

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5660-1

Première édition
1993-06-01

Essais au feu – Réaction au feu –

Partie 1:

Débit calorifique des produits du bâtiment (Méthode
au calorimètre conique)

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.itih.ai)
Fire tests – Reaction to fire

Part 1: Rate of heat release from building products (Cone calorimeter method)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/dc4ce9e3-a796-40df-8268-6073c39147ff/iso-5660-1-1993>



Numéro de référence
ISO 5660-1:1993 (F)

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives	1
3 Définitions	1
4 Symboles	2
5 Principe	2
6 Appareillage.....	3
7 Aptitudes d'un produit à l'essai.....	5
8 Construction et préparation des éprouvettes	5
9 Généralités	6
10 Étalonnage.....	6
11 Mode opératoire	7
12 Calculs	8
13 Rapport d'essai.....	9
Annexes	
A Commentaires et notes explicatives pour les opérateurs.....	22
B Résolution, fidélité et erreur cumulée	24
C Taux de perte de masse et chaleur de combustion efficace	26
D Résumé du rapport d'essai	27
E Étalonnage du fluxmètre thermique secondaire	29
F Calcul du dégagement de chaleur dans le cas d'analyse additionnelle de gaz	30
G Bibliographie	32

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 5660-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 2, *Essais au feu sur les matériaux de construction, composants et structures*, sous-comité SC 1, *Réaction au feu*.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc4ce9e3-a796-40df-8268-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc4ce9e3-a796-40df-8268-60723914787c/iso-5660-1-1993)

L'ISO 5660 comprend les parties suivantes présentées sous le titre général *Essais au feu – Réaction au feu* :

- *Partie 1: Débit calorifique des produits du bâtiment (Méthode au calorimètre conique)*
- *Partie 2: Mesure dynamique de la fumée*
- *Partie 3: Durée de combustion des produits de construction*

Les annexes A à G de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

Introduction

L'incendie est un phénomène complexe, son comportement et ses effets dépendent d'un certain nombre de facteurs. Le comportement des matériaux et produits dépend des caractéristiques de l'incendie, du mode d'utilisation des matériaux et de l'environnement dans lequel ils sont exposés. La philosophie des essais de réaction au feu est expliquée dans l'ISO/TR 3814.

Un essai tel que celui qui est spécifié dans la présente Norme internationale ne traite que d'une simple représentation d'un aspect particulier de la situation potentielle d'incendie caractérisée par une source de chaleur rayonnante et une étincelle. Il ne peut, à lui seul, fournir des informations directes sur le comportement ou la sécurité face au feu. On peut cependant utiliser un essai de ce type à titre comparatif ou pour s'assurer de l'existence d'une certaine qualité des performances (dans ce cas, les débits calorifiques sont censés avoir un effet sur les propriétés du feu en général). Il serait abusif d'attacher toute autre signification au mot «performances» dans cet essai.

Le terme «débit calorifique» est défini dans le Guide ISO/CEI 52 comme étant l'énergie calorifique dégagée par unité de temps par un matériau pendant sa combustion, dans des conditions d'essai spécifiées. C'est l'une des propriétés fondamentales du feu que l'on devrait presque toujours prendre en compte dans toute évaluation du danger que représente le feu, étant donné qu'elle affecte de façon significative la propagation du feu dans un bâtiment.

Cet essai se fonde sur une partie de la norme ASTM E 1354. Cependant le sujet de la présente Norme internationale ne comprend pas tout l'équipement de la norme E 1354. Une partie de l'instrumentation supplémentaire, en particulier celle permettant de mesurer les propriétés de la fumée et son débit de production est en cours de discussion à l'ISO/TC 92.

Cet essai ne se fonde pas sur l'utilisation de matériaux à base d'amiante.

Essais au feu – Réaction au feu –

Partie 1:

Débit calorifique des produits du bâtiment (Méthode au calorimètre conique)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode permettant d'évaluer les débits calorifiques des produits, essentiellement plats, exposés à des niveaux contrôlés de rayonnement thermique avec ou sans allumage externe. On détermine le débit calorifique en mesurant la consommation d'oxygène obtenue à partir de la concentration en oxygène et du débit de courant de produit de combustion. Dans cet essai, on mesure également le temps nécessaire à l'allumage (inflammation soutenue). Les produits comportant des irrégularités de surface peuvent être essayés selon des prescriptions spécifiques.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 5660. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 5660 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 554:1976, *Atmosphères normales de conditionnement et/ou d'essai – Spécifications.*

ISO/TR 3814:1989, *Essais de mesurage de la réaction au feu des matériaux de bâtiment – Leur développement et application.*

Guide ISO/CEI 52:1990, *Glossaire des termes relatifs au feu et de leurs définitions.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans le Guide ISO/CEI 52 ainsi que les suivantes s'appliquent.

3.1 assemblage: Construction des matériaux ou des composites, par exemple panneaux sandwich.

NOTE 1 L'ensemble peut comprendre une couche d'air intermédiaire.

3.2 composite: Combinaison de matériaux généralement reconnus comme des entités discrètes dans la construction, par exemple matériaux revêtus ou stratifiés.

3.3 surface essentiellement plate: Surface dont les irrégularités par rapport au plan ne dépassent pas ± 1 mm.

3.4 éclair: Existence d'une flamme en un point de la surface de l'éprouvette ou sur toute cette éprouvette pendant des durées inférieures à 1 s.

3.5 allumage: Début de l'inflammation soutenue (définie en 3.12).

3.6 éclaircissement énergétique (en un point d'une surface): Quotient du flux énergétique incident sur un élément infinitésimal de surface contenant le point en question, par la surface dudit élément.

NOTE 2 Le chauffage par convection est négligeable lorsque l'éprouvette est orientée horizontalement. Lorsqu'elle est orientée verticalement, ce chauffage est faible, mais non négligeable. Malgré l'apport du chauffage par convection, on utilisera le terme d'«éclairage énergétique» dans toute la présente Norme internationale, car il est plus approprié pour indiquer le mode de transfert thermique par rayonnement.

