

# Norme internationale



# 4589

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## Plastiques — Essais de réaction au feu — Détermination de l'indice d'oxygène

*Plastics — Determination of flammability by oxygen index*

Première édition — 1984-12-15

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 4589:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c276c25-258c-4a5e-b4ce-440b000b448f/iso-4589-1984>

CDU 678.5/.8 : 620.1 : 536.468

Réf. n° : ISO 4589-1984 (F)

**Descripteurs :** plastique, essai, essai de comportement au feu, détermination, inflammabilité, matériel d'essai, spécimen d'essai, dimension, marquage.

Prix basé sur 15 pages

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4589 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c276c25-258c-4a5e-b4ce-440b000b448f/iso-4589-1984>

# Plastiques — Essais de réaction au feu — Détermination de l'indice d'oxygène

## 0 Introduction

La présente Norme internationale a été élaborée pour harmoniser les différents modes opératoires d'essais développés par différentes organisations de normalisation nationales sur des méthodes similaires.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de détermination de la concentration minimale d'oxygène, dans un mélange oxygène/azote, qui permet d'entretenir la combustion de petites éprouvettes verticales dans des conditions spécifiées d'essai. Les résultats sont définis comme valeurs de l'indice d'oxygène.

Les méthodes sont définies par les essais de matériaux sous forme de barreaux ou feuilles rigides jusqu'à des épaisseurs de 10,5 mm. Ces méthodes sont utilisables pour les matériaux compacts, laminés ou cellulaires à l'exception des produits cellulaires ayant une masse volumique apparente supérieure à 100 kg/m<sup>3</sup>. La méthode peut aussi être utilisée pour certains produits cellulaires dont la masse volumique apparente est inférieure à 100 kg/m<sup>3</sup>. Une méthode comportant un support vertical est prévue également pour les films et feuilles souples.

Les résultats d'indice d'oxygène obtenus à l'aide des méthodes décrites dans la présente Norme internationale peuvent donner des mesures précises des caractéristiques de combustion des matériaux dans des conditions spécifiées de laboratoire, et de plus peuvent être utilisés pour des besoins de contrôle de qualité. Les résultats obtenus dépendent de la forme de l'orientation de la pièce et des conditions d'allumage. Il peut être nécessaire, pour des produits ou des applications particuliers, de spécifier des conditions d'essai différentes. De telles exigences devraient faire référence à d'autres normes. Les résultats obtenus à partir d'éprouvettes de différentes épaisseurs ou en utilisant différents procédés d'allumage peuvent ne pas être comparables et n'ont pas de corrélation avec le comportement au feu dans les conditions réelles d'emploi.

Les résultats obtenus conformément à la présente Norme internationale ne peuvent être utilisés pour décrire ou apprécier les risques d'incendie présentés par un matériau dans des conditions réelles d'incendie, sauf s'ils sont utilisés comme un des éléments d'appréciation du risque en prenant en compte tous les facteurs entrant dans cette appréciation du risque d'incendie pour une application particulière du matériau.

## NOTES

1 Les méthodes ne peuvent pas être applicables de façon satisfaisante aux produits présentant des hauts taux de rétraction à la chaleur comme par exemple les films orientés.

2 Pour déterminer les caractéristiques de propagation de la flamme des matériaux cellulaires de masse volumique apparente inférieure à 100 kg/m<sup>3</sup>, l'attention est attirée sur la méthode spécifiée dans l'ISO 3582 pour les essais d'éprouvettes horizontales.

## 2 Références

ISO 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

ISO 293, *Plastiques — Moulage par compression des éprouvettes en matières thermoplastiques.*

ISO 294, *Plastiques — Moulage par injection des éprouvettes en matières thermoplastiques.*

ISO 295, *Plastiques — Moulage par compression des éprouvettes en matières thermodurcissables.*

ISO 845, *Plastiques cellulaires et caoutchouc — Détermination de la masse volumique.*

ISO 2818, *Plastiques — Préparation des éprouvettes par usinage.*

ISO 2859, *Applications des méthodes statistiques — Règles et tables d'échantillons pour les contrôles par attributs.*

ISO 3167, *Plastiques — Préparation et utilisation d'éprouvettes à usages multiples.*

ISO 3582, *Matières alvéolaires à base de plastique et de caoutchouc — Méthode de laboratoire pour la détermination du comportement au feu de petites éprouvettes soumises en position horizontale à une flamme de faible intensité.*

ISO 4893, *Plastiques — Préparation des éprouvettes en matières thermodurcissables par injection.<sup>1)</sup>*

ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires.*

ISO 6400, *Plastiques — Moulage par compression d'éprouvettes en matières à mouler thermoplastiques semi-cristallines — Préparation d'éprouvettes de référence d'un état reproductible.<sup>1)</sup>*

1) Actuellement au stade de projet.

### 3 Principe

Une petite éprouvette est placée verticalement dans un mélange oxygène/azote circulant à travers une cheminée transparente. L'extrémité supérieure de l'éprouvette est allumée et le temps de combustion et la longueur brûlée sont comparés avec les limites spécifiées pour ces caractéristiques. La concentration minimale d'oxygène est estimée, en essayant une série d'éprouvettes dans différentes concentrations d'oxygène, dont la moitié des éprouvettes dépasse au moins une des limites spécifiées de comportement à la combustion.

