

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

GROUP SAFETY PUBLICATION
PUBLICATION GROUPÉE DE SÉCURITÉ

**Test on gases evolved during combustion of materials from cables –
Part 1: Determination of the halogen acid gas content**

**Essai sur les gaz émis lors de la combustion des matériaux prélevés sur câbles
– Partie 1: Détermination de la quantité de gaz acide halogéné**

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60754-1:2011



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2011 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, 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 either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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 la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland
Email: inmail@iec.ch
Web: www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

- Catalogue of IEC publications: www.iec.ch/searchpub

The IEC on-line Catalogue enables you to search by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, withdrawn and replaced publications.

- IEC Just Published: www.iec.ch/online_news/justpub

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details twice a month all new publications released. Available on-line and also by email.

- Electropedia: www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 20 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary online.

- Customer Service Centre: www.iec.ch/webstore/custserv

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please visit the Customer Service Centre FAQ or contact us:

Email: csc@iec.ch

Tel.: +41 22 919 02 11

Fax: +41 22 919 03 00

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

- Catalogue des publications de la CEI: www.iec.ch/searchpub/cur_fut-f.htm

Le Catalogue en-ligne de la CEI vous permet d'effectuer des recherches en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Il donne aussi des informations sur les projets et les publications retirées ou remplacées.

- Just Published CEI: www.iec.ch/online_news/justpub

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille deux fois par mois les nouvelles publications parues. Disponible en-ligne et aussi par email.

- Electropedia: www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 20 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International en ligne.

- Service Clients: www.iec.ch/webstore/custserv/custserv_entry-f.htm

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions, visitez le FAQ du Service clients ou contactez-nous:

Email: csc@iec.ch

Tél.: +41 22 919 02 11

Fax: +41 22 919 03 00

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

GROUP SAFETY PUBLICATION
PUBLICATION GROUPEE DE SÉCURITÉ

**Test on gases evolved during combustion of materials from cables –
Part 1: Determination of the halogen acid gas content**

**Essai sur les gaz émis lors de la combustion des matériaux prélevés sur câbles
– Partie 1: Détermination de la quantité de gaz acide halogéné**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

S

ICS 13.220.40; 29.020; 29.060.20

ISBN 978-2-88912-715-3

CONTENTS

FOREWORD.....	4
INTRODUCTION.....	6
1 Scope.....	7
2 Normative references	7
3 Terms and definitions	7
4 Test method principle	8
5 Test apparatus	8
5.1 General.....	8
5.2 Tube furnace.....	8
5.3 Quartz glass tube	8
5.4 Combustion boats	8
5.5 Bubbling devices for gases.....	9
5.6 Air supply system	9
5.7 Analytical balance	10
5.8 Laboratory glassware	10
5.9 Reagents.....	10
6 Test specimen	10
6.1 General.....	10
6.2 Conditioning of specimen	10
6.3 Mass of specimen	11
7 Test procedure	11
7.1 General.....	11
7.2 Test apparatus and arrangement.....	11
7.3 Heating procedure.....	11
7.3.1 Determination of heating regime	11
7.3.2 Test specimen heating procedure	11
7.4 Washing procedure.....	12
7.5 Determination of halogen acid content.....	12
7.5.1 Blank test	12
7.5.2 Material test	12
7.5.3 Halogen acid content calculation	13
8 Evaluation of the test results	13
9 Performance requirement	13
10 Test report.....	13
Annex A (informative) Determination of the halogen acid gas content of a sample representative of a cable construction.....	20
Bibliography.....	21
Figure 1 – Device for inserting combustion boat and test specimen	15
Figure 2 – Example of a gas washing bottle	16
Figure 3 – Test apparatus: method 1 – Use of synthetic or compressed air from a bottle	17
Figure 4 – Test apparatus: method 2 – Use of laboratory compressed air supply	18

Figure 5 – Test apparatus: method 3 – Use of ambient air sucked by means of a
suction pump 19

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60754-1:2011

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

TEST ON GASES EVOLVED DURING COMBUSTION OF MATERIALS FROM CABLES –

Part 1: Determination of the halogen acid gas content

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). 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. 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 IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60754-1 has been prepared by IEC technical committee 20: Electric cables.

It has the status of a group safety publication in accordance with IEC Guide 104.

This third edition cancels and replaces the second edition, published in 1994, and constitutes a technical revision.

The significant technical changes with respect to the previous edition are as follows:

- improved definition of safety requirements relating to capture of gases and use of reagents;
- introduction of guidance on preparation of test specimens for a more even combustion;
- improvements to the procedure for establishing the heating regime;
- improved expression of tolerances and precision;

- definition of the procedure for the blank test;
- introduction of an informative annex giving details of a methodology for the determination of the halogen acid gas content of a sample representative of a cable construction.

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

FDIS	Report on voting
20/1266/FDIS	20/1276/RVD

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

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all the parts in the IEC 60754 series, published under the general title *Test on gases evolved during combustion of materials from cables*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

The contents of the corrigendum of November 2013 have been included in this copy.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60754-1:2011

INTRODUCTION

IEC 60754 consists of the following parts, under the general title *Test on gases evolved during combustion of materials from cables*:

- *Part 1: Determination of the halogen acid gas content*
- *Part 2: Determination of acidity (by pH measurement) and conductivity*

IEC 60754-1 was developed due to concerns expressed by cable users over the amount of acid gas which is evolved when some cable insulating, sheathing and other materials are burned, as this acid can cause extensive damage to electrical and electronic equipment not involved in the fire itself.

This standard provides a method for determining the amount of acid gases evolved by burning cable components so that limits can be agreed for cable specifications. As the test is not carried out on a complete cable test piece, for a hazard assessment the actual material volumes of the cable components should be taken into consideration.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60754-1:2011

TEST ON GASES EVOLVED DURING COMBUSTION OF MATERIALS FROM CABLES –

Part 1: Determination of the halogen acid gas content

1 Scope

This part of IEC 60754 specifies the apparatus and procedure 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 electric or optical fibre cable constructions.

NOTE 1 This test method is not able to determine hydrofluoric acid. A suitable method may be found in IEC 60684-2.

NOTE 2 This test method may be used to test materials to be used in cable manufacture, but a declaration of cable performance should not be made based on such a test.

NOTE 3 The relevant cable standard should indicate which components of the cable should be tested.

NOTE 4 For the purposes of this standard, the term “electric cable” covers all insulated metallic conductor cables used for the conveyance of energy or signals.

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

NOTE 5 By agreement between the producer and purchaser, the methodology given in this standard may be used to test combinations of materials representing a cable construction, but a declaration of cable performance to this standard should not be made based on such a test. Information on such a method is given in Annex A.

For reasons of precision this method is not recommended for reporting values of halogen acid evolved less than 5 mg/g of the sample taken.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 385, *Laboratory glassware – Burettes*

ISO 1042, *Laboratory glassware – One-mark volumetric flasks*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

3.1

halogen acid gas content

amount of halogen acid gas evolved, except hydrofluoric acid, expressed as milligrams of hydrochloric acid per gram of total test specimen

4 Test method principle

The material under test shall be heated in a stream of dry air and the gases shall be absorbed in 0,1 M sodium hydroxide solution contained in wash bottles. The amount of halogen acid shall then be 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.

NOTE 1 Other analytical methods having at least the same precision may be used, but in case of dispute the method given in this standard is the one to use.

NOTE 2 Although both hydrogen chloride and hydrogen bromide are detected by this analytical method, the halogen acid content is reported as if all the halogen acid is hydrogen chloride.

5 Test apparatus

5.1 General

The apparatus is 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 quartz glass tube and the first bottle and between subsequent bottles shall be as short as possible. Glass or silicone rubber tubing shall be used for these connections.

NOTE 1 At the exit side of the quartz glass tube, as close to the end as possible, it is permitted to place a plug of silica wool to aid collection of condensates.