3.7 matériau: Substance unique ou mélange uniformément dispersé, par exemple métal, pierre, bois, béton, fibre minérale, polymères.

3.8 orientation: Plan dans lequel la face exposée de l'éprouvette est placée pendant l'essai, face verticale ou face horizontale vers le haut.

3.9 principe de la consommation d'oxygène: Relation proportionnelle entre la masse d'oxygène consommée pendant la combustion et la chaleur dégagée.

3.10 produit: Matériau, composite ou assemblage sur lequel des d'informations sont demandées.

3.11 éprouvette: Élément représentatif du produit que l'on doit essayer avec un substrat ou un traitement quelconque.

NOTE 3 Elle peut comprendre une couche d'air intermédiaire.

3.12 inflammation soutenue: Existence d'une flamme en un point de la surface de l'éprouvette ou sur toute la surface pendant des durées supérieures à 4 s.

3.13 inflammation transitoire: Existence d'une flamme en un point de la surface de l'éprouvette ou sur toute la surface pendant des durées allant de 1 s à 4 s.

Δp pression différentielle, du débitmètre à diaphragme, exprimée en pascals (Pa)

\dot{q} débit calorifique, exprimé en kilowatts (kW)

\dot{q}'' débit calorifique par unité de surface, exprimé en kilowatts par mètre carré (kW/m²)

\dot{q}_{\max}'' valeur maximale du débit calorifique, exprimée en kilowatts par mètre carré (kW/m²)

\dot{q}_{180}'' débit calorifique moyen sur l'intervalle de temps commençant à t_{ig} et se terminant 180 s plus tard, exprimé en kilowatts par mètre carré (kW/m²)

\dot{q}_{300}'' débit calorifique moyen sur l'intervalle de temps commençant à t_{ig} et se terminant 300 s plus tard, exprimé en kilowatts par mètre carré (kW/m²)

q_{tot}'' chaleur totale dégagée pendant tout l'essai, exprimée en mégajoules par mètre carré (MJ/m²)

r_O rapport stoechiométrique de masses oxygène/carburant

t durée, exprimée en secondes (s)

t_d temporisation de l'analyseur d'oxygène, exprimée en secondes (s)

t_{ig} temps nécessaire pour arriver à l'allumage (inflammation soutenue), exprimé en secondes (s)

Δt intervalle de temps entre deux échantillonnages, exprimé en secondes (s)

T_e température absolue du gaz au débitmètre à diaphragme, exprimée en kelvins (K)

x_{O_2} relevé de l'analyseur d'oxygène, fraction de mole d'oxygène

$x_{O_2}^0$ valeur initiale du relevé de l'analyseur d'oxygène

$x_{O_2}^1$ relevé de l'analyseur d'oxygène avant correction de la temporisation.

4 Symboles

A_s surface initialement exposée de l'éprouvette, exprimée en mètres carrés (m²)

C constante d'étalonnage pour l'analyse de la consommation d'oxygène, exprimée en (m³·kg⁻¹·K)^{1/2}

Δh_c pouvoir calorifique inférieur, exprimé en kilojoules par gramme (kJ/g)

$\Delta h_{c,eff}$ pouvoir calorifique inférieur efficace, exprimé en kilojoules par gramme (kJ/g)

m masse de l'éprouvette, exprimée en kilogrammes (kg)

m_f masse de l'éprouvette à la fin de l'essai, exprimée en kilogrammes (kg)

m_i masse de l'éprouvette au début de l'inflammation soutenue, exprimée en kilogrammes (kg)

\dot{m} taux de perte de masse de l'éprouvette, exprimé en kilogrammes par seconde (kg/s)

\dot{m}_e débit masse dans le conduit d'évacuation, exprimé en kilogrammes par seconde (kg/s)

5 Principe

La présente méthode d'essai se fonde sur la constatation selon laquelle, généralement, le pouvoir calorifique de combustion est proportionnel à la quantité d'oxygène requise pour la combustion. Cette relation donne environ 13,1 × 10³ kJ de chaleur libérée par kilogramme d'oxygène consommé. Les éprouvettes utilisées pour l'essai sont brûlées dans des conditions d'air ambiant, tout en étant soumises à un éclairage énergétique externe prédéterminé compris dans la plage 0 kW/m² à 100 kW/m² et que l'on mesure les concentrations en oxygène et les débits de gaz dégagés.

La méthode d'essai est utilisée pour évaluer la contribution possible du produit essayé à l'évolution du taux de dégagement de chaleur pendant son implication dans l'incendie. On déterminera ces propriétés sur de petites éprouvettes représentatives.

6 Appareillage

6.1 Généralités

L'appareillage d'essai doit être construit comme représenté à la figure 5; une coupe du radiateur est représentée à la figure 1; les figures 7 et 8 représentent une vue éclatée des positions horizontale et verticale. Les dimensions sont obligatoires et doivent être respectées avec les tolérances nominales de ± 1 mm, sauf spécification contraire.

Toutes les autres dimensions sont des valeurs recommandées et devraient être rigoureusement respectées.

