
**Méthode pour déterminer les
concentrations des gaz émis lors de
l'essai ISO 5659-2 par spectroscopie
infrarouge à transformée de Fourier**

*Test method for determination of gas concentrations in ISO 5659-2
using Fourier transform infrared spectroscopy*

iTeh Standards

(<https://standards.iteh.ai>)

Document Preview

[ISO/TS 19021:2018](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0360e83e-f1a1-44fa-b3c6-92a641f5a7f6/iso-ts-19021-2018>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO/TS 19021:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0360e83e-f1a1-44fa-b3c6-92a641f5a7f6/iso-ts-19021-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0360e83e-f1a1-44fa-b3c6-92a641f5a7f6/iso-ts-19021-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Appareillage pour la combustion de l'éprouvette et pour l'étalonnage du radiateur conique	2
6 Système de prélèvement des gaz	2
6.1 Disposition générale.....	2
6.2 Sonde de prélèvement.....	3
6.3 Filtre principal.....	4
6.4 Ligne de prélèvement avant la cellule à gaz.....	4
6.5 Filtre secondaire.....	4
6.6 Cellule à gaz IRTF.....	5
6.7 Conditionnement du débit de prélèvement et du débit de la pompe.....	5
6.8 Débit de prélèvement.....	5
6.9 Spectromètre IRTF.....	5
7 Étalonnages	6
7.1 Étalonnages généraux.....	6
7.2 Essai d'étanchéité de l'enceinte.....	6
7.3 Étalonnage de l'analyseur de gaz.....	6
8 Conditionnement	7
9 Environnement d'essai	7
10 Conditions préalables à l'essai	7
11 Mode opératoire d'essai	7
11.1 Principe.....	7
11.2 Opérations avant chaque essai.....	7
11.3 Opérations pendant un essai.....	8
11.4 Opérations après chaque essai.....	9
12 Analyse des espèces de gaz et correction	9
12.1 Généralités.....	9
12.2 Calcul de la fraction volumique corrigée.....	9
12.3 Calcul du décalage temporel.....	10
13 Rapport d'essai	11
14 Fidélité de l'essai	12
Annexe A (informative) Procédure d'étalonnage IRTF type lors de la mise en service ou après des modifications majeures	13
Annexe B (informative) Exactitude (justesse et fidélité) de la méthode d'essai	16
Bibliographie	24

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 92, *Sécurité au feu*, sous-comité SC 1, *Amorçage et développement du feu*.

Introduction

Le présent document décrit une méthode d'essai permettant de générer et d'analyser les effluents produits pendant la pyrolyse et la combustion avec flammes d'échantillons de matériaux et de produits exposés selon un scénario d'essai en enceinte unique tel que défini dans l'ISO 5659-2.

Le présent document établit un mode opératoire de mesurage en continu (c'est-à-dire analyse des émissions en fonction du temps) pour des gaz sélectionnés émis lors de la pyrolyse et de la combustion de matériaux exposés conformément au modèle physique de feu de l'ISO 5659-2. Il fournit des données de concentration en volume ($\mu\text{L/L}$) ou en masse (mg/m^3) de gaz en fonction du temps.

Cette méthode d'essai n'est pas conçue pour fournir des données d'entrée pour l'ingénierie de la sécurité incendie, car les stades du feu couverts dans l'ISO 19706 ne sont pas définis en fonction du temps dans le modèle physique de feu considéré et dépendent du comportement au feu du produit pendant l'essai. Cette méthode d'essai est limitée à une approche descriptive qui peut être utilisée en combinaison avec des essais de réaction au feu existants (allumabilité, propagation de la flamme, débit calorifique).

Aucune évaluation complémentaire, par exemple évaluation de la toxicité, n'est envisagée dans le présent document. D'autres méthodes décrites dans des normes spécifiques (par exemple ISO 13344, EN 45545-2) ou dans des réglementations spécifiques (par exemple code FTP de l'OMI) peuvent être utilisées pour ce type d'interprétation et pour compléter les conditions d'utilisation du présent document.

