

Редакція:

30.12.2011

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ВИПРОБУВАННЯ ВИРОБІВ ЩОДО РЕАКЦІЇ НА ВОГОНЬ

Визначення вищої (нижчої) теплоти згоряння

(EN ISO 1716:2010, IDT)

ДСТУ Б EN ISO 1716:2011

Київ

Мінрегіон України

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Український науково-дослідний інститут цивільного захисту (УкрНДІЦЗ) МНС України, Технічний комітет зі стандартизації "Пожежна безпека та протипожежна техніка" (ТК 25)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: П. Іллюченко; В. Коваленко, канд. техн. наук; Р. Кравченко, канд. техн. наук (науковий керівник); Є. Фоменко

2 НАДАНО ЧИННОСТІ:

наказ Міністерства регіонального розвитку, будівництва та житлово-комунального господарства України від 30.12.2011 р. № 424 з 2012-07-01.

3 Національний стандарт відповідає європейському стандарту EN ISO 1716:2010 Reaction to fire tests for products Determination of the gross heat of combustion (calorific value) (ISO 1716:2010) (Випробування виробів щодо реакції на вогонь. Визначення вищої теплоти згоряння (теплоти згоряння))

Ступінь відповідності ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

Цей стандарт видано з дозволу CEN

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.

Цей документ не може бути повністю чи частково відтворений, тиражований і розповсюджений як офіційне видання без дозволу Міністерства регіонального

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожним перекладом EN ISO 1716:2010 "Reaction to fire tests for products Determination of the gross heat of combustion (calorific value) (ISO 1716:2010) (Випробування виробів щодо реакції на вогонь. Визначення вищої теплоти згоряння (теплоти згоряння))" з редакційними змінами.

EN ISO 1716:2010 прийнятий CEN методом підтвердження тексту ISO 1716:2010 "Reaction to fire tests for products Determination of the gross heat of combustion (calorific value) (Випробування виробів щодо реакції на вогонь. Визначення вищої теплоти згоряння (теплоти згоряння))" без модифікацій.

EN ISO 1716:2010 підготовлено Технічним комітетом ISO/TK 92 "Fire safety (Пожежна безпека)" спільно з Технічним комітетом CEN/TK 127 "Fire safety in buildings (Пожежна безпека в будівництві)", секретаріатом якого керує BSI (Британський інститут стандартів).

До національного стандарту долучено англomовний текст ISO 1716:2010.

На території України як національний стандарт діє ліва колонка тексту ДСТУ Б EN ISO 1716:2011 (EN ISO 1716:2010, IDT), викладена українською мовою.

Згідно з ДБН А.1.1-1-93 "Система стандартизації та нормування в будівництві. Основні положення" цей стандарт відноситься до комплексу В.1.1 "Захист від небезпечних геологічних процесів, шкідливих експлуатаційних впливів, від пожежі".

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт в Україні, ТК 25 "Пожежна безпека та протипожежна техніка".

Стандарт має вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- у назві слова "Визначення вищої теплоти згоряння (теплоти згоряння) (Determination of the gross heat of combustion (calorific value))" замінено відповідно на "Визначення вищої (нижчої) теплоти згоряння (Determination of the gross (net) heat of combustion)" згідно з 9.3 і 9.4 та додатками А і D;
- вилучено "Передмову до EN ISO 1716:2010" та "Передмову до ISO 1716:2010";

- з "Передмови до EN ISO 1716:2010" до "національного вступу" долучене те, що безпосередньо стосується цього стандарту;
- структурні елементи стандарту - "Титульний аркуш", "Передмову", "Зміст", "Національний вступ", першу сторінку і "Бібліографічні дані" - оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
- позначки одиниць фізичних величин подано відповідно до вимог системи стандартів ДСТУ 3651-97 "Метрологія. Одиниці фізичних величин";
- переліки і примітки, пояснення до формул і рисунків оформлено згідно з вимогами національної стандартизації;
- національні примітки та пояснення позначено рамкою;
- у розділі 1 слова "цей міжнародний стандарт" замінено на "цей стандарт";
- до розділу 2 долучено національну примітку, в якій повідомляється про офіційне видання російською мовою міжнародних стандартів ISO 554:1976 та ISO 13943:2008;
- у розділі 4 та 8.2.1 слова "сертифікована бензойна кислота" замінено на "бензойна кислота, перевірена на відповідність" згідно з вимогами чинного законодавства у сфері технічного регулювання;
- назви підрозділів 5.2, 5.4 - 5.10 подано згідно з вимогами національної стандартизації;
- у 5.3.1 та 9.2 слова "ізотермічний калориметр" замінено на "ізопериболічний калориметр" згідно з наданими характеристиками;
- у 7.4 позначку PCS замінено на Q_{PCS} згідно з 3.10;
- у 8.2.1, 9.3 та розділі 10 термін "водяний еквівалент (water equivalent)" замінено на "енергетичний еквівалент", який широко вживаний у сфері стандартизації та науковій літературі;
- у 9.2, формулі (1), замінено позначки T_l на T_1 , T_2 на T_2 , t_l на t_1 , t на t_2 , T_0 на T_i , слова "підвищення температури (rise in temperature)" на "швидкість змінення температури в момент часу t_i ", "зниження температури (temperature drop)" на "швидкість змінення температури в момент часу t_m " для узгодження з позначками та одиницями фізичних величин, які прийнято у цьому пункті, 8.3.1, 9.3, додатку С і на рисунку 4 та у зв'язку з внесеними редакційними змінами долучено знак перед першим доданком формули (1) для уникнення помилки під час визначення температурної поправки;
- у 9.4.1, абзац п'ятий, перед від'ємним значенням величини знак "-" замінений словом "мінус" згідно з вимогами національної стандартизації;
- у 9.4.3, D.2.2 і D.3 позначку одиниць фізичних величин, для яких не подано числове значення, вжито повністю, а не умовною позначкою, згідно з вимогами національної стандартизації;

- у розділі 10 слова "this International Standard (ISO 1716:2010)" замінено на "цим стандартом";
- до рисунка 4 внесено національне пояснення, згідно з яким цей рисунок через авторські помилки замінено на новий;
- до додатка В, четвертий абзац, у зв'язку з відсутністю в тексті посилання на рисунок В.1 після першого речення згідно з вимогами національної стандартизації додано речення "Приклад статистичних моделей для Q_{PCS} , отриманих із застосуванням тигельного способу, надано на рисунку В.1." з урахуванням того, що в попередній редакції ISO 1716:2002 було речення "The graphic for PCS with the crucible method is presented as an example in Figure B.1.", взяте з попередньої редакції;
- до додатка С внесено національне пояснення, згідно з яким текст цього додатка через авторські помилки замінено на новий.

Перелік міжнародних (МС) і європейських стандартів (ЄС), на які є посилання в цьому стандарті, та відповідних національних стандартів (НС) наведено в додатку НА.

Копії документів, на які є посилання у цьому стандарті, можна отримати в Головному фонді нормативних документів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ВИПРОБУВАННЯ ВИРОБІВ ЩОДО РЕАКЦІЇ НА ВОГОНЬ

Визначення вищої (нижчої) теплоти згоряння

ИСПЫТАНИЯ ИЗДЕЛИЙ НА РЕАКЦИЮ НА ОГОНЬ

Определение высшей (низшей) теплоты сгорания

REACTION TO FIRE TESTS FOR PRODUCTS

Determination of the gross (net) heat of combustion

Чинний від 2012-07-01

ЗАСТОРОГА! Звертається увага керівних і виконавчих посадових осіб на те, що це випробування є вогневим випробуванням, яке становить під час його проведення небезпеку можливого утворення токсичних та (або) шкідливих газів. Експлуатаційна небезпека також може виникати під час випробування аналітичних проб, така як можливість виникнення вибуху та під час вилучення залишків випробовуваних проб.

ЗАСТОРОГА! Потрібно виконати оцінку всієї потенційної небезпеки і ризику для здоров'я та на підставі цього визначити і запровадити заходи безпеки. Мають бути розроблені інструкції з техніки безпеки. Персонал повинен пройти відповідне навчання. Мають бути гарантії того, що лабораторний персонал завжди дотримуватиметься письмових інструкцій.

WARNING The attention of all persons concerned with managing and carrying out this test is drawn to the fact that fire testing may be hazardous and that there is a possibility that toxic and/or harmful gases may be evolved during the test. Operational hazards may also arise during the testing of specimens, such as the possibility of an explosion, and during the disposal of test residues.

WARNING An assessment of all the potential hazards and risks to health should be made and safety precautions should be identified and provided. Written safety instructions should be issued. Appropriate training should be given to relevant personnel. Laboratory personnel should ensure that they follow written instructions at all times.

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

У цьому стандарті встановлено метод визначення вищої теплоти згоряння Q_{PCS} виробів за постійного об'єму в бомбовому калориметрі.

У додатку А надано метод обчислення нижчої теплоти згоряння Q_{PCI} , яку визначають за потреби.

Інформацію щодо прецизійності методу випробування подано в додатку В.

1 SCOPE

This International Standard specifies a method for the determination of the gross heat of combustion (Q_{PCS}) of products at constant volume in a bomb calorimeter.

Annex A describes the calculation of the net heat of combustion (Q_{PCI}) when required.

Information on the precision of the test method is given in Annex B.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Наведені нижче нормативні документи обов'язкові до застосування в цьому стандарті. У разі датованих посилань застосовують тільки наведені видання. У разі недатованих посилань треба користуватись останнім виданням

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.

нормативних документів (разом зі змінами).

ISO 554, Standard atmospheres for conditioning and/or testing Specifications

ISO 554 Атмосфери стандартні для кондиціювання та/або випробовування. Технічні вимоги

ISO 13943, Fire safety Vocabulary

EN 13238, Reaction to fire tests for building products Conditioning procedures and general rules for selection of substrates

ISO 13943 Пожежна безпека. Словник

EN 13238 Випробування будівельних виробів щодо реакції на вогонь. Методи кондиціювання та загальні правила відбирання основи

Національна примітка

Є офіційні видання російською мовою:

ИСО 554-76 Нормальные атмосферные условия для кондиционирования и (или) испытаний. Общие требования;

ISO 13943:2008 Пожарная безопасность. Словарь.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

3 TERMS AND DEFINITIONS

У цьому стандарті використано терміни та визначення понять, які подано в ISO 13943 та нижче.

For the purposes of this document, the terms and definitions given in ISO 13943:2000 and the following apply.

3.1 виріб

3.1 product

Матеріал, елемент або компонент, для якого є потреба в отриманні інформації

material, element or component about which information is required

3.2 матеріал

3.2 material

Єдина основна речовина або рівномірно розподілена суміш речовин

single basic substance or uniformly dispersed mixture of substances

Приклади. Метал, камінь, деревина, цемент, мінеральна вата з рівномірно розподіленою зв'язувальною речовиною та полімери.