NOTE 2 A third empty bottle, of the same size as the gas washing bottles, placed before the gas washing bottles, may be used to improve safety, i.e. to prevent suck back of water into the quartz glass tube.

5.2 Tube furnace

The length of the heating zone of the furnace shall be within the range 480 mm to 620 mm, and its inside diameter shall be within the range 38 mm to 62 mm. It shall be equipped with an adjustable electrical heating system.

5.3 Quartz glass tube

For the test, a quartz glass tube shall be introduced into the tube furnace. The tube shall be approximately concentric to the furnace. It shall be resistant to the action of corrosive gases.

The inside diameter of the tube shall be within the range 30 mm to 46 mm. The tube shall protrude on the entrance side of the furnace by a length of between 60 mm to 200 mm, and on the exit side by between 60 mm to 100 mm. The initial clearance shall allow for thermal expansion. For the purposes of measurement of the protrusion distances, the tube shall be regarded as that part of essentially constant diameter.

NOTE The outer diameter of the tube should be chosen with due regard to the inside diameter of the tube furnace.

Prior to each test, the tube shall be cleaned throughout its length by being calcined at approximately 950 °C.

5.4 Combustion boats

The combustion boat shall be made of porcelain, fused quartz or soapstone and shall have the following dimensions:

- external length: within the range 45 mm to 100 mm;

- external width: within the range 12 mm to 30 mm;
- internal depth: within the range 5 mm to 10 mm.

NOTE The dimensions of the boat should be chosen with due regard to the inside diameter of the quartz tube.

The preferred method for insertion of the combustion boat into the quartz glass tube is shown in Figure 1.

Prior to each test, the combustion boat shall be washed and calcined in a muffle furnace at approximately 950 °C for 4 h after which it shall be introduced into a desiccator and cooled to ambient temperature. The combustion boat shall then be weighed to an accuracy of 0,1 mg. This weight m_1 shall be recorded.

5.5 Bubbling devices for gases

At the exit of the quartz glass tube, the evolved gases shall be passed through two wash bottles (see Figure 2), each containing at least 220 ml of 0,1 M sodium hydroxide solution.

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

The height of the liquid above the end of the tube shall be (110 ± 10) mm in each bottle.

NOTE Use of a standard laboratory glass bottle of approximately 50 mm internal diameter will enable this requirement to be met.

5.6 Air supply system

The gas used for combustion shall be air.

The flow rate of air introduced into the quartz glass 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 approximately 20 ml/mm²/h.

The speed of air shall be regulated by reference to the flow rate of air. The flow rate of air shall be $(0,0157 \times D^2)$ l/h with a tolerance of ± 10 %.

NOTE The derivation of the flow rate of air from the 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 (ml/h);

V is the speed of air (ml/mm²/h).

The air supply shall be adjusted and controlled by a needle valve, and the flow rate monitored by a flowmeter of the appropriate range.

The air supplied shall be selected from one of the following methods:

Method 1

This method uses synthetic air or compressed air from a bottle. The air shall be introduced on the inlet side of the quartz glass tube (see Figure 3).

Method 2

This method uses a laboratory compressed air supply. The air shall be introduced on the inlet side of the quartz glass tube and shall be filtered and dried (see Figure 4).

Method 3

This method uses the ambient air of the laboratory. The air shall be filtered and dried. In this case, the mixture of air and combustion gas shall be sucked by a pump. (See Figure 5.)

5.7 Analytical balance

The balance shall have a precision of $\pm 0,1$ mg.

5.8 Laboratory glassware

For the titration, the following laboratory glassware shall be available:

- 20 ml pipette;
- 100 ml pipette;
- one mark volumetric flask in accordance with ISO 1042 with 1 000 ml capacity;
- conical flask with 250 ml to 500 ml capacity;
- burette in accordance with ISO 385-1.

5.9 Reagents

For the analysis, the following reagents of a recognized analytical quality shall be used. Demineralized or distilled water shall be of a purity at least Grade 3 in accordance with ISO 3696.

- a) concentrated nitric acid: about 65 %, with a specific gravity ρ of approximately 1,40 g/ml;
- b) nitric acid, approximately 6 M;
- c) 0,1 M silver nitrate;
- d) nitrobenzene, toluene or iso-amyl alcohol;
- e) an approximately 40 % weight/volume solution of ferric ammonium sulphate;
- f) 0,1 M ammonium thiocyanate solution.

WARNING Nitrobenzene is regarded as highly toxic. Toluene or iso-amyl alcohol are safer alternatives.

6 Test specimen

6.1 General

Two test specimens, each consisting of (750 ± 250) mg of the material to be tested, shall be prepared. Each test specimen shall be taken from a sample representative of the material. Each test specimen shall be cut into a number of smaller pieces.

NOTE Pieces with a maximum dimension of 3 mm have been found to be suitable.

6.2 Conditioning of specimen

The prepared test specimens shall be conditioned for at least 16 h at a temperature of (23 ± 2) °C and a relative humidity of (50 ± 5) %.

6.3 Mass of specimen

Weigh the combustion boat (m_1) to an accuracy of 0,1 mg (see 5.4). After conditioning, the test specimen shall be put into the combustion boat and evenly distributed on the bottom of the boat, which shall be weighed to an accuracy of 0,1 mg. The weight (m_2) shall be recorded.

The mass m of the test specimen shall be calculated as follows:

$$m = m_2 - m_1$$

where

m is the mass of the test specimen in grams;

m_1 is the mass of the combustion boat in grams;

m_2 is the mass of the combustion boat with the test specimen, in grams.

NOTE Modern weighing equipment with suitable automatic zeroing could allow direct measurement of m .

7 Test procedure

7.1 General

The test procedure and determination shall be carried out on each test specimen.

7.2 Test apparatus and arrangement

The test procedure defined in this clause shall be carried out using the apparatus detailed in Clause 5.

7.3 Heating procedure

7.3.1 Determination of heating regime

The empty combustion boat shall be inserted into the quartz glass tube and placed approximately in the centre of the tube furnace.

The flow rate of air shall be adjusted by means of a needle valve to the value specified in 5.6 and shall be kept constant during the determination.

Position a thermocouple, or other suitable temperature measuring device (suitably protected against corrosion), at the test specimen point in the empty combustion boat. The combustion boat shall be heated at an approximately uniform heating rate over a period of (40 ± 5) min in order to raise the temperature recorded by the thermocouple to (800 ± 10) °C, after which it shall be maintained at that temperature for (20 ± 1) min.

Determine from this procedure a heating regime which will ensure that the required test specimen heating rate and temperature is achieved.

7.3.2 Test specimen heating procedure

The combustion boat containing the test specimen shall be inserted into the quartz glass tube and placed approximately in the centre of the tube furnace.

The flow rate of air shall be adjusted by means of a needle valve to the value specified in 5.6 and shall be kept constant during the test.

The test specimen shall be heated using the heating regime determined in 7.3.1.

WARNING The operator should take precautions, e.g. 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. Guidance on the avoidance of "blow back" is given in NOTE 2 of 5.1.

7.4 Washing procedure

Following the heating procedure, all the bottles used shall be disconnected, and the contents washed into a 1 000 ml volumetric flask. Using distilled or demineralized water, the bottles, the connecting links and, after cooling, the end of the quartz glass tube including the silica wool (if used) shall also be washed into the flask, and the contents made up to 1 000 ml.

7.5 Determination of halogen acid content

7.5.1 Blank test

Prior to conducting a test on a test specimen, a blank test shall be carried out using the test procedure given in 7.3.2 but without a test specimen in the combustion boat.

After cooling to ambient temperature, 200 ml of the solution shall be measured into a conical flask using a suitable pipette, and the following reagents introduced successively:

- a) approximately 4 ml of concentrated nitric acid;
- b) 20 ml of 0,1 M silver nitrate, measured with a pipette;
- c) approximately 3 ml of either nitrobenzene, toluene or iso-amyl alcohol.