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

[ISO/TS 19021:2018](#)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/0360e83e-f1a1-44fa-b3c6-92a641f5a7f6/iso-ts-19021-2018>

Méthode pour déterminer les concentrations des gaz émis lors de l'essai ISO 5659-2 par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai appropriée pour analyser les effluents générés pendant la pyrolyse et la combustion d'échantillons et de produits soumis à essai selon l'ISO 5659-2. La méthode d'essai spécifiée est basée sur la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) décrite dans l'ISO 19702, avec des informations supplémentaires sur l'étalonnage de l'appareillage d'essai et de l'analyseur approprié pour son application à ce modèle physique de feu. Le présent document est destiné à être utilisé conjointement avec l'ISO 5659-2 et l'ISO 19702.

La méthode d'essai donne les concentrations de gaz résolues en temps pendant toute la durée d'un essai selon l'ISO 5659-2.

Le présent document ne traite pas de l'exactitude de ce modèle de feu pour une application de produit, ni de l'exactitude des concentrations de gaz par rapport à tout essai au feu en grandeur réelle ou scénario d'incendie. Dans l'optique de la future conversion du présent document en Norme internationale, un essai interlaboratoires visant à remplacer l'[Annexe B](#) est programmé.

Le présent document ne contient pas d'évaluation de la toxicité et ne fournit pas de données d'entrée pour l'ingénierie de la sécurité incendie.

Étant donné que les conditions de combustion varient en fonction du taux de consommation d'oxygène dans l'enceinte pendant l'essai selon l'ISO 5659-2, ce modèle physique de feu n'est pas considéré comme étant représentatif d'un scénario d'incendie spécifique. Il est donc difficile de comparer les résultats d'essai à des conditions d'incendie en grandeur réelle. Par conséquent, si cette méthode d'essai est utilisée pour comparer des matériaux ou des produits, elle est destinée à être associée à d'autres essais au feu.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 5659-2:2017, *Plastiques — Production de fumée — Partie 2: Détermination de la densité optique par un essai en enceinte unique*

ISO 12828-1, *Méthode de validation des analyses de gaz d'incendie — Partie 1: Limites de détection et de quantification*

ISO 12828-2, *Méthode de validation des analyses de gaz d'incendie — Partie 2: Validation intralaboratoire des méthodes de d'analyse*

ISO 13943, *Sécurité au feu — Vocabulaire*

ISO 19702:2015, *Lignes directrices pour l'analyse des gaz et des vapeurs dans les effluents du feu par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 13943, de l'ISO 5659-2 et de l'ISO 19702 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

4 Principe

Les études servant de base technique au présent document sont détaillées dans les Références [1] et [2].

Les effluents du feu sont échantillonnés en continu dans une chambre à fumée cumulative (ISO 5659-2). Le débit de prélèvement des gaz doit être tel que l'échantillon représente la composition de l'atmosphère dans l'enceinte et que tout effet des systèmes de prélèvement des gaz (tels que filtres, sondes, tuyaux, tubes et pompes) soit réduit au minimum. Un système de filtration empêche les particules de fumée de pénétrer dans la cellule de l'analyseur de gaz. Les concentrations de gaz spécifiés dans le flux d'effluent échantillonné sont déterminées par spectroscopie IRTF conformément à l'ISO 19702.

La quantité d'atmosphère prélevée dans l'enceinte et utilisée pour l'analyse IRTF (environ 1,5 L/min pendant 20 min) doit être maintenue dans les limites permettant de compenser le prélèvement par la dilatation de l'air due aux effets thermiques du cône radiant et de la combustion de l'éprouvette. De cette manière, la pression dans l'enceinte restera relativement constante pendant toute la période de prélèvement.

Le temps de parcours et la distance parcourue par les effluents du feu dans le système de prélèvement des gaz doivent être réduits au minimum.

5 Appareillage pour la combustion de l'éprouvette et pour l'étalonnage du radiateur conique

L'appareillage d'essai spécifié dans l'ISO 5659-2 doit être utilisé.