### 4 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

**indice d'oxygène:** Concentration minimale d'oxygène, en pourcentage en volume, d'un mélange oxygène/azote introduit à  $23 \pm 2$  °C qui permet juste d'entretenir la combustion d'un matériau dans des conditions spécifiées d'essai.

### 5 Appareillage

L'appareillage suivant doit être installé selon les schémas des figures 1 et 2.

**5.1 Cheminée d'essai,** comprenant un tube de verre résistant à la chaleur, maintenu en position verticale sur une base par laquelle arrivera le mélange gazeux contenant de l'oxygène.

La cheminée aura, de préférence, une hauteur minimale de 450 mm et un diamètre intérieur minimal de 75 mm. L'ouverture supérieure doit être rétrécie, si nécessaire, par un couvercle ayant un élément pour restriction de la sortie de gaz conduisant à une vitesse d'au moins 90 mm/s quand le flux gazeux dans la cheminée a une vitesse de 30 mm/s (voir la note). On peut utiliser des cheminées ayant d'autres dimensions, avec ou sans ouverture réduite au sommet, si les résultats obtenus s'avèrent équivalents.

Le fond de la cheminée, ou la base sur laquelle elle est montée, doit comporter un dispositif assurant une bonne répartition du mélange gazeux qui y entre. Le moyen conseillé consiste en un lit, de 80 à 100 mm d'épaisseur, de billes de verre de 3 à 5 mm de diamètre. On peut utiliser d'autres moyens, comme des distributeurs radiaux, si les résultats obtenus s'avèrent équivalents. On peut monter un écran poreux sous le porte-éprouvette pour éviter que la chute des débris de combustion ne gêne l'entrée du gaz et sa répartition uniforme.

Le support de la cheminée peut comporter un dispositif de nivelage, avec indicateur, pour faciliter la mise à la verticale de la cheminée et de l'éprouvette. Un écran noir peut faciliter l'observation des flammes dans la cheminée.

NOTE — Pour les tubes de 75 à 100 mm de diamètre, un couvercle conduisant à un diamètre de sortie de 40 mm, ce dernier étant situé à au moins 10 mm au-dessus du sommet de la cheminée cylindrique, a permis d'obtenir des résultats satisfaisants.

**5.2 Porte-éprouvette,** permettant de maintenir l'éprouvette verticale au centre de la cheminée.

Les éprouvettes rigides doivent être maintenues par une petite pince qui est située à au moins 15 mm du point de l'éprouvette le plus proche susceptible de brûler avant que le critère de combustion (critère de distance) ne soit satisfait. Les éprouvettes flexibles, feuilles ou films, doivent être maintenues par les deux bords verticaux d'un châssis similaire à celui représenté à la figure 2, avec des traits repères à 20 et 100 mm du bord supérieur du support.

Le support doit être profilé pour diminuer l'effet de turbulence occasionnée sur le flux gazeux.

**5.3 Alimentation en gaz,** comprenant des sources d'oxygène et d'azote purs à au moins 98 % (m/m) et/ou de l'air purifié (contenant 20,9 % d'oxygène), selon le cas.

L'humidité du mélange gazeux entrant dans la cheminée doit être inférieure à 0,1 % (m/m), à moins qu'il ait été montré que les résultats ne sont pas affectés par des degrés d'humidité supérieurs. Le système d'alimentation en gaz doit comprendre un appareil de dessiccation ou un dispositif de surveillance ou d'échantillonnage du gaz pour en contrôler l'humidité, à moins que l'on sache que l'humidité des gaz fournis est acceptable.

Les canalisations d'alimentation en gaz doivent être connectées de sorte que les gaz soient bien mélangés avant de parvenir au dispositif de répartition du gaz à la base de la cheminée, afin que la variation de la concentration d'oxygène dans le mélange ascendant dans la cheminée soit, dans la partie de la veine située sous l'éprouvette, inférieure à 0,2 % (V/V).

NOTE — On ne devrait pas tenir pour acquis que les fournitures commerciales en oxygène et azote embouteillées de pureté supérieure à 98 % (m/m) contiendront toujours moins de 0,1 % (m/m) de vapeur d'eau. Des teneurs massiques en vapeur d'eau de 0,003 à 0,01 % sont courantes, mais, quand la pression dans les bouteilles de gaz descend au-dessous de 1 MPa, l'humidité du gaz peut monter au-dessus de 0,1 % (m/m).

**5.4 Dispositifs de mesure et de contrôle des débits de gaz,** permettant d'établir la concentration d'oxygène dans le mélange gazeux entrant dans la cheminée à 0,5 % (V/V) près et de l'ajuster à 0,1 % (V/V) près quand la vitesse du gaz à travers la cheminée est de  $40 \pm 10$  mm/s à  $23 \pm 2$  °C.

Un dispositif doit être prévu pour vérifier ou faire en sorte que la température du mélange gazeux entrant dans la cheminée soit de  $23 \pm 2$  °C. Si ce dispositif comporte une sonde interne, sa position et son profil doivent être prévus pour créer le moins de turbulence possible dans la cheminée.

NOTE — Parmi les dispositifs de mesure et de contrôle qui se sont avérés satisfaisants, on peut noter

- des robinets à pointeau sur chaque canalisation d'amenée de gaz et sur la canalisation de mélange, un analyseur paramagnétique d'oxygène qui échantillonne en permanence le mélange gazeux, et un débitmètre pour indiquer quand l'écoulement dans la cheminée est dans les limites fixées;
- des buses, des régulateurs de pression et des manomètres sur chaque canalisation d'alimentation avant mélange;
- des robinets à pointeau et des débitmètres étalonnés sur chaque canalisation avant mélange.

