

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
754-1**

Deuxième édition
Second edition
1994-01

**Essai sur les gaz émis lors de la combustion
de matériaux prélevés sur câbles –**

Partie 1:

Détermination de la quantité de
gaz acide halogéné

**Test on gases evolved during combustion of
materials from cables –**

Part 1:

Determination of the amount of halogen
acid gas



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 754-1: 1994

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles auprès du Bureau Central de la CEI.

Les renseignements relatifs à ces révisions, à l'établissement des éditions révisées et aux amendements peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et dans les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement

Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 50: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI), qui se présente sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande. Voir également le dictionnaire multilingue de la CEI.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit tirés du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera:

- la CEI 27: *Symboles littéraux à utiliser en électro-technique;*
- la CEI 417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles;*
- la CEI 617: *Symboles graphiques pour schémas;*

et pour les appareils électromédicaux,

- la CEI 878: *Symboles graphiques pour équipements électriques en pratique médicale.*

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit tirés de la CEI 27, de la CEI 417, de la CEI 617 et/ou de la CEI 878, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Publications de la CEI établies par le même comité d'études

L'attention du lecteur est attirée sur les listes figurant à la fin de cette publication, qui énumèrent les publications de la CEI préparées par le comité d'études qui a établi la présente publication.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available from the IEC Central Office.

Information on the revision work, the issue of revised editions and amendments may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
Published yearly
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates

Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC 50: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field. Full details of the IEV will be supplied on request. See also the IEC Multilingual Dictionary.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV or have been specifically approved for the purpose of this publication.

Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications:

- IEC 27: *Letter symbols to be used in electrical technology;*
- IEC 417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets;*
- IEC 617: *Graphical symbols for diagrams;*

and for medical electrical equipment,

- IEC 878: *Graphical symbols for electromedical equipment in medical practice.*

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC 27, IEC 417, IEC 617 and/or IEC 878, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

IEC publications prepared by the same technical committee

The attention of readers is drawn to the end pages of this publication which list the IEC publications issued by the technical committee which has prepared the present publication.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
754-1**

Deuxième édition
Second edition
1994-01

**Essai sur les gaz émis lors de la combustion
de matériaux prélevés sur câbles –**

Partie 1:
Détermination de la quantité de
gaz acide halogéné

**Test on gases evolved during combustion of
materials from cables –**

Part 1:
Determination of the amount of halogen
acid gas

© CEI 1994 Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

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.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembe Genève, Suisse



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

M

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
Articles	
1 Domaine d'application	6
2 Référence normative	6
3 Prescriptions	6
4 Méthode d'essai	8
5 Appareillage d'essai	8
5.1 Four tubulaire	8
5.2 Tube	8
5.3 Nacelles	8
5.4 Dispositif de barbotage des gaz	10
5.5 Dispositif d'entraînement	10
6 Echantillons d'essai	12
7 Conditionnement des échantillons d'essai	12
8 Procédure	12
9 Détermination de la quantité d'acide halogéné	14
Figures	
1 Dispositif d'introduction de la nacelle contenant l'échantillon d'essai	16
2 Exemple de flacon barboteur	18
3 Essai pour la détermination de la quantité de gaz acide halogéné – Appareillage d'essai: méthode 1 – Utilisation d'air synthétique	20
4 Essai pour la détermination de la quantité de gaz acide halogéné – Appareillage d'essai: méthode 2 – Utilisation d'air comprimé	22
5 Essai pour la détermination de la quantité de gaz acide halogéné – Appareillage d'essai: méthode 3 – Utilisation d'air ambiant par un aspirateur-compresseur	24

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
Clause	
1 Scope	7
2 Normative reference	7
3 Requirements	7
4 Test method	9
5 Test apparatus	9
5.1 Tube furnace	9
5.2 Tube	9
5.3 Combustion boats	9
5.4 Bubbling devices for gases	11
5.5 Air supply system	11
6 Samples	13
7 Conditioning of the samples	13
8 Procedure	13
9 Determination of halogen acid content	15
Figures	
1 Device for inserting combustion boat and sample	17
2 Example of a gas washing bottle	19
3 Test for amount of halogen acid gas – Test apparatus: method 1 – Use of synthetic air	21
4 Test for amount of halogen acid gas – Test apparatus: method 2 – Use of compressed air	23
5 Test for amount of halogen acid gas – Test apparatus: method 3 – Use of air sucked by means of a suction pump	25

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ESSAI SUR LES GAZ ÉMIS LORS DE LA COMBUSTION DE MATÉRIAUX PRÉLEVÉS SUR CÂBLES –

Partie 1: Détermination de la quantité de gaz acide halogéné

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par les comités d'études où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 3) Ces décisions constituent des recommandations internationales publiées sous forme de normes, de rapports techniques ou de guides et agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

La Norme internationale CEI 754-1 a été établie par le sous-comité 20C: Caractéristiques de combustion des câbles électriques, du comité d'études 20 de la CEI: Câbles électriques.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 1982, et constitue une révision technique en introduisant l'appareil d'essai qui a déjà été approuvé pour réaliser l'essai de la CEI 754-2 et en modernisant la méthode d'essai selon les meilleures pratiques courantes.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
20C(BC)11	20C(BC)14

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

La CEI 754 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général: Essai sur les gaz émis lors de la combustion de matériaux prélevés sur câbles.

- Partie 1: 1994, Détermination de la quantité de gaz acide halogéné
- Partie 2: 1991, Détermination de l'acidité des gaz émis lors de la combustion d'un matériau prélevé sur un câble par mesurage du pH et de la conductivité

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**TEST ON GASES EVOLVED DURING
COMBUSTION OF MATERIALS FROM CABLES –****Part 1: Determination of the amount
of halogen acid gas**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international cooperation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by technical committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 3) They have the form of recommendations for international use published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.

International Standard IEC 754-1 has been prepared by sub-committee 20C: Burning characteristics of electric cables, of IEC technical committee 20: Electric cables.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 1982 and constitutes a technical revision by introducing test equipment already approved for use in IEC 754-2 and by updating the test method in line with best current practice.

The text of this standard is based on the following documents:

DIS	Report on voting
20C(CO)11	20C(CO)14

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

IEC 754 consists of the following parts, under the general title: Test on gases evolved during combustion of materials from cables.

- Part 1: 1994, Determination of the amount of halogen acid gas
- Part 2: 1991, Determination of degree of acidity of gases evolved during the combustion of materials taken from electric cables by measuring pH and conductivity.