EXAMPLE Metal, stone, timber, concrete, mineral wool with uniformly dispersed binder and polymers.

3.3 однорідний виріб

3.3 homogeneous product

Виріб, який складається з одного матеріалу, має однакову густину і структуру

product consisting of a single material having uniform density and composition throughout the product

3.4 неоднорідний виріб

3.4 non-homogeneous product

Виріб, який не задовольняє вимогам для однорідного виробу і складається з більше ніж одного компонента, основного та (або) неосновного

product that does not satisfy the requirements of a homogeneous product and which is composed of more than one component, substantial and/or non-substantial

3.5 основний компонент

3.5 substantial component

Матеріал, який є основною частиною неоднорідного виробу, з масою на одиниці площі $\geq 1,0 \text{ кг/м}^2$ або товщиною $\geq 1,0 \text{ мм}$

material that constitutes a significant part of a non-homogeneous product, and that has a mass/unit area $\geq 1,0 \text{ kg/m}^2$ or a thickness $\geq 1,0 \text{ mm}$

3.6 неосновний компонент

3.6 non-substantial component

Матеріал, який не складає основної частини неоднорідного виробу, і має шар з масою на одиниці площі 2 і товщиною

material that does not constitute a significant part of a non-homogeneous product and that has a layer with a mass/unit area 2 and a thickness

3.7 внутрішній неосновний компонент

3.7 internal non-substantial component

Неосновний компонент, покритий з обох боків хоча б одним основним компонентом

non-substantial component that is covered on both sides by at least one substantial component

3.8 зовнішній неосновний компонент

3.8 external non-substantial component

Неосновний компонент, який не покритий хоча б з одного боку основним компонентом

non-substantial component that is not covered on one side by a substantial component

3.9 теплота згоряння

3.9 heat of combustion

Теплова енергія, що утворюється при згорянні одиниці маси первинної речовини

thermal energy produced by combustion of unit mass of a given substance

Примітка. Теплоту згоряння виражають в мегаджоулях на кілограм.

Note: The heat of combustion is expressed in megajoules per kilogram.

[ISO 13943:2008]

[ISO 13943:2008]

3.10 вища теплота згоряння Q_{PCS}

3.10 gross heat of combustion Q_{PCS}

Теплота згоряння, отримана в специфічних умовах при повному згорянні речовини і конденсації утвореної води

Heat of combustion of a substance when the combustion is complete and any produced water is entirely condensed under specified conditions

Примітка. Вищу теплоту згоряння виражають в мегаджоулях на кілограм.

Note: The gross heat of combustion is expressed in megajoules per kilogram.

3.11 нижча теплота згоряння Q_{PCI}

3.11 net heat of combustion Q_{PCI}

Теплота згоряння, отримана в специфічних умовах при повному згорянні речовини і знаходженні утвореної води в пароподібному стані

heat of combustion of a substance when the combustion is complete and any produced water is in the vapour state under specified conditions

Примітка 1. Нижчу теплоту згоряння розраховують за вищою теплою згоряння.

Примітка 2. Нижчу теплоту згоряння виражають в мегаджоулях на кілограм.

3.12 прихована теплота пароутворення води q

Теплота, необхідна для переходу води від рідкого стану до газоподібного

Примітка. Приховану теплоту пароутворення виражають в мегаджоулях на кілограм.

3.13 поверхнева густина

Маса на одиниці площі

Примітка. Поверхневу густину виражають в кілограмах на квадратний метр.

4 СУТЬ МЕТОДУ

Під час випробування аналітичну пробу певної маси спалюють за стандартизованих умов у постійному об'ємі, в атмосфері кисню, у бомбовому калориметрі, відкаліброваному в умовах спалювання бензойної кислоти, перевіреної на відповідність. Теплоту згоряння, яку визначають за цих умов, обчислюють за даними підвищення температури, що спостерігається, з урахуванням теплових втрат і прихованої теплоти пароутворення води.

За цим методом випробування визначають абсолютне значення теплоти згоряння виробу і не беруть до уваги природну непостійність його властивостей.

5 ВИПРОБУВАЛЬНЕ УСТАТКОВАННЯ

Note 1: The net heat of combustion may be calculated from the gross heat of combustion.

Note 2: The net heat of combustion is expressed in megajoules per kilogram.

3.12 latent heat of vaporization of water q
heat which is required to change water from a liquid to a gas

Note: The latent heat of vaporization is expressed in megajoules per kilogram.

3.13 surface density

mass per unit area

Note: The surface density is expressed in kilograms per square metre.

4 PRINCIPLE

In this test, a test specimen of specified mass is burned under standardized conditions, at constant volume, in an atmosphere of oxygen, in a bomb calorimeter calibrated by combustion of certified benzoic acid. The heat of combustion determined under these conditions is calculated on the basis of the observed temperature rise, taking account of heat loss and the latent heat of vaporization of water.

This is a test method for determining an absolute value of the heat of combustion for a product and it does not take into account any inherent variability of the product.

5 TEST APPARATUS

5.1 Загальні положення

Випробувальне устаткування (бомбовий калориметр) подано на рисунку 1 і докладно описане в 5.2 - 5.5. Додаткове устаткування - згідно з 5.6-5.11.

5.2 Калориметрична бомба

Конструкція калориметричної бомби має бути такою:

- а) об'єм (300 ± 50) мл;
- б) маса не більше ніж 3,25 кг;
- в) товщина оболонки не менше ніж $1/10$ внутрішнього діаметра бомби.

На її кришці мають утримуватися тигель та електричний запалювальний пристрій. Кришка разом з ущільненням має витримувати внутрішній тиск 21 МПа.

Примітка. Ці умови є визначальними для калориметричної бомби, здатної витримувати з достатнім коефіцієнтом безпеки максимальний тиск, який створюється під час згоряння 1 г вугілля за початкового тиску кисню не більше ніж 3 МПа (за манометричним методом), що дозволяє не збільшувати масу бомби.

Внутрішня поверхня бомби має бути стійкою до впливу продуктів згоряння, у тому числі до точкової та міжкристалічної корозії у разі застосування "палива" з великим вмістом сірки.

5.1 General

The test apparatus (bomb calorimeter) shall be as illustrated in Figure 1, and as detailed in 5.2 to 5.5. Additional equipment shall be in accordance with 5.6 to 5.11.

5.2 Calorimetric bomb,

constructed with the following characteristics The calorimetric bomb shall be constructed as follows:

- a) volume: (300 ± 50) ml;
- b) mass not greater than 3,25 kg;
- c) casing thickness at least $1/10$ of the inner diameter of the body.

The lid is intended to receive the crucible and the electric firing device. The lid, including any seals, shall be capable of withstanding an internal pressure of 21 MPa.

Note: These conditions define a bomb in which 1 g of coal under an initial oxygen pressure no greater than 3 MPa (pressure gauge method) is able to withstand, with a sufficient coefficient of safety, the maximum amount of pressure created under combustion, without a need for a calorimetric bomb of overlarge mass.

The inner surface of the bomb shall be resistant to attack by products of combustion and, even when "fuels" rich in sulfur are used, it shall resist pitting and intercrystalline corrosion by acids produced during combustion.

1 - мішалка; 2 - кришка термостата; 3 - електропроводка запалювання; 4 - засіб вимірювання температури; 5 - калориметрична посудина; 6 - термостат; 7 - калориметрична бомба; 8 - тигель; 9 - електроди; 10 - запалювальний провід; 11 - тигельний тримач.

1 - stirrer; 2 - jacket lid; 3 - ignition leads; 4 - temperature measuring device; 5 - calorimetric vessel; 6 - jacket; 7 - calorimetric bomb; 8 - crucible; 9 - electrodes; 10 - firing wire; 11 - crucible holder

Рисунок 1 - Випробувальний прилад

Figure 1 - Test apparatus

5.3 Калориметр

5.3.1 Термостат - теплоізоляційний двостінний контейнер разом з ізоляційною кришкою. Термостат заповнений водою. Розміри термостата мають бути такими, щоб проміжок між ним і калориметричною посудиною становив не менше ніж 10 мм. Калориметрична посудина має розміщуватися переважно на трьох опорах з непровідного матеріалу і мати з ними мінімальну поверхню дотику.

В адіабатичній калориметричній системі нагрівач і термометрична система мають бути вбудовані в калориметричну посудину так, щоб була можливість підтримувати температуру води в термостаті на одному рівні з температурою води в калориметричній посудині.

В ізопериболічній калориметричній системі температура води в термостаті має залишатися постійною. Для калориметричної системи мають вноситися поправки (див. 9.2).

5.3.2 Калориметрична посудина - відполірований металевий контейнер, призначений для розміщення в ньому бомби. Його розміри мають бути достатніми для повного занурення бомби у воду (див. 8.3.7).

5.3.3 Мішалка має приводитися в дію двигуном, який обертається з постійною швидкістю. Для запобігання передаванню тепла від мішалки до калориметра і навпаки приводний вал мішалки має оснащуватися теплоізоляційною секцією в ущільненні між термостатом і його кришкою.

5.3 Calorimeter

5.3.1 Jacket, consisting of a doublewalled container, which is thermally insulated together with an insulated lid. The jacket is filled with water. The dimensions of the jacket shall be such that there is at least 10 mm space around the calorimetric vessel. The calorimetric vessel shall be supported on an as small as possible area of non-conducting material, preferably a 3-point support.

For an adiabatic calorimeter system, a heater and thermometer system shall be incorporated into the vessel such that the water temperature in the jacket is maintained at the same temperature as the water in the calorimetric vessel.

For an isothermal calorimeter system, the temperature of the water in the jacket shall be kept constant. For an isothermal calorimeter, the necessary corrections shall be made (see 9.2).

5.3.2 Calorimetric vessel, consisting of a polished metal container designed to accommodate the bomb. The dimensions shall be such that the bomb can be immersed in water (see 8.3.7).

5.3.3 Stirrer, driven by a constant-speed motor. To prevent the transfer of heat to and from the calorimeter, the driving shaft of the stirrer shall have a thermally insulated section in a gasket between the jacket lid and the jacket. A magnetic stirring device with a similar performance is an acceptable alternative.

Прийнятною альтернативою цьому пристрою є магнітна мішалка з подібними характеристиками.

5.4 Засіб вимірювання температури

Засіб вимірювання температури має бути здатним визначати температуру з точністю до 0,005 K.

У разі застосування ртутного термометра його ціна поділки має становити 0,01 K, а для зчитування показань з точністю 0,005 K має застосовуватися спеціальний пристрій, наприклад, лінза. Термометр також потрібно слабко струшувати із застосуванням механічного вібратора для запобігання застоюванню ртуті в стовпчику.