Les dispositifs b) et c) peuvent nécessiter l'étalonnage après assemblage de façon à garantir que les erreurs composées des parties constitutives ne dépassent pas les exigences du présent paragraphe.

**5.5 Dispositif d'allumage par flamme**, comprenant un tube destiné à être introduit dans la cheminée et dont l'extrémité, de  $2 \pm 1$  mm de diamètre, produit une flamme devant être appliquée sur l'éprouvette.

Le combustible de la flamme doit être du propane sans mélange préalable d'air. L'alimentation en gaz doit être réglée de façon que la flamme soit projetée de l'orifice du tube jusqu'à  $16 \pm 4$  mm du bec lorsque celui-ci est en position verticale dans la cheminée, la flamme brûlant dans l'atmosphère de la colonne.

**5.6 Chronomètre**, capable de mesurer les intervalles d'au plus 5 min avec une justesse de  $\pm 0,2$  s.

**5.7 Dispositif d'évacuation**, assurant une aspiration suffisante pour évacuer les fumées ou la suie qui se dégagent de la cheminée, sans perturber le débit du gaz dans la cheminée, ni sa température.

NOTE — Si des essais sont faits sur des matériaux créant de la suie, il se peut qu'il faille nettoyer le verre de la cheminée pour conserver une bonne visibilité, ainsi que le capteur de température et les entrées de gaz ou la grille pour assurer le bon fonctionnement de l'ensemble. On prendra les précautions qui s'imposent pour protéger le personnel contre les matières toxiques ou les brûlures pendant les essais ou les opérations de nettoyage.

## 6 Étalonnage de l'appareillage

Pour rester conforme à la présente Norme internationale, l'appareillage doit être étalonné périodiquement conformément aux instructions données dans l'annexe A avec des fréquences données dans le tableau 1.

Tableau 1 — Fréquence de l'étalonnage de l'appareillage

Élément	Période maximale
Contrôle du flux gazeux	6 mois
Contrôle de la concentration d'oxygène	6 mois
Joint du système de gaz (comme requis dans le chapitre A.2 de l'annexe A)	
a) joints très sollicités pendant l'emploi ou le nettoyage de l'appareillage	24 h
b) joints peu sollicités	6 mois

Tableau 2 — Dimensions des éprouvettes

Type d'éprouvette <sup>1)</sup>	Dimensions			Type d'utilisation
	Longueur mm	Largeur mm	Épaisseur mm	
I	80 à 150	$10 \pm 0,5$	$4 \pm 0,25$	Dimensions pour matériaux moulés
II	80 à 150	$10 \pm 0,5$	$10 \pm 0,5$	Dimensions pour matériaux cellulaires
III <sup>2)</sup>	80 à 150	$10 \pm 0,5$	$< 10,5$	Pour feuilles « en l'état »
IV	70 à 150	$6,5 \pm 0,5$	$3 \pm 0,25$	Autres dimensions pour matériaux moulés ou rigides, ou feuilles, pour fournitures électriques
V <sup>2)</sup>	$140 \begin{smallmatrix} 0 \\ -5 \end{smallmatrix}$	$52 \pm 0,5$	$< 10,5$	Pour films ou feuilles flexibles

1) Les éprouvettes des types I, II, III et IV conviennent pour les matériaux qui sont rigides dans ces dimensions.

Les éprouvettes du type V conviennent pour les matériaux qui nécessitent un support pendant l'essai.

2) Les résultats obtenus en utilisant des éprouvettes du type III ou du type V peuvent seulement être comparés avec les résultats obtenus sur des éprouvettes de même type et de même épaisseur. Les tolérances d'épaisseur pour de tels produits sont données dans d'autres normes.

## 7 Préparation des éprouvettes

### 7.1 Échantillonnage

L'échantillon doit être suffisant pour la préparation d'au moins 15 éprouvettes. L'échantillon doit être prélevé, le cas échéant, conformément aux spécifications du matériau, ou alors conformément à l'ISO 2859.

NOTE — Pour un matériau dont l'indice d'oxygène est connu à  $\pm 2$ , 15 éprouvettes peuvent être suffisantes. Pour les matériaux d'indice d'oxygène inconnu ou qui présente un comportement fluctuant, 15 à 30 éprouvettes peuvent être nécessaires.

### 7.2 Dimensions et préparation des éprouvettes

En utilisant si possible les procédures compatibles avec les spécifications du matériau ou les Normes internationales pour la préparation d'éprouvettes, mouler ou découper les éprouvettes aux dimensions correspondant à celles du tableau 2.

S'assurer que les surfaces des éprouvettes soient propres et exemptes de bavures qui pourraient affecter le comportement au feu.

Noter la position et l'orientation des éprouvettes par rapport à toute asymétrie de l'échantillon.

#### NOTES

1 Certaines spécifications de matériaux peuvent indiquer le choix et l'identification de l'« état de l'éprouvette » utilisée, par exemple dans un « état défini » ou dans un « état de relaxation parfaite » pour des polymères ou copolymères à base de styrène.