6 Système de prélèvement des gaz

6.1 Disposition générale

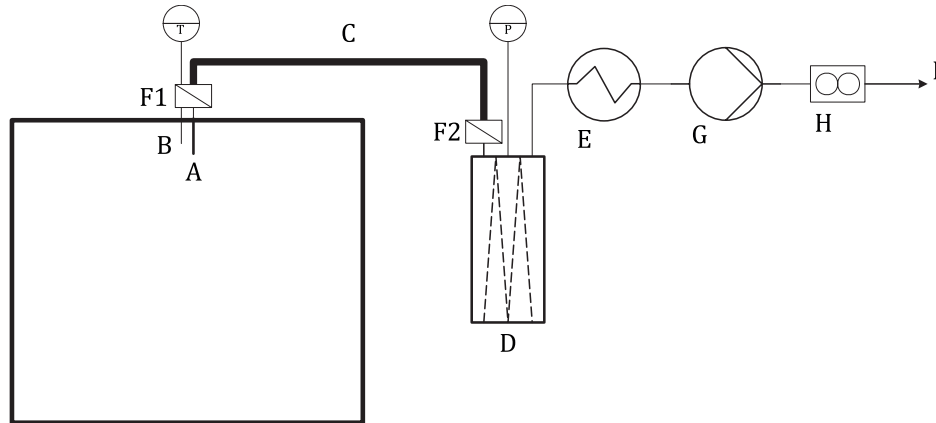
La disposition générale du système de prélèvement des gaz est spécifiée ci-après en complément des exigences de l'ISO 19702. Le système de prélèvement des gaz doit être constitué d'une sonde de prélèvement, d'un filtre principal, d'une ligne de prélèvement des gaz, d'un filtre secondaire, d'une cellule à gaz, d'un capteur de pression, d'un refroidisseur facultatif, d'une pompe et d'un débitmètre. Le filtre principal doit être placé juste après la sonde. L'analyseur de gaz doit être placé après l'extrémité de la ligne de prélèvement et en amont de la pompe. Un exemple de système de prélèvement adapté est présenté à la [Figure 1](#). D'autres dispositions sont possibles, si elles respectent les points clés de la présente norme: conditions de débit, filtre principal chauffé juste après la sonde de prélèvement, et une zone chauffée entre la sortie de la chambre à fumée et la sortie de la cellule à gaz IRTF.

La chambre à fumée doit être équipée d'un capteur de pression permettant d'enregistrer la pression interne P_{enceinte} en fonction du temps.

Certains laboratoires ont expérimenté un système utilisant une vitesse d'extraction supérieure et une remise en circulation des gaz extraits vers l'appareillage d'essai qui s'est avéré probant lorsque la pression dans l'enceinte reste relativement constante. Pour de tels systèmes, l'utilisateur doit évaluer

les divergences par rapport à la disposition générale décrite dans le présent document. La série de normes ISO 12828 peut être utilisée à cette fin.

NOTE Une vanne peut être ajoutée en amont ou en aval de la pompe, afin de faciliter la régulation de la pression dans la cellule à gaz.



Légende

- | | | | |
|----|---|---|---|
| A | chambre à fumée de l'ISO 5659-2 et sonde de prélèvement, voir 6.2 | E | refroidisseur de gaz |
| B | extrémité du thermocouple, voir 6.2 | G | pompe |
| F1 | vanne à trois voies et filtre principal chauffé, voir 6.3 | H | débitmètre |
| C | ligne de prélèvement chauffée, voir 6.4 | I | vers le système d'évacuation, à la pression atmosphérique |
| F2 | filtre secondaire chauffé, voir 6.5 | P | capteur de pression |
| D | cellule à gaz IRTF chauffée, voir 6.6 | T | capteur du thermocouple |

Figure 1 — Schéma d'un exemple de disposition du système de prélèvement

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0360e83e-f1a1-44fa-b3c6-92a641f5a7f6/iso-ts-19021-2018>