5.5 Тигель

Тигель має бути виготовлений з таких металів як платина, нікель, неіржавіюча сталь або з кварцу та мати плоске дно, діаметром 25 мм (максимальним розміром, якщо він має зрізану форму) і висотою від 14 мм до 19 мм.

Примітка 1. Рекомендована товщина стінок:

- з металу - 1 мм;

- з кварцу - 1,5 мм.

Примітка 2. Для декількох форм тиглю підтверджена відповідність.

5.6 Засіб вимірювання часу

Засіб вимірювання часу має бути здатним реєструвати час у секундах з похибкою 1 с/год.

5.7 Джерело електроживлення

Джерело електроживлення повинне підтримувати в колі запалювання напругу не більше ніж 20 В, достатню для ініціювання запалювання. У цьому колі має бути амперметр, за допомогою якого виявляють розрив запалювального проводу. Застосування вимикача в колі живлення є корисним доповненням.

5.8 Манометр і голчастий клапан

5.4 Temperature measuring device,

capable of giving a resolution of 0,005 K.

When using a mercury thermometer, this shall have at least 0,01 K graduations with a device, e.g. a lens, for taking readings to within 0,005 K. A mechanical vibrator shall also be used to gently tap the thermometer to ensure that the mercury column does not stick.

5.5 Crucible,

made of metal, such as platinum, nickel, stainless steel or silica, with a flat base, 25 mm in diameter (maximum dimension if it is truncated) and 14 mm to 19 mm high.

Note 1: The following wall thickness is recommended:

- metal: 1,0 mm;

- silica: 1,5 mm.

Note 2: Several shapes of crucible have proved satisfactory.

5.6 Timing device,

capable of recording the time elapsed to the nearest second and accurate to within 1 s in 1 h.

5.7 Electric power source,

with the voltage to the firing circuit not exceeding 20 V for the firing. An ammeter shall be added to the circuit to indicate the breaking of the firing wire. A circuit breaker is a useful addition to the supply circuit.

5.8 Pressure gauge and needle-valve,

Манометр і голчастий клапан мають бути встановлені в лінії живлення киснем, щоб контролювати тиск у бомбі під час її заповнення. Цей тиск має визначатися з точністю до 0,1 МПа.

5.9 Терези

Потрібно двоє терезів з такими характеристиками:

- одні - аналітичні з точністю вимірювання до 0,1 мг;
- другі - з точністю вимірювання до 0,1 г.

5.10 Пристрій для виготовлення "цигарки"

Пристрій для виготовлення "цигарки" подано на рисунку 2.

Процедуру виготовлення "цигарки" із застосуванням форми і металевого осердя (не з алюмінію) показано на рисунку 2.

5.11 Пристрій для виготовлення паливного брикету

За відсутності готових паливних брикетів їх можна виготовити із застосуванням належного пристрою для виготовлення паливного брикету.

attached to the oxygen-supply circuit to show the pressure in the bomb while it is being filled; this pressure shall be indicated with a resolution of 0,1 MPa.

5.9 Two balances,

with the following characteristics:

- one is an analytical balance with an accuracy of 0,1 mg;
- the other is a balance with an accuracy of 0,1 g.

5.10 Device for making the "cigarette", as shown in Figure 2.

The procedure for making the "cigarette" is as shown in Figure 2 and comprises a mould and a metallic mandrel (not aluminium).

5.11 Device for making the pellet

If prefabricated pellets are not available, a suitable device for making the pellet shall be used.

a - надання осердям форми паперу

Shaping the paper over the mandrel

b - розміщення у формі паперу після видалення осердя, готового для заповнення

Paper in position in the mould after the mandrel has been removed, ready to be filled

c - готова цигарка
Cigarette completed

d - цигарка, розміщена в тиглі
Cigarette placed in the crucible

1 - осердя; 2 - форма; 3 - запалювальний провід; 4 - папір; 5 - електрод; 6 - цигарка; 7 - тигель.

1 - mandrel; 2 - mould; 3 - firing wire; 4 - paper; 5 - electrode; 6 - cigarette; 7 - crucible

Примітка 1. Належним папером, який дозволяє склеювати його в місцях накладання, є проклеєний цигарковий папір промислового виробництва.

Note 1: The paper is kept in place by gluing an overlap of the paper using the pregglued cigarette-making paper.

Примітка 2. Дві крайки паперу накладають одна на одну.

Note 2: The two ends of the paper are twisted.

Примітка 3. "Цигарку", розміщують у тиглі, а запалювальний провід щільно навивають навколо електродів.

Note 3: The "cigarette" is put in the crucible and the firing wire is wrapped tightly around the line of the electrodes.

Рисунок 2 - Спосіб готування "цигарки"

Figure 2 - Method for preparing the "cigarette"

6 РЕАГЕНТИ ТА МАТЕРІАЛИ

6 REAGENTS AND MATERIALS

6.1 Дистильована або деморалізована вода.

6.1 Distilled or demineralized water.

6.2 Кисень під тиском, очищений від інших горючих продуктів (чистотою $\geq 99,5\%$).

6.2 Pressurized oxygen, free from any other combustible product (purity $\geq 99,5\%$).

ЗАСТОРОГА! Кисень, добутий шляхом електролізу, може містити невеликий відсоток водню, що робить його непридатним для даного використання.

WARNING - Oxygen prepared by electrolysis can contain a small percentage of hydrogen, which makes it unsuitable for this use.

6.3 Порошок або брикет бензойної кислоти, "стандартний зразок для калориметрії", для якої визначена гарантована вища теплота згоряння.

6.3 Powder or pellet of benzoic acid, "reference standard for calorimetry", whose gross heat of combustion is guaranteed.

6.4 Речовина, яка сприяє горінню, з відомою теплою згоряння, наприклад, гас.

6.5 Цигарковий папір, попередньо склеєний, з мінімальними розмірами 55 мм × 50 мм та відомою теплою згоряння.

Примітка. Цигарковий папір промислового виробництва розміром 55 мм × 100 мм є придатним, якщо його розрізати на дві рівні частини.

6.6 Запалювальний провід, виготовлений з чистого заліза, діаметром 0,1 мм, наприклад, струнний дріт. Провід з іншого металу (наприклад, платини, нікелю або хрому) також може бути використаний, якщо відбувається його розрив під власною напругою при включеному вимикачі в колі запалювання, та відоме точне значення його теплої згоряння. Якщо застосовують металевий тигель (див. 5.5), між ним і запалювальним проводом не повинно бути контакту. Для запобігання цьому металевий провід бажано обгортати бавовняною ниткою.

6.7 Нитка має бути виготовлена з бавовни (див. 6.6).

6.4 Combustion aid, with a known heat of combustion, e.g. paraffin oil.

6.5 Cigarettemaking paper, which is preglued and of minimum dimensions 55 mm × 50 mm with a known heat of combustion.

Note: A commercially available cigarettemaking paper of 55 mm × 100 mm has been found suitable when cut into two equal pieces.

6.6 Firing wire made of pure iron, 0,1 mm in diameter, e.g. piano wire. Other types of metal wire (e.g. platinum, nickel or chromium) may be used, provided that they break under their own tension when the switch is closed on the firing circuit and the exact heat of combustion for the wire is known. When using a metal crucible (5.5), there shall be no contact between the firing wire and the crucible. It is therefore advisable to wrap the metal wire with a cotton thread.

6.7 Thread, made of white cellulosic cotton (see 6.6).

7 АНАЛІТИЧНІ ПРОБИ

7 TEST SPECIMENS

7.1 Загальні положення

7.1 General

Щоб оцінити виріб, має бути випробуваний кожний з його компонентів з урахуванням правил оцінки вкладу неосновних компонентів. Якщо неоднорідний виріб не може бути розділений, його компоненти надають окремо. Якщо можливе відділення одного компонента від іншого, то під час випробування на ньому не повинно бути залишків іншого компонента.

In order to assess a product, each of its components shall be evaluated, taking into account the rules for non-substantial components. If a non-homogeneous product cannot be delaminated, its components shall be provided separately. A product can be delaminated when it is possible to separate one component from another without any part of the other component adhering to the component to be evaluated.

Якщо два або більше шарів з неосновних компонентів межують один з одним і в сукупності підпадають під визначення для основного компонента, то кожний з цих шарів має

If two or more non-substantial layers are adjacent to each other, and when added together they comply with the definition for a substantial component, then each

випробовуватися окремо, а під час оцінювання їх треба розглядати як єдиний основний компонент. Значення загальної теплоти згоряння суміжних шарів, які вважають основним компонентом, обчислюють шляхом складання добутків масового співвідношення і теплоти згоряння кожного компонента (додаток D).

Якщо два або більше шарів з неосновних компонентів межують один з одним і в сукупності підпадають під визначення для неосновного компонента, то кожний з цих шарів має випробовуватися окремо, а під час оцінювання їх треба розглядати як єдиний неосновний компонент (додаток D).

ЗАСТОРОГА! Забороняється випробування компонентів виробу з алюмінію чи інших металів через можливість отримання оператором серйозних травм внаслідок вибуху бомбового калориметра через надмірне нагрівання та/або надмірний тиск.

7.2 Відбір зразків

7.2.1 Загальні положення

Зразок має складатися мінімум з п'яти часток, випадково відібраних вздовж товщини представницької маси однорідного виробу або компонента неоднорідного виробу. Мінімальна маса зразка має складати 50 г для однорідного виробу і основного компонента неоднорідного виробу. Для неосновного компонента неоднорідного виробу мінімальна маса зразка має складати 10 г.

7.2.2 Сипкий матеріал

Зразок має випадково відбиратися з продукту мінімальною масою 50 г.

7.2.3 Рідкий тверднучий матеріал

Зразок із мінімальною масою 10 г має бути підготовлений із висушеного матеріалу. Матеріал має пройти тверднення або сушіння згідно з інструкціями виробника. Під час

individual layer shall be tested separately and they shall be assessed together as substantial. The total calorific value of the adjacent layers, which are considered substantial, shall be calculated by adding together the relative percentage of the measured calorific value for each component (see Annex D).

If two or more non-substantial layers are adjacent to each other, and when added together they comply with the definition for a non-substantial component, then each individual layer shall be tested separately and they shall be assessed together as non-substantial (see Annex D).

WARNING - Any aluminium or other metallic component of a product shall not be tested in the bomb calorimeter, with the risk of serious injury to the operator due to overheating and/or overpressure causing the bomb calorimeter to explode.

7.2 Sampling

7.2.1 General

From a representative amount of a homogeneous product, or a component of a non-homogeneous product, compose a sample from at least five randomly selected parts taken from across the thickness. A minimum mass of 50 g shall be taken from a homogeneous product and a substantial component of a non-homogeneous product. A minimum mass of 10 g shall be taken for a non-substantial component of a non-homogeneous product.