ESSAI SUR LES GAZ ÉMIS LORS DE LA COMBUSTION DE MATÉRIAUX PRÉLEVÉS SUR CÂBLES -

Partie 1: Détermination de la quantité de gaz acide halogéné

1 Domaine d'application

Cette partie de la CEI 754 prescrit une méthode pour la détermination de la quantité de gaz acide halogéné, autre que l'acide fluorhydrique, émis durant la combustion de mélanges à base de polymère halogénés et de mélanges contenant des additifs halogénés prélevés sur un câble.

Pour des raisons de précision, l'utilisation de cette méthode n'est pas recommandée lorsque la quantité d'acide halogéné émis est inférieure à 5 mg/g d'échantillon prélevé.

Cette méthode n'est pas appropriée pour définir des mélanges ou des matériaux décrits comme «sans halogène». Pour de tels mélanges ou matériaux, et pour tous les mélanges ou matériaux contenant moins de 5 mg/g d'acide halogéné équivalent, il est recommandé d'utiliser la méthode spécifiée dans la CEI 754-2.

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de la CEI 754. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Tout document normatif est sujet à révision et les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de la CEI 754 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

CEI 754-2: 1991, *Essai sur les gaz émis lors de la combustion des câbles électriques - Partie 2: Détermination de l'acidité des gaz émis lors de la combustion d'un matériau prélevé sur un câble par mesure du pH et de la conductivité*

3 Prescriptions

La méthode prescrite dans cette norme s'applique individuellement aux matériaux utilisés dans la construction d'un câble et est un essai de type. L'utilisation de la méthode d'essai dans une spécification relative à un câble donné devra fixer les prescriptions applicables aux composants individuels.

Cette norme ne comprend aucune prescription.

TEST ON GASES EVOLVED DURING COMBUSTION OF MATERIALS FROM CABLES –

Part 1: Determination of the amount of halogen acid gas

1 Scope

This part of IEC 754 specifies a method for the determination of the amount of halogen acid gas, other than hydrofluoric acid, evolved during the combustion of compounds based on halogenated polymers and compounds containing halogenated additives taken from cable constructions.

For reasons of accuracy this method is not recommended for use where the amount of halogen acid evolved is less than 5 mg/g of the sample taken.

This method is not suitable for defining compounds or materials described as "zero-halogen". For such compounds or materials, and all compounds or materials containing less than 5 mg/g halogen acid equivalent it is recommended to use the method specified in IEC 754-2.

2 Normative reference

The following normative document contains provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this part of IEC 754. At the time of publication, the edition indicated was valid. All normative documents are subject to revision, and parties to agreements based on this part of IEC 754 are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent edition of the normative document indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 754-2: 1991, *Test on gases evolved during combustion of electric cables – Part 2: Determination of degree of acidity of gases evolved during the combustion of materials taken from electric cables by measuring pH and conductivity*

3 Requirements

The method specified in this standard is intended for the type testing of individual components used in cable construction. The use of this method will enable the requirements for individual components of a cable construction to be stated in the appropriate cable specification.

No requirements for compliance are included in this standard.

4 Méthode d'essai

Le matériau soumis à l'essai est chauffé dans un courant d'air sec et les gaz absorbés dans une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 M. La quantité de gaz acide halogéné est ensuite déterminée par l'acidification de la solution avec de l'acide nitrique en ajoutant un volume connu de nitrate d'argent à 0,1 M et en titrant en retour l'excédent avec une solution de thiocyanate d'ammonium à 0,1 M en utilisant une solution de sulfate ferrique d'ammonium comme indicateur, ou par toute autre méthode analytique équivalente ayant au moins la même précision.

L'essai doit être répété sur un deuxième échantillon du matériau, et un essai à blanc, sans échantillon, doit être réalisé.

Le résultat est la moyenne des deux valeurs obtenues. Les valeurs individuelles ne doivent pas s'écarter de ± 10 % de la valeur moyenne.

5 Appareillage d'essai

Les schémas de principe de l'appareillage sont indiqués dans les figures 1 à 5.

L'assemblage des éléments constituant l'appareillage d'essai doit être étanche. Les connexions entre le tube et le premier flacon barboteur, et entre le premier et le deuxième flacon barboteur doivent être aussi courtes que possible. Des tubes de verre ou de caoutchouc silicone sont utilisés pour ces connexions.

NOTE - A la sortie du tube, aussi près que possible de l'extrémité, il est admis de placer un tampon de laine de silice pour aider la récupération des condensats.

5.1 Four tubulaire

La longueur utile de la zone de chauffe du four tubulaire doit être comprise entre 500 mm et 600 mm, et son diamètre intérieur entre 40 mm et 60 mm. Il comporte un système de chauffage électrique régulé.

5.2 Tube

A l'intérieur du four se trouve un tube réfractaire en silice résistant à l'action des gaz corrosifs. Le tube est approximativement concentrique par rapport au four.

Le diamètre intérieur du tube en silice doit être compris entre 32 mm et 45 mm. Le tube dépasse du côté de l'entrée du four de 60 mm à 200 mm, et du côté de sortie du four de 60 mm à 100 mm. Le jeu initial ne doit permettre que la dilatation thermique.

5.3 Nacelles

Les nacelles recommandées sont en porcelaine, en quartz fondu ou en stéatite, et ont les dimensions suivantes:

longueur	= 45 mm à 100 mm
largeur	= 12 mm à 30 mm
profondeur	= 5 mm à 10 mm

4 Test method

The material under test is heated in a stream of dry air and the gases absorbed in 0,1 M sodium hydroxide solution. The amount of halogen acid is then determined by acidifying the solution with nitric acid adding a measured volume of 0,1 M silver nitrate solution and back titrating the excess with 0,1 M ammonium thiocyanate using ferric ammonium sulphate as the indicator, or by any other equivalent analytical method having at least the same accuracy.

Duplicate tests shall be carried out on the sample of material, and a blank determination shall be carried out without the sample.

The result shall be taken as the mean of the two determinations. The individual values shall not vary by more than ± 10 % from the mean.

5 Test apparatus

The principle diagrams of the apparatus are shown in figures 1 to 5.

The assembly of the components which constitute the test apparatus shall be leak-tight. The connecting distances between the tube and the first wash bottle and between the first and the second wash bottle shall be as short as possible. Glass or silicone rubber tubing shall be used for these connections.

NOTE – At the exit side of the tube, as close to the end as possible, it is permitted to place a plug of silica wool to aid collection of condensates.

5.1 Tube furnace

The effective length of the heating zone of the furnace shall be 500 mm to 600 mm and its inside diameter 40 mm to 60 mm. It shall be equipped with an electrically adjusted heating system.

5.2 Tube

The furnace contains a fireproof tube made of silica resistant to the action of corrosive gases. The tube shall be approximately concentric to the tube furnace.