6.2 Radiateur électrique, de forme conique, pouvant être orienté horizontalement ou verticalement. L'élément actif du radiateur doit comprendre une résistance électrique sous gaine métallique coaxiale de 5 000 W de puissance nominale sous 240 V¹⁾ à enroulements serrés ayant la forme d'un cône tronqué (figure 1). Le radiateur doit être pourvu d'une enveloppe externe constituée d'un cône en acier inoxydable à double paroi, revêtu d'un matériau en fibres réfractaires d'environ 100 kg/m³ de densité. L'éclairage énergétique du radiateur doit pouvoir être maintenu à un niveau pré-réglé au moyen d'un contrôleur de température et de trois thermocouples de type K, gainés d'acier inoxydable, disposés symétriquement et en contact avec l'élément du radiateur sans lui être soudés (voir figure 1). Les thermocouples doivent être de même longueur et être reliés en parallèle au contrôleur de température. On peut utiliser soit des thermocouples gainés de 3 mm de diamètre extérieur avec soudure chaude apparente, soit des thermocouples gainés de diamètre extérieur compris entre 1,0 mm et 1,6 mm avec soudure chaude masquée. Le radiateur doit être monté sur une articulation, de telle sorte qu'il puisse être orienté dans un plan horizontal ou vertical. Le radiateur doit être à même de produire des éclaircissements énergétiques à la surface de l'éprouvette allant jusqu'à 100 kW/m². L'éclairage énergétique doit être uniforme au centre d'une aire de l'éprouvette de 50 mm x 50 mm, avec une tolérance de ± 2 % dans le plan horizontal et de ± 10 % dans le plan vertical.

6.3 Contrôleur de température, capable de maintenir la température de l'élément à une valeur stable à ± 2 °C. Un contrôleur à 3 actions (proportionnelle, intégrale et dérivée) et une unité thyristor capable de commuter des courants allant jusqu'à 25 A sous 240 V, constituent un système approprié. Le contrôleur doit avoir une plage d'entrée de température de 0 °C à 1 000 °C, une échelle de réglage permettant une lecture à 2 °C près ou mieux et une compensation automatique de la soudure froide.

Le thyristor doit être de type «à passage à zéro» et non de type «à angle de phase».

NOTE 4 Il est souhaitable qu'il y ait une commande qui, en cas d'ouverture de circuit dans la ligne du thermocouple, fasse descendre la puissance quasiment à la base de sa plage ou coupe l'alimentation.

La température du radiateur doit être contrôlée par un appareil permettant un relevé à ± 2 °C près ou mieux; il peut être incorporé dans le contrôleur de température ou en être séparé.

6.4 Cellule de charge, pour mesurer la perte de masse de l'éprouvette. La cellule de charge doit avoir une précision de 0,1 g, et, de préférence, une plage de mesure de 500 g et une plage de réglage mécanique de la tare de 3,5 kg.

6.5 Supports d'éprouvette, différents pour les deux orientations.

6.5.1 La figure 2 représente le porte-éprouvette horizontal. La base du porte-éprouvette doit être revêtue d'une couche de fibres réfractaires de faible densité (masse volumique: 65 kg/m³) d'une épaisseur minimale de 13 mm. La distance entre la surface de la base du radiateur conique et le haut de l'éprouvette doit être ajustée à 25 mm à l'aide du réglage coulissant de la hauteur du cône (voir figure 1).

6.5.2 La figure 3 représente l'éprouvette verticale et comprend un petit plateau d'égouttage qui recueille une quantité limitée du matériau fondu. Installer une éprouvette dans le porte-éprouvette vertical en plaçant contre la surface arrière une couche de fibres réfractaires (masse volumique: 65 kg/m³) dont l'épaisseur dépend de l'épaisseur des éprouvettes, mais qui doit être d'au moins 13 mm. Placer une couche de carton rigide en fibres céramiques derrière la couche de fibres. L'épaisseur du carton doit être telle que tout l'ensemble reste maintenu fixement une fois que l'on a inséré la pince de retenue à ressort derrière le carton. En position verticale, la hauteur du radiateur conique est fixée de façon que le centre soit aligné sur le centre de l'éprouvette.

6.6 Système d'évacuation des gaz, avec instrument de mesure du débit.

6.6.1 Le système d'évacuation des gaz doit comprendre un ventilateur d'évacuation centrifuge à haute température, une hotte, des conduits d'entrée et de sortie pour le ventilateur et un débitmètre à diaphragme (figure 4). Le système d'évacuation doit être capable de traiter des débits allant de 0,012 m³/s à 0,035 m³/s.

6.6.2 Il doit y avoir un orifice de resserrement de diamètre intérieur égal à 57 mm entre la hotte et le conduit afin de favoriser le mélange.

6.6.3 Un échantillonneur en anneau doit être placé dans le conduit d'entrée du ventilateur pour l'échantillonnage du gaz, à 685 mm de la hotte (figure 5). L'échantillonneur en anneau doit compter 12 petits trous de manière à obtenir une composition moyenne du flux gazeux, les trous étant éloignés du flux afin d'éviter l'encrassement par la suie.

6.6.4 Mesurer la température du flux de gaz à l'aide d'un thermocouple sous gaine avec soudure chaude isolée de 1,0 mm à 1,6 mm de diamètre externe, ou d'un thermocouple à soudure chaude apparente de 3 mm de diamètre externe positionné dans la cheminée d'évacuation sur l'axe central et 100 mm en amont du diaphragme de mesurage.

6.6.5 Déterminer le débit en mesurant la pression différentielle à travers un diaphragme réducteur de pression (57 mm de diamètre interne) dans la cheminée d'évacuation, et au moins 350 mm en aval du ventilateur, si ce dernier est placé comme l'indique la figure 4.

6.6.6 La géométrie du système d'évacuation n'est pas aussi critique. Lorsque cela est nécessaire, on admet de petits écarts par rapport aux dimensions recommandées données à la figure 4. Par exemple, le diamètre interne du conduit et celui des diaphragmes peut être légèrement différents. De même, il n'est pas nécessaire que le ventilateur soit à l'emplacement exact indiqué à la figure 4, mais il peut se trouver un peu plus loin en aval, ce qui permet d'utiliser un type de ventilateur plus commun. Dans ce cas, les distances d'entrée, inchangées par rapport à la sonde d'échantillonnage des gaz et au diaphragme de mesure, doivent être suffisantes pour permettre un mélange uniforme du flux.