2 En l'absence de spécifications du matériau considéré, un ou plusieurs des modes opératoires spécifiés dans l'ISO 293, l'ISO 294, l'ISO 295, l'ISO 2818, l'ISO 3167, l'ISO 4893 ou l'ISO 6400 peuvent être utilisés.

3 Les résultats d'indice d'oxygène peuvent être significativement affectés par les différences dans la facilité d'allumage ou de combustion, dues à la non-homogénéité du matériau (par exemple différents niveaux de retrait pour des éprouvettes découpées dans différentes directions dans un film thermoplastique asymétriquement orienté).

### 7.3 Marquage des éprouvettes

Pour repérer la distance de combustion des éprouvettes, celles-ci peuvent être marquées avec des lignes transversales à un ou plusieurs endroits, ceci étant fonction du type d'éprouvette et du procédé d'allumage à utiliser. Les éprouvettes de matériaux rigides sont marquées, de préférence, sur les deux faces adjacentes. Si des encres à solvants sont employées, les repères doivent être secs avant le début de l'essai.

#### 7.3.1 Repères pour les éprouvettes essayées par allumage du sommet

Les éprouvettes des types I, II, III ou IV, devant être essayées conformément au procédé A (voir 8.2.1), doivent être marquées à 50 mm de l'extrémité qui est à allumer.

#### 7.3.2 Repères pour les éprouvettes essayées par allumage propageant

Les traits repères pour l'essai des éprouvettes du type V sont placés sur le support (voir figure 2), mais de telles éprouvettes peuvent être marquées à 20 et 100 mm de l'extrémité qui est à allumer.

Si les éprouvettes des types I, II, III et IV doivent être essayées, conformément au procédé B (voir 8.2.1 et 8.2.3), elles doivent être marquées à 10 et 60 mm de l'extrémité qui est à allumer.

### 7.4 Conditionnement

Sauf spécification contraire donnée dans d'autres normes, chaque éprouvette doit être conditionnée durant au moins 88 h à  $23 \pm 2$  °C et  $(50 \pm 5)$  % d'humidité relative immédiatement avant l'essai.

NOTE — Les échantillons de matériaux cellulaires qui peuvent contenir des matières volatiles inflammables devront être purgés de ces matières volatiles avant conditionnement à 23 °C et 50 % d'humidité relative. Les éprouvettes peuvent être purgées de façon satisfaisante par un préconditionnement dans des étuves convenablement ventilées durant 168 h. Des blocs importants de tels matériaux peuvent nécessiter un prétraitement plus long. Les moyens utilisés pour le découpage des éprouvettes de matériaux cellulaires contenant des matières volatiles devraient être compatibles avec les risques encourus.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Mise en place de l'appareillage et de l'éprouvette

**8.1.1** Maintenir l'appareillage à  $23 \pm 2$  °C. Si nécessaire, maintenir les éprouvettes dans une enceinte à  $23 \pm 2$  °C et  $(50 \pm 5)$  % d'humidité relative de laquelle chaque éprouvette peut être retirée au moment opportun.

**8.1.2** Réétalonner les différentes parties de l'appareillage, si nécessaire (voir chapitre 6 et annexe A).

**8.1.3** Régler la concentration d'oxygène à une valeur choisie. Lorsque ceci est possible, utiliser les résultats de l'expérience pour des matériaux similaires. Parallèlement, essayer d'allumer une éprouvette dans l'air et noter le comportement. Si l'éprouvette brûle rapidement, retenir une concentration initiale d'oxygène d'environ 18 % (V/V); si l'éprouvette brûle légèrement ou de façon instable, retenir une concentration initiale d'oxygène d'environ 21 %; si l'éprouvette ne continue pas à brûler dans l'air, retenir une concentration initiale d'oxygène d'au moins 25 %, en fonction de la difficulté d'allumage ou de la durée de la combustion avant extinction dans l'air.

**8.1.4** S'assurer que la cheminée d'essai est verticale (voir figure 1). Monter une éprouvette verticalement au centre de la cheminée, de façon que le sommet de l'éprouvette soit à au moins 100 mm au-dessous de l'ouverture de la cheminée et que la partie exposée la plus basse de l'éprouvette soit à au moins 100 mm au-dessus du sommet du système de répartition du gaz situé à la base de la cheminée (voir figure 1 ou figure 2, selon le cas).

**8.1.5** Régler les débitmètres de façon qu'un mélange oxygène-azote à  $23 \pm 2$  °C, contenant la concentration désirée d'oxygène possède une vitesse de  $40 \pm 10$  mm/s à l'intérieur de la cheminée. Laisser le flux gazeux s'écouler durant au moins 30 s pour purger la cheminée avant l'allumage de chaque éprouvette et maintenir le flux gazeux sans changement au cours de l'allumage et de la combustion de chaque éprouvette.

Noter la concentration d'oxygène utilisée, en pourcentage en volume, calculée conformément aux équations données dans l'annexe C.

### 8.2 Allumage des éprouvettes

**8.2.1** Choisir une des deux solutions de procédé d'allumage qui dépendent du type d'éprouvette comme suit :

- pour les éprouvettes des types I, II, III et IV (voir tableau 2), utiliser le procédé d'allumage A, allumage du sommet, comme décrit en 8.2.2;
- pour les éprouvettes du type V, utiliser le procédé B, allumage propageant, comme décrit en 8.2.3.

L'allumage implique, pour les besoins de la présente Norme internationale, le démarrage d'une combustion avec flamme.