The inside diameter of the silica tube shall be within the limits of 32 mm to 45 mm. The tube protrudes on the entrance side of the furnace by a length of 60 mm to 200 mm, and on the exit side by 60 mm to 100 mm. The initial clearance shall only allow for thermal expansion.

5.3 Combustion boats

These are recommended to be either porcelain, fused quartz or soapstone and should have the following dimensions:

- 45 mm to 100 mm long
- 12 mm to 30 mm wide
- 5 mm to 10 mm deep

Une méthode préférentielle pour l'introduction des nacelles dans le four est donnée à la figure 1. Chaque nacelle ne doit servir que trois fois avant d'être remplacée ou subir un traitement de brûlage.

5.4 Dispositif de barbotage des gaz

A la sortie du four, les gaz traversent deux flacons barboteurs (voir figure 2), chacun contenant au moins 220 ml d'hydroxyde de sodium 0,1 M.

Un agitateur magnétique est introduit dans le premier flacon pour obtenir un bon mouvement tourbillonnaire et une meilleure absorption des gaz de combustion. Les tubes dans les flacons barboteurs doivent avoir un diamètre interne maximum à leur extrémité de 5 mm, afin d'aider aussi à une meilleure absorption.

La hauteur du liquide au-dessus de l'extrémité du tube est de 100 mm à 120 mm dans chacun des flacons.

NOTE – La hauteur du liquide est calculée sur la base d'un flacon de verre standard de laboratoire de diamètre interne 50 mm environ.

5.5 Dispositif d'entraînement

Le gaz utilisé pour la combustion est l'air.

Le débit de l'air introduit dans le tube est réglé en fonction de la section interne réelle du tube de façon à ce que la vitesse de l'air qui balaye l'échantillon soit de $20 \text{ ml} \times \text{mm}^{-2} \times \text{h}^{-1} \pm 10 \%$.

La vitesse de l'air ne pouvant pas être mesurée directement, elle sera réglée par référence au débit d'air. Le débit d'air doit être de $(0,0155 \times D) \text{ l} \cdot \text{h}^{-1}$.

NOTE – Le débit d'air requis est dérivé de la vitesse d'air spécifié selon la formule:

$$\rho = V \times \frac{\pi D^2}{4}$$

où

D est le diamètre du tube (mm);

ρ est le débit d'air ($\text{ml} \times \text{h}^{-1}$);

V est la vitesse de l'air ($\text{ml} \times \text{mm}^{-2} \times \text{h}^{-1}$).

La tolérance de $\pm 10 \%$ spécifiée pour la vitesse de l'air s'applique aussi au débit d'air ρ (voir article 8).

L'alimentation en air, qui doit être issu d'une source à haute pureté, est réglée et contrôlée par un robinet à pointeau, et le débit contrôlé par un débitmètre d'une gamme appropriée.

Méthode 1*

Utiliser de l'air synthétique (livré comprimé en bouteilles). Dans ce cas, l'air est injecté en amont du tube de combustion. (Voir figure 3.)

* Il convient que l'opérateur prenne des précautions comme le port de lunettes et de vêtements de protection appropriés, car certains matériaux s'enflamment rapidement et peuvent créer un retour de gaz chaud. Il convient que des précautions soient prises aussi pour éviter une surpression du système, et pour permettre la ventilation des gaz dégagés.

A preferred method for insertion of the combustion boats into the tube is shown in figure 1. Each boat should only be used three times before firing or renewing.

5.4 Bubbling devices for gases

At the exit of the tube, the gases pass through two wash bottles (see figure 2), each containing at least 220 ml of 0,1 M sodium hydroxide.

A magnetic stirrer shall be introduced in the first bottle to get a good swirling motion and a better absorption of the combustion gases. The tubes into the wash bottles shall have maximum internal diameter at their tip of 5 mm, also to aid better absorption.

The height of the liquid above the end of the tube shall be 100 mm to 120 mm in each bottle.

NOTE – The height of liquid is calculated on the basis of a standard laboratory glass bottle of internal diameter approximately 50 mm.

5.5 Air supply system

The gas used for combustion shall be air.

The flow rate of air introduced into the tube shall be adjusted according to the actual internal cross-sectional area of the tube, such that the speed of air flowing across the sample is $20 \text{ ml} \times \text{mm}^{-2} \times \text{h}^{-1} \pm 10 \%$.

Because the speed of air cannot be directly measured it shall be regulated by reference to the flow rate of air. The flow rate of air shall be $(0,0155 \times D) \text{ l} \cdot \text{h}^{-1}$.

NOTE – The derivation of the required flow rate of air to give the specified speed of air is:

$$\rho = V \times \frac{\pi D^2}{4}$$

where

D is the internal diameter of the tube (mm);

ρ is the flow rate of air ($\text{ml} \times \text{h}^{-1}$);

V is the speed of air ($\text{ml} \times \text{mm}^{-2} \times \text{h}^{-1}$).

Because a tolerance of $\pm 10 \%$ is specified for speed of air this also applies to ρ (see clause 8).

The air supply, which shall be derived from a high purity source, shall be adjusted and controlled by a needle valve, and the flow rate monitored by a flowmeter of the appropriate range.

Method 1*

Use of synthetic air (compressed air in bottle as delivered). Air is injected upside the combustion tube. (See figure 3.)

* The operator should take precautions, i.e. the wearing of eye protection and suitable protective clothing, because certain materials ignite quickly, and can cause "blow-back" of hot gases. Care should also be taken to avoid over-pressurization of the system, and to allow for venting of exhaust gases.

Méthode 2*

Utiliser de l'air comprimé distribué dans le laboratoire. L'air est filtré et injecté en amont du tube de combustion. (Voir figure 4.)

Méthode 3*

Utiliser l'air ambiant du laboratoire, convenablement filtré. Dans ce cas, le mélange air-gaz est aspiré par une pompe. (Voir figure 5.)

6 Echantillons d'essai

L'échantillon d'essai consiste en 500 mg à 1 000 mg du matériau à essayer. Chaque échantillon d'essai est prélevé sur des échantillons représentatifs du matériau. L'échantillon d'essai doit être coupé en petits morceaux.

7 Conditionnement des échantillons d'essai

Les échantillons d'essai doivent être maintenus pendant au moins 16 h à la température de $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ et à une humidité relative de $(50 \pm 5) \%$.

8 Procédure

L'échantillon d'essai, pesé après conditionnement à 0,1 mg, est disposé dans la nacelle. Il est uniformément réparti au fond de la nacelle.

La nacelle est alors introduite dans le tube de combustion placé dans le four tubulaire.

Le débit d'air est ajusté avec le robinet à pointe à $(0,0155 \times D) \text{ l} \cdot \text{h}^{-1} \pm 10 \%$ et est gardé constant durant l'essai.