6.2 Sonde de prélèvement

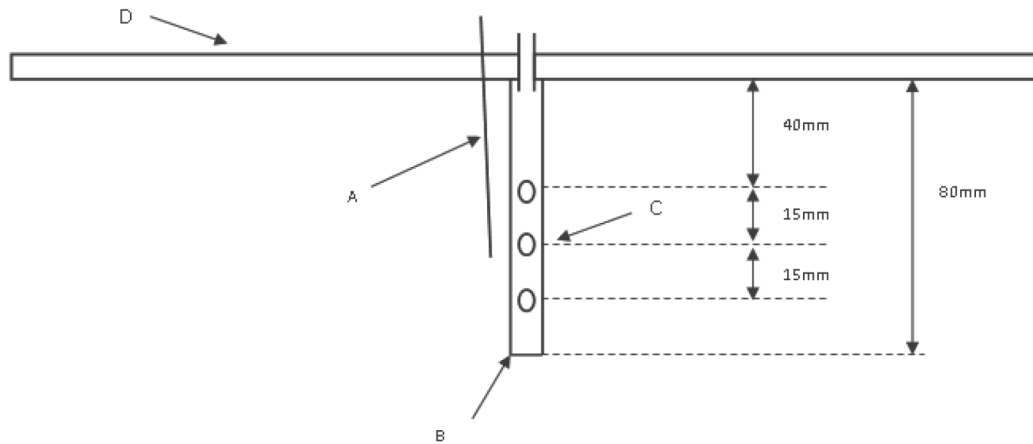
La sonde interne doit se composer d'un tube en acier inoxydable de 5 mm de diamètre intérieur dont une extrémité est fermée, comme le montre la [Figure 2](#). Elle doit être fixée au centre du plafond de la chambre et doit pénétrer dans la chambre de sorte à dépasser de 80 mm par rapport au plafond de la chambre.

La sonde doit comporter 3 orifices d'échantillonnage de 2 mm de diamètre, faisant face au fond de la chambre, comme le montre la [Figure 2](#), positionnés à 40 mm, 55 mm et 70 mm du plafond interne de la chambre.

NOTE Certains gaz acides peuvent réagir avec la surface intérieure de la sonde, ce qui se traduit par une perte de ces gaz. Cela est particulièrement important (en proportion) pour de faibles concentrations.

Près de l'orifice central sur la sonde interne, un thermocouple gainé (type K, diamètre maximal 2 mm) doit être placé à une distance de (8 ± 2) mm de l'orifice pour mesurer la température du gaz prélevé.

La température au moment du prélèvement doit être notée afin de calculer la concentration en masse des espèces de gaz.



Légende

- A thermocouple
- B tube à extrémité fermée
- C 3 orifices de 2 mm de diamètre, orientés vers le fond de la chambre
- D plafond de la chambre

Figure 2 — Schéma d'un exemple de disposition du système de prélèvement

6.3 Filtre principal

La cellule IRTF doit être protégée par un filtre de la contamination par la suie et d'autres particules solides souvent présentes dans les effluents du feu. Le filtre doit être tel que l'élément filtrant puisse être remplacé. L'ISO 19702:2015, 5.3 décrit les caractéristiques de filtres appropriés.

Le filtre principal doit être placé entre l'enceinte et la ligne de prélèvement, juste après la vanne à 3 voies positionnée après la sonde de prélèvement (voir F1 à la [Figure 1](#)). La température du système filtrant doit être réglée à (180 ± 10) °C.

NOTE Un système filtrant constitué d'une cartouche cylindrique en PTFE de 30 mm de diamètre et de 75 mm de longueur avec une porosité de 2 µm, placée dans un boîtier chauffé, s'est avéré approprié pour les besoins de cette analyse.

Il est recommandé d'utiliser le PTFE car il ne réagit pas avec les effluents du feu. La fibre de verre est souvent inappropriée car elle est connue pour réagir avec le HF, et la laine de céramique est souvent inappropriée car elle est connue pour absorber les halogénures d'hydrogène même à haute température.

6.4 Ligne de prélèvement avant la cellule à gaz

La ligne de prélèvement utilisée entre le filtre principal et la cellule à gaz IRTF doit être constituée d'un tube flexible en PTFE chauffé. La ligne de prélèvement doit avoir un diamètre intérieur de $(4,0 \pm 0,2)$ mm et une longueur maximale de 3 m. La température de la ligne de prélèvement doit être de (180 ± 10) °C. La ligne de prélèvement doit être fabriquée de manière à pouvoir remplacer, si nécessaire, le tube en PTFE.