#### NOTES

1 Pour les essais sur des matériaux brûlant de façon importante à des concentrations d'oxygène égales à, ou très proches de leur indice d'oxygène, ou pour les matériaux rigides d'épaisseur inférieure ou égale à 3 mm, le procédé B (avec éprouvettes marquées conformément à 7.3.2) peut donner de meilleurs résultats que le procédé A. Le procédé B peut alors être utilisé pour les éprouvettes des types I, II, III ou IV.

2 Quelques matériaux peuvent présenter une combustion sans flamme (par exemple incandescence avec combustion) à une concentration d'oxygène inférieure à celle provoquant une combustion avec flamme. Lorsqu'on essaie de tels matériaux, il est important de préciser dans les résultats à quel type de combustion l'indice d'oxygène mesuré correspond.

**8.2.2 Procédé A – Allumage du sommet**

Pour l’allumage du sommet, l’allumeur est utilisé seulement pour allumer le sommet de l’extrémité supérieure de l’éprouvette.

Appliquer la partie la plus basse de la flamme visible de la source d’allumage sur le sommet de l’éprouvette, en balayant la surface si nécessaire, pour la couvrir entièrement, mais en prenant soin de ne pas maintenir la flamme sur les surfaces verticales ou les coins de l’éprouvette. Appliquer la flamme au plus 30 s et la retirer toutes les 5 s pour vérifier si la surface totale du sommet de l’éprouvette brûle.

Considérer l’éprouvette comme allumée, et commencer le mesurage du temps de combustion et de la longueur brûlée dès que, après avoir éloigné l’allumeur suivant une période de contact de 5 s, le sommet entier de l’éprouvette est vraiment en combustion.

**8.2.3 Procédé B – Allumage propageant**

Pour l’allumage propageant, l’allumeur est utilisé pour produire une combustion au sommet et partiellement vers le bas des faces parallèles verticales de l’éprouvette.

Abaisser et déplacer suffisamment la flamme visible de la source d’allumage pour recouvrir les surfaces supérieure et verticales de l’éprouvette d’environ 6 mm. Appliquer la flamme durant 30 s au plus, avec de brèves interruptions toutes les 5 s pour examiner l’éprouvette, jusqu’à ce que ses faces verticales brûlent régulièrement ou jusqu’à ce que la partie visiblement en combustion atteigne le trait repère supérieur sur le support ou, pour les éprouvettes des types I, II, III ou IV, sur l’éprouvette.

Considérer l’éprouvette comme allumée, pour les besoins du mesurage du temps de combustion et de la longueur brûlée, dès qu’une partie visiblement en combustion atteint le trait repère supérieur.

NOTE – La partie visiblement en combustion comprend toutes parties tombantes en combustion qui peuvent s’écouler le long de la surface de l’éprouvette.

**8.3 Appréciation du comportement au feu**

Pour la conduite de l’essai décrit de 8.4 à 8.6, procéder de la façon suivante :

**8.3.1** Commencer le mesurage du temps de combustion dès que l’éprouvette a été allumée conformément à 8.2.2 ou 8.2.3, selon le cas, et observer son comportement au feu. Si la combustion s’arrête mais si un réallumage spontané se produit en moins de 1 s, continuer les observations et les mesurages.

**8.3.2** Si ni la durée ni la longueur brûlée ne dépassent la limite correspondante donnée dans le tableau 3 pour l’éprouvette applicable, noter le temps de combustion et la longueur brûlée. Ceci est noté comme une réponse « O ».

Réciproquement, si soit la durée de combustion, soit la longueur brûlée, dépasse la limite correspondante donnée dans le tableau 3, noter le comportement au feu en conséquence et éteindre la flamme. Ceci est noté comme une réponse « X ».

Noter également les caractéristiques de combustion du matériau, par exemple chutes de parties brûlantes, carbonisation, combustion irrégulière, incandescence avec combustion ou incandescence résiduelle.

**8.3.3** Enlever l’éprouvette utilisée et, au besoin, nettoyer les surfaces à l’intérieur de la cheminée ou sur la source d’allumage souillées par la suie, etc. Laisser la température de la cheminée revenir à 23 ± 2 °C, ou la remplacer par une autre cheminée conditionnée à cette température.

NOTE – Si l’éprouvette est suffisamment longue, on peut la retourner bout pour bout ou la couper pour enlever la partie brûlée et l’utiliser ultérieurement. On peut économiser de la matière si on utilise ces éprouvettes, pour faire l’estimation de la valeur approchée de la concentration minimale d’oxygène, mais on n’entrera pas les résultats obtenus dans le calcul de l’indice d’oxygène à moins que l’éprouvette n’ait été reconditionnée à la température et l’humidité appropriées au matériau considéré.

**Tableau 3 – Critères de mesurage de l’indice d’oxygène<sup>1)</sup>**

Type d’éprouvette (voir tableau 2)	Procédé d’allumage	Critères possibles	
		Temps de combustion après allumage, s	Longueur brûlée <sup>2)</sup>
I, II, III et IV	A Allumage du sommet	180	50 mm au-dessous du sommet de l’éprouvette
	B Allumage propageant	180	50 mm au-dessous du trait repère supérieur
V	B Allumage propageant	180	80 mm au-dessous du trait repère supérieur (sur le support)

1) Ces critères ne conduisent pas forcément à des résultats d’indices d’oxygène équivalents pour des éprouvettes de différentes formes ou essayées en utilisant différents procédés ou conditions d’allumage.