La température de l'échantillon d'essai est alors élevée avec un chauffage constant pendant $40 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$ et maintenue à $(800 \pm 10) ^\circ\text{C}$ pendant 20 min. Le chauffage et la température de l'échantillon d'essai sont contrôlés par une méthode appropriée.

NOTE – Un exemple d'une méthode de confirmation du chauffage et de la température de l'échantillon est indiqué ci-après:

Effectuer, comme procédure de préqualification, un essai à blanc avec le débit d'air comme indiqué ci-dessus, et un thermocouple ou autre système approprié de mesure de température (convenablement protégé contre la corrosion), placé à l'emplacement de l'échantillon d'essai dans la nacelle vide. Déterminer à partir de cet essai un régime de chauffage reproductible qui garantira que le chauffage de l'échantillon et la température requis sont atteints pendant un essai réel.

Les flacons sont déconnectés, et leur contenu versé dans un flacon volumétrique de 1 000 ml. Les flacons, les tubulures de connexion et l'extrémité du tube de combustion (après refroidissement) sont rincés avec de l'eau distillée ou déminéralisée, et l'eau de rinçage est mélangée au contenu, puis le volume total est ajusté à 1 000 ml.

* Il convient que l'opérateur prenne des précautions comme le port de lunettes et de vêtements de protection appropriés, car certains matériaux s'enflamment rapidement et peuvent créer un retour de gaz chaud. Il convient que des précautions soient prises aussi pour éviter une surpression du système, et pour permettre la ventilation des gaz dégagés.

Method 2*

Use of compressed air supplied in the laboratory. Air is injected upside the combustion tube and should be filtered. (See figure 4.)

Method 3*

Use the ambient air of the laboratory, after having filtered it suitably. In that case, the mixture of air and combustion gas is sucked by a pump. (See figure 5.)

6 Samples

A sample shall consist of 500 mg to 1 000 mg of the material to be tested. Each sample shall be taken from samples representative of the material. The sample shall be cut into small pieces.

7 Conditioning of the samples

The samples shall be stored for at least 16 h at a temperature of $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ and a relative humidity of $(50 \pm 5) \%$.

8 Procedure

The sample, which shall be weighed after conditioning to an accuracy of 0,1 mg, shall be put into a combustion boat. The sample shall be evenly distributed on the bottom of the boat.

The boat shall then be inserted into the combustion tube placed in the tube furnace.

The flow rate of air shall be adjusted by means of a needle valve at $(0,0155 \times D) \text{ l} \cdot \text{h}^{-1} \pm 10 \%$ and shall be kept constant during the test.

The temperature of the sample shall then be raised at a uniform heating rate over a time of $40 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$ and maintained at $(800 \pm 10) ^\circ\text{C}$ for 20 min. The heating rate and sample temperature shall be checked by an appropriate method.

NOTE - An example of a method of confirming the heating rate and sample temperatures is as follows:

Carry out, as a pre-test qualification procedure, a blank test with the flow rate of air as specified above, with a thermocouple or other suitable temperature measuring device (suitably protected against corrosion), placed at the sample point in the empty combustion boat. Determine from this test a reproducible heating regime which will ensure that the required sample heating rate and temperature will be achieved during an actual test.

The bottles shall be disconnected, and the contents washed into a 1 000 ml volumetric flask. Using distilled or demineralized waters, the bottles, the connecting links and end of the combustion tube (after cooling) shall also be washed into the flask, and the contents made up to 1 000 ml.

* The operator should take precautions, i.e. the wearing of eye protection and suitable protective clothing, because certain materials ignite quickly, and can cause "blow-back" of hot gases. Care should also be taken to avoid over-pressurization of the system, and to allow for venting of exhaust gases.

Après avoir retiré la nacelle, le tube est nettoyé sur toute sa longueur par calcination à 950 °C.

9 Détermination de la quantité d'acide halogéné*

Après refroidissement à la température ambiante, on mesure 200 ml de la solution dans un flacon en utilisant une pipette ou une burette, puis successivement 4 ml d'acide nitrique concentré, 20 ml de nitrate d'argent 0,1 M et 3 ml de nitrobenzène. Le contenu est bien mélangé jusqu'à l'obtention d'une précipitation complète du chlorure d'argent.

Ensuite, ajouter 1 ml d'une solution aqueuse de sulfate ferrique d'ammonium à 40 % contenant quelques gouttes d'acide nitrique 6 M, et bien mélanger le tout. La solution est alors titrée avec une solution de thiocyanate d'ammonium 0,1 M en utilisant un agitateur magnétique.

La quantité d'acide halogéné, exprimée en milligrammes d'acide chlorhydrique par gramme d'échantillon prélevé est:

$$\frac{36,5 (B - A) M \times \frac{1\,000}{200}}{m}$$

où

A est le volume de la solution 0,1 M de thiocyanate d'ammonium utilisé dans le dosage;

B est le volume de la solution 0,1 M de thiocyanate d'ammonium utilisé dans l'essai à blanc;

m est la masse de l'échantillon prélevé en grammes;

M est la molarité de la solution de thiocyanate d'ammonium.

D'autres méthodes d'analyse ayant au moins la même précision peuvent être utilisées.

* Avec cette méthode, les acides halogénés émis, à l'exception de l'acide fluorhydrique, sont exprimés en équivalent d'acide chlorhydrique.

After removing the combustion boat, the tube shall be cleaned throughout its length by calcination at 950 °C.

9 Determination of halogen acid content*

After cooling to ambient temperature, 200 ml of the solution shall be measured into a flask using either a pipette or burette and followed successively by 4 ml of concentrated nitric acid, 20 ml of 0,1 M silver nitrate and 3 ml of nitrobenzene. The contents shall be well shaken to achieve conglomeration and coating of the silver chloride.

Hereafter, 1 ml of a 40 % aqueous solution of ferric ammonium sulphate containing a few drops of 6 M nitric acid shall be added, and the whole mixed together. The solution shall then be titrated with 0,1 M ammonium thiocyanate solution using magnetic stirring.