6.7 Dispositif d'échantillonnage des gaz

Le dispositif d'échantillonnage des gaz est présenté à la figure 6 et comprend une pompe, un filtre pour empêcher l'entrée de la suie, un piège cryogénique pour éliminer un maximum d'humidité, un système de dérivation réglé pour détourner tous les flux, sauf celui dont a besoin l'analyseur d'oxygène, un autre piège cryogénique et un piège pour éliminer le CO₂ si le CO₂ n'est pas mesuré.

NOTE 5 Si l'on utilise un analyseur de CO₂ (optionnel), les équations permettant de calculer le débit calorifique peuvent être différentes de celles utilisées pour les cas types (voir article 12 et annexe F).

6.8 Circuit d'allumage

L'allumage externe se fait par une bougie alimentée par un transformateur de 10 kV. La bougie d'allumage doit avoir un écartement des électrodes de 3 mm. Le transformateur doit être d'un type spécifiquement conçu pour l'utilisation avec un allumage par bougie. Le transformateur doit avoir un enroulement secondaire isolé (non relié à la terre) afin de réduire au minimum les interférences avec les lignes de transmission de données. La longueur de l'électrode et l'emplacement de la bougie d'allumage doivent être tels, que l'écartement des électrodes se trouve 13 mm au-dessus du centre de l'éprouvette en position horizontale. En position verticale, la bougie d'allumage doit être positionnée de façon que l'écartement entre les électrodes se trouve dans le plan de

la face de l'éprouvette et 5 mm au-dessus du bord supérieur du porte-éprouvette. Dans l'une et l'autre position, il faut retirer la bougie d'allumage lorsqu'on est arrivé à une combustion soutenue.

6.9 Distributeur d'allumage, capable d'enregistrer le temps écoulé à la seconde près, sa précision devant être de 1 s en 1 h.

6.10 Analyseur d'oxygène, de type paramagnétique et ayant une plage de 0 % à 25 % d'oxygène. L'analyseur doit présenter une réponse linéaire et une dérive maximale de ± 50 parties par million d'oxygène (valeur quadratique moyenne) sur une période de 30 min. Comme les analyseurs d'oxygène sont sensibles aux pressions des courants, celles-ci doivent être régulées (en amont de l'analyseur) afin de tenir compte des fluctuations de flux, et les relevés de l'analyseur doivent être compensés avec un régulateur de pression absolue pour tenir compte des variations de la pression atmosphérique. L'analyseur et le régulateur de pression absolue doivent être placés dans un environnement à température constante. L'analyseur d'oxygène doit avoir un temps de réponse, entre 10 % et 90 % de la pleine échelle, qui soit inférieur à 12 s.

6.11 Fluxmètre thermique, de type Gardon (à feuille) ou Schmidt-Boelter (à thermopile) avec une plage assignée d'environ 100 kW/m². La cible qui reçoit le rayonnement et, éventuellement dans une moindre mesure, la convection, doit être plate, circulaire, de 12,5 mm de diamètre environ et être revêtue d'un fini noir mat. La cible doit être refroidie à l'eau.

Le rayonnement ne doit pas traverser de fenêtre avant d'atteindre la cible. L'instrument doit être robuste, simple à installer et à utiliser et stable à l'étalonnage. L'instrument doit avoir une précision de ± 3 % maximum et une répétabilité à 0,5 % près.

Vérifier l'étalonnage du fluxmètre thermique chaque fois qu'on effectue un réétalonnage de l'appareil, en comparant avec deux instruments du même type que le fluxmètre thermique utilisés et de plage semblable, pris comme étalons de référence et utilisés uniquement à cet effet (voir annexe E). L'un des étalons de référence doit être entièrement étalonné dans un laboratoire d'étalonnage tous les ans.

Cet appareil doit être utilisé pour étalonner le radiateur (figures 7 et 8). Il doit être placé en un endroit équivalent au centre de la face de l'éprouvette dans l'une ou l'autre position pendant cet étalonnage.

6.12 Brûleur d'étalonnage, construit à partir d'un tube en laiton de section carrée avec un orifice carré couvert de toile métallique à travers laquelle le méthane diffuse

1) Cela suppose une alimentation de 30 A.

(figure 9). Le tube a une enveloppe remplie de fibre céramique afin d'améliorer l'uniformité du flux. Le brûleur d'étalonnage est correctement connecté à une alimentation en méthane d'au moins 99,5 % de pureté.

6.13 Système de collecte et d'analyse des données, présentant des systèmes permettant d'enregistrer la sortie de l'analyseur de O₂, du débitmètre à diaphragme de la cheminée d'évacuation, des thermocouples et de la cellule de charge. Le système de collecte des données devra avoir une précision correspondant à au moins 50 parties par million d'oxygène pour le canal d'oxygène, 0,5 °C pour les canaux de mesure de la température, et 0,01 % de la pleine échelle du canal de sortie de chacun des autres capteurs ou instruments. Le système doit pouvoir enregistrer des données toutes les 5 s pendant au moins 1 h.

7 Aptitudes d'un produit à l'essai

7.1 Caractéristiques de surface

Tout produit ayant l'une des propriétés suivantes est apte à l'essai:

- a) une surface exposée essentiellement plate;
- b) une irrégularité de surface également répartie sur la surface exposée, à condition que
 - 1) au moins 50 % de la surface d'une zone carrée représentative de 100 mm de côté se trouvent à une profondeur maximale de 10 mm par rapport à un plan passant par les points les plus hauts de la surface exposée,
 - 2) pour les surfaces comportant des criques, des fissures ou des trous ne dépassant pas 8 mm de large et 10 mm de profondeur, la surface totale de ces criques, fissures ou trous à la surface ne dépasse pas 30 % d'une zone carrée représentative, de 100 mm de côté, de la surface exposée.

NOTE 6 Lorsqu'une surface exposée ne satisfait pas aux exigences de 7.1 a) ou 7.1 b), le produit peut être essayé sous une forme modifiée aussi conforme que possible aux exigences données en 7.1. Il est recommandé que le rapport d'essai précise que le produit a été essayé sous une forme modifiée et doit décrire clairement la modification.