2) La longueur brûlée est dépassée quand toute partie visiblement en combustion, y compris des chutes de matériau ou gouttes en combustion le long des faces verticales d’une éprouvette, passe le niveau défini dans la quatrième colonne du tableau 3.

## 8.4 Choix des concentrations d'oxygène successives

Le mode opératoire décrit en 8.5 et 8.6 est basé sur la « méthode haut et bas pour petits échantillons »<sup>[1]</sup>, en utilisant le cas particulier où  $N_T - N_L = 5$  (voir 8.6.2 et 8.6.3) avec une dimension du pas arbitraire pour certaines modifications de la concentration d'oxygène à utiliser.

En cours d'essai, sélectionner la concentration d'oxygène à utiliser pour l'essai de la prochaine éprouvette comme suit :

- a) diminuer la concentration d'oxygène si le comportement au feu de l'éprouvette précédente donnait une réponse « X »,

sinon

- b) augmenter la concentration d'oxygène, si le comportement de l'éprouvette précédente donnait une réponse « O ».

Faire varier la concentration d'oxygène conformément à 8.5 ou 8.6, selon le cas.

## 8.5 Détermination de la concentration préliminaire d'oxygène

Répéter les étapes 8.1.4 à 8.4 inclus, en faisant varier la concentration d'oxygène, par des accroissements convenablement choisis, jusqu'à ce qu'on arrive à deux concentrations d'oxygène, différant d'au plus 1,0 % (V/V), telles que l'une donne une réponse « O » et l'autre une réponse « X ». De cette paire de concentrations d'oxygène, noter celle qui donne une réponse « O » en tant que niveau de concentration d'oxygène de départ et procéder conformément à 8.6.

### NOTES

1 Les deux résultats, à des concentrations d'oxygène différant d'au plus 1,0 %, qui donnent des réponses opposées, ne proviennent pas nécessairement de deux éprouvettes successives.

2 La concentration donnant une réponse « O » ne doit pas être inférieure à celle donnant une réponse « X ».

3 Une feuille de résultats pouvant convenir pour enregistrer les informations nécessaires est donnée à titre d'exemple dans l'annexe D.

## 8.6 Modifications de la concentration d'oxygène

**8.6.1** En utilisant à nouveau la concentration d'oxygène de départ (8.5), essayer une éprouvette en répétant les étapes 8.1.4 à 8.3 inclus. Noter la concentration d'oxygène ( $c_0$ ) utilisée et la réponse, « X » ou « O », comme première dans la série  $N_L$  et la série  $N_T$  de résultats.

**8.6.2** Modifier, conformément à 8.4, la concentration d'oxygène en utilisant les variations de concentration d'oxygène ( $d$ ) de 0,2 % (V/V) (voir la note) dans le mélange total de gaz. Pour essayer la série d'éprouvettes suivante conformément à 8.1.4 à 8.4 inclus, en notant les valeurs de  $c_0$  utilisées et les réponses correspondantes jusqu'à ce qu'une réponse différente de celle obtenue en 8.6.1 soit enregistrée.

Le résultat obtenu en 8.6.1 plus ceux, s'il y en a, obtenus en 8.6.2 constituent la série  $N_L$ . (Voir exemple dans l'annexe D, partie 2.)

NOTE — Quand l'expérience a montré que les exigences de 8.6.4 sont normalement satisfaites avec une valeur de  $d$  autre que 0,2 %, celle-ci peut être retenue comme valeur initiale de  $d$ .

**8.6.3** Essayer quatre éprouvettes de plus conformément à 8.1.4 à 8.4 inclus, en conservant  $d = 0,2 \%$ , et noter la  $c_0$  utilisée et la réponse obtenue pour chaque éprouvette. Désigner la concentration d'oxygène utilisée pour la dernière éprouvette par  $c_F$ .

Ces quatre résultats avec le dernier résultat de 8.6.2 (c'est-à-dire celui qui diffère en réponse de celui de 8.6.1) constituent le reste de la série  $N_T$ , de sorte que

$$N_T = N_L + 5$$

(Voir exemple dans l'annexe D, partie 2.)

**8.6.4** Calculer l'écart-type estimé,  $\hat{\sigma}$ , des concentrations d'oxygène mesurées des six dernières réponses dans la série  $N_T$  (incluant  $c_F$ ), conformément à 9.3. Si la condition

$$\frac{2\hat{\sigma}}{3} < d < 1,5\hat{\sigma}$$

est satisfaite, calculer l'indice d'oxygène conformément à 9.1 ; sinon,

a) si  $d < 2\hat{\sigma}/3$ , répéter les étapes 8.6.2 à 8.6.4, en prenant des valeurs croissantes de  $d$  jusqu'à ce que la condition soit satisfaite, ou

b) si  $d > 1,5\hat{\sigma}$ , répéter les étapes 8.6.2 à 8.6.4, en prenant des valeurs décroissantes de  $d$  jusqu'à ce que la condition soit satisfaite, en évitant que  $d$  devienne inférieur à 0,2, sauf spécification particulière du matériau.