7.2.2 Loose-fili material

A sample shall be taken at random from the product of a minimum mass of 50 g.

7.2.3 Liquidapplied products

A sample of a minimum mass of 10 g of dried material shall be prepared.

сушіння рідких тверднучих компонентів треба бути обережним у зв'язку з можливою наявністю розчинників. Процедура тверднення має бути описана в протоколі випробування.

The material shall be cured or dried in accordance with the manufacturer's instructions. Care should be taken when drying liquidapplied components due to the potential presence of solvents. The method of curing shall be described in the test report.

7.3 Визначення поверхневої густини

7.3 Determination of surface density

Поверхневу густину кожного компонента виробу, якщо це необхідно, треба визначати з точністю до $\pm 0,5\%$ на мінімальній площі 250 мм $\times$ 250 мм.

Where required, the surface density of each component of a product shall be determined to an accuracy of $\pm 0,5\%$ from a minimum area of 250 mm $\times$ 250 mm.

Маса рідких тверднучих матеріалів має визначатися після висихання.

For liquid-applied products, the dried mass shall be determined.

7.4 Подрібнення

7.4 Grinding

Зразки, зазначені в 7.2, мають бути повільно подрібнені для отримання кінцевого випробувального зразка. Подрібнення має виконуватися так, щоб не викликати його термічного розкладання. Зразок подрібнюють способом перехресного ділення з доведенням до порошкоподібного стану.

The samples defined in 7.2 shall be reduced gradually to provide the final test sample. Grinding shall be carried out in such a way that no thermal decomposition takes place. Grind the sample and reduce it with a method of cross-reduction, grinding to a finer powder as reduction proceeds.

Якщо цього стану не вдається досягнути, зразок ділять будь-яким придатним способом на дрібні гранули або частки, які вважають аналітичними пробами, доведеними до порошкоподібного стану.

If the sample cannot be ground, reduce it by any appropriate method into small granules or pieces and treat the specimens obtained as a powder.

У випадку з однорідним матеріалом, який після подрібнення явно розділений на компоненти різної густини так, що проба масою 0,5 г, взята з порошкоподібної маси, не є представницькою для виготовленого виробу в частині масового співвідношення наявних компонентів, зразок ділять будь-яким придатним способом, наприклад, розпилюванням на тонкі диски або розрізанням його ножом на дрібні частки. Якщо підготувати зразок не вдається, окремим випробуванням піддають компоненти, з яких виготовляється виріб. Для оцінювання Q_{PCS} виробу використовують масове співвідношення та значення Q_{PCS} для кожного компонента кінцевого виробу.

In the case of homogeneous material which, when ground, clearly separates into components of different density, so that a 0,5 g sample of the product, when taken from the ground powder, is not representative of the original product with respect to the proportion of the materials present, reduce the sample by any appropriate method, e.g. by sawing the sample into thin discs or by cutting it with a knife into small pieces. If this preparation is not possible, testing shall be conducted on the individual ingredients used in the manufacture of that product. The individual Q_{PCS} values for these ingredients shall be used together with the proportion by mass of the ingredients in the final product to calculate the overall Q_{PCS} value for the product.

7.5 Тип проби

Після подрібнення (див. 7.4) і отримання порошкоподібної маси аналітична проба має готуватися тигельним способом (див. 7.9). Якщо під час подрібнення не отримують порошкоподібної маси та/або під час горіння не досягається повне згоряння цієї маси, випробування проводять "цигарковим" способом (див. 7.10) або тигельним способом із застосуванням речовини, яка сприяє горінню, наприклад, гасу.

7.6 Кондиціювання

Перед випробуванням аналітичної проби в порошкоподібному стані бензойна кислота та цигарковий папір мають піддаватися кондиціюванню згідно з EN 13238 або ISO 554.

7.7 Кількість аналітичних проб

Три аналітичні проби мають піддаватися випробуванню згідно з процедурою 8.3. Якщо результати випробування не задовольняють вимогам щодо достовірності (розділ 11), випробуванням піддають дві додаткові проби. Більше трьох проб має піддаватися випробуванню, якщо це вимагається будь-якою класифікаційною системою.

7.8 Визначення маси

З точністю до 0,1 мг зважують:

- a) матеріал масою 0,5 г;
- b) бензойну кислоту масою 0,5 г;
- c) речовину, яка сприяє горінню;
- d) запалювальний провід, бавовняну нитку та цигарковий папір, якщо в цьому є необхідність.

Примітка 1. Для матеріалів з високою теплотою згоряння можливе зменшення кількості речовини, яка сприяє горінню, та (або) бензойної кислоти або не використання їх.

Примітка 2. Для матеріалів з низькою теплотою згоряння може бути потрібним збільшення теплоти згоряння проби для досягання її повного згоряння шляхом зміни масового співвідношення між

7.5 Type of specimen

If a fine powder can be obtained by grinding (see 7.4), the test specimen shall be prepared using the crucible method (see 7.9). If a fine powder cannot be obtained by grinding and/or a complete combustion cannot be obtained when using the crucible method, the test shall be conducted by using either the "cigarette" method (see 7.10) or the crucible method utilizing a combustion aid, e.g. paraffin oil.

7.6 Conditioning

The powdered specimen, the benzoic acid and the cigarette-making paper shall be conditioned before testing in accordance with EN 13238 or ISO 554.

7.7 Number of test specimens

Three test specimens shall be tested following the procedure in 8.3. Two additional test specimens shall be tested if the requirements for validity of test results are not met (see Clause 11). More than three specimens may be tested as required for any classification system.

7.8 Determination of mass

Weigh, to the nearest 0,1 mg, the following elements:

- a) 0,5 g of material;
- b) 0,5 g of benzoic acid;
- c) combustion aid;
- d) firing wire, cotton thread and cigarettemaking paper, if necessary.

Note 1: For some products with a high heat of combustion, the combustion aid and/or benzoic acid can be reduced or excluded.

Note 2: For some materials with a low heat of combustion, it can be necessary to increase the gross heat of combustion of the specimen in order to obtain complete combustion by changing the mass ratio between the material and the benzoic acid from 1:1 to 1:2, or by adding a

матеріалом і бензойною кислотою з 1:1 до 1:2 або додавання речовини, що сприяє горінню, наприклад, гасу, та (або) бензойної кислоти з можливим зменшенням її кількості або не використанням.

combustion aid, e.g. paraffin oil, and/or the benzoic acid can be reduced or excluded.

7.9 Тигельний спосіб

7.9 Crucible method

Згідно з цим способом треба дотримуватися такої послідовності дій (рисунок 3):

The procedure shall be carried out as follows (see Figure 3).

а) після зважування суміш проби і бензойної кислоти помістити всередину тигля;

a) Insert the previously weighed mixture of specimen and benzoic acid into the crucible.

б) після зважування запалювальний провід приєднати до двох електродів;

b) Connect the previously weighed firing wire to the two electrodes.

в) розмістити петлю запалювального проводу в тиглі так, щоб її кінець торкався поверхні суміші.

c) Loop down the firing wire to touch the powder in the crucible.

Примітка. Деякі автоматизовані прилади, постачаються з жорстким запалювальним проводом. Для таких приладів застосовують петлю з бавовняної нитки, яку після зважування розміщують у тиглі так, щоб її кінець торкався поверхні суміші.

Note: Some automatic apparatus is supplied with a fixed firing wire. For these items of apparatus, loop down a previously weighed cotton thread to touch the powder in the crucible.

1 - запалювальний провід; 2 - електроди; 3 - суміш бензойної кислоти та виробу; 4 - тигель; 5 - тигельний тримач.

1 - firing wire; 2 - electrodes; 3 - mixture of benzoic acid and product; 4 - crucible; 5 - crucible holder

Рисунок 3 - Аналітична проба, підготовлена із застосуванням тигельного способу

Figure 3 - Test specimen preparation using crucible method

7.10 "Цигарковий" спосіб

7.10 "Cigarette" method

Згідно з цим способом треба дотримуватися такої послідовності дій (рисунок 2):

The procedure shall be carried out as follows (see Figure 2).

a) після зважування запалювальний провід увести всередину осердя;

b) після зважування осердя обгорнути цигарковим папером та склеїти між собою його дві накладені крайки. Після склеювання додаткове проклеювання цигаркового паперу не повинно виконуватися. З кожного боку має залишатися частина паперу, достатня для скручування її навколо запалювального проводу;

c) скрутити папір навколо запалювального проводу з боку нижньої частини осердя та увести його в форму. При цьому запалювальний провід має проходити крізь дно форми;

Примітка. Між осердям і формою має бути проміжок 0,5 мм для забезпечення зручного розміщення вказаного складання.

d) видалити осердя;

e) розмістити попередньо зважену суміш проби і бензойної кислоти всередину цигаркового паперу;

f) видалити заповнену "цигарку" з форми та запакувати її шляхом скручування кінців паперу;

g) зважити "цигарку" та перевірити, щоб її маса не перевищувала більше ніж на 10 мг загальної маси складових суміші;

h) розмістити "цигарку" в тиглі;

i) приєднати попередньо зважений запалювальний провід до двох електродів.

a) Place a previously weighed firing wire down the centre of the mandrel.

b) Wrap the previously weighed cigarette-making paper around the mandrel and glue the two overlapping edges together. No additional glue shall be used since the cigarette-making paper is pregglued. Sufficient paper shall be left free at each end to allow this to be twisted around the firing wire.

c) Twist the paper around the firing wire at the lower end of the mandrel and insert the whole assembly into the mould. The firing wire shall project through the bottom of the mould.

Note: A clearance of 0,5 mm between the mandrel and the mould allows for easy positioning of the assembly.

d) Remove the mandrel.

e) Insert the previously weighed mixture of specimen and benzoic acid into the cigarette-making paper.

f) Remove the filled "cigarette" from the mould and twist together the ends of the paper to seal the "cigarette".

g) Weigh the "cigarette" to ensure that the total mass does not vary from the masses of the constituents by more than 10 mg.

h) Put the "cigarette" into the crucible.

i) Connect the firing wire to the two electrodes.

8 ПРОЦЕДУРА ВИПРОБУВАННЯ

8 TEST PROCEDURE

8.1 Загальні положення

8.1 General

Випробування рекомендувано проводити у приміщенні за постійної температури в межах ± 2 К.

Калібрування приладу та подальше його перевіряння має проводитися за подібних умов, а саме температури і тиску. Для приладів з ручним керуванням різниця між температурами в приміщенні та калориметричній посудині з водою не повинна відрізнятись більше ніж на ± 2 К.

8.2 Процедура калібрування

8.2.1 Визначення енергетичного еквівалента

Енергетичний еквівалент E , виражений в мегаджоулях на кельвін, для калориметра, бомби та їх приладдя має визначатися за даними мінімум п'яти експериментів з визначення вищої теплоти згоряння паливних брикетів масою від 0,4 г до 1,0 г, виготовлених з бензойної кислоти, перевіреної на відповідність.