The amount of halogen acid, expressed as milligrams of hydrochloric acid per gram of sample taken, is:

$$\frac{36,5 (B - A) M \times \frac{1\,000}{200}}{m}$$

where

A is the volume of 0,1 M ammonium thiocyanate solution used in the determination;

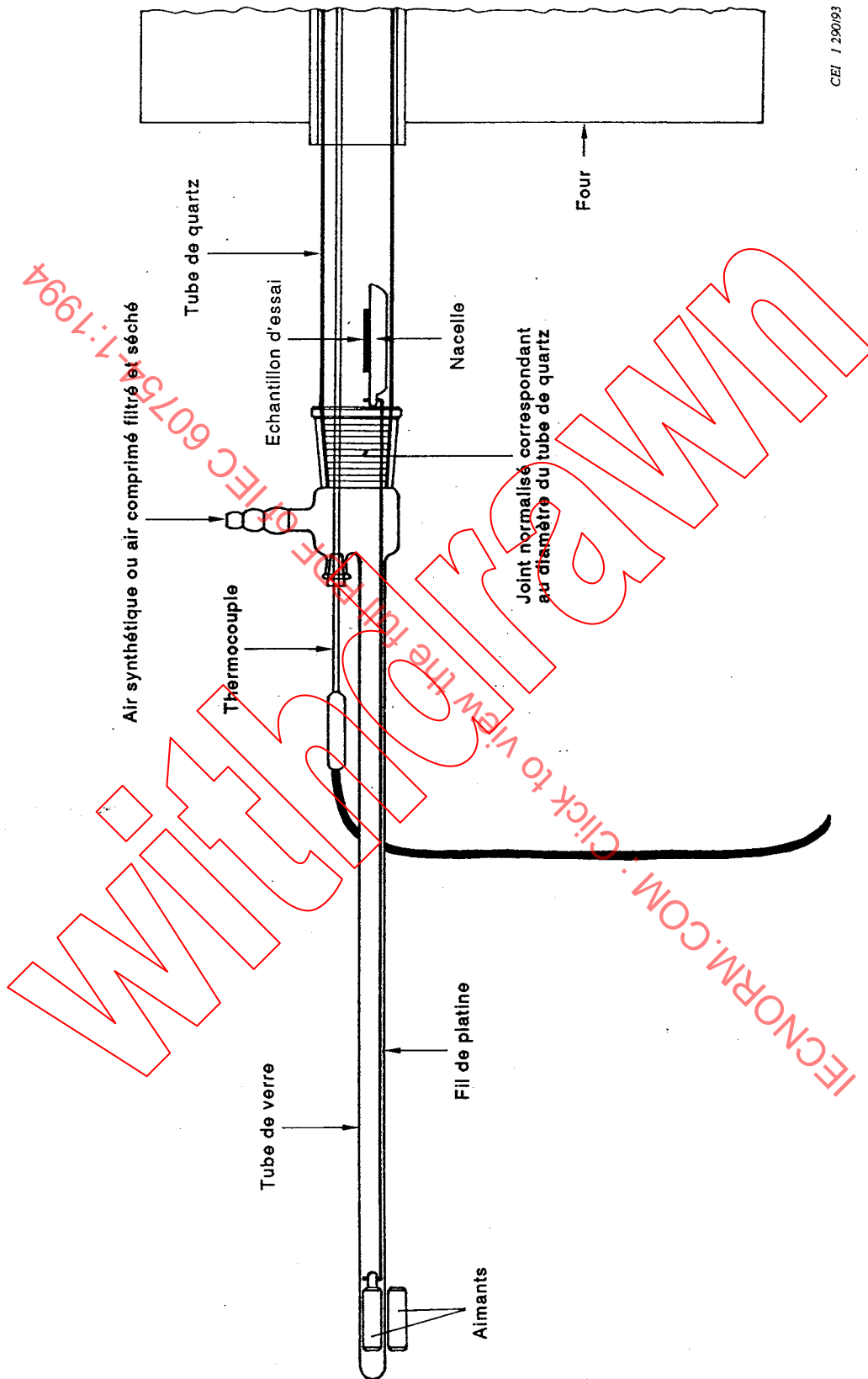
B is the volume of 0,1 M ammonium thiocyanate solution used in the blank test;

m is the mass of sample taken in grams;

M is the molarity of ammonium thiocyanate solution.

Other analytical methods may be used having at least the same accuracy.

* Using this method, halogen acids evolved, except hydrofluoric acid, will be expressed as hydrochloric acid.



CEI 1290/93

Figure 1 – Dispositif d'introduction de la nacelle contenant l'échantillon d'essai