The contents shall be well shaken to achieve conglomeration and coating of the silver halide that is formed by the reaction.

1 ml of a 40 % (weight/volume) aqueous solution of ferric ammonium sulphate containing a few drops of 6 M nitric acid shall then be added and the whole mixed together. The solution shall then be titrated with 0,1 M ammonium thiocyanate solution using a burette and the whole shaken or stirred vigorously. The end-point shall be the red end-point for the titration.

The volume, *B*, of 0,1 M ammonium thiocyanate solution shall be recorded.

NOTE It is recommended that the blank test be carried out prior to each testing campaign and whenever a new batch of sodium hydroxide solution, silver nitrate solution, ammonium thiocyanate solution or distilled or demineralized water is started.

7.5.2 Material test

The test procedure given in 7.3.2 shall be carried out with a test specimen in the combustion boat.

After cooling to ambient temperature, 200 ml of the solution shall be measured into a conical flask using a suitable pipette and the following reagents introduced successively:

- a) approximately 4 ml of concentrated nitric acid;
- b) 20 ml of 0,1 M silver nitrate, measured with a pipette;
- c) approximately 3 ml of either nitrobenzene, toluene or iso-amyl alcohol.

The contents shall be well shaken to achieve conglomeration and coating of the silver halide that is formed by the reaction.

1 ml of a 40 % (weight/volume) aqueous solution of ferric ammonium sulphate containing a few drops of 6 M nitric acid shall then be added and the whole mixed together. The solution shall then be titrated with 0,1 M ammonium thiocyanate solution using a burette and the whole shaken or stirred vigorously. The end-point shall be the red end-point for the titration.

The volume, A , of 0,1 M ammonium thiocyanate solution shall be recorded.

7.5.3 Halogen acid content calculation

The amount of halogen acid, expressed as milligrams of hydrochloric acid per gram of test specimen taken, shall be determined according to the formula:

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

where

- A is the volume in ml of 0,1 M ammonium thiocyanate solution used in the test specimen determination;
- B is the volume in ml of 0,1 M ammonium thiocyanate solution used in the blank test determination;
- C is the amount of halogen acid expressed in milligrams of hydrochloric acid per gram of the test specimen;
- m is the mass of test specimen taken in grams;
- M is the molarity of ammonium thiocyanate solution;
- 36,5 is the molar mass of hydrogen chloride.

8 Evaluation of the test results

The halogen acid gas content of the material, C_m , shall be taken as the mean of the determination of the two test specimens.

The individual values shall not vary from the mean by more than $\pm 10\%$ where the halogen acid gas content is ≥ 5 mg/g.

Record $C = 5$ when the amount of halogen acid is less than 5 mg/g.

9 Performance requirement

No requirements for conformity are included in this standard.

10 Test report

The test report shall include the following information:

- a) a full description of the material tested;
- b) the number of this standard;
- c) the halogen acid gas content of the material (C_m);
- d) the analytical method used for the determination of the halogen acid gas content (if not as given in this standard);
- e) the supplier's reference used for reagents 3) and 6) (as per 5.9) shall be reported;

- f) the type of test apparatus used (method 1, method 2 or method 3).

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60754-1:2011

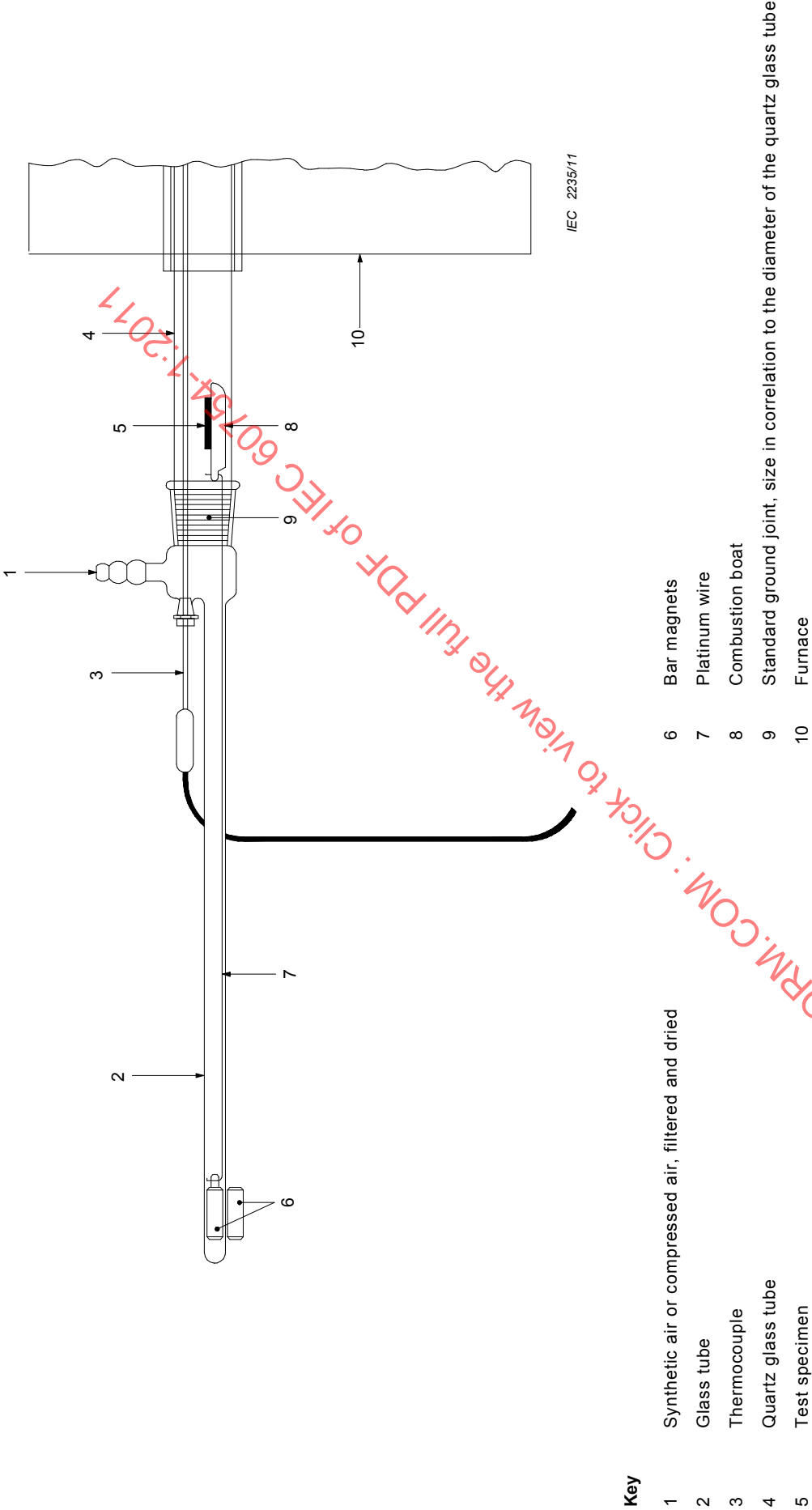
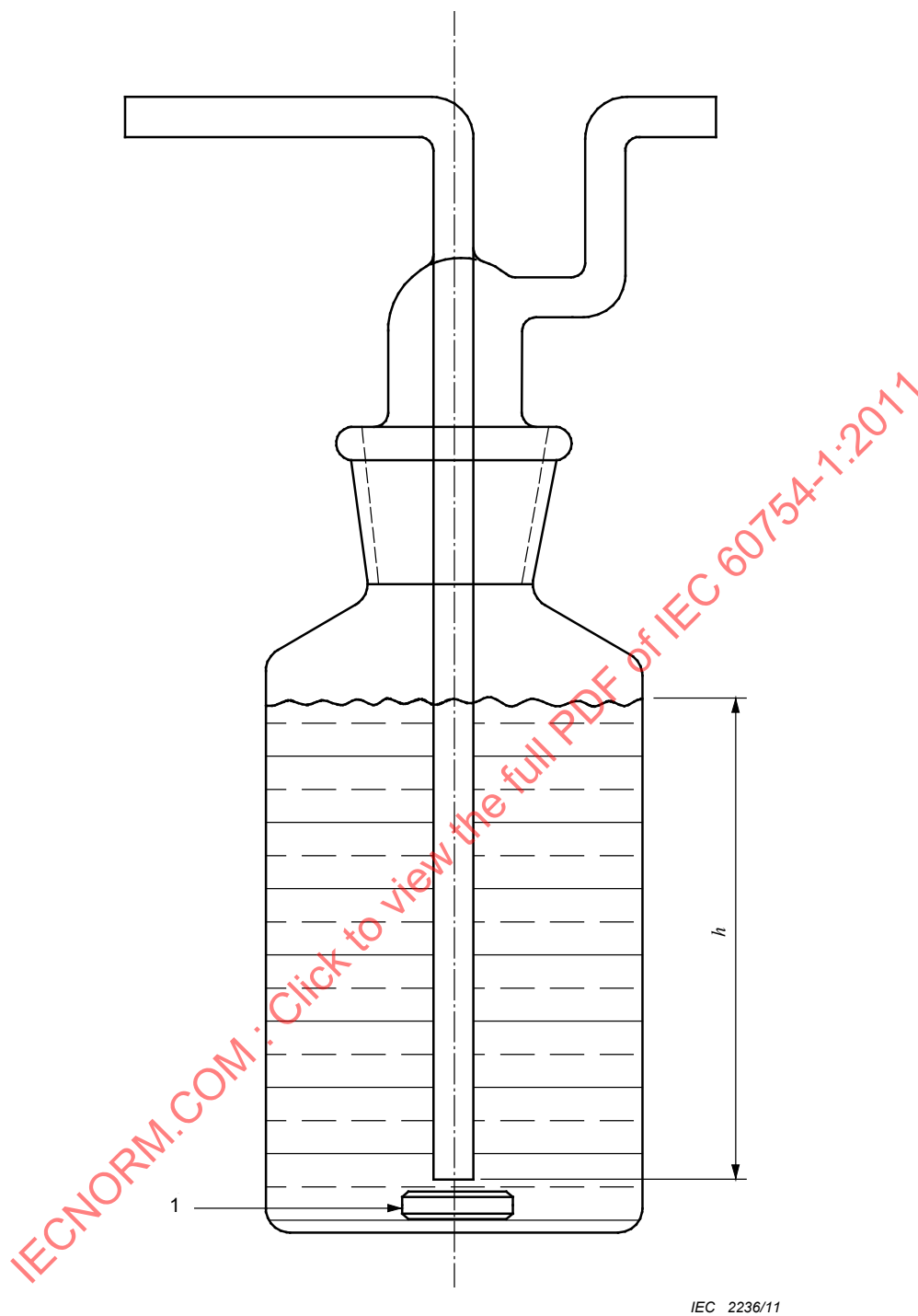