Згідно з процедурою калібрування треба дотримуватися такої послідовності дій:

а) після зважування бензойну кислоту в порошкоподібному стані спресувати із застосуванням установки для виготовлення брикетів або використати фабрично виготовлені брикети з цієї кислоти. Фабрично виготовлені брикети з бензойної кислоти можуть використовуватися замість бензойної кислоти в порошкоподібному стані, якщо для них підтверджена відповідність. Під час обчислення теплоти згоряння має застосовуватися лише підтверджене значення енергетичного еквівалента;

б) зважити брикет з точністю до 0,1 мг;

в) покласти брикет у тигель;

It is recommended that the test be conducted in a room where the temperature remains stable, within ± 2 K.

Calibration of the apparatus and subsequent testing should be conducted under similar conditions of temperature and pressure. For manual apparatus, the difference between the room temperature and the vessel water temperature shall not vary by more than ± 2 K.

8.2 Calibration procedure

8.2.1 Determination of the water equivalent

The water equivalent E , expressed in megajoules per kelvin, of the calorimeter, the bomb and their accessories shall be determined by making at least five determinations of the gross heat of combustion of pellets of 0,4 g to 1,0 g of certified benzoic acid.

The calibration procedure shall be carried out as follows

a) Compress the previously weighed powder of benzoic acid, using a pellet-making machine, to make a pellet or take a prefabricated pellet. Prefabricated certified pellets of benzoic acid may be used as an alternative to benzoic acid powder. The certified value provided shall be used in any calculation of the gross heat of combustion.

b) Weigh the pellet to the nearest 0,1 mg.

c) Put the pellet into the crucible.

d) Connect the firing wire to the two electrodes.

e) Loop down the previously weighed firing wire to touch the pellet.

The test shall be carried out as specified in 8.3. The water equivalent E , expressed in megajoules per kelvin, shall be the average of the five determinations. Each individual result shall not deviate by more than 0,5 % from the water equivalent E .

д) приєднати запалювальний провід до двох електродів;

е) розмістити петлю запалювального проводу так, щоб її кінець торкався поверхні брикету. Провести випробування згідно з 8.3. За енергетичний еквівалент E , виражений у мегаджоулях на кельвін, обирають середнє значення, визначене за даними п'яти експериментів. Кожний окремий результат не повинен відрізнятися більш ніж як 0,5 % від енергетичного еквівалента E .

8.2.2 Умови періодичного калібрування

Процедуру згідно з 8.2.1 треба виконувати постійно з періодичністю через кожних 2 місяці експлуатації приладу або після заміни важливої складової частини системи.

8.3 Стандартна процедура випробування

ЗАСТОРОГА! У калориметричній бомбі забороняється випробовувати компоненти з алюмінію або інших металів через можливість отримання оператором серйозних травм внаслідок вибуху бомбового калориметра через надмірне нагрівання та/або надмірний тиск.

Включити прилад не менше ніж за 1 год до початку випробування.

8.3.1 Розмістити пробу в тиглі.

8.3.2 Розмістити тигель на тримачі.

8.3.3 Закріпити запалювальний провід так, щоб кінець його петлі торкався проби.

8.3.4 Перевірити наявність надійного електричного контакту між двома електродами та запалювальним проводом.

8.3.5 Розмістити тримач всередині калориметричної бомби.

Для поглинання кислих газів, що утворюються, всередину калориметричної бомби допускається налити 1 мл дейонізованої води.

8.3.6 Установити і щільно закріпити кришку на бомбу. Приєднати до бомби балон із киснем і, відкривши його

8.2.2 Conditions for recalibration

The procedure given in 8.2.1 shall be carried out at regular intervals, not greater than two months with continuous use of the apparatus, or when any significant part of the system is changed

8.3 Standard test procedure

WARNING - Aluminium or other metallic components of a product shall not be tested in the bomb calorimeter at the risk of serious injury to the operator due to overheating and/or overpressure causing the bomb calorimeter to explode.

Switch on the apparatus at least 1 h before testing.

8.3.1 Place the specimen in the crucible.

8.3.2 Place the crucible in the holder.

8.3.3 Attach the firing wire and loop it to touch the specimen.

8.3.4 Check that a good electrical contact is ensured between the two electrodes and the firing wire.

8.3.5 Place the holder in the body of the calorimetric bomb.

1 ml of deionized water may be introduced into the body of the calorimetric bomb to absorb any acid gases produced.

8.3.6 Adjust the lid and tighten onto the body of the bomb. Connect the bomb to the bottle of oxygen, then carefully open

вентиль, заповнити бомбу киснем без видалення з неї повітря та проконтролювати, щоб тиск був на рівні від 3,0 МПа до 3,5 МПа (якщо цього не забезпечують автоматично).

8.3.7 Розмістити бомбу в калориметричній посудині.

8.3.8 Налити в калориметричну посудину дистильовану або демінералізовану воду в кількості, достатній для покривання поверхні кришки бомби, та зважити. Кількість води в посудині, зваженій з точністю до 1 г, має бути такою, як під час виконання процедури калібрування (див. 8.2.1) (якщо цього не забезпечують автоматично).

8.3.9 Перевірити бомбу на герметичність (на відсутність утворення бульбашок).

8.3.10 Розмістити калориметричну посудину в термостаті, заповненому водою.

8.3.11 Далі виконати наступне:

а) установити засоби вимірювання температури, запустити мішалку і засіб вимірювання часу (якщо цього не забезпечують автоматично);

б) довести воду в калориметричній посудині до температури, яка приблизно дорівнює температурі термостата. Температуру води в калориметричній посудині треба реєструвати з кроком 1 хв, поки її показання на інтервалі мінімум 10 хв не будуть відрізнятися більше ніж на $\pm 0,01$ К (якщо цього не забезпечують автоматично). Прийняти цю температуру за початкову T_i ;

Примітка 1. Для деяких автоматизованих приладів виробник може заявити коротший інтервал часу ніж 10 хв. У такому випадку менший інтервал часу може прийматися, якщо цю відомість виробника перевірено і документально засвідчено лабораторією.

the bottle's tap and fill the bomb until a pressure of 3,0 MPa to 3,5 MPa is achieved (if not achieved automatically), without removing the air already there.

8.3.7 Place the bomb in the calorimeter vessel.

8.3.8 Introduce into the calorimeter vessel a quantity of distilled or demineralized water that is sufficient to cover the upper surface of the bomb cap and weigh. This quantity of water shall be the same, to the nearest 1 g, as that used in the calibration procedure (see 8.2.1) (if not achieved automatically).

8.3.9 Check that the bomb does not leak (no continuous stream of bubbles).

8.3.10 Place the calorimeter vessel in the water jacket.

8.3.11 Proceed as follows:

a) Set the temperature measuring device and start the stirrer and the timing device (if this is not achieved automatically).

b) Bring the water in the calorimeter vessel to a temperature that is approximately equal to that of the jacket. Note the temperature of the water in the calorimeter vessel at least every minute until successive readings are identical within $\pm 0,01$ K for at least 10 min (if this is not achieved automatically). Note this temperature as the initial temperature (T_i).

Note 1: With some automatic apparatus, the manufacturer of the apparatus states that a shorter time than 10 min is sufficient. If this is the case, this reduced time may be used on condition that the manufacturer's information is checked and documented by the laboratory.

c) Close the electric circuit to cause combustion.

c) замкнути електричне коло для ініціювання горіння;

d) для адіабатичного калориметра під час фази швидкого зростання температури води в калориметричній посудині температура води в термостаті має підтримуватися якомога ближчою до температури калориметричної посудини так, щоб різниця між ними була не більшою за $\pm 0,01$ K при наближенні до максимального значення. Температуру води в калориметричній посудині треба реєструвати з кроком 1 хв, поки її показання на інтервалі мінімум 10 хв не будуть відрізнятися більше ніж на $\pm 0,01$ K. Прийняти цю температуру за максимальну T_m ;

Примітка 2. Ці процеси можуть бути автоматизованими в обладнанні, яке реалізується в торговельній мережі.

e) дістати бомбу з калориметра, витримати її протягом 10 хв, після чого поступово знизити в ній тиск. Відкрити бомбу. Пересвідчитися в тому, що відбулося повне згоряння зразка, тобто відсутнє відкладення кіптяви на внутрішніх поверхнях бомби та залишки вуглецю на поверхнях тиглю. Вимити та висушити бомбу;

f) якщо повне згоряння не відбулося, треба обрати інший спосіб готування аналітичної проби. Для деяких матеріалів застосування процедури проб і помилок є необхідним для обрання найкращого способу готування зразка.

d) For an adiabatic calorimeter only: during the rapid temperature-rise phase of the water in the calorimetric vessel, the temperature of the water in the jacket shall be maintained as close as possible to that of the calorimetric vessel; the two temperatures shall be to within $\pm 0,01$ K as they get nearer to the maximum temperature. Note the temperature of the water in the calorimetric vessel at least every minute until successive readings are identical within $\pm 0,01$ K for at least 10 min. Note this temperature as the maximum temperature (T_m).

Note 2: These processes can be automated in designs of commercially available equipment.

e) Remove the bomb from the calorimeter, leave to stand for 10 min, then slowly reduce the pressure. Open the bomb. Verify that complete combustion has taken place, i.e. that there is neither a sooty deposit inside the bomb nor traces of residual carbon on the sides of the crucible. Rinse and dry the bomb.

f) If complete combustion has not occurred, a different method of test specimen preparation could be tried. With some materials, a procedure of trial and error is necessary to find the best method.

9 ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ

9.1 Поправки для приладу з ручним керуванням

9 EXPRESSION OF RESULTS

9.1 Corrections for manual apparatus

Correct all the temperatures observed in accordance with the calibration certificate

Внести поправки до всіх показань температури, що спостерігається, згідно зі свідоцтвом про повірку термометра з урахуванням його ступеня занурення.

9.2 Поправки для ізопериметричного калориметра (додаток С)

Внесення поправки до температури необхідно для врахування теплообміну із зовнішнім середовищем (примітки 1, 2 і 3).

Поправку c обчислюють за формулою:

$$c = - (t_2 - t_1) \times T'_2 - t_1 \times T'_1, \quad (1)$$

де

t_2 - проміжок часу, виражений цілим і дробовим числом, від початку основного періоду (рисунок 4) до моменту досягнення максимальної температури. Цей момент є середньоарифметичним значень часу, за яких припиняється зростання і починається зниження температури, хв;

t_1 - проміжок часу, виражений цілим і дробовим числом, від початку основного періоду за температури T_i (рисунок 4) до моменту, коли приріст температури складає $6/10$ від загального температурного діапазону ($T_m - T_i$) (див. 9.3), хв. Цей момент обчислюють інтерполяцією двох даних температури, найближчих один до одного;

T'_2 - середнє значення швидкості зміни температури на завершальному періоді, К/хв (рисунок 4);

T'_1 - середнє значення швидкості зміни температури на початковому періоді, К/хв (рисунок 4).