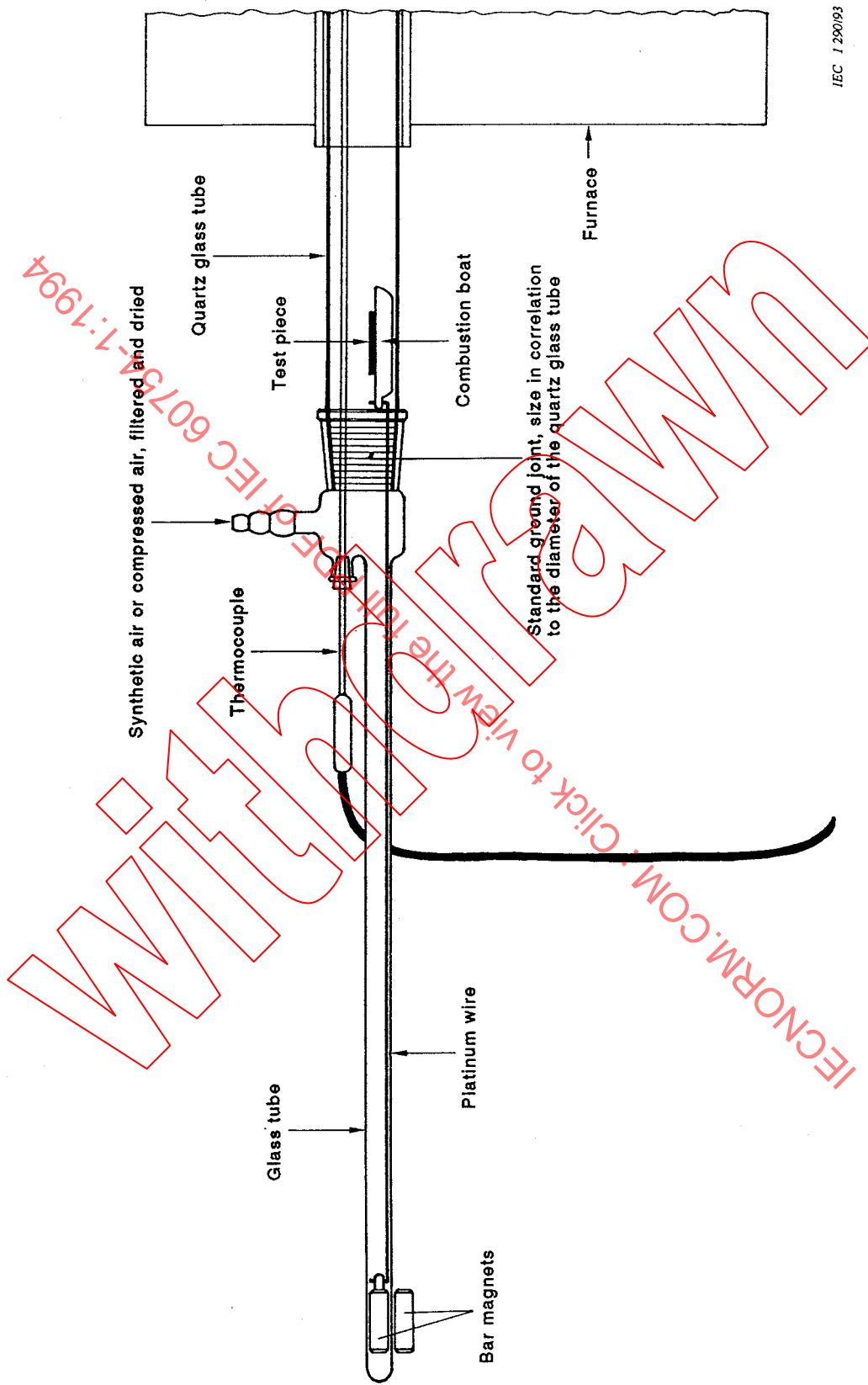


Figure 1 – Device for inserting combustion boat and sample

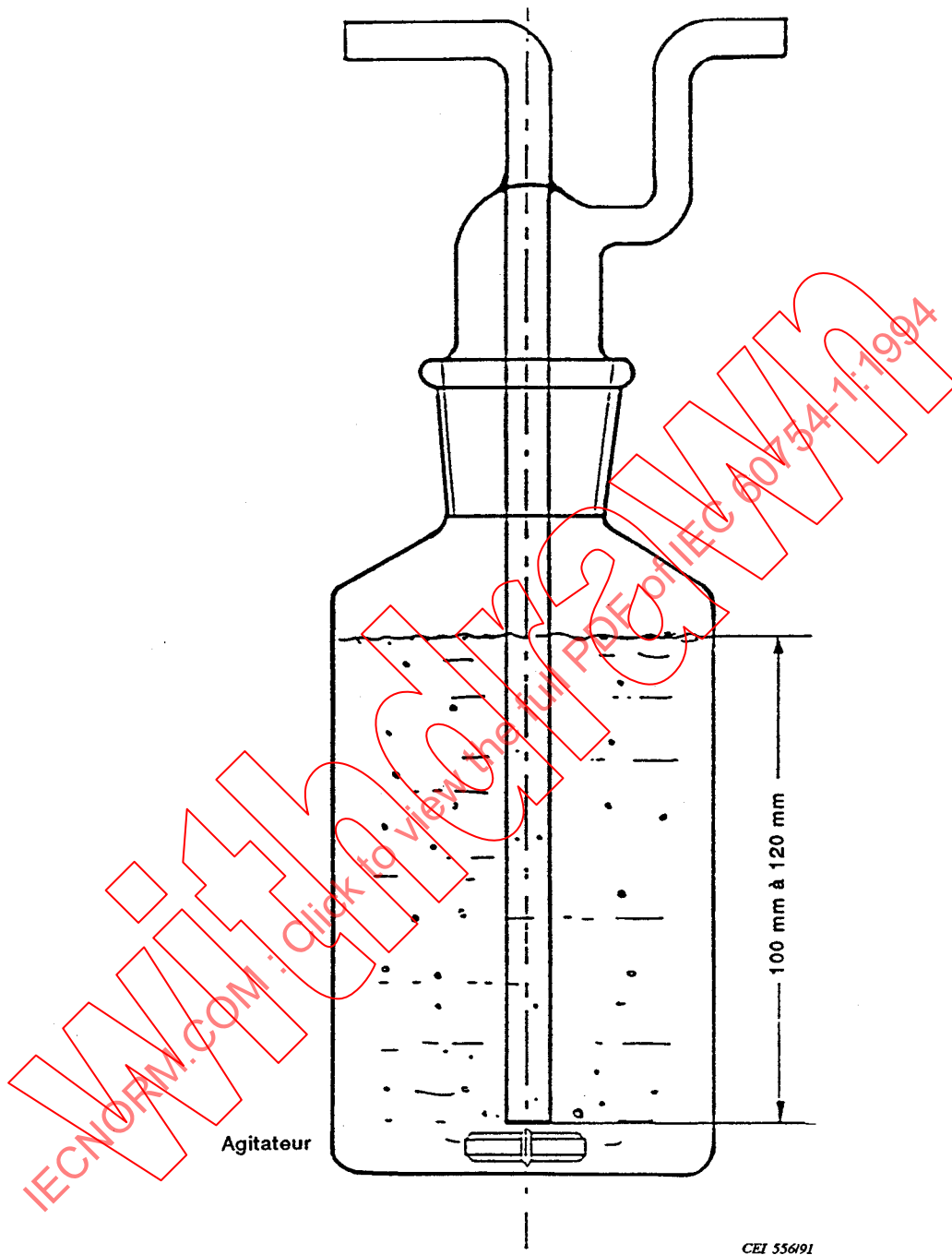


Figure 2 – Exemple de flacon barboteur

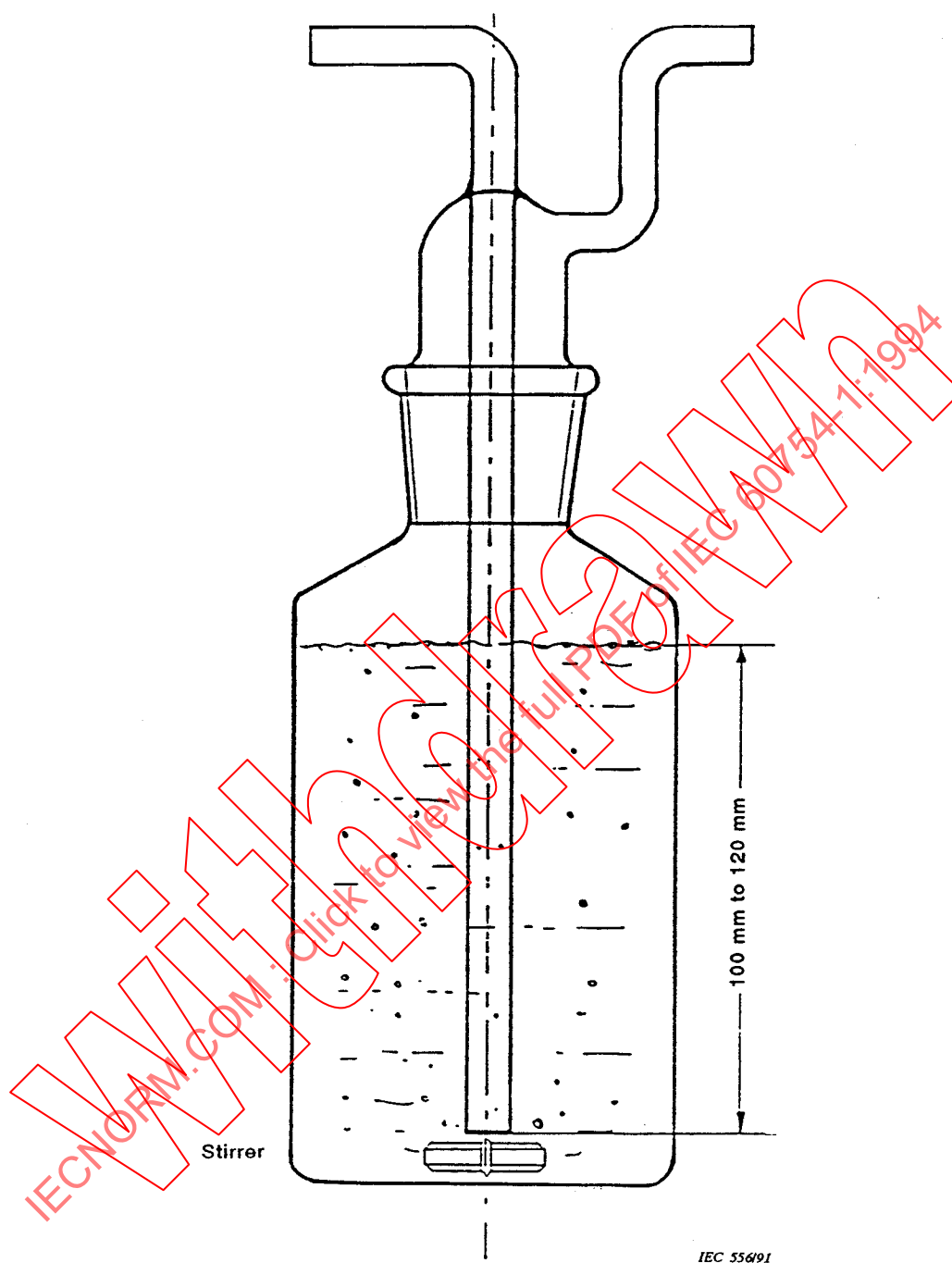