Figure 1 – Device for inserting combustion boat and test specimen



IEC 2236/11

Key

1 Magnetic stirring bar

h 100 mm to 120 mm

Figure 2 – Example of a gas washing bottle

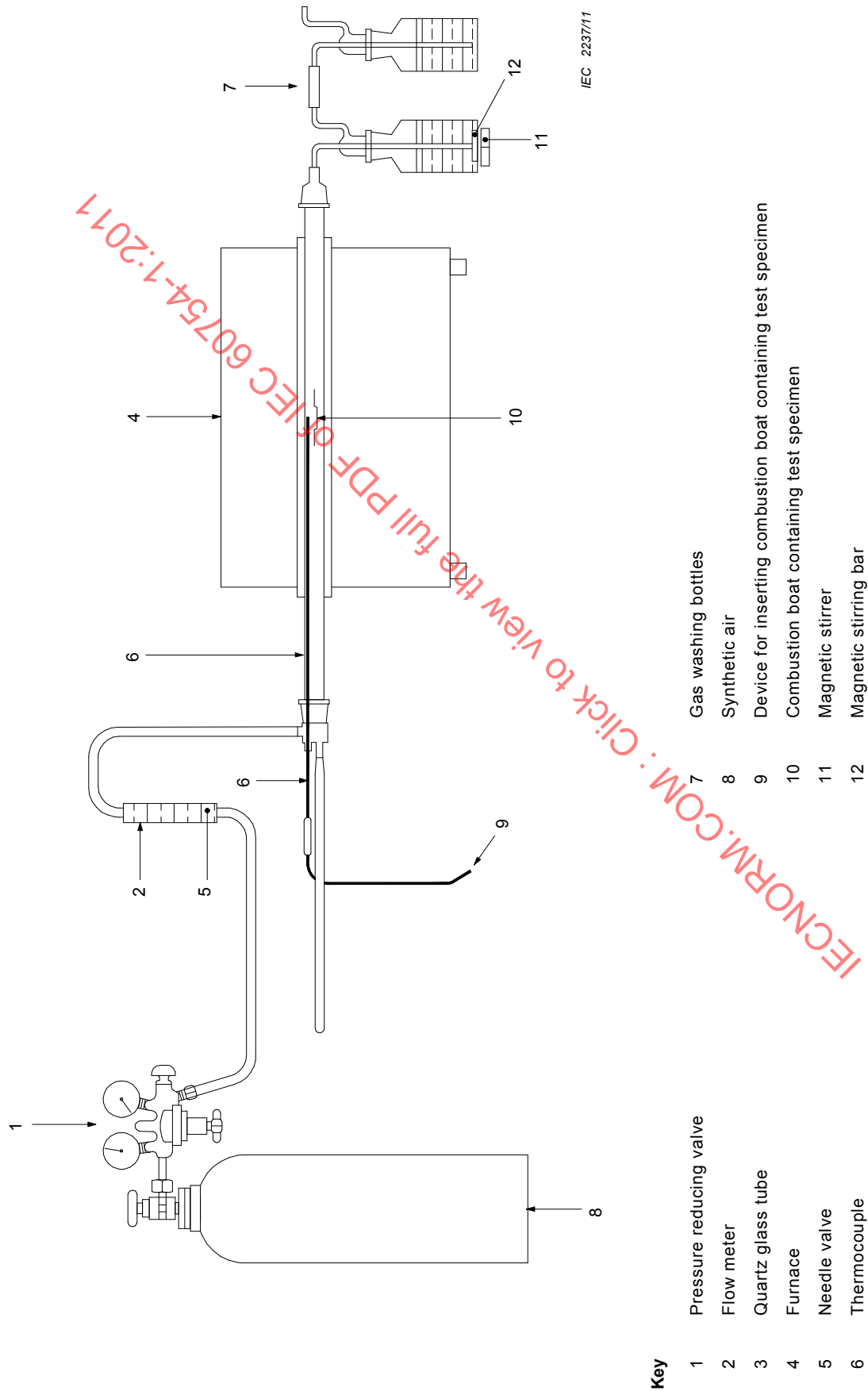
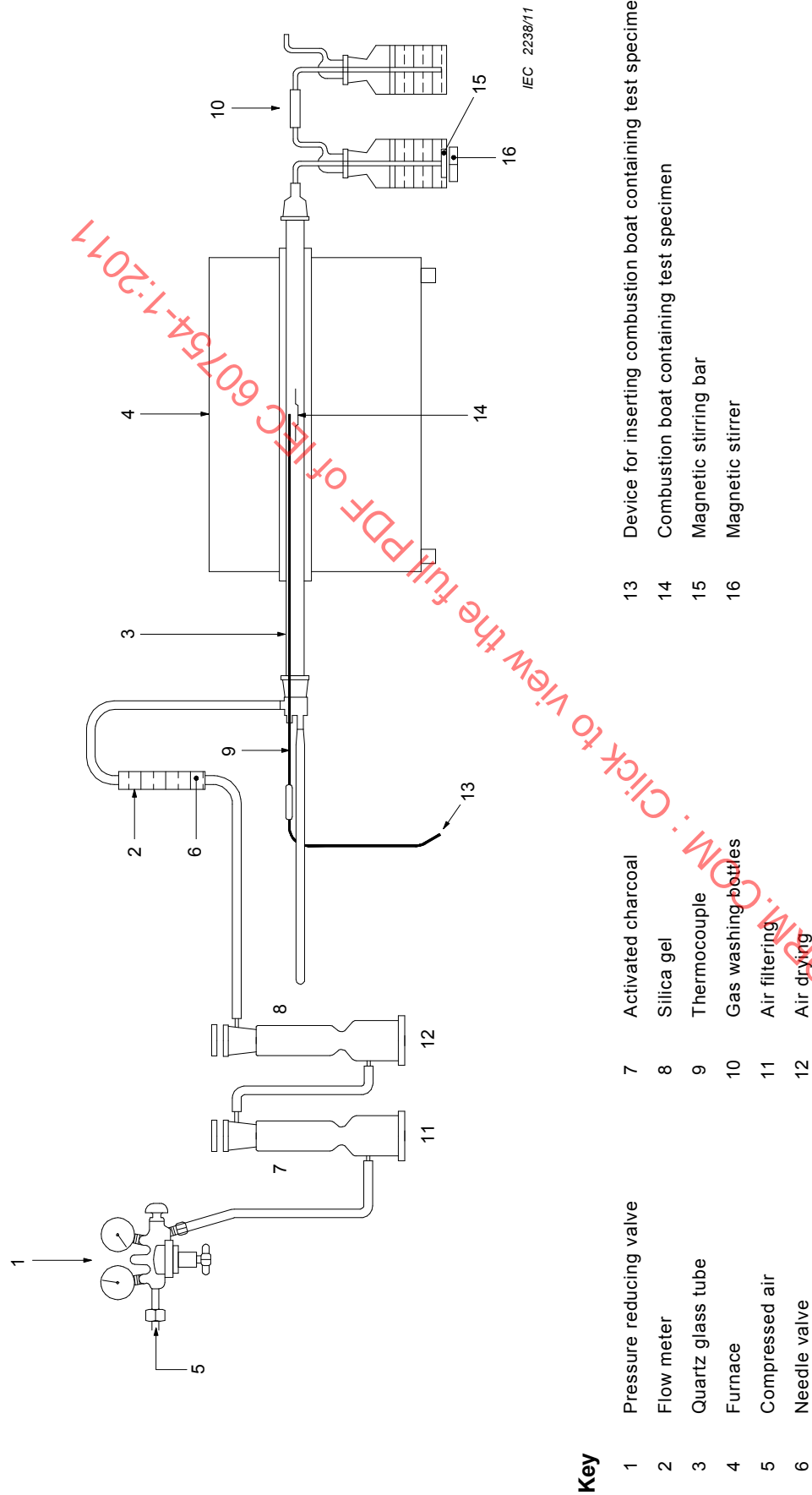