Примітка 1. c дорівнює нулю, якщо використовується адіабатичний термостат.

of the thermometer and taking account of the exposed part of the thermometer stem.

9.2 Corrections for isothermal calorimeter (see Annex C)

Correction of the temperature is necessitated by the exchange of heat with the exterior (see Notes 1, 2 and 3).

This correction factor, c , is given by Equation (1):

$$c = - (t - t_1) \times T_2 - t_1 \times T_1, \quad (1)$$

where

t is the time passed, in minutes and fractions of a minute, from the start of the main period (see Figure 4) until the time when the maximum temperature is reached. This moment is determined by finding the average of the times at which the temperature stops increasing and starts decreasing;

t_1 is the time passed, in minutes and fractions of a minute, from the start of the main period at temperature T_0 (see Figure 4) until the moment when the temperature increase is $6/10$ of the total temperature range ($T_m - T_i$) (see 9.3); this moment is calculated by interpolation between the two temperature readings nearest to each other;

T_2 is the average temperature drop, in kelvins per minute, of the final period (see Figure 4);

T_1 is the average rise in temperature, in kelvins per minute, of the preliminary period (see Figure 4).

Note 1: c is nil if an adiabatic jacket is used.

Note 2: c is nil if an automatic correction is made with an automatic apparatus.

Примітка 2. с дорівнює нулю, якщо автоматизованим приладом здійснюється автоматичне коректування.

Note 3: A graphical method for the calculation of c is given in Annex C.

Примітка 3. Графічний метод визначення поправки с наданий в додатку С.

T - температура; t - час; 1 - початковий період; 2 - основний період; 3 - завершальний період; 4 - займання; 5 - T (термостата) температура термостата; 6 - T_0 - час, за якого температура води в калориметричній посудині буде дорівнювати температурі термостата (рисунок 1), визначені згідно з 8.3.11 b)

T temperature; t time; 1 preliminary period; 2 main period; 3 final period; 4 ignition; 5 T (jacket): temperature of the jacket; 6 T_0 : time when the temperature of the water in the crucible vessel is equal to the temperature of the jacket (see Figure 1) as defined in 8.3.11 b)

Рисунок 4 - Крива залежності температури від часу

Figure 4 - Temperature/time curve

Національне пояснення

Замінити рисунок 4 на новий

1 - початковий період; 2 - основний період; 3 - завершальний період; 4 - займання; T_{∞} - температура, якої, можливо, досягне калориметр, якщо процес продовжуватиметься тривалий час; T_m - максимальна температура, яка досягається за часу t_m ; T_i - початкова температура основного періоду, яка досягається за часу t_i ; T_x - температура, яка відповідає часу t_x та дорівнює $0,6 (T_m - T_i)$ (тобто, обрана такою, що площа заштрихованої зони а приблизно дорівнює площі заштрихованої зони б);
 $t_1 = t_x - t_i$; $t_2 = t_m - t_i$; T_1, T_2 - складові температурної поправки для ізопериметричного калориметра.

Рисунок 4 - Крива залежності температури від часу

9.3 Обчислення вищої теплоти згоряння аналітичної проби

Вищу теплоту згоряння проби Q_{PCS} , яку виражають в мегаджоулях на кілограм, за постійного об'єму розраховують за формулою (2).

Для автоматизованих приладів вищу теплоту згоряння Q_{PCS} визначають безпосередньо як результат випробування.

де

Q_{PCS} - вища теплота згоряння, МДж/кг;

E - енергетичний еквівалент для калориметра, бомби, їх приладдя та води, наливої в бомбу, МДж/К (див. 8.2);

T_i - початкова температура, К;

T_m - максимальна температура, К;

b - поправка, необхідна для врахування теплоти згоряння "палива", тобто запалювального проводу, бавовняної нитки, цигаркового паперу та бензойної кислоти або речовини, що сприяє горінню, використаних під час випробування, МДж;

c - температурна поправка, необхідна для врахування теплообміну з навколишнім середовищем (див. 9.2), К. c дорівнює 0, якщо використовується адіабатичний термостат;

m - маса аналітичної проби, кг.

Якщо для бавовняної нитки, цигаркового паперу та/або речовини, що сприяє горінню, невідомі точні значення вищої теплоти згоряння, то їх

9.3 Calculation of the gross heat of combustion of the specimen

The calculation of the gross heat of combustion, Q_{PCS} , under constant volume, of the test specimen is given by Equation (2), expressed in megajoules per kilogram.

With automatic apparatus, the gross heat of combustion, Q_{PCS} , is directly obtained as the result of the test.

where

Q_{PCS} is the gross heat of combustion, in megajoules per kilogram;

E is the water equivalent of the calorimeter, the bomb, their accessories and of the water introduced into the bomb, expressed in megajoules per kelvins (see 8.2);

T_i is the initial temperature, in kelvins;

T_m is the maximum temperature, in kelvins;

b is the correction, expressed in megajoules, required for the combustion heat of the "fuels" used during the test, i.e. firing wire, cotton thread, cigarettemaking paper and benzoic acid or combustion aid;

c is the temperature correction factor, expressed in kelvins, required for the exchange of heat with the outside (see 9.2); this is nil if an adiabatic jacket is used;

m mass of the test specimen, in kilograms.

Unless a guaranteed value is given for the cotton thread, the cigarette-making

треба визначити. Аналітична проба має бути підготовлена згідно з 7.9 та випробувана згідно з 8.3.

Якщо для запалювального проводу точне значення вищої теплоти згоряння невідоме, то його треба обирати:

- a) для ніхрому = 1,403 МДж/кг;
- b) для нікелю = 3,245 МДж/кг;
- c) для платини = 0,419 МДж/кг;
- d) для чистого заліза = 7,490 МДж/кг.

9.4 Обчислення вищої теплоти згоряння виробу

9.4.1 Загальні положення

Металеві компоненти випробуванням не піддають. За наявності металевих компонентів значення їх вищої теплоти згоряння приймають за нуль.

Якщо розглядається шар, який містить перфорацію, то для визначення того, що цей шар належить до неосновного компонента, має обиратися уся (повна) його площа, в тому числі площа перфорації.

Для виробу і компонентів, для яких має місце ендотермічна реакція, значення Q_{PCS} є від'ємним.

Для виробу Q_{PCS} розраховують за такою процедурою.

По-перше, треба визначити Q_{PCS} кожного компонента неоднорідного виробу або Q_{PCS} однорідного виробу. Якщо будь-який із трьох результатів є від'ємним, то це має бути зазначено в протоколі випробування, а середнє значення розраховане із застосуванням фактичних значень. Наприклад, якщо отримано три таких результати:

paper and/or the combustion aid, their gross heats of combustion shall be measured. The test specimen shall be prepared as specified in 7.9 and the test shall be carried out as specified in 8.3.

Unless a guaranteed value is given for the firing wire, the gross heat of combustion to be considered shall be:

- a) nickelchrome = 1,403 MJ/kg
- b) nickel = 3,245 MJ/kg
- c) platinum = 0,419 MJ/kg
- d) pure iron = 7,490 MJ/kg

9.4 Calculation of the gross heat of combustion of the product

9.4.1 General

Metallic components shall not be tested. Where metallic components are present, their gross heat of combustion shall be deemed to be zero.

A layer which contains perforations may be considered as a non-substantial component, when the area under consideration, with respect to the definition stated above, is to be taken as the whole area (the overall area), including the area of the perforations.

For a product or a component showing an endothermic reaction, a negative Q_{PCS} value will be obtained.

When calculating the Q_{PCS} of a product, the following procedure is adopted.

Firstly, establish the Q_{PCS} of the individual components of a non-homogeneous product or of the Q_{PCS} of a homogeneous product. If any of the three results are negative, they shall be reported, and the mean value calculated from the actual values. For example, if the following three results are obtained,

-0,4,

+ 0,1,

то середнє значення дорівнює мінус 0,2. the mean value is - 0,2.

Для однорідного виробу таке значення реєструють як Q_{PCS} виробу. Для неоднорідного виробу розглядають середні значення Q_{PCS} кожного компонента. При визначенні для виробу сумарного значення Q_{PCS} будь-які від'ємні значення Q_{PCS} кожного компонента приймають за нуль. For a homogeneous product, this value is recorded as the Q_{PCS} of the product. For a non-homogeneous product, the mean Q_{PCS} values for each of the components are considered. Any negative Q_{PCS} values of individual components are set to zero for the purpose of calculating the total Q_{PCS} of the product.

Наприклад, якщо для чотирьох компонентів отримано такі середні значення: For example, if there are four components and the following mean values have been obtained:

-0,2,

15,6,

6,3,

-1,8,

то будь-які від'ємні значення приймають такими, що дорівнюють нулю, тобто: any negative values are now set to zero, i.e.

0,

15,6,

6,3,

0

і Q_{PCS} виробу розраховують за цими значеннями. and the Q_{PCS} of the product is then calculated from these values.

9.4.2 Однорідні вироби

9.4.2 Homogeneous product

9.4.2.1 Для кожного зразка (див. 7.2.1) виконують оцінку результатів випробування трьох аналітичних проб. Якщо кожне отримане значення задовольняє критеріям, які встановлено в розділі 11, то випробування вважається дійсним, і вища теплота згоряння є середньоарифметичним цих трьох значень. 9.4.2.1 For an individual sample (see 7.2.1), three test specimens are evaluated. If the spread of the individual values complies with the criteria given in Clause 11, the test is valid and the gross heat of combustion is the mean of these three individual values.

9.4.2.2 Якщо діапазон значень, визначених за результатами випробування трьох аналітичних проб, не задовольняє критеріям, які встановлено в розділі 11, то випробуванням піддають ще дві аналітичні проби, взяті з того самого 9.4.2.2 If the range of values determined on these three test specimens does not comply with the criteria given in Clause 11, then two further test specimens shall be taken from the same sample and evaluated. The maximum and minimum values of these five results are then

зразка. З п'яти отриманих значень вилучають максимальне і мінімальне, а три результати, що залишаються, оцінюють згідно з 9.4.2.1.

9.4.2.3 Якщо діапазон значень, отриманих згідно з 9.4.2.2, не задовольняє вимогам щодо достовірності, які встановлено в 9.4.2.1, то треба відібрати новий зразок і виконати повторно усі належні процедури.