7.2 Produits asymétriques

Un produit soumis à cet essai pourrait avoir des faces différentes ou contenant des couches de différents matériaux disposés dans un ordre différent par rapport aux deux faces. Si en utilisation l'une des deux faces peut être exposée dans une pièce, une cavité ou un vide, les deux faces doivent alors être essayées.

7.3 Matériaux fins

La présente méthode d'essai peut ne pas s'avérer appropriée pour des matériaux extrêmement fins, étant donné que l'on ne disposera pas de suffisamment de données pour le calcul des débits calorifiques. Pour certains matériaux, on pourra résoudre ce problème en réduisant l'intervalle séparant les prises de données de 5 s à une valeur plus petite.

7.4 Éprouvettes composites

On peut essayer des éprouvettes composites à condition qu'elles soient préparées comme spécifié en 8.3.

7.5 Matériaux de dimensions instables

La présente méthode d'essai peut ne pas s'avérer appropriée pour des matériaux dont les dimensions varient de façon substantielle lorsqu'ils sont exposés aux radiations du cône, par exemple les matériaux intumescents ou qui se contractent hors du radiateur du cône, car l'irradiance à la surface de l'échantillon peut différer de façon significative par rapport à l'état initial. La précision de la méthode peut être plus large pour les matériaux qui se comportent de cette façon que celle indiquée en annexe B.

8 Construction et préparation des éprouvettes

8.1 Éprouvettes

8.1.1 Sauf spécification contraire, trois éprouvettes doivent être essayées à chaque niveau d'éclairement énergétique choisi et pour chaque surface différente exposée.

8.1.2 Les éprouvettes doivent être représentatives du produit, carrées, de (100_{-0}^0) mm de côté.

8.1.3 Les produits de 50 mm maximum d'épaisseur normale doivent être essayés avec leur épaisseur entière.

8.1.4 Pour les produits d'épaisseur normale supérieure à 50 mm, les éprouvettes requises doivent être obtenues en retirant la face non exposée pour réduire l'épaisseur à 50 mm, les éprouvettes requises doivent être obtenues en retirant la face non exposée pour réduire l'épaisseur à (50_{-0}^0) mm.

8.1.5 Lorsqu'on découpe des éprouvettes dans des produits dont les surfaces sont irrégulières il faut placer le point le plus haut de la surface au centre de l'éprouvette.

8.1.6 Les assemblages doivent être essayés comme spécifié en 8.1.3 ou 8.1.4. Cependant, lorsqu'on utilise des matériaux ou des composites fins dans la fabrication d'un

assemblage, la présence d'air ou d'une couche d'air, ou la nature de toute construction située sous l'ensemble peut affecter de façon significative les caractéristiques d'allumage et de combustion de la surface exposée.

NOTE 7 L'influence des couches sous-jacentes devrait être prise en considération et il faudrait veiller à ce que le résultat d'essai obtenu sur tout l'assemblage corresponde bien à son utilisation dans la pratique.

Lorsque le produit est un matériau ou un composite qui serait normalement fixé sur un substrat bien défini, il doit alors être essayé en relation avec ce substrat en utilisant la technique de fixation recommandée, par exemple collé avec l'adhésif approprié ou fixé mécaniquement.

8.1.7 Les produits dont l'épaisseur est inférieure à 6 mm doivent être essayés avec un substrat représentatif des conditions finales d'utilisation, de façon que l'épaisseur totale de l'éprouvette soit 6 mm ou plus. Dans le cas d'éprouvettes ayant une épaisseur inférieure à 6 mm et qui seraient utilisées avec une couche d'air adjacente à la face non exposée, les éprouvettes doivent être montées de façon qu'il y ait un espace d'air d'au moins 12 mm entre la face non exposée et la couche de fibres réfractaires.

NOTE 8 Ceci est réalisable si l'on utilise une entretoise métallique.

8.2 Conditionnement des éprouvettes

Avant l'essai, les éprouvettes doivent être conditionnées à une masse constante à une température de $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ et une humidité relative de $(50 \pm 5)\%$ conformément à l'ISO 554.

NOTE 9 On considérera qu'on est arrivé à une masse constante lorsque deux opérations successives de pesée effectuées à 24 h d'intervalle, ne diffèrent pas plus de 0,1% de la masse de l'éprouvette ou de 0,1 g, en prenant l'écart le plus grand.

8.3 Préparation

Envelopper une éprouvette conditionnée dans une feuille individuelle d'aluminium de 0,03 mm à 0,05 mm d'épaisseur, le côté brillant tourné vers l'éprouvette, en couvrant les surfaces non exposées.

Les éprouvettes de composites doivent être exposées de la façon qui caractérise l'état d'utilisation finale [par exemple, si le composite est utilisé avec une couche d'air (voir 8.1.6), on inclura une couche d'air derrière l'éprouvette et dans la feuille d'aluminium]. Elles doivent être essayées avec le cadre d'arrêt (voir figure 10, applicable aux essais horizontaux uniquement) et également être préparées de façon que les côtés soient enveloppés avec la (les) couche(s) extérieure(s) ou bien protégés. Si l'on utilise ces méthodes, elles doivent être spécifiées dans le rapport d'essai.

NOTE 10 L'utilisation du cadre d'arrêt est recommandée pour l'essai en position horizontale.

La figure 11 présente une grille en toile métallique appropriée pour l'essai des éprouvettes qui bougent en direction du chauffage. La méthode exacte de montage et de retenue doit être spécifiée dans le rapport d'essai.

9 Environnement d'essai

L'appareil doit être placé dans un environnement sans courant d'air dans une atmosphère ayant une humidité relative entre 20 % et 80 % et une température entre 15°C et 30°C .