Figure 3 – Test apparatus: method 1 – Use of synthetic or compressed air from a bottle



Key

1	Pressure reducing valve	7	Activated charcoal	13	Device for inserting combustion boat containing test specimen
2	Flow meter	8	Silica gel	14	Combustion boat containing test specimen
3	Quartz glass tube	9	Thermocouple	15	Magnetic stirring bar
4	Furnace	10	Gas washing bottles	16	Magnetic stirrer
5	Compressed air	11	Air filtering		
6	Needle valve	12	Air drying		

Figure 4 – Test apparatus: method 2 – Use of laboratory compressed air supply

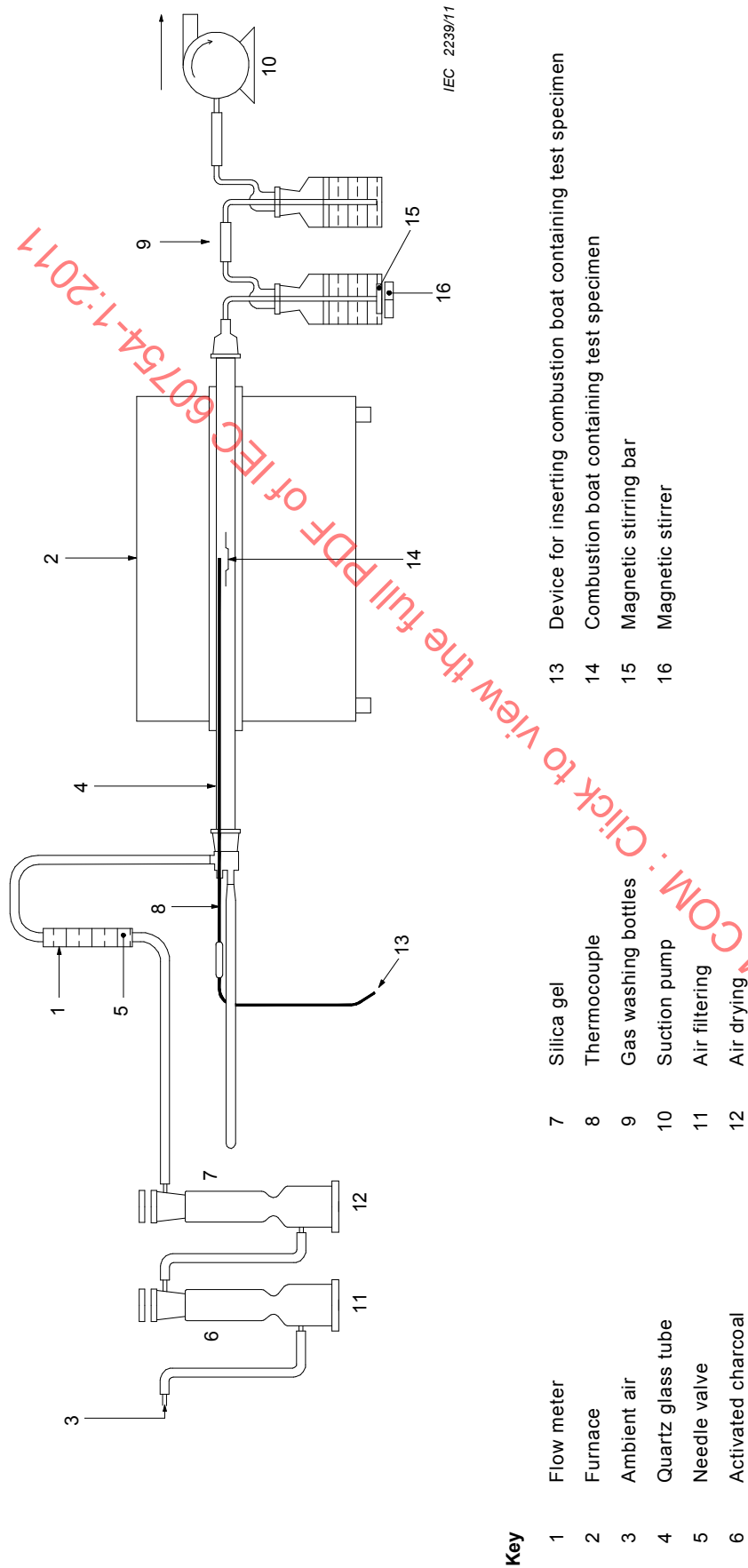


Figure 5 – Test apparatus: method 3 – Use of ambient air sucked by means of a suction pump

Annex A (informative)

Determination of the halogen acid gas content of a sample representative of a cable construction

If agreed between the cable producer and the customer, a representative sample of all the non-metallic components of the cable construction may be used as the test specimen.