Figure 2 – Example of a gas washing bottle

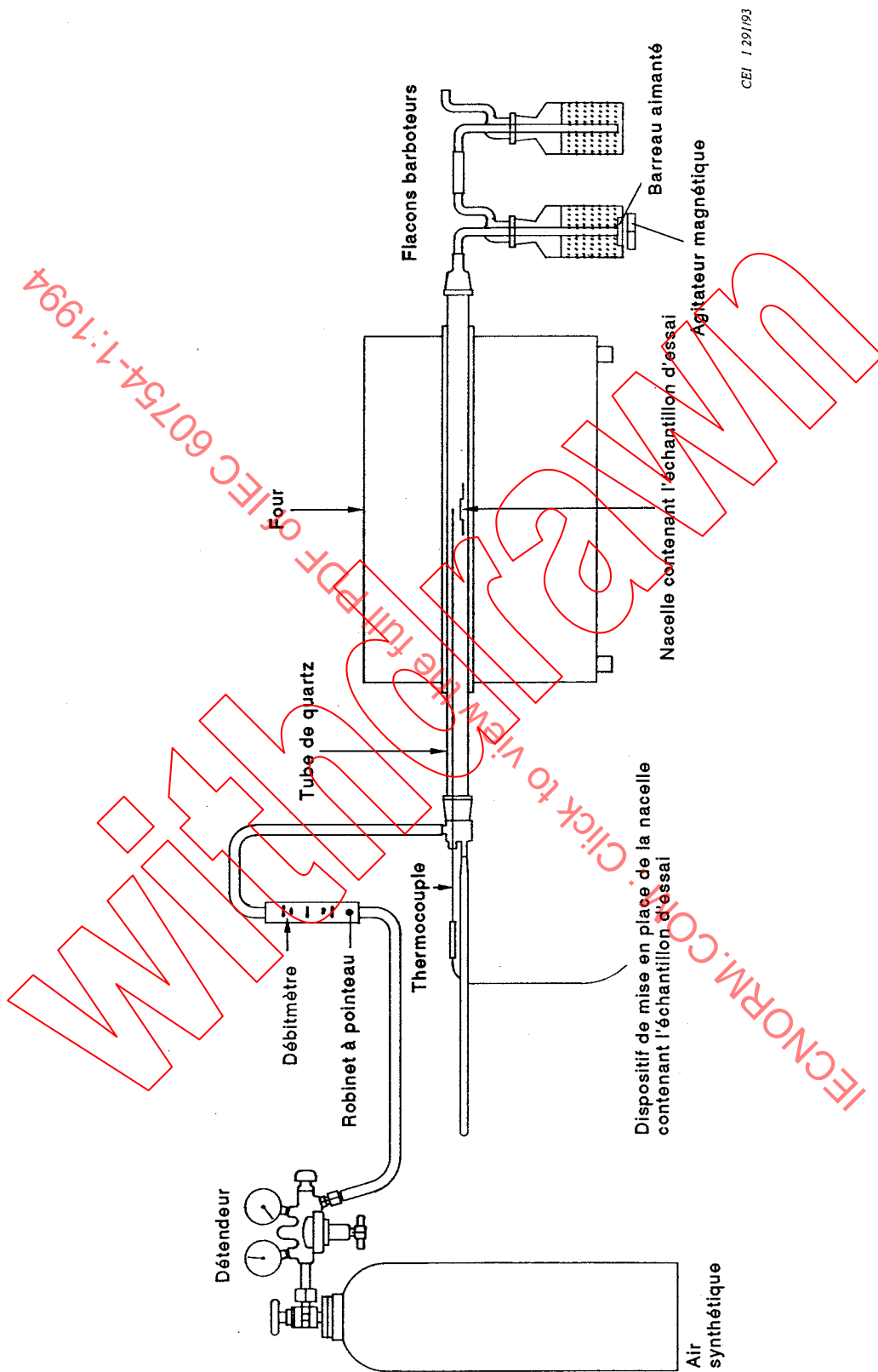


Figure 3 – Essai pour la détermination de la quantité de gaz acide halogéné – Appareillage d'essai: méthode 1 – Utilisation d'air synthétique