6.5 Filtre secondaire

Pour augmenter le niveau de protection des miroirs internes, un filtre secondaire doit être placé juste avant la cellule à gaz IRTF. Ce filtre secondaire doit être chauffé à la même température que la ligne de prélèvement et la cellule à gaz.

NOTE Un petit filtre circulaire plan (47 mm de diamètre) utilisant une membrane en PTFE ayant une porosité de 1 µm s'est avéré approprié comme filtre secondaire.

6.6 Cellule à gaz IRTF

La cellule à gaz utilisée doit avoir un volume ne dépassant pas 0,5 L. La température de la cellule à gaz doit être de (180 ± 10) °C. La pression doit être surveillée et corrigée afin de maintenir, pendant l'essai, des conditions de pression identiques à la pression d'étalonnage avec un écart maximal de $\pm 1,33$ kPa (10 torr), comme spécifié dans l'ISO 19702.

Le taux de renouvellement du gaz dans la cellule est d'au moins trois renouvellements par minute. Le temps de réponse de l'analyse, déterminé conformément à l'ISO 19702, doit être suffisamment court pour permettre l'acquisition d'au moins trois spectres par minute, de sorte que l'intervalle entre les spectres soit inférieur ou égal à 20 s. D'autres systèmes doivent être autorisés s'il est démontré qu'ils respectent ces exigences de performance.

NOTE 1 Des cellules à gaz ayant un volume compris entre 0,2 L et 0,4 L et une longueur de chemin optique comprise entre 2 m et 5 m se sont avérées appropriées pour les besoins du présent document.

NOTE 2 Le torr est une unité fréquemment employée en spectroscopie qui n'appartient pas au système international d'unités (SI). $1 \text{ atm} = 101\,325 \text{ Pa} = 1 \text{ torr}$.

6.7 Conditionnement du débit de prélèvement et du débit de la pompe

Le débit doit être maintenu à $(1,5 \pm 0,1)$ L/min, à l'aide d'un débitmètre raccordé à une sortie à la pression ambiante. Le débit doit être maintenu à l'aide d'un robinet de réglage manuel ou d'un système de régulation automatique du débit. La température du gaz pénétrant dans le débitmètre doit être inférieure à 30 °C.

NOTE Un refroidisseur de gaz, suivi d'une pompe ayant un débit au moins égal à quatre fois le volume intérieur de la cellule à gaz et de la ligne de prélèvement de gaz par minute, s'est avéré approprié.

6.8 Débit de prélèvement

Le débit de prélèvement doit être maintenu à $(1,5 \pm 0,1)$ L/min pendant l'essai.

NOTE Un débit de prélèvement de $(1,5 \pm 0,1)$ L/min s'est avéré approprié pour les raisons suivantes [2]:

- 1) aucune influence n'a été observée sur le mesurage de la densité de fumée selon l'ISO 5659-2;
- 2) le volume prélevé dans l'enceinte pendant une période d'essai de 20 min est limité de manière à éviter tout effet de dépression à l'intérieur de la chambre à fumée.

6.9 Spectromètre IRTF

Les paramètres suivants du spectromètre IRTF sont requis pour l'application du présent document:

- une source IR stabilisée à haute intensité et haute température;
- une résolution de 4 cm^{-1} ou mieux sur une plage allant de 600 cm^{-1} à $4\,400 \text{ cm}^{-1}$;
Une résolution de $0,5 \text{ cm}^{-1}$ est recommandée pour corriger les interférences.
- un intervalle de mesure (intervalle entre spectres) ≤ 20 s.

La limite de détection (L_D) pour les espèces de gaz étudiées dépend du type de gaz et doit être déterminée conformément à l'ISO 12828-1.

Une $L_D \leq 15 \times 10^{-6} \text{ L/L}$ ($\leq 15 \text{ } \mu\text{L/L}$) est proposée pour la plupart des espèces, à l'exception du dioxyde de carbone pour lequel la L_D est généralement $< 300 \times 10^{-6} \text{ L/L}$ ($< 300 \text{ } \mu\text{L/L}$).