The representative sample should be prepared by the following method:

A sample of approximate length 15 mm to 25 mm of the complete cable should be cut into small pieces after all metal elements have been removed. The sample should be of sufficient length to give the required weight of test specimen according to 6.1. A sharp knife or a razor blade should be used to cut the cable components into smaller pieces complying with the requirements of 6.1.

The pieces should be well mixed and the required number of test specimens in accordance with 6.1 should be taken from the mixture.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60754-1:2011

Bibliography

IEC 60684-2, *Flexible insulating sleeving – Part 2: Methods of test*

IEC Guide 104, *The preparation of safety publications and the use of basic safety publications and group safety publications*

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60754-1:2011

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	24
INTRODUCTION.....	26
1 Domaine d'application	27
2 Références normatives.....	27
3 Termes et définitions	27
4 Principe de la méthode d'essai	28
5 Appareillage d'essai	28
5.1 Généralités.....	28
5.2 Four tubulaire.....	28
5.3 Tube en quartz	28
5.4 Nacelles de combustion	29
5.5 Dispositif de barbotage des gaz	29
5.6 Dispositif d'entraînement.....	29
5.7 Balance analytique	30
5.8 Verrerie de laboratoire	30
5.9 Réactifs.....	30
6 Éprouvette d'essai	31
6.1 Généralité	31
6.2 Conditionnement des éprouvettes d'essai.....	31
6.3 Masse de l'éprouvette	31
7 Mode opératoire	31
7.1 Généralité	31
7.2 Appareillage d'essai et matériel.....	31
7.3 Procédure de chauffage	31
7.3.1 Détermination du régime de chauffage	31
7.3.2 Procédure de chauffage de l'éprouvette d'essai.....	32
7.4 Procédure de lavage	32
7.5 Détermination de la quantité d'acide halogéné	32
7.5.1 Dosage à blanc	32
7.5.2 Essai du matériau.....	33
7.5.3 Calcul de la concentration en acide halogéné.....	33
8 Évaluation des résultats	33
9 Exigence (d'exécution)	34
10 Rapport d'essai	34
Annexe A (informative) Détermination de la quantité d'acide halogéné contenu dans un échantillon représentatif de la construction d'un câble	40
Bibliographie.....	41
Figure 1 – Système pour introduire la nacelle de combustion et l'éprouvette d'essai.....	35
Figure 2 – Exemple de flacon barboteur.....	36
Figure 3 – Appareillage d'essai: méthode 1 – Utilisation de l'air synthétique ou comprimé provenant d'une bouteille.....	37
Figure 4 – Appareillage d'essai: méthode 2 – Utilisation de l'air comprimé provenant du laboratoire	38

Figure 5 – Appareillage d'essai: méthode 3 – Utilisation de l'air aspiré au moyen d'une pompe 39

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60754-1:2011

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

Partie 1: Détermination de la quantité de gaz acide halogéné

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) 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, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). 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 concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60754-1 a été établie par le comité d'études 20 de la CEI: Câbles électriques.

Elle a le statut d'une publication groupée de sécurité conformément au Guide CEI 104.

Cette troisième édition annule et remplace la seconde édition, parue en 1994, et constitue une révision technique.

Les modifications techniques importantes par rapport aux publications antérieures sont les suivantes:

- amélioration définition des exigences de sécurité relatives au piégeage des gaz et à l'utilisation des réactifs;

- introduction de recommandations pour la préparation des éprouvettes d'essai pour une meilleure combustion;
- améliorations du mode opératoire pour établir le régime de chauffage;
- amélioration de l'expression des tolérances et précisions;
- définition de la procédure d'un essai à blanc;
- introduction d'une annexe informative donnant des détails sur la méthodologie pour la détermination de la quantité de gaz acides halogénés contenus dans un échantillon représentatif de la construction du câble.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
20/1266/FDIS	20/1276/RVD

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 présente publication a été préparée en accord avec les directives de l'ISO/CEI, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série CEI 60754, publiées sous le titre général *Essai sur les gaz émis lors de la combustion des matériaux prélevés sur câbles*, est disponible sur le site internet de la CEI.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de la CEI sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

Le contenu du corrigendum de novembre 2013 a été pris en considération dans cet exemplaire.

INTRODUCTION

La série CEI 60754 comprend les parties suivantes, sous le titre général *Essai sur les gaz émis lors de la combustion des matériaux prélevés sur câbles*:

- *Partie 1: Détermination de la quantité de gaz acide halogéné*
- *Partie 2: Détermination de la conductivité et de l'acidité (par mesure du pH).*

La CEI 60754-1 a été développée du fait de l'intérêt exprimé par les utilisateurs de câbles sur la quantité de gaz acide émis lorsque des enveloppes isolantes, des gaines ou autre composants sont brûlés, comme cet acide peut entraîner, par extension, des dommages aux équipements électriques et électrotechniques qui ne sont pas impliqués dans l'incendie lui-même.

Cette norme fournit une méthode pour déterminer la quantité de gaz dégagés lors de la combustion de composants du câble, ainsi des limites peuvent être acceptées pour des spécifications de câble. Comme l'essai n'est pas réalisé sur un morceau de câble complet, il est recommandé, pour l'évaluation du risque, de prendre en considération les volumes réels des composants.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60754-1:2011

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

Partie 1: Détermination de la quantité de gaz acide halogéné

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 60754 décrit l'appareillage et la procédure d'essai pour la détermination de la quantité de gaz acide halogéné, autre que l'acide fluorhydrique, émis au cours de la combustion de mélanges à base de polymères halogénés et de mélanges contenant des additifs halogénés prélevés sur un câble électrique ou à fibre optique.

NOTE 1 La présente méthode d'essai ne permet pas de déterminer l'acide fluorhydrique. Une méthode appropriée peut être trouvée dans la CEI 60684-2.

NOTE 2 La présente méthode d'essai peut être utilisée pour essayer des matériaux utilisés dans de la fabrication d'un câble, mais il est recommandé de ne pas établir de déclaration de performance du câble en se basant sur un tel essai.

NOTE 3 Il est recommandé que la norme appropriée du câble indique les composants du câble à analyser.

NOTE 4 Pour les besoins de la présente norme, l'expression « câbles électriques » couvre toutes les âmes métalliques isolées utilisées pour le transport de l'énergie ou de la signalisation.

La présente méthode décrite dans cette norme est destinée à être utilisée pour l'analyse des composants individuels utilisés dans la construction d'un câble. L'emploi de cette méthode d'essai permettra de vérifier les exigences qui sont établies dans la spécification du câble pour les composants individuels du câble.

NOTE 5 La méthode donnée dans la présente norme peut être utilisée pour analyser la combinaison de matériaux représentatifs de la construction du câble, en accord entre le fabricant et le client, mais une déclaration de performance du câble vis-à-vis de cette norme, basée sur un tel essai n'est pas recommandée. De plus amples informations sur une telle méthode sont données en Annexe A.

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

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 385, *Verrerie de laboratoire – Burettes*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire – Fioles jaugées à un trait*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique – Spécification et méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivantes s'appliquent.

3.1

quantité de gaz acide halogéné

quantité d'acide halogéné émis excepté l'acide fluorhydrique, exprimé en milligrammes d'acide chlorhydrique par gramme de la masse totale de l'échantillon

4 Principe de la méthode d'essai

Le matériau essayé doit être chauffé dans un courant d'air sec et les gaz sont absorbés dans une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M contenue dans des flacons barboteurs. La quantité d'acide halogéné doit être ensuite déterminée en acidifiant la solution avec de l'acide nitrique et en ajoutant un volume connu mesuré de nitrate d'argent 0,1 M et en faisant un titrage en retour avec du thiocyanate d'ammonium 0,1 M, en utilisant du sulfate d'ammonium ferrique comme indicateur.