## 9 Calcul et expression des résultats

### 9.1 Indice d'oxygène

Calculer l'indice d'oxygène IO, exprimé en pourcentage en volume, à l'aide de l'équation

$$IO = c_F + kd$$

où

$c_F$  est la valeur finale de la concentration d'oxygène, exprimée en pourcentage en volume avec une décimale, utilisée pour la série  $N_T$  de mesurages effectués conformément à 8.6 et notée conformément à 8.6.3 ;

$d$  est l'intervalle, exprimé en pourcentage en volume avec au moins une décimale, entre les niveaux de concentration d'oxygène utilisés et contrôlés conformément à 8.6 ;

$k$  est un facteur obtenu à partir du tableau 4, comme décrit en 9.2.

[1] DIXON, W.J. *American Statistical Association Journal*, pp. 967-970 (1965).

Tableau 4 — Valeurs de  $k$  à utiliser pour estimer l'indice d'oxygène d'après la méthode « haut et bas » de Dixon

1	2	3	4	5	6
Réponses pour les cinq dernières mesures	Valeurs de $k$ pour lesquelles les $N_L$ premières observations sont				
	(a) O	OO	OOO	OOOO	
XOOOO	-0,55	-0,55	-0,55	-0,55	OXXXX
XOOOX	-1,25	-1,25	-1,25	-1,25	OXXXO
XOOXO	0,37	0,38	0,38	0,38	OXXOX
XOOXX	-0,17	-0,14	-0,14	-0,14	OXXOO
XOXOO	0,02	0,04	0,04	0,04	OXOXX
XOXOX	-0,50	-0,46	-0,45	-0,45	OXOXO
XOXXO	1,17	1,24	1,25	1,25	OXOOX
XOXXX	0,61	0,73	0,76	0,76	OXOOO
XXOOO	-0,30	-0,27	-0,26	-0,26	OXXXX
XXOOX	-0,83	-0,76	-0,75	-0,75	OXXOX
XXOXO	0,83	0,94	0,95	0,95	OXXOX
XXOXX	0,30	0,46	0,50	0,50	OXXOO
XXXOO	0,50	0,65	0,68	0,68	OXXOX
XXXOX	-0,04	0,19	0,24	0,25	OXXOX
XXXO	1,60	1,92	2,00	2,01	OXXOX
XXXXX	0,89	1,33	1,47	1,50	OXXXX
	Les valeurs de $k$ pour lesquelles les $N_L$ premières observations sont				Réponses pour les cinq dernières mesures
	(b) X	XX	XXX	XXXX	
	sont données ci-dessus en regard de la réponse appropriée donnée dans la sixième colonne, mais avec le signe de $k$ inversé, c'est-à-dire $IO = c_F - kd$ (voir 9.1).				

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c276c25-258c-4a5e-b4ce-440b000b448f/iso-4589-1984>

Pour les besoins du calcul de  $\hat{\sigma}$  nécessité par 8.6.4 et 9.3, calculer l'indice d'oxygène avec deux décimales.

Pour les besoins de l'expression des résultats d'indice d'oxygène, arrondir les valeurs de l'indice d'oxygène à 0,1 près, les résultats exactement intermédiaires étant arrondis vers le bas.

## 9.2 Détermination de $k$

La valeur et le signe de  $k$  sont dépendants de la forme des réponses des éprouvettes essayées conformément à 8.6 et peuvent être déterminés à partir du tableau 4 comme suit :

a) Si la réponse de l'éprouvette essayée conformément à 8.6.1 est « O » de façon que la première réponse contraire (voir 8.6.2) soit un « X », se reporter à la première colonne du tableau 4 pour sélectionner la ligne pour laquelle les quatre derniers symboles de réponse correspondent à ceux trouvés lors de l'essai effectué conformément à 8.6.3. La valeur et le signe de  $k$  seront ceux indiqués dans la colonne 2, 3, 4 ou 5 pour laquelle le nombre de « O » donné en ligne (a) du tableau correspond au nombre de réponses « O » trouvé dans la série  $N_L$ , conformément à 8.6.1 et 8.6.2.

ou

b) Si la réponse de l'éprouvette essayée conformément à 8.6.1 est « X », de façon que la première réponse contraire soit un « O », se reporter à la sixième colonne du tableau 4 pour sélectionner la ligne pour laquelle les quatre derniers symboles de réponse correspondent à ceux trouvés lors de

l'essai effectué conformément à 8.6.3. La valeur de  $k$  sera celle indiquée dans la colonne 2, 3, 4 ou 5 pour laquelle le nombre de « X » donné en ligne (b) du tableau correspond au nombre de réponses « X » trouvé dans la série  $N_L$ , conformément à 8.6.1 et 8.6.2, mais le signe de  $k$  doit alors être inversé de façon que les valeurs négatives de  $k$  données dans le tableau 4 deviennent positives et vice versa.

NOTE — Un exemple de la détermination de  $k$  et du calcul de IO est donné dans l'annexe D.

## 9.3 Écart-type des mesures de concentration d'oxygène

Pour les besoins de 8.6.4, calculer l'écart-type estimé,  $\hat{\sigma}$ , des mesures de concentration d'oxygène à l'aide de l'équation

$$\hat{\sigma} = \left[ \frac{\sum (c_i - IO)^2}{n - 1} \right]^{1/2}$$

où

$c_i$  représente chacune des concentrations d'oxygène, en pourcentage en volume, utilisées pour le mesurage des six dernières réponses dans la série  $N_T$  de mesurages ;

IO est la valeur de l'indice d'oxygène, calculé conformément à 9.1 ;

$n$  est le nombre de mesures de concentration d'oxygène, permettant de calculer  $\sum (c_i - IO)^2$ .