10 Étalonnage

10.1 Étalonnage du radiateur

Régler le contrôleur de température de façon que le radiateur conique produise l'éclairement énergétique requis tel qu'il est mesuré par le fluxmètre thermique, au début de chaque jour d'essai, lorsqu'on passe à un nouvel éclairement énergétique, ou lorsqu'on change l'orientation du radiateur conique.

On ne doit utiliser aucune éprouvette ni aucun porte-éprouvette lorsque le fluxmètre thermique est placé en position d'étalonnage. Faire fonctionner le radiateur conique pendant au moins 10 min et s'assurer que le contrôleur est dans la bande de réglage proportionnelle avant de commencer l'étalonnage.

10.2 Étalonnage de l'analyseur d'oxygène

10.2.1 Étalonnages préliminaires

10.2.1.1 Déterminer la temporisation de l'analyseur d'oxygène en alimentant le brûleur d'étalonnage avec un débit de méthane équivalent à 5 kW. Le radiateur ne doit pas être mis en marche pour cet étalonnage. Enregistrer la sortie de l'analyseur lorsque l'alimentation en méthane, mise en marche et allumée, arrive à une valeur stable, puis revient à la valeur de base lorsqu'on coupe l'alimentation. Contrôler également la température du débitmètre à diaphragme de la cheminée d'évacuation.

La temporisation de mise en marche est la différence en temps entre le moment où, d'une part, la valeur de la température et, d'autre part, celle de l'oxygène atteignent respectivement 50 % de leur dérivation ultime. Calculer la temporisation d'arrêt de la même façon. La temporisation t_d est la moyenne d'au moins trois temporisations de mise en marche et d'arrêt. La concentration en oxygène à un instant donné doit être prise comme étant la concentration enregistrée après l'intervalle t_d .

10.2.1.2 Si l'analyseur d'oxygène est équipé d'un réglage électrique du temps de réponse, régler celui-ci de façon qu'à l'arrêt, il y ait juste une trace de dépassement lorsqu'on passe rapidement d'un gaz d'étalonnage à un autre.

10.1.2.3 La durée des balayages par le système d'acquisition des données doit être étalonnée avec un chronomètre ayant une précision de 1 s en 1 h. La sortie des données doit présenter des durées d'événement correctes à 3 s près.

10.2.2 Étalonnages de fonctionnement

En début d'essai, chaque jour, faire le zéro de l'analyseur d'oxygène et l'étalonner. Pour faire le zéro, alimenter l'analyseur avec de l'azote, le débit et la pression étant les mêmes que pour les gaz d'échantillonnage. On peut réaliser l'étalonnage de façon semblable en utilisant l'air ambiant séché et en réglant le système pour une réponse de 20,95 %. Les débits de l'analyseur doivent être soigneusement contrôlés et réglés de façon à être égaux au débit utilisé pour l'essai des éprouvettes. Après que chaque éprouvette ait été essayée, s'assurer que l'on a un niveau de réponse de 20,95 % en utilisant l'air ambiant.

10.3 Étalonnage du débit calorifique

10.3.1 Effectuer l'étalonnage du débit calorifique en début d'essai chaque jour. Introduire le méthane (d'une pureté minimale de 99,5 %) dans le brûleur d'étalonnage avec un débit correspondant à 5 kW, fondé sur la chaleur de combustion dans les conditions normales de température et de pression ($50,0 \times 10^3$ kJ/kg) en utilisant un débitmètre pré-étalonné. Le débitmètre utilisé peut être un appareil d'essai par voie sèche, un appareil d'essai par voie humide ou un contrôleur électronique de flux massique. Si l'on utilise un contrôleur électronique de flux massique, il faut l'étalonner périodiquement par rapport à un appareil d'essai par voie sèche ou par voie humide. L'appareil d'essai doit être équipé de dispositifs permettant de mesurer la température et la pression du flux de gaz de façon à effectuer les corrections appropriées sur le relevé. Si l'on utilise un appareil d'essai par voie sèche, il faut également corriger les relevés quant à la teneur en humidité. Le ventilateur d'évacuation doit être réglé sur la vitesse à utiliser pour les essais à venir. Les calculs requis sont indiqués à l'article 12.

NOTE 11 L'étalonnage peut être effectué lorsque le radiateur conique fonctionne ou non, mais il ne doit pas être fait pendant le préchauffage.

10.3.2 Au moins une fois par mois, effectuer un nouvel étalonnage avec un débit correspondant à 10 kW en utilisant la procédure de base décrite en 10.3.1. Avec l'instrument étalonné à 5 kW, l'étalonnage à 10 kW doit donner une valeur de débit calorifique de $10 \text{ kW} \pm 5 \%$.

10.4 Étalonnage du système de mesure de la masse

La cellule de charge doit être étalonnée avec des poids étalons dans la plage des masses de l'éprouvette, au moins toutes les semaines et lorsque le zéro mécanique de la cellule de charge a besoin d'être réglé. Il se peut que

l'on ait à régler le zéro mécanique de la cellule de charge lorsqu'on change l'orientation à cause des différentes masses à vide des porte-éprouvettes.

11 Mode opératoire

AVERTISSEMENT – Afin que l'on puisse prendre les précautions adéquates pour protéger la santé, il convient d'attirer l'attention de toutes les personnes concernées par les essais au feu sur la possibilité de dégagement de gaz toxiques ou nocifs pendant l'exposition des éprouvettes.

Les procédures d'essai comportent des températures élevées et des processus de combustion. C'est pourquoi il peut y avoir des risques de brûlures, d'allumage d'objets étrangers ou de vêtements. L'opérateur doit utiliser des gants de protection pour installer et retirer les éprouvettes. Ne toucher ni le radiateur conique, ni les éléments annexes lorsqu'ils sont chauds, sauf si l'on utilise des gants de protection. Veiller à ne jamais toucher la bougie d'allumage qui fonctionne sous un potentiel élevé (10 kV). Avant l'essai, il faut vérifier que le système d'évacuation des fumées de l'appareillage fonctionne correctement et qu'il évacue la fumée dans une cheminée de bâtiment de capacité adéquate. On ne peut pas négliger totalement l'éventualité d'une éjection violente de matière fondue chaude ou de fragments pointus de certains types d'éprouvettes exposées à la chaleur, et il convient de porter des lunettes de protection.