NOTE 1 D'autre méthode analytique ayant au moins la même précision peut être utilisée mais en cas de contestation, la méthode dans la présente norme est celle à suivre.

NOTE 2 Bien que les ions chlorures et bromures sont détectés par cette méthode d'analyse, la quantité d'acide halogéné est reportée comme si tout l'acide halogéné est de l'acide chlorhydrique.

5 Appareillage d'essai

5.1 Généralités

Les schémas 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 en quartz et le premier flacon barboteur, et entre le premier barboteur et les flacons suivants doivent être aussi courtes que possible. Des tubes de verre ou de caoutchouc silicone sont utilisés pour ces connexions.

NOTE 1 A la sortie du tube en quartz, aussi près que possible de l'extrémité, il est admis de placer un tampon de laine de silice pour aider la récupération des condensats.

NOTE 2 Un troisième flacon vide, de la même taille que les flacons barboteurs, placé avant les flacons barboteurs peut être utilisé pour améliorer la sécurité, c'est-à-dire pour éviter un retour de l'eau dans le tube en quartz.

5.2 Four tubulaire

La longueur utile de la zone de chauffe du four tubulaire doit être comprise entre 480 mm et 620 mm, et son diamètre intérieur doit être compris entre 38 mm et 62 mm. Il doit comporter un système de chauffage électrique réglable.

5.3 Tube en quartz

Pour l'essai, un tube en quartz doit être introduit dans le four tubulaire. Le tube est approximativement concentrique par rapport au four tubulaire. Il doit être résistant à l'action des gaz corrosifs.

Le diamètre intérieur du tube en quartz doit être compris entre 30 mm et 46 mm. Le tube doit dépasser du côté de l'entrée du four d'une longueur comprise entre 60 mm à 200 mm, et du côté de la sortie du four de 60 mm à 100 mm. Le jeu initial doit permettre la dilatation thermique. Pour mesurer les longueurs de dépassement, la partie de diamètre constant du tube en quartz doit être considérée.

NOTE Il est recommandé de choisir le diamètre extérieur du tube en fonction du diamètre intérieur du four tubulaire.

Avant chaque essai, le tube doit être nettoyé sur toute sa longueur par calcination à environ 950 °C.

5.4 Nacelles de combustion

Les nacelles de combustion doivent être en porcelaine, en quartz fondu ou en stéatite, et doivent avoir les dimensions suivantes:

- longueur externe: de 45 mm à 100 mm;
- largeur externe: de 12 mm à 30 mm;
- profondeur interne: de 5 mm à 10 mm.

NOTE Il convient de choisir les dimensions de la nacelle de combustion au regard au diamètre intérieur du tube en quartz.

La méthode préférentielle pour introduire la nacelle de combustion dans le tube en quartz est indiquée en Figure 1.

Avant chaque essai, la nacelle de combustion doit être lavée et calcinée dans un four à mouffle à environ 950 °C pendant 4 h; elle doit ensuite être introduite dans un dessiccateur et refroidie à la température ambiante. La nacelle de combustion doit ensuite être pesée avec une précision de 0,1 mg. Cette masse m_1 doit être enregistrée.

5.5 Dispositif de barbotage des gaz

A la sortie du tube en quartz, les gaz émis doivent passer par barbotage dans deux flacons barboteurs (voir Figure 2), chacun contenant au moins 220 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M.

Un agitateur magnétique doit être introduit dans le premier flacon barboteur 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 de faciliter l'absorption.

La hauteur du liquide au-dessus de l'extrémité du tube est de (110 ± 10) mm dans chacun des flacons.

NOTE L'utilisation d'un flacon de laboratoire standard en verre, de diamètre interne d'environ 50 mm, sera possible si cette exigence est respectée.

5.6 Dispositif d'entraînement

Le gaz utilisé pour la combustion doit être de l'air.

Le débit de l'air introduit dans le tube en quartz doit être réglé en fonction de la section interne réelle du tube de façon à ce que la vitesse de l'air qui balaye l'éprouvette d'essai soit approximativement de 20 ml/mm²/h.

La vitesse de l'air doit être réglée par rapport au débit d'air. Le débit d'air doit être de $(0,0157 \times D^2)$ l/h avec une tolérance de ± 10 %.

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 interne du tube (mm);

ρ est le débit d'air (ml/h);

V est la vitesse de l'air (ml/mm²/h).

L'alimentation en air doit être contrôlée et réglée au moyen d'une vanne à aiguille et le débit doit être contrôlé avec un débitmètre d'une gamme appropriée.

L'air utilisé doit être sélectionné au moyen de l'une des méthodes suivantes:

Méthode 1

La présente méthode utilise de l'air synthétique ou de l'air comprimé provenant d'une bouteille. L'air doit être injecté en amont du tube en quartz (voir Figure 3).

Méthode 2

La présente méthode utilise de l'air comprimé distribué dans le laboratoire. L'air doit être filtré et séché, il doit être injecté en amont du tube en quartz (voir Figure 4).

Méthode 3

La présente méthode utilise l'air ambiant du laboratoire. L'air doit être filtré et séché. Dans ce cas, le mélange air et gaz de combustion doit être aspiré au moyen d'une pompe (voir Figure 5).

5.7 Balance analytique

La balance doit avoir une précision de $\pm 0,1$ mg.

5.8 Verrerie de laboratoire

Pour le dosage, la verrerie de laboratoire suivante doit être utilisée:

- pipette graduée de 20 ml;
- pipette graduée de 100 ml;
- fiole jaugée un trait de 1 000 ml conformément à l'ISO 1042;
- erlenmeyer de 250 ml à 500 ml;
- burette conforme à la norme ISO 1042.

5.9 Réactifs

Pour l'analyse, les réactifs de qualité analytique reconnue suivants doivent être utilisés. L'eau déminéralisée ou distillée doit être d'une pureté de Grade 3 conformément à la norme ISO 3696.

- a) acide nitrique concentré: environ 65 %, avec une densité ρ d'environ 1,40 g/ml;
- b) acide nitrique, approximativement 6 M;
- c) nitrate d'argent 0,1 M;
- d) nitrobenzène, toluène ou alcool iso amylique;
- e) solution d'approximativement à 40 % poids/volume de sulfate ferrique d'ammonium;
- f) solution de thiocyanate d'ammonium 0,1 M.

AVERTISSEMENT Le nitrobenzène est considéré comme fortement toxique. Le toluène ou l'iso pentanol sont des alternatives plus sûres.

6 Éprouvette d'essai

6.1 Généralité

Deux éprouvettes d'essai constituées chacune par (750 ± 250) mg de matériau à analyser doivent être préparées. Chaque éprouvette d'essai doit être prélevée sur un échantillon représentatif du matériau. Chaque éprouvette d'essai doit être coupée en morceaux plus petits.

NOTE Des morceaux au maximum de 3 mm ont été trouvés appropriés.

6.2 Conditionnement des éprouvettes d'essai

Les éprouvettes d'essai doivent être conditionnées pendant au moins 16 h à la température de (23 ± 2) °C et à une humidité relative de (50 ± 5) %.

6.3 Masse de l'éprouvette

Peser la nacelle de combustion (m_1) avec une précision de 0,1 mg (voir 5.4). Après conditionnement, l'éprouvette d'essai doit être disposée dans la nacelle de combustion et éventuellement uniformément répartie au fond de la nacelle; l'ensemble doit être pesé avec une précision de 0,1 mg. La masse (m_2) doit être enregistrée.