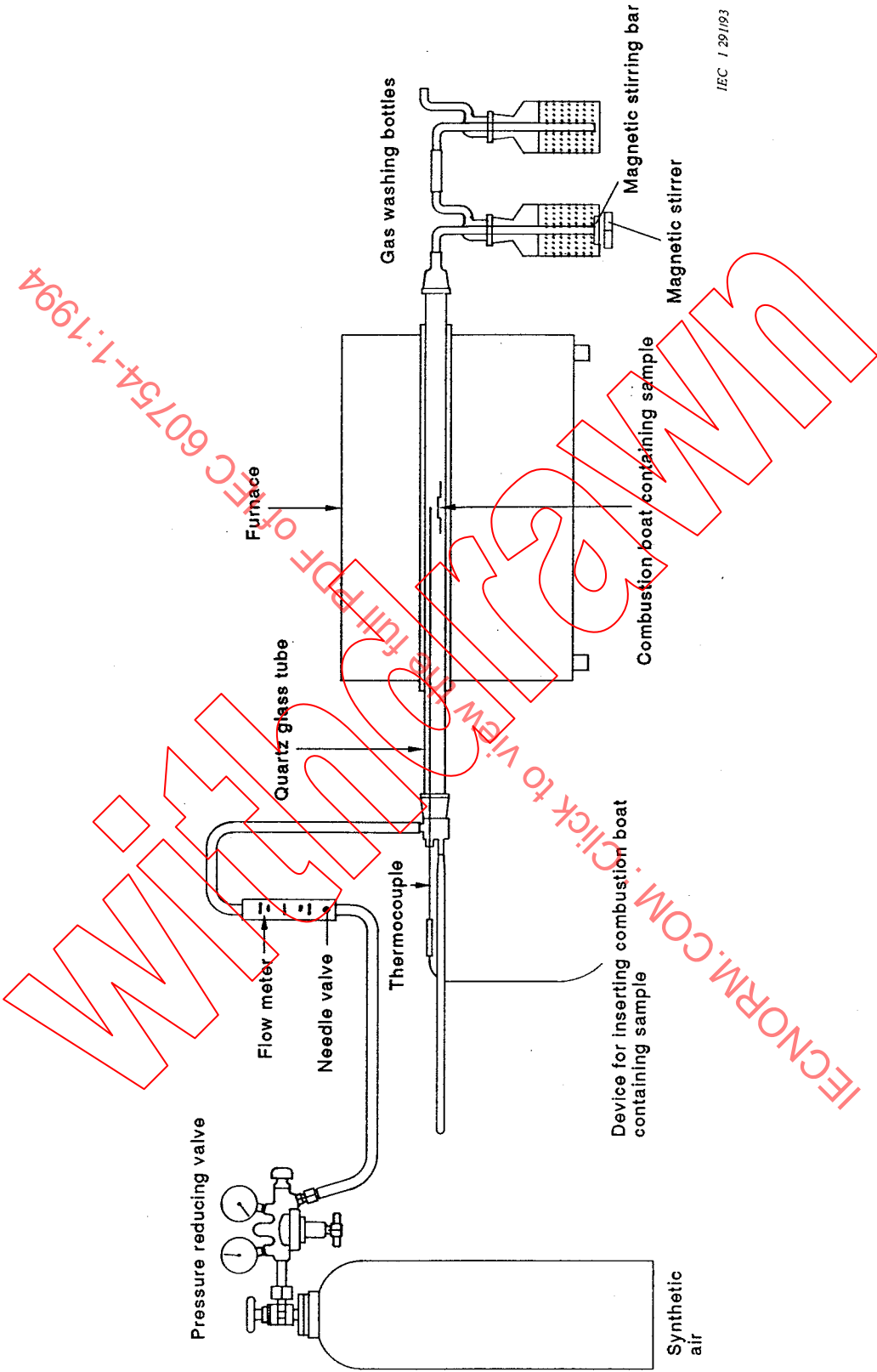


Figure 3 – Test for amount of halogen acid gas – Test apparatus: method 1 – Use of synthetic air

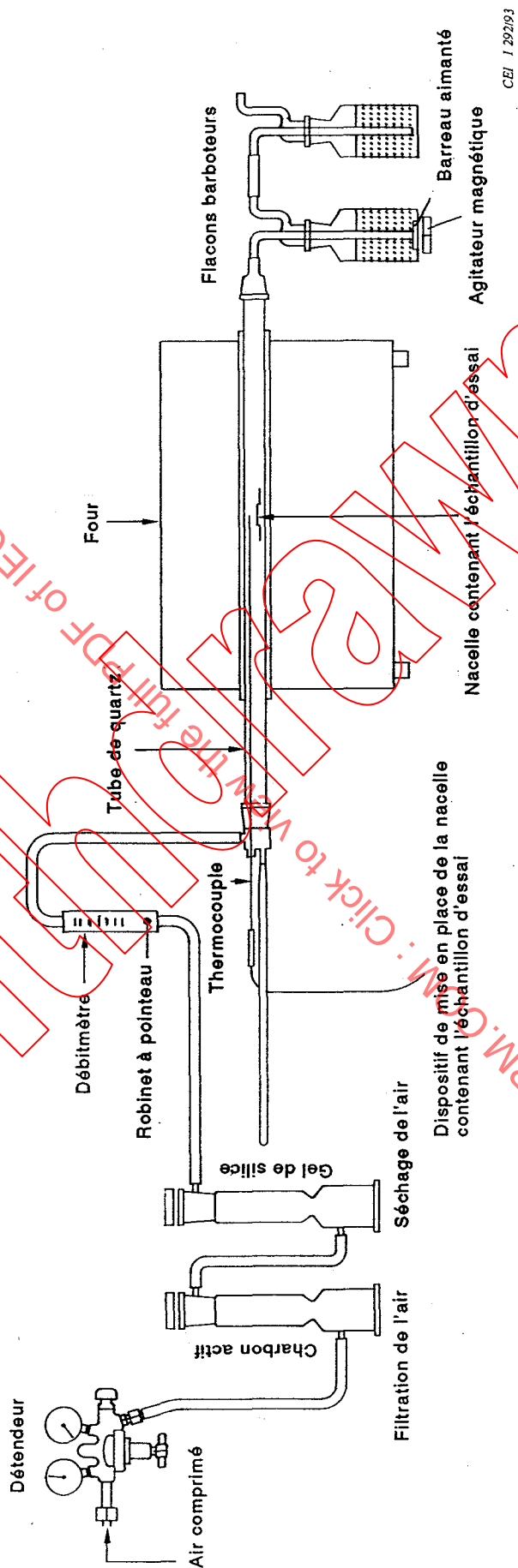


Figure 4 – Essai pour la détermination de la quantité de gaz acide halogéné – Appareillage d'essai: méthode 2 – Utilisation d'air comprimé