11.1 Préparation initiale

11.1.1 Vérifier le piège à CO_2 et le piège final à humidité. Remplacer les matériaux absorbants si nécessaire. La température normale de service du piège cryogénique doit être comprise entre 0°C et 4°C .

NOTE 12 Si l'un des pièges ou des filtres dans la canalisation d'échantillonnage du gaz a été ouvert pendant la vérification, l'échantillon du gaz doit être vérifié du point de vue des fuites, en introduisant par exemple de l'azote pur, au même débit et à la même pression que les gaz d'échantillons, à partir d'une source d'azote reliée aussi près que possible de l'anneau d'échantillonnage. L'analyseur d'oxygène doit alors indiquer zéro.

11.1.2 Mettre en service le radiateur conique (voir annexe A.4.1) et le ventilateur d'évacuation. Les alimentations de l'analyseur de gaz, de la cellule de charge et du capteur de pression ne doivent pas être coupés pendant la journée.

11.1.3 Fixer un débit d'évacuation de $(0,024 \pm 0,002) \text{ m}^3/\text{s}$. Si l'on utilise un débit différent, il faut l'indiquer dans le rapport d'essai.

11.1.4 Effectuer les procédures d'étalonnage requises spécifiées à l'article 10. En orientation horizontale, placer un porte-éprouvette vide, avec une couche réfractaire

(6.5.1), en position, pendant l'échauffement et entre les essais, pour éviter tout transfert excessif de chaleur vers la cellule de charge.

NOTES

13 Pour l'essai en position verticale, il n'est pas nécessaire d'utiliser un porte-éprouvette vide.

14 Il convient d'utiliser un cadre de retenue (figure 10) et une grille de toile métallique (figure 11) lorsqu'on essaie des éprouvettes intumescents en position horizontale, et l'on peut également les utiliser pour réduire la combustion non représentative des arêtes des éprouvettes composites et retenir des éprouvettes qui ont tendance à se délaminer. On peut utiliser d'autres techniques si elles sont documentées dans le rapport d'essai. La grille en toile métallique présentée à la figure 11 convient également à la position verticale.

11.1.5 Si l'on utilise l'allumage externe, placer le porte-bougie à l'endroit approprié pour l'orientation utilisée (6.5).

11.2 Mode opératoire

11.2.1 Lorsque le système est prêt pour l'essai, et que ce dernier se fait en position horizontale, retirer tout d'abord le porte-éprouvette vide (voir 11.1.4).

11.2.2 Placer l'éprouvette en position, maintenue dans le porte-éprouvette approprié (6.5), et commencer la collecte des données (6.13). (Le porte-éprouvette doit être initialement à la température ambiante.) Les intervalles d'acquisition des données doivent être de 5 s maximum.

11.2.3 Déclencher le chronomètre d'allumage (6.9) si l'on utilise l'allumage externe. Amener la bougie d'allumage en place et la mettre en marche.

11.2.4 Relever la durée des flashes ou des inflammations transitoires; lorsqu'on a une inflammation soutenue, relever le temps, couper l'alimentation de la bougie et retirer le support de la bougie d'allumage par étincelle. Si la flamme s'éteint en moins de 60 s après extinction de l'étincelle, réinsérer le support de la bougie d'allumage par étincelle et mettre en marche. Si la flamme réapparaît, arrêter l'essai, rejeter les données d'essai et refaire l'essai sans enlever l'étincelle jusqu'à ce qu'on ait entièrement réalisé l'essai. Consigner ces éléments dans le rapport d'essai.

11.2.5 Collecter les données

- a) ou bien dans un intervalle de 2 min après l'arrêt de toute inflammation ou de tout signe de combustion et jusqu'à ce que la perte de masse pendant 1 min soit tombée au-dessous de 150 g/m²,
- b) ou bien après 60 min,

selon ce qui arrive en premier. Observer et enregistrer les changements physiques de l'échantillon tels que fusion, gonflement et fissurage.

11.2.6 Retirer l'éprouvette et le porte-éprouvette.

11.2.7 Pour les essais en position horizontale, placer à nouveau un porte-éprouvette vide.

11.2.8 Si l'éprouvette ne s'allume pas en 10 min, la retirer et la mettre au rebut, à moins qu'elle ne présente des signes d'échauffement.

11.2.9 Essayer trois éprouvettes et en consigner les résultats comme le décrit l'article 13. Les relevés moyens de débit calorifique de 180 s doivent être comparés aux valeurs des trois éprouvettes. Si l'un de ces relevés moyens diffère de plus de 10 % de la moyenne arithmétique des trois relevés, il faut essayer une autre série de trois éprouvettes. Dans ce cas là, on consignera les moyennes arithmétiques de la série de six relevés.

NOTE 15 Les données d'essais ont une validité limitée si l'éprouvette fond suffisamment pour déborder de la cuvette ramasse-gouttes lors de l'essai en position verticale ou du porte-échantillon lors de l'essai en position horizontale, s'il se produit un écaillage explosif ou si l'éprouvette gonfle excessivement et touche le dispositif d'allumage à étincelles ou la plaque d'assise du radiateur.

12 Calculs

NOTE 16 Les équations données dans ce paragraphe présupposent qu'on ne mesure que O₂ comme l'indique le système d'analyse des gaz à la figure 6. L'annexe F donne les équations appropriées dans les cas où l'on utilise un équipement additionnel d'analyse des gaz (CO₂, CO et éventuellement H₂O) et où l'on n'enlève pas le CO₂ des canalisations d'échantillonnage de O₂. Chaque fois que le CO₂ est enlevé des canalisations d'échantillonnage de O₂ (même lorsqu'on mesure le CO₂), utiliser les équations (1) à (5).

12.1 Constante d'étalonnage pour l'analyse de la consommation de l'oxygène

L'étalonnage du méthane doit être effectué chaque jour afin de vérifier le fonctionnement correct de l'instrument et de compenser les changements mineurs lors de la détermination du flux massique. (Tout étalonnage différant de plus de 5 % de l'étalonnage précédent n'est pas normal et signal un mauvais fonctionnement de l'instrument.) La constante d'étalonnage C est calculée comme suit:

$$C = \frac{10,0}{(12,54 \times 10^3)(1,10)} \sqrt{\frac{T_e}{\Delta p} \frac{1,105 - 1,5x_{O_2}}{x_{O_2}^0 - x_{O_2}}} \dots (1)$$

où 10,0 correspond à 10,0 kW de méthane fourni, 12,54 × 10³ est le Δh_c / r_O pour le méthane, 1,10 est le rapport des poids moléculaires de l'oxygène et de l'air.

12.2 Débit calorifique

12.2.1 Avant de faire d'autres calculs, il faut calculer le décalage en temps de l'analyseur d'oxygène, t_d, au moyen de l'équation suivante:

$$x_{O_2}(t) = x_{O_2}^1(t + t_d) \dots (2)$$

12.2.2 Calculer le débit calorifique, $\dot{q}(t)$, comme suit:

$$\dot{q}(t) = (\Delta h_c / r_D)(1,10) C \sqrt{\frac{\Delta p}{T_e} \frac{x_{O_2}^0 - x_{O_2}}{1,105 - 1,5x_{O_2}}} \quad \dots (3)$$

en prenant $13,1 \times 10^3$ kJ/kg comme $\Delta h_c / r_D$ pour l'éprouvette, à moins que l'on connaisse une valeur plus exacte.

12.2.3 Le débit calorifique par unité de surface peut être obtenu suivant:

$$\dot{q}''(t) = \dot{q}(t) / A_s \quad \dots (4)$$

où A_s est la surface de l'échantillon, par exemple $0,0088 \text{ m}^2$ en position verticale et en position horizontale lorsqu'on utilise un cadre de retenue.

12.3 Débit du conduit d'évacuation

Le débit massique, en kilogrammes par seconde, dans le conduit d'évacuation est donné par:

$$\dot{m}_e = C \sqrt{\frac{\Delta p}{T_e}} \quad \dots (5)$$

NOTE 17 L'annexe C donne les équations du taux de perte de masse de l'éprouvette \dot{m} et de la chaleur de combustion efficace $\Delta h_{c,eff}$.

13 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit être aussi complet que possible et doit contenir toute observation faite pendant l'essai et tout commentaire sur les difficultés rencontrées pendant les essais. Les unités de tous les mesurages doivent être clairement précisées dans le rapport. Certaines unités pratiques pour le rapport sont préconisées ci-après.

Les informations essentielles suivantes doivent être également données dans le rapport d'essai:

- nom et adresse du laboratoire;
- nom et adresse de l'entreprise qui subventionne l'essai;
- nom et adresse du fabricant/fournisseur;
- date de l'essai;
- opérateur;
- appellation commerciale et code ou numéro d'identification de l'éprouvette;
- composition ou identification générique;

h) épaisseur²⁾, exprimée en millimètres et masse¹⁾, exprimée en grammes, de l'éprouvette. Pour les composites et les assemblages, indiquer une épaisseur nominale et la densité de chacun des composants, ainsi que la densité apparente (globale) de tout le système;

i) couleur de l'éprouvette;

j) détails de la préparation de l'éprouvette par le laboratoire d'essai;

k) orientation de l'éprouvette d'essai, montage de l'éprouvette, face essayée et utilisation éventuelle du cadre de retenue, de la grille en toile métallique ou de toute autre procédure spéciale de montage;

l) éclairage énergétique, exprimé en kilowatts par mètre carré, et débit du système d'évacuation²⁾, exprimé en mètres cubes par seconde;

m) nombre d'éprouvettes essayées dans les mêmes conditions;

NOTE 18 Il devrait y en avoir un minimum de trois, sauf pour les essais de recherche.

n) temps nécessaire pour obtenir une inflammation soutenue²⁾, exprimé en secondes;

o) durée de l'essai²⁾, exprimée en secondes, c'est-à-dire temps s'écoulant entre le début et la fin de l'essai, conformément à 11.2.5;

p) courbe du débit calorifique (par unité de surface)²⁾, exprimé en kilowatts par mètre carré, cette courbe devant être enregistrée pendant tout l'essai;

q) valeurs moyennes²⁾ \dot{q}'' pour les 180 premières secondes (\dot{q}''_{180}) et les 300 premières secondes (\dot{q}''_{300}) après allumage, ou pour d'autres périodes appropriées et valeurs de crête²⁾ \dot{q}'' (\dot{q}''_{max}), exprimées en kilowatts par mètre carré.

Pour les éprouvettes qui ne présentent pas d'inflammation soutenue, consigner les valeurs ci-dessus sous forme de tableau pour des périodes commençant avec le relevé suivant le dernier débit calorifique négatif au début de l'essai.

Certaines éprouvettes ne présentent pas d'inflammation soutenue visible, mais elles indiquent des valeurs calorifiques non nulles. Il y aura des relevés négatifs, en général, étant donné qu'avant que l'éprouvette ne commence à brûler, la sortie est $0 \pm$ le bruit. Les valeurs moyennes de débit calorifique doivent être calculées en utilisant la règle du trapèze pour l'intégration. Par exemple, on obtient \dot{q}''_{180} comme suit:

1) faire la somme de toutes les valeurs de débit calorifique du 2^{ème} au 36^{ème} balayage après allumage ou après la dernière valeur négative. Si

2) Reporter ces indications pour chaque éprouvette.