La masse m de l'éprouvette d'essai doit être calculée comme suit:

$$m = m_2 - m_1$$

où

m est la masse de l'éprouvette d'essai en gramme

m_1 est la masse de la nacelle de combustion en gramme;

m_2 est la masse de la nacelle de combustion avec l'éprouvette d'essai en gramme.

NOTE L'équipement de pesage moderne avec rattrapage du zéro automatique approprié pourrait permettre la mesure directe de m .

7 Mode opératoire

7.1 Généralité

Le mode opératoire et le dosage doivent être réalisés sur chaque éprouvette d'essai.

7.2 Appareillage d'essai et matériel

Le mode opératoire défini dans le présent article doit être réalisé en utilisant l'appareillage décrit à l'Article 5.

7.3 Procédure de chauffage

7.3.1 Détermination du régime de chauffage

La nacelle de combustion vide doit être introduite dans le tube en quartz et placée approximativement au centre du four tubulaire.

Le débit d'air doit être ajusté avec la vanne à aiguille à la valeur prescrite en 5.6 et doit être maintenu constant pendant l'essai.

Positionner dans la nacelle à combustion vide, à l'endroit où sera l'éprouvette d'essai, un thermocouple ou tout autre système de mesure approprié (convenablement protégé vis-à-vis de la corrosion). La nacelle de combustion doit être chauffée de manière constante et à peu près uniforme pendant une durée de (40 ± 5) min de façon à obtenir la température de (800 ± 10) °C mesurée à l'aide d'un thermocouple, elle doit être ensuite maintenue à cette température pendant (20 ± 1) min.

Déterminer à partir de cette méthode, le régime de chauffe qui devra permettre de s'assurer que la vitesse de chauffage et la température de l'éprouvette prescrites sont atteintes.

7.3.2 Procédure de chauffage de l'éprouvette d'essai

La nacelle de combustion contenant l'éprouvette d'essai doit être introduite dans le tube en quartz et placée approximativement au centre du four tubulaire.

Le débit d'air doit être ajusté avec la vanne à aiguille à la valeur prescrite en 5.6 et doit être maintenu constant pendant l'essai.

L'éprouvette d'essai doit être chauffée en utilisant le régime de chauffage déterminé en 7.3.1.

AVERTISSEMENT Il est recommandé à l'opérateur de prendre des précautions, par exemple, de porter des lunettes de protection et des habits de protection appropriés car certains matériaux s'enflamment rapidement et peuvent provoquer un « retour de flamme » des gaz chauds. Il est recommandé également de laisser s'échapper les gaz dégagés, par précaution, pour éviter que l'appareillage soit en surpression. Un guide pour éviter ce « retour de flamme » est donné dans la NOTE 2 en 5.1.

7.4 Procédure de lavage

Après la procédure de chauffage, tous les flacons utilisés doivent être déconnectés et leur contenu versé dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Les flacons, les tubulures de connexion et après refroidissement, l'extrémité du tube en quartz, y compris la laine de silice (si utilisée) sont rincés avec de l'eau distillée ou déminéralisée; l'eau de rinçage doit être mélangée au contenu de la fiole jaugée, puis le volume total est ajusté à 1 000 ml.

7.5 Détermination de la quantité d'acide halogéné

7.5.1 Dosage à blanc

Avant de réaliser une analyse sur l'éprouvette d'essai, un essai à blanc doit être effectué en utilisant le mode opératoire donné en 7.3.2 mais sans éprouvette d'essai dans la nacelle de combustion.

Après refroidissement à la température ambiante, mesurer 200 ml de la solution en utilisant une pipette et les introduire dans une fiole d'erlenmeyer, puis ajouter successivement les réactifs suivants:

- a) environ 4 ml d'acide nitrique concentré;
- b) 20 ml de nitrate d'argent 0,1 M mesurés avec une pipette;
- c) environ 3 ml, soit de nitrobenzène, de toluène ou alcool isoamylique.

Le contenu doit être bien mélangé jusqu'à l'obtention d'une précipitation complète du chlorure d'argent qui est formé par réaction.

Ensuite, ajouter 1 ml d'une solution aqueuse de sulfate ferrique d'ammonium à 40 % (poids/volume) contenant quelques gouttes d'acide nitrique 6 M, et bien mélanger le tout. La solution doit alors être dosée en ajoutant une solution de thiocyanate d'ammonium 0,1 M au moyen d'une burette et en utilisant un agitateur magnétique. Le virage au rouge doit être retenu comme point de virage du dosage.

Le volume, B , 0,1 M de la solution de thiocyanate d'ammonium doit être enregistré.

NOTE Il est recommandé d'effectuer un dosage à blanc avant chaque campagne d'essai et lors de l'utilisation d'une nouvelle solution d'hydroxyde de sodium, de nitrate d'argent, de thiocyanate d'ammonium, d'eau distillée ou déminéralisée.

7.5.2 Essai du matériau

Le mode opératoire donné en 7.3.2 doit être effectué mais avec l'éprouvette d'essai dans la nacelle de combustion.

Après refroidissement à la température ambiante, mesurer 200 ml de la solution en utilisant une pipette, puis ajouter successivement les réactifs suivants:

- a) environ 4 ml d'acide nitrique concentré;
- b) 20 ml de nitrate d'argent 0,1 M mesurés avec une pipette;
- c) environ 3 ml soit de nitrobenzène, de toluène ou alcool isoamylique.

Le contenu doit être bien mélangé jusqu'à l'obtention d'une précipitation complète du chlorure d'argent qui est formé par réaction.

Ensuite, ajouter 1 ml d'une solution aqueuse de sulfate ferrique d'ammonium à 40 % (poids/volume) contenant quelques gouttes d'acide nitrique 6 M et bien mélanger le tout. La solution doit alors être dosée en ajoutant une solution de thiocyanate d'ammonium 0,1 M au moyen d'une burette et le tout secoué ou remué vigoureusement. Le virage au rouge doit être retenu comme point de virage du dosage.

Le volume, A , de la solution de thiocyanate 0,1 M d'ammonium doit être enregistré.

7.5.3 Calcul de la concentration en acide halogéné

La quantité d'acide halogéné, exprimée en milligrammes d'acide chlorhydrique par gramme d'éprouvette d'essai prélevée, doit être déterminée par la formule suivante:

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

où

A est le volume en ml de la solution 0,1 M de thiocyanate d'ammonium utilisé lors du dosage pour l'éprouvette d'essai;

B est le volume en ml de la solution 0,1 M de thiocyanate d'ammonium utilisé lors du dosage pour l'essai à blanc;

C est la quantité d'acide halogéné exprimée en milligrammes d'acide chlorhydrique par gramme d'éprouvette d'essai;

m est la masse de l'éprouvette d'essai prélevée en gramme;

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

36,5 est la masse molaire de l'acide chlorhydrique.

8 Évaluation des résultats

Le contenu de gaz d'acide d'halogène du matériel, C_m , doit être pris comme la moyenne de la détermination des deux échantillons d'essais.

Les valeurs individuelles ne devront pas varier de la moyenne de plus de ± 10 % lorsque la contenu de gaz d'acide d'halogène est ≥ 5 mg/g.

Enregistrez $C = 5$ quand la quantité d'acide halogéné est moins de 5 mg/g.

9 Exigence (d'exécution)

Il n'y a pas d'exigence de conformité dans la présente norme.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit inclure les informations suivantes:

- a) une description complète du matériau analysé;
- b) le numéro de la présente norme;
- c) le contenu de gaz d'acide d'halogène du matériel (C_m);
- d) la méthode d'analyse utilisée pour la détermination de la quantité d'acide halogéné (si elle diffère de celle décrite dans la présente norme);
- e) la référence du fournisseur utilisée pour des réactifs 3) et 6) (selon 5.9) sera notée;
- f) le type d'appareil d'essai utilisé (méthode 1, méthode 2 ou méthode 3).

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60754-1:2011