NOTE — Pour cette méthode,  $n = 6$ , conformément à 8.6.4. Pour  $n < 6$ , la méthode perd en précision. Pour  $n > 6$ , d'autres critères statistiques pourront être appliqués.

#### 9.4 Fidélité de la méthode

On peut espérer pour cette méthode les limites données dans le tableau 5 pour les matériaux qui s'allument sans difficulté et brûlent régulièrement.

Tableau 5 — Limites de fidélité estimées<sup>1)</sup>

Valeur approximative au niveau de confiance 95 %	Interne au laboratoire	Entre laboratoires
Écart-type	0,2	0,5
Répétabilité ( $r$ )	0,5	—
Reproductibilité ( $R$ )	—	1,4

1) Ces données de fidélité ont été déterminées à partir des résultats d'un essai circulaire interlaboratoire international effectué en 1978/1980 sur 12 échantillons et ayant fait intervenir 16 laboratoires.

NOTE — Les matériaux à comportement instable au feu peuvent multiplier les limites du tableau 5 par un facteur pouvant aller jusqu'à 5. D'autre part, pour les matériaux à comportement très stable au feu,  $d$  peut être supérieur à  $1,5\hat{\sigma}$  même si  $d$  est réduit à 0,1, ce qui indique qu'une plus grande fidélité est possible. Pour des raisons pratiques, les spécifications d'exactitude et de fidélité demandées pour l'appareillage de la présente Norme internationale sont insuffisantes si on utilise  $d < 0,1$ , et les résultats obtenus en utilisant cette méthode n'ont pas été trouvés significativement différents pour  $d < 0,2$ . Une détermination plus précise de la concentration minimale d'oxygène qui entretient juste la combustion pourra nécessiter des appareillages différents et l'utilisation de relations et facteurs statistiques différents pour déterminer la valeur à partir d'une série plus longue de mesures.

## 10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- la référence à la présente Norme internationale ;
- la mention que les résultats d'essai se rapportent seulement au comportement des éprouvettes dans les conditions de cet essai et que ces résultats ne doivent pas être utilisés pour estimer les risques potentiels d'incendie inhérents au matériau dans d'autres formes ou dans d'autres conditions de mise à feu ;
- l'identification du matériau essayé, y compris s'il y a lieu sa nature, sa masse volumique, ses antécédents et l'orientation de l'éprouvette par rapport à toute anisotropie du matériau ou de l'échantillon ;
- la forme ou les dimensions de l'éprouvette ;
- le procédé d'allumage employé (A ou B), et l'allumeur utilisé si un allumeur autre que la flamme propane normalisée a été employé ;
- l'indice d'oxygène ;
- l'écart-type estimé et les pas de variation de la concentration d'oxygène utilisés s'ils sont différents de 0,2 % ;
- la description de tous caractères et comportements secondaires significatifs, tels que carbonisation, chutes de parties brûlantes, déformation, combustion irrégulière, incandescence résiduelle ;
- toute différence avec les exigences de la présente Norme internationale.

## Annexe A

### Étalonnage de l'appareillage

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

#### A.1 Étalonnage du contrôle du flux gazeux

Le dispositif indicateur de débit gazeux dans la cheminée doit être vérifié en utilisant un compteur volumétrique à gaz (tambour à compartiments plongés dans l'eau) ou un dispositif analogue permettant de mesurer la vitesse d'écoulement dans la cheminée à 2 mm/s près, ceci pour satisfaire aux conditions de 5.4 et 8.1.5.

Le flux gazeux doit être estimé en divisant le débit-volume par la section intérieure de la cheminée, en utilisant par exemple l'équation

$$F = 1,27 \times 10^6 \frac{q_V}{D^2}$$

où

$F$  est la vitesse du flux gazeux dans la cheminée en millimètres par seconde;

$q_V$  est le débit-volume à  $23 \pm 2$  °C à travers la cheminée, en litres par seconde;

$D$  est le diamètre intérieur de la cheminée, en millimètres.

#### A.2 Étalonnage du contrôle de la concentration d'oxygène

La concentration d'oxygène dans le mélange gazeux qui s'écoule réellement dans la cheminée doit être vérifiée avec une précision de 0,1 % (V/V), soit par échantillonnage de l'atmosphère de la cheminée en vue de l'analyse, soit en utilisant un analyseur de gaz (dosant l'oxygène) étalonné indépendamment *in situ*. Les analyseurs intégrateurs peuvent être étalonnés avec des mélanges étalons oxygène/azote. Les contrôles devront être effectués pour au moins trois concentrations nominales différentes représentant respectivement les niveaux maximal, minimal et intermédiaire de la plage des concentrations d'oxygène pour laquelle l'appareillage doit être utilisé.

Des essais de fuite doivent être effectués sur tous les joints où des fuites pourraient faire varier les niveaux de concentration d'oxygène dans la cheminée par rapport aux niveaux de concentration fixés ou indiqués.

#### A.3 Étalonnage de l'équipement complet

Les performances de l'appareillage peuvent être vérifiées, pour un mode opératoire d'essai particulier, en essayant un matériau de référence et en comparant les mesures avec le résultat espéré du matériau de référence. Pour information sur la disponibilité et l'utilisation des matériaux de référence, voir annexe B.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36276c79-258c-445c-b448-440b000b448f/iso-4589-1984>