9.4.2.4 Якщо дві додаткові аналітичні проби (після трьох початкових) необхідні для реалізації будь-якої класифікаційної процедури і дві додаткові аналітичні проби необхідні для реалізації процедури згідно з 9.4.2.2, то ті самі дві аналітичні проби використовують для цих цілей, тобто випробуванням піддають максимальну кількість проб, що дорівнює п'яти.

9.4.3 Неоднорідний виріб

Вищу теплоту згоряння неоднорідного виробу визначають так:

а) визначають вищу теплоту згоряння кожного компонента так само, як для однорідного виробу (див. 9.4.2). Вища теплота згоряння має виражатися в мегаджоулях на кілограм та мегаджоулях на метр квадратний із застосуванням даних щодо маси на одиницю площі кожного компонента;

б) обчислюють вищу теплоту згоряння неоднорідного виробу із застосуванням даних щодо теплоти згоряння (див. 9.4.2) і маси на одиниці площі кожного компонента.

Приклад визначення теплоти згоряння неоднорідного виробу надано в додатку D.

10 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

У протоколі випробування має міститися наведена нижче інформація,

discarded and the final three test results are evaluated as described in 9.4.2.1.

9.4.2.3 If the range of values obtained from 9.4.2.2 does not meet the requirements for the range of validity described in 9.4.2.1, then a new test sample shall be obtained and the whole procedure repeated.

9.4.2.4 If two further test specimens (after the initial three) are needed for the purpose of any classification procedure and two further test specimens are needed as described in 9.4.2.2, then the same two test specimens are used for both purposes, i.e. a maximum of five specimens are tested.

9.4.3 Non-homogeneous product

The gross heat of combustion of the non-homogeneous product shall be determined as follows.

a) Determine the gross heat of combustion of each individual component in the same way as for a homogeneous product (see 9.4.2). The gross heat of combustion shall be expressed in both MJ/kg and MJ/m² using the mass per unit area of each individual component.

b) Calculate the gross heat of combustion of the non-homogeneous product using the gross heat of combustion (see 9.4.2) and the mass per unit area of each individual component.

An example of the determination of the gross heat of combustion of a non-homogeneous product is given in Annex D.

10 TEST REPORT

The test report shall include at least the following information. A clear distinction

причому дані, надані замовником, мають бути чітко відокремлені від даних, отриманих під час випробування:

a) повідомлення про те, що випробування проводилося згідно з цим стандартом;

b) будь-які відхилення від процедури випробування;

c) назва та адреса випробувальної лабораторії;

d) порядковий номер протоколу та дата його затвердження;

e) назва та адреса замовника;

f) назва та адреса виробника / постачальника, якщо відомі;

g) дата отримання зразка;

h) ідентифікаційні характеристики виробу;

i) опис процедури відбору зразків, якщо це важливо;

j) узагальнений опис виробу, який випробовують, включаючи густину, масу на одиницю площі та товщину, разом з докладним описом його конструкції;

k) умови кондиціювання;

l) опис способу тверднення матеріалу, якщо це важливо;

m) дата випробування;

n) енергетичний еквівалент, виражений згідно з 8.2;

o) результати випробування, виражені згідно з розділом 9;

p) результати спостереження під час випробування;

q) повідомлення про те, що "Ці результати випробування стосуються

shall be made between the data provided by the sponsor and data determined by the test.

a) a statement that the test was carried out in accordance with this International Standard (ISO 1716:2010);

b) any deviations from the test method;

c) name and address of the testing laboratory;

d) date and identification number of the report;

e) name and address of the sponsor;

f) name and address of the manufacturer/supplier, if known;

g) date of sample arrival;

h) identification of the product;

i) description of the sampling procedure, where relevant;

j) a general description of the product tested, including density, mass per unit area and thickness, together with details of the construction of the product;

k) details of conditioning;

l) description of method to cure material, where

relevant;

m) date of test;

n) water equivalent, expressed in accordance with 8.2;

o) test results, expressed in accordance with Clause 9;

p) observations made during the test;

q) the statement: "The test results relate to the behaviour of the test specimens of a product under the particular conditions of the test; they are not intended to be the sole criterion for assessing the potential fire hazard of the product in use."

аналітичних проб виробу, випробуваних в особливих умовах, і не вважаються єдиним критерієм оцінювання потенційної пожежної небезпеки виробу в умовах його експлуатації."

11 ДОСТОВІРНІСТЬ РЕЗУЛЬТАТІВ
ВИПРОБУВАННЯ

11 VALIDITY OF TEST RESULTS

Результати випробування вважають достовірними, якщо вони задовольняють критеріям для визначених діапазонів значень, наведених у таблиці 1.

To be validated, test results shall comply with the criteria in the specified range of values given in Table 1.

Таблиця 1 - Критерії достовірності результатів випробування

Table 1 - Criteria for the validity of test results

Вища теплота згоряння Gross heat of combustion	Максимальне і мінімальне значення, отримані за результатами трьох випробувань Max. and min. of the three replicated tests	Діапазон достовірності Range of validity
Q_{PCS} , МДж/кг [MJ/kg]	$\leq 0,2$ МДж/кг в межах 5 % в межах 10 % $\leq 0,2$ MJ/kg Within 5 % Within 10%	Від 0 МДж/кг до 3,2 МДж/кг Від 3,2 МДж/кг до 20,0 МДж/кг Понад 20,0 МДж/кг From 0 MJ/kg to 3,2 MJ/kg From 3,2 MJ/kg to 20,0 MJ/kg Greater than 20,0 MJ/kg
Q_{PCS} , МДж/м ² [MJ/m ²] ^{a)}	$\leq 0,1$ МДж/м ² в межах 5 % в межах 10 % $\leq 0,1$ MJ/m ²	Від 0 МДж/м ² до 4,1 МДж/м ² Від 4,1 МДж/м ² до 20,0 МДж/м ² Понад 20,0 МДж/м ²

	Within 5 %	From 0 MJ/m ² to 4,1 MJ/m ²
	Within 10 %	From 4,1 MJ/m ² to 20 MJ/m ²
		Greater than 20 MJ/m ²
a) Тільки для неосновних компонентів. For non-substantial components only.		

ДОДАТОК А

(обов'язковий)

ANNEX A

(normative)

ОБЧИСЛЕННЯ НИЖЧОЇ ТЕПЛОТИ ЗГОРЯННЯ

CALCULATION OF NET HEAT OF COMBUSTION

Нижча теплота згоряння Q_{PCI} є різницею між вищою теплотою згоряння Q_{PCS} і прихованою теплотою пароутворення конденсованої води

The net heat of combustion, Q_{PCI} , is the difference between the gross heat of combustion, Q_{PCS} , and the latent heat of vaporization of the condensed water, q :

$$Q_{PCI} = Q_{PCS} - q.$$

Кількість води, конденсованої в бомбі, визначають за результатами спеціальних випробувань із застосуванням аналітичного обладнання для вимірювання вмісту водню. Пробу в порошкоподібному стані готують та кондиціонують згідно з розділами 5, 6 та 7.

The amount of condensed water in the bomb after combustion is determined by special tests, using analysis equipment for the measurement of the hydrogen content. A specimen of powder is prepared and conditioned as described in Clauses 5, 6 and 7.

Кількість випробувань має бути такою, як під час визначення вищої теплоти згоряння.

The number of tests shall be as for the determination of the gross heat of combustion.

Вміст конденсованої води w є середньоарифметичним значенням трьох результатів випробування.

The content of condensed water, w , is given by the mean of the three results obtained

Приховану теплоту пароутворення води, конденсованої в бомбі, розраховують за формулою:

The latent heat of vaporization of the condensed water in the bomb is obtained as follows

$$q = 2449 w.$$

ДОДАТОК В

ANNEX B

ПРЕЦИЗИЙНІСТЬ МЕТОДУ ВИПРОБУВАННЯ

PRECISION OF TEST METHOD

Під керівництвом технічного комітету CEN/TC 127 одинадцятьма європейськими лабораторіями було проведено порівняльні випробування. Протокол оформлено згідно з вимогами цього стандарту. Вироби, які піддавалися порівняльним випробуванням, надано в таблиці B.1.

A roundrobin exercise, involving 11 European laboratories, was conducted by CEN/TC 127. The protocol used was functionally the same as that described in this International Standard. The products tested in this roundrobin exercise were as given in Table B.1.

Таблиця B.1 - Вироби, які піддавали порівняльним випробуванням

Table B.1 - Products included in the roundrobin exercise

Виріб Product	Густина, кг/м ³ Density kg/m ³	Товщина, мм Thickness mm	Маса на одиниці площі, г/м ² Mass per unit area g/m ²
Кам'яна вата Stone wool	145	50	-
Деревностружкова плита Wood fibreboard	50		-
Гіпсоволоконна плита Gypsum fibreboard	1100	25	-
Пінофенопласт Phenolic foam		40	-
Вогнезахисний (FR) комірчастий нестиснений заповнювач Flameretardant (FR) cellulose loose fill	30	-	-
Фарба Paint		-	145
ПВХ / нітрилова гума (12,9 % хлору)	65	-	1235

PVC/Nitrile rubber (12,9 % chlorine)			
Звукоізоляційна мінераловолокниста плитка: Acoustic mineral fibre tiles: - забарвлений скляний мат; painted glass mat;	220	18	413,1
- кам'яна вата stone wool			408,5
Гіпсокартонна плита: Paperfaced gypsum plasterboard: - папір (темного кольору); paper (dark colour);	700	12,5	220
- гіпс; gypsum;			8700
- папір (яскравого кольору) paper (light colour)			230
Фасадна скловата: Faced glass wool: - забарвлений скляний мат; painted glass mat;	80	15	313,2
- скловата; glass wool;			1092,8
- скляна ворса glass fleece			55,4

Середньостатистичні значення $\bar{x}_m$, стандартні відхилення s_r і s_R , збіжність r і відтворюваність R за довірчої ймовірності 95 % для двох показників Q_{PCS} в мегаджоулях на кілограм, визначених із застосуванням тигельного і цигаркового способів, розраховано згідно з ISO 5725-2 (таблиця B.2). Критичні значення r і R у 2,8 раза більші за відповідні значення стандартного відхилення. Із застосуванням цих значень результати, які ідентифіковано як "придатні", залишено, а результати, які ідентифіковано як "викиди", вилучено.

Values of statistical means, $\bar{x}_m$, standard deviation, s_r and s_R , repeatability, r , and reproducibility, R , at the 95 % confidence level were calculated in accordance with ISO 5725-2 (see Table B.2) for the two parameters Q_{PCS} with the crucible method in MJ/kg and Q_{PCS} with the cigarette method in MJ/kg. Such values for r and R are equal to 2,8 times the appropriate standard deviation. The values include results identified as "stragglers" but exclude results identified as "outliers".

Таблиця В.2 - Результати статистичної обробки даних порівняльних випробувань

Table B.2 - Statistical results of the roundrobin exercise

Показник Parameter	Середнє значення Statistical mean $\bar{x}_m$	Стандартне відхилення Standard deviation s_r	Стандартне відхилення Standard deviation s_R	Збіжність Repeatability r	Відтворюваність Reproducibility R	$s_r / \bar{x}_m$	$s_R / \bar{x}_m$
Q_{PCS} , МДж/кг (тигель) Q_{PCS} (MJ/kg) Crucible	Від -0,32 до 24,82 From -0,32 to 24,82	Від 0,04 до 0,35 From 0,04 to 0,35	Від 0,07 до 1,13 From 0,07 to 1,13	Від 0,12 до 0,98 From 0,12 to 0,98	Від 0,19 до 3,16 From 0,19 to 3,16	Від 0,17% до 21,3 % From 0,17% to 21,3 %	Від 2,7% до 60,4 % From 2,7% to 60,4 %
Q_{PCS} , МДж/кг (цигарка) Q_{PCS} (MJ/kg) Cigarette	Від -0,31 до 25,18 From -0,31 to 25,18	Від 0,03 до 0,34 From 0,03 to 0,34	Від 0,09 до 1,17 From 0,09 to 1,17	Від 0,10 до 0,95 From 0,10 to 0,95	Від 0,25 до 3,27 From 0,25 to 3,27	Від 0,37 % до 23,41 % From 0,37 % to 23,41 %	Від 3,16 до 70,4 % From 3,16 to 70,4 %

Примітка. Значення у відсотках є відносно великими у зв'язку з діленням на відносно малі середні значення.

Note: The percentage values become very high due to division by very low mean values.

Для двох зазначених способів отримано лінійні моделі для s_r , s_R , r і R . Ці моделі надано в таблиці В.3. Приклад статистичних моделей для Q_{PCS} , отриманих із застосуванням тигельного методу, надано на рисунку В.1. Стосовно повторюваності, то за результатами визначення Q_{PCS} отримано моделі, які більшою або меншою мірою є невиразно лінійними, хоча їх побудовано за правилами статистики.

It was possible for the two methods to obtain linear models for s_r , s_R , r and R . The coefficients are presented in Table B.3. For the repeatability of Q_{PCS} , the results lead to models which are more or less meaningless even if they are statistically correct. More complicated models than simple linear models could better fit to these parameters but this was not considered in this roundrobin exercise.

Для цих показників адекватними є більш складні моделі ніж прості лінійні, але застосування цих моделей не передбачалося під час проведення порівняльних випробувань.

Таблиця В.3 - Статистичні моделі, отримані за результатами порівняльних випробувань

Table B.3 - Statistical models of the roundrobin exercise

Показник Parameter	Стандартне відхилення Standard deviation s_r	Стандартне відхилення Standard deviation s_R	Збіжність Repeatability r	Відтворюваність Reproducibility R
Q_{PCS} , МДж/кг (тигель) Q_{PCS} Crucible (MJ/kg)	$= 0,07 - 0,0004 \times Q_{PCS}$	$= 0,09 - 0,0287 \times Q_{PCS}$	$= 0,20 - 0,0012 \times Q_{PCS}$	$= 0,26 - 0,0804 \times Q_{PCS}$
Q_{PCS} , МДж/кг (цигарка) Q_{PCS} Cigarette (MJ/kg)	$= 0,05 + 0,0041 \times Q_{PCS}$	$= 0,12 + 0,0328 \times Q_{PCS}$	$= 0,05 + 0,0114 \times Q_{PCS}$	$= 0,34 + 0,0918 \times Q_{PCS}$

Рисунок В.1 - Статистичні моделі для Q_{PCS} , отримані із застосування тигельного способу

Figure B.1 - Statistical model for Q_{PCS} with the crucible method, in MJ/kg

Якщо для показників моделі побудовано вірно, вони можуть бути інструментом для "прогнозування" результату. Це ілюструється прикладом. Припустимо, що випробуванням піддавалася одна проба виробу із застосуванням тигельного способу, і для нього отримано значення Q_{PCS} , що дорівнює 1,57 МДж/кг. Якщо та сама лабораторія проводить друге

When the models correctly fit to the parameters, they may be a tool to "predict" a result. This can be illustrated by means of an example. Suppose that a laboratory tests a single specimen of a given product and determines that the Q_{PCS} with the crucible method is 1,57 MJ/kg. If the same laboratory conducts a second test on the same product, the value of r is evaluated as

випробування для того самого виробу, то значення r дорівнює:

$$r = 0,20 - 0,0012 \times 1,57 \approx 0,20 \text{ МДж/кг [MJ/kg]},$$

Отже, результат другого випробування з імовірністю 95 % має знаходитися в межах від

1,37 МДж/кг до 1,77 МДж/кг.

Знову припустимо, що один і той же виріб піддавався випробуванню у різних лабораторіях. Тоді значення R дорівнює:

$$R = 0,26 + 0,0804 \times 1,57 \approx 0,39 \text{ МДж/кг [MJ/kg]},$$

Отже, результати випробування лабораторії з імовірністю 95 % має знаходитися в межах від 1,18 МДж/кг до 1,96 МДж/кг.

The probability that the result of the second test will fall between 1,77 MJ/kg and 1,37 MJ/kg is therefore 95 %.

Suppose now that the same product is tested by a different laboratory. The value R is evaluated as

The probability that the results from the test at that laboratory will fall between 1,18 MJ/kg and 1,96 MJ/kg is therefore 95 %.

ДОДАТОК С

(довідковий)

ANNEX C

(informative)

ГРАФІЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ПОПРАВКИ c , НЕОБХІДНОЇ ДЛЯ ВРАХУВАННЯ ОХОЛОДЖЕННЯ КАЛОРИМЕТРА

CALCULATION BY GRAPH OF THE CORRECTIVE TERM, c , NECESSARY BECAUSE OF THE COOLING OF THE CALORIMETER

T - температура калориметра, а t - час. T_0 - температура навколишнього повітря поблизу калориметра, яка вважається постійною протягом експерименту. Приріст T від початкового значення T_1 на початку експерименту до кінцевого значення T_2 завжди більший за T_1 . Внаслідок охолодження з зовнішнього боку калориметр протягом кожного проміжку часу dt піддається позитивному або негативному dc , взаємозв'язок якого з температурою описується законом теплообміну Ньютона:

$$dc = a(T - T_0)dt,$$

де a - постійна для даного калориметра (постійна охолодження). Поправка до температури для врахування теплообміну калориметра з навколишнім середовищем з моменту t_1 початку основного періоду до моменту досягнення максимальної температури визначається шляхом рішення інтегралу:

T is the temperature of the calorimeter and t the time. Designate the temperature of the outside air, near to the calorimeter, presumed constant for the duration of the experiment, as T_0 . T increases from the initial value T_1 at the beginning of the experiment to a final value of T_2 , always greater than T_1 . During each moment of time dt , the calorimeter undergoes a positive or negative dc cooling from the outside tied to the temperature by the Newton relation:

$$(C.1)$$

with a being a constant for a given calorimeter (cooling constant); the temperature correction for heat exchange with the outside between the start of the main period, t_1 , and the moment t_m when the maximum temperature is reached, is given by the integral:

Інтеграл обчислюється, якщо відомі значення a та T_0 . Наприкінці початкового (момент часу 1) і завершального (момент часу 2) періодів зміна температури калориметра є приблизно лінійною і корелює з теплообміном з навколишнім середовищем. Вимірювання змін температури дає можливість визначення:

у моменти часу 1 і 2.

За цих умов маємо:

З цієї системи рівнянь отримують значення a та T_0 , які є функцією від T_1 та T_2 :

Тоді інтеграл (C.2) може бути вирішений графічно (рисунок 4). Достатньо побудувати температурну криву як функцію від часу між моментами часу t_i і t_m та горизонтальну пряму лінію з ординатою T_0 . Різниця між площами A_1 і A_2 , покритими штрихами, вище і нижче лінії з ординатою T_0 , помножена на константу охолодження a , є поправкою c .

To calculate the integral, the values of a and T_0 have to be known. At the end of the preliminary period (moment 1) and at the end of the final period (moment 2), the variations in temperature of the calorimeter are approximately linear and correspond to the exchanges with the outside. Measurement of these variations therefore gives:

at moments 1 and 2.

We can therefore write:

This system of equations provides the values of a and T_0 as a function of T_1 and T_2 .

The integral [Equation (C.2)] can then be evaluated by a graph (see Figure 4). It is sufficient to plot the temperature curve as a function of time between moments t_i and t_m and the horizontal straight line with ordinate T_0 . The difference between the hatched areas A_1 and A_2 situated above and below the line of ordinate T_0 multiplied by the cooling constant a represents the corrective term c .

Національне пояснення

Замінити додаток С на новий

ДОДАТОК С

(довідковий)

ГРАФІЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ПОПРАВКИ c , НЕОБХІДНОЇ ДЛЯ ВРАХУВАННЯ
ОХОЛОДЖЕННЯ КАЛОРИМЕТРА

Згідно з методом екстраполяції Дікінсона температурну поправку для ізопериметричного калориметра (9.2 та рисунок 4) визначають за формулою:

Цю залежність можна використовувати, коли час t_x обраний так, щоб заштриховані зони а і б мали однакову площу.

Для реакції горіння крива залежності температури від часу близька до експоненціальної. За цієї залежності вказана умова виконується, якщо часу t_x відповідає температура T_x , значення якої становить приблизно $0,6 (T_m - T_i)$.

З формули (C.1) отримано формулу (1), яка прийнята для визначення температурної поправки ізопериметричного калориметра в 9.2. Згідно з формулою (1) ця поправка є від'ємною величиною і за значенням дорівнює добутку постійної охолодження калориметра а та суми площі двох трикутників з катетами T_1 і t_1 та T_2 і $(t_2 - t_1)$.

ДОДАТОК D

(довідковий)

ANNEX D

(informative)

ПРИКЛАД ВИЗНАЧЕННЯ ВИЩОЇ ТЕПЛОТИ ЗГОРЯННЯ НЕОДНОРІДНОГО ВИРОБУ

EXAMPLE OF DETERMINATION OF THE GROSS HEAT OF COMBUSTION OF A NON- HOMOGENEOUS PRODUCT

D.1 Неоднорідний виріб, що
випробовується

D.1 Non-homogeneous product to be
tested

Вважається, що неоднорідний виріб складається з основних та внутрішніх і зовнішніх неосновних компонентів, визначених згідно з розділом 3 (рисунок D.1).

Consider a non-homogeneous product constituted of substantial components and internal and external non-substantial components, as defined in Clause 3 (see Figure D.1).

1 - зовнішній неосновний компонент; 2 - основний компонент; 3 - внутