
**Plastiques — Détermination
du comportement au feu au moyen
de l'indice d'oxygène —**

**Partie 1:
Guide**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Plastics — Determination of burning behaviour by oxygen index —
Part 1: Guidance*

ISO 4589-1:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d9ba420-afaa-4d12-a7c5-0f8acdd551d3/iso-4589-1-1996>



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.

La Norme internationale ISO 4589-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 4, *Comportement au feu*.

Conjointement avec les parties 2 et 3 (voir ci-dessous), la présente partie de l'ISO 4589 annule et remplace l'ISO 4589:1984, dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 4589 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination du comportement au feu au moyen de l'indice d'oxygène*:

— *Partie 1: Guide*

— *Partie 2: Essai à la température ambiante* [ISO 4589-1:1996](#)

— *Partie 3: Essai à haute température* <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d9ba420-afaa-4d12-a7c5-0f6acdd551d3/iso-4589-1-1996>

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 4589 est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1996

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet: central@isocs.iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Introduction

L'essai de détermination de l'indice d'oxygène à température ambiante a été décrit pour la première fois par Fenimore et Martin^[2] en 1966. La première utilisation de cette méthode dans les normes fut la méthode d'essai donnée dans la norme ASTM D 2863:1970^[6]. Cette méthode a depuis été publiée dans de nombreuses normes nationales et internationales. En 1984, elle le fut sous la forme de l'ISO 4589 qui est actuellement en cours de révision sous la forme de l'ISO 4589-2. L'essai de détermination de l'indice d'oxygène à haute température fait l'objet de l'ISO 4589-3.

Depuis l'adoption de l'ASTM D 2863 sous forme de norme, un nombre considérable d'articles a été publié sur ce sujet. La récente critique de Weil, Hirschler, *et al*^[3] sur la pertinence de cet essai dans les cas réels d'incendie est l'un d'entre eux. D'autres articles ont suggéré des formules empiriques permettant de relier l'indice d'oxygène aux quantités d'agents ignifugeants ou ont décrit les recherches pratiques effectuées sur les performances des équipements (voir Kanury^[4]). Il est apparu un consensus clair sur la valeur des deux variantes de cet essai. Le présent guide a pour objet de discuter de l'utilisation de l'équipement et du domaine d'utilisation des deux méthodes d'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 4589-1:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d9ba420-afaa-4d12-a7c5-0f6acdd551d3/iso-4589-1-1996>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4589-1:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d9ba420-afaa-4d12-a7c5-0f6acdd551d3/iso-4589-1-1996>

Plastiques — Détermination du comportement au feu au moyen de l'indice d'oxygène —

Partie 1: Guide

1 Domaine d'application

1.1 La présente partie de l'ISO 4589 constitue un guide relatif à l'essai de détermination de l'indice d'oxygène. Il fournit des informations destinées à guider le lecteur sur l'utilisation des méthodes d'essai décrites dans les parties 2 et 3.

1.2 La partie 2 décrit une méthode de détermination de la concentration minimale d'oxygène en pourcentage en volume dans un mélange oxygène-azote à $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, qui est juste nécessaire au maintien de la combustion du matériau dans les conditions d'essai spécifiées. Les résultats obtenus sont les valeurs de l'indice d'oxygène. Pour les besoins de comparaison, une méthode est également indiquée pour déterminer si l'indice d'oxygène d'un matériau donné se situe, ou non, au-dessus d'une valeur minimale spécifiée, ce qui est particulièrement important pour les besoins de contrôle qualité. Une méthode est aussi donnée pour tester des feuilles minces dont les épaisseurs sont comprises entre $20\text{ }\mu\text{m}$ and $100\text{ }\mu\text{m}$.

1.3 La partie 3 décrit des méthodes qui permettent de procéder à la même détermination sur une plage de températures allant, par exemple, de 25 °C à 150 °C (bien qu'il soit possible de mettre en œuvre des températures allant jusqu'à 400 °C). Les résultats ainsi obtenus sont les valeurs de l'indice d'oxygène à la température d'essai. La partie 3 décrit également une méthode qui permet de déterminer la température à laquelle l'indice d'oxygène de petites éprouvettes verticales est de 20,9. Le résultat ainsi obtenu est la température d'inflammabilité. La partie 3 n'est pas applicable aux matériaux ayant un indice d'oxygène inférieur à $20,9\text{ °C}$ à 23 °C .

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 4589. 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 4589 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 4589-2:1996, *Plastiques — Détermination du comportement au feu au moyen de l'indice d'oxygène — Partie 2: Essai à la température ambiante.*

ISO 4589-3:1996, *Plastiques — Détermination du comportement au feu au moyen de l'indice d'oxygène — Partie 3: Essai à haute température.*

3 Principes de l'essai

3.1 Dans la partie 2, le matériau peut être soumis à l'essai sous la forme d'une éprouvette rigide ou d'une éprouvette flexible sur un support spécifié, monté dans une cheminée transparente dans laquelle un mélange oxygène-azote circule de bas en haut suivant un mode d'écoulement laminaire. Après conditionnement de l'éprouvette, l'essai est effectué à température ambiante. Cela représente la version la plus simple de l'essai. Le procédé d'allumage est réalisé par le haut en maintenant la flamme en contact avec le sommet de l'éprouvette

pendant une durée maximale de 30 s, en la retirant périodiquement toutes les 5 s pour vérifier si l'éprouvette brûle. Cela évite d'augmenter la température de l'éprouvette et de mesurer ainsi des valeurs trop faibles de l'indice d'oxygène. Dans la procédure d'allumage avec propagation, on laisse la flamme en contact avec les faces verticales de l'éprouvette sur une profondeur d'environ 6 mm. Dans le procédé pour feuilles minces, la feuille est enroulée suivant une spirale à 45° autour d'une tige et taillée en pointe; après quoi, la tige est retirée et l'extrémité supérieure coupée à 20 mm du sommet.

3.2 Dans la partie 3, le matériau est testé de la même façon que précédemment, à la différence près que cet essai est réalisé dans une colonne chauffée qui sert aussi au chauffage des gaz d'entrée et de ceux qui remontent la colonne. Avant le démarrage de l'essai, l'éprouvette et le porte-éprouvette sont préalablement préchauffés dans ce courant de gaz pendant une durée de $240 \text{ s} \pm 10 \text{ s}$ afin qu'ils soient à la température d'équilibre de l'essai. La flamme est appliquée pendant une période identique à celle de la partie 2.

4 Applicabilité de l'essai

4.1 Cet essai est utilisé dans le cadre du contrôle qualité des matériaux, en particulier pour vérifier si des ignifugeants ont été incorporés au matériau soumis à l'essai, ainsi qu'en recherche et développement. Pris isolément, cet essai est insuffisant pour évaluer le comportement au feu et il n'est pas recommandé de l'utiliser pour les règlements relatifs au contrôle de la sécurité et à la protection des consommateurs. L'essai permet de mesurer avec précision le comportement au feu des matériaux dans des conditions de laboratoire contrôlées. Les résultats obtenus dépendent des dimensions de l'éprouvette utilisée, de sa forme et de son orientation. En dépit de ces restrictions, l'essai de détermination de l'indice d'oxygène est très largement utilisé dans l'industrie des polymères, ainsi que dans les industries de production de câbles ou celles de fabrication des ignifugeants.

4.2 L'essai à haute température (partie 3) présente l'avantage de donner des informations sur les effets de la température sur l'indice d'oxygène dans une plage donnée. Ainsi, la valeur de cet essai, qui est accrue par rapport à celle d'un mesurage ponctuel à la température ambiante, permet-elle de mieux comprendre le comportement des matériaux sur une plage de températures. Cela est particulièrement intéressant pour détecter, par exemple, la perte d'efficacité d'un ignifugeant, phénomène qui s'est révélé dramatique dans certains cas. Cela est également utile lors du suivi des modifications chimiques qui se produisent aux températures élevées et qui peuvent favoriser ou diminuer la tendance à brûler.

4.3 L'essai à la température d'inflammabilité (partie 3, annexe B) fournit un moyen pour évaluer la façon dont les matériaux se comportent en atmosphère normale par détermination de la température à laquelle une éprouvette a un indice d'oxygène égal à 20,9.

4.4 Les parties 2 et 3 peuvent être utilisées pour comparer les caractéristiques particulières de combustion d'une série de matériaux plastiques. Les caractéristiques de combustion d'un matériau donné sont complexes et un seul essai ne suffit pas pour évaluer le comportement du matériau en question. Il convient donc de souligner qu'il est nécessaire de réaliser plusieurs essais pour déterminer toutes les caractéristiques de combustion d'un matériau donné.

4.5 Il convient d'insister sur le fait que ces essais de laboratoire à petite échelle ne peuvent être considérés que comme des essais portant sur des matériaux. Ils constituent avant tout une aide dans les programmes de développement, pour le contrôle de la cohérence et/ou pour la présélection des matériaux. **Ils ne doivent pas être considérés comme étant le seul moyen d'évaluer les risques du feu propres à un matériau lors de son utilisation.**

4.6 Les exigences spécifiques des différentes industries ont eu pour conséquence la publication d'un certain nombre de normes similaires mais pas complètement identiques car elles utilisent souvent des conditions d'allumage et des brûleurs différents. Ces différences peuvent engendrer des différences de résultats et il convient de faire preuve de prudence lorsqu'on compare les résultats de ces essais quand ceux-ci ont été conduits selon différentes normes.

5 Préparation des éprouvettes

Il convient de toujours préparer les éprouvettes avec le plus grand soin. Il est important de s'assurer que les surfaces sont propres et exemptes de défauts car le fait de négliger ces précautions peut affecter profondément le comportement au feu. Il convient de n'omettre aucune étape lors du conditionnement des éprouvettes.

6 Appareillage

6.1 Généralités

De nombreux types d'appareils existent qui répondent aux prescriptions des parties 2 et 3. Certains modèles comprennent des débitmètres, des vannes ou des analyseurs d'oxygène alors que d'autres sont modulaires et permettent une transformation ultérieure en modèle chauffé. Une description complète est donnée dans l'article 5 des parties 2 et 3.

6.2 Dispositif de mesurage

Il existe plusieurs méthodes pour mesurer la concentration en oxygène. La norme indique que ce mesurage peut être effectué en utilisant soit des débitmètres, soit un analyseur d'oxygène. Il est essentiel d'utiliser les données appropriées de calibrage des débitmètres et de calibrer les analyseurs d'oxygène en utilisant un gaz étalon. Il est également nécessaire de vérifier périodiquement l'ensemble de l'équipement, aux intervalles de temps spécifiés dans la partie 2 pour garantir l'absence de fuites dans le système. Ce point est essentiel au cas où il faudrait pour une raison ou une autre, démonter et réassembler l'équipement.

6.3 Conception de la colonne (standards.iteh.ai)

La dimension recommandée de la colonne pour l'essai à température ambiante (partie 2) est d'au moins 95 mm avec une ouverture réduite. La raison de ce choix est clairement précisée dans les travaux de Wharton^[5] qui a montré qu'une certaine quantité d'air en provenance de l'extérieur de la colonne est entraînée. Dans le cas de la partie 3 (essai à haute température), il est recommandé d'utiliser une colonne de 75 mm de diamètre minimal, toujours avec une ouverture réduite puisque l'entraînement de l'air est un problème plus important dans cet appareillage. Sans cette ouverture, des erreurs seraient introduites dans les valeurs de l'indice d'oxygène de certains matériaux. La forme et les dimensions d'ouverture recommandées pour éliminer cet effet sont indiquées dans les parties 2 et 3.

6.4 Porte-éprovette

Il existe deux types de porte-éprouvettes: l'un pour les éprouvettes rigides et l'autre pour les éprouvettes souples. Il convient de veiller à ce que le porte-éprovette se refroidisse jusqu'à la température ambiante lors des essais de la partie 2; sinon, il est possible d'utiliser un second porte-éprovette.

NOTE — Lors de l'essai à haute température (partie 3), on est confronté à un certain nombre de problèmes dont l'un est lié au porte-éprovette des matériaux thermoplastiques souples. Avec certains produits, le support en fil métallique recommandé (voir figure 7 de la partie 3) se révèle peu adapté. Une autre méthode consiste à soutenir l'éprovette entre deux tubes capillaires en verre réunis par un fil métallique fin en Nichrome ou en acier inoxydable (calibre nominal de 200 µm), noué avec un simple nœud, et maintenus dans un système de fixation de petites dimensions d'utilisation courante. Il y a lieu de faire preuve de prudence lorsqu'on utilise cette méthode non normalisée et de le noter dans le rapport d'essai.

7 Conditions de fonctionnement

7.1 Calibrage

On ne saurait trop insister sur l'importance du respect des méthodes de calibrage spécifiées dans les parties 2 et 3. Il est recommandé de procéder à des contrôles réguliers en soumettant à l'essai un matériau spécifié comme le PMMA et de conserver des enregistrements de toutes les valeurs obtenues. Si l'on observe une variation significative de ces valeurs, il convient d'exécuter un calibrage complet pour déterminer la cause de la variation.

NOTE — Il convient que le PMMA se présente sous la forme de plaques transparentes non modifiées coulées à base d'un homopolymère de méthacrylate de méthyle conforme à l'ISO 7823-1^[1]. D'autres plaques de PMMA, telles les plaques coulées à base d'un copolymère de méthacrylate de méthyle, extrudées ou calandrées, peuvent avoir des comportements au feu différents selon le comonomère utilisé, la composition et la masse moléculaire, ces caractéristiques affectant le comportement de la masse fondue pendant la combustion.

7.2 Durée d'application de la flamme

Il convient que les conditions dans lesquelles la flamme est appliquée sur l'échantillon soient soigneusement contrôlées. Ces précautions se justifient par le fait que plus la durée d'application de la flamme est longue, plus la température de l'éprouvette s'élève. Cette augmentation de la température de l'éprouvette provoque en principe un abaissement de l'indice d'oxygène puisqu'en général, plus la température est élevée, plus l'indice d'oxygène diminue pour la plupart des matériaux. Il convient de préciser dans le rapport d'essai le procédé mis en œuvre pour appliquer la flamme sur l'éprouvette.

7.3 Débit gazeux

Alors que les premiers travaux indiquaient que l'on pouvait faire varier l'écoulement laminaire montant dans la colonne de $\pm 25\%$ (c'est-à-dire que la vitesse linéaire est de $40 \text{ mm/s} \pm 10 \text{ mm/s}$) pendant l'essai conduit à la température ambiante, il est apparu clairement que l'on ne pouvait pas tolérer une aussi grande variation pour l'essai à haute température puisque cet essai nécessite une concentration constante d'oxygène, qui est fonction du débit et de la température. De ce fait, le débit et la température sont tous deux étroitement définis dans la partie 3, la tolérance sur le débit étant de $\pm 2\%$ (c'est-à-dire que la vitesse linéaire est de $40 \text{ mm/s} \pm 0,8 \text{ mm/s}$). Un contrôle plus précis du débit à $\pm 5\%$ (c'est-à-dire que la vitesse linéaire est de $40 \text{ mm/s} \pm 2 \text{ mm/s}$) est également maintenant applicable à la partie 2.

(standards.iteh.ai)

7.4 Mode opératoire à haute température

Il est important de suivre exactement le même mode opératoire d'un essai à l'autre, lors des essais effectués conformément à la partie 3, afin de garantir que l'équilibre est le même. Il a été démontré qu'il convient que le porte-éprouvette soit en place lors de l'équilibrage à la température correcte et au moment où l'on vérifie que la température est conforme aux spécifications, avant de commencer l'essai.

7.5 Critère de conformité/non-conformité

Le mesurage de la température d'inflammabilité (partie 3, annexe B) identifie un critère de conformité/non-conformité à une température spécifiée qui est largement utilisé pour mettre en évidence un comportement satisfaisant à une température limite. Cette méthode ne convient que pour soumettre à l'essai des qualités de matériaux bien caractérisés. Cependant, il convient de faire preuve d'une grande prudence lors de l'essai de composés inconnus qui présentent un comportement apparemment satisfaisant aux températures supérieures à la température d'inflammabilité. Les données suivantes, récemment obtenues à l'aide de l'annexe B de la partie 3 sur un composé déjà disponible sur le marché, caractérisé par une température d'inflammabilité déclarée supérieure à 300 °C , illustrent bien cette situation:

Température (°C)	Conforme/non conforme
262	C
272	C
274	NC
277	C
277 (ii)	NC
277 (iii)	C
284	C
304	C
305	C

Les résultats positifs obtenus au-dessus de 280°C se sont accompagnés d'une dégradation visible du composé, les substances volatiles inflammables ayant été entraînées hors de la colonne pendant la période de conditionnement avant l'allumage. Par conséquent, il est très important de faire preuve de circonspection lors de l'observation et des essais avant d'appliquer le mode opératoire d'essai décrit dans l'annexe B de la partie 3.

8 Conclusions

Il est intéressant de mettre en œuvre les parties 2 et 3 de l'ISO 4589, d'une part pour effectuer le suivi du contrôle qualité et la présélection de matériaux utilisés dans le cadre de nombreuses applications et, d'autre part, pour étudier les effets induits par les agents ignifugeants qui sont ajoutés aux polymères synthétiques. L'article 4 en a toutefois déjà décrit les limitations, qu'il convient de garder à l'esprit en permanence lorsqu'on utilise ces essais.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4589-1:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d9ba420-afaa-4d12-a7c5-0f6acdd551d3/iso-4589-1-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d9ba420-afaa-4d12-a7c5-0f6acdd551d3/iso-4589-1-1996>