험 시료
- 6 - CO_2 산화체(필요한 경우)
- 7 - 기체 샘플러
- 8 - 기체 크로마토그래프

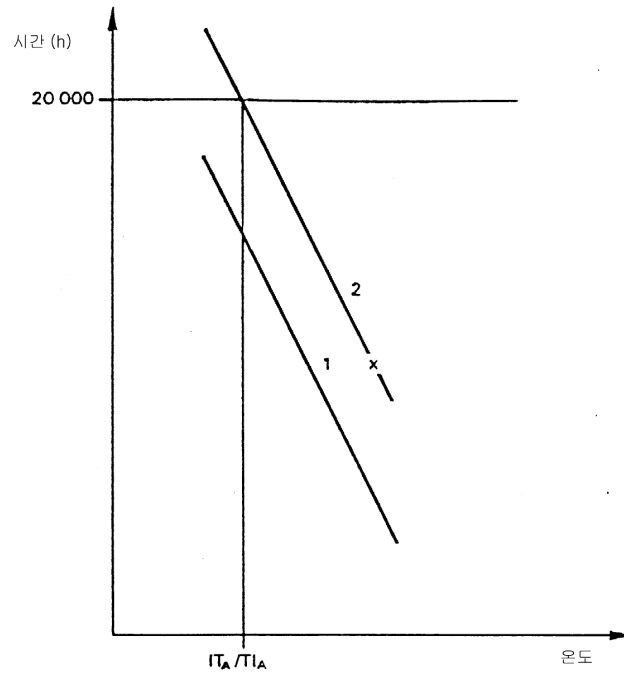
그림 1 - 절차 A의 반응율 측정 배열에



IEC 466/91

- 1 - 흐름 조절기가 부착된 산소 용기
- 2 - 흐름 조절기가 부착된 질소 용기
- 3 - 유량계
- 4 - 기체 흐름 가습기: 온도 제어 수조
- 5 - 실리콘 고무관
- 6 - 이슬점계
- 7 - 등온시차열량계(IDC)
- 8 - 시험 시료가 있는 시험 셀

그림 2 - IDC를 사용하는 절차 A, B, C의 반응을 측정 배열에



IEC 467/91

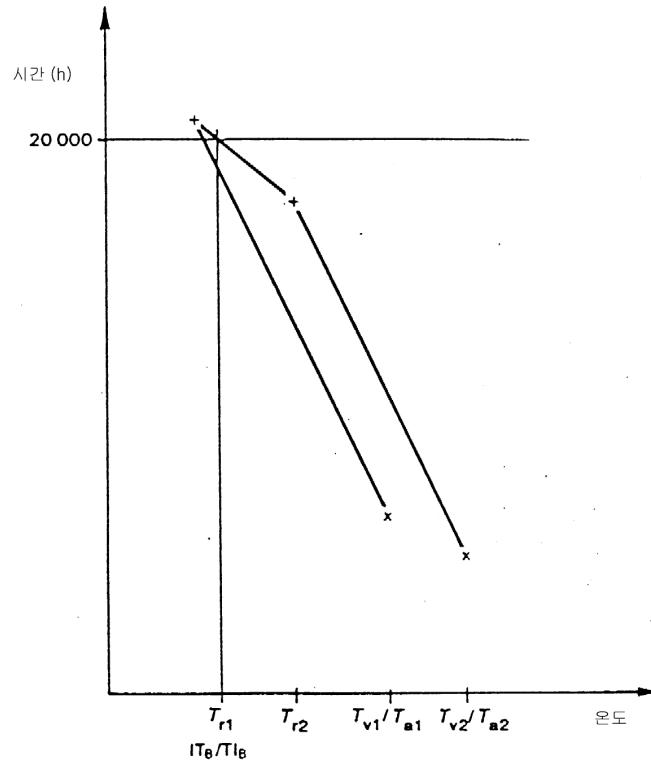
x - 일반 노화 시험 결과

1 - 역반응을 곡선

2 - 내열성 그래프 작성을 위한 역반응을 곡선 위치

T_{I_A} - 온도 지수/분석적 절차 A

그림 3 - 절차 A에서의 시험 결과 평가



IEC 468/91

x - 일반 유형의 노화 시험에서 종결점 도달 시간

+ - 기준 온도에서의 종결점 도달 시간

TI_B - 온도 지수/분석적 절차 B(또는 C)

그림 4 - 절차 B 또는 C: 시험 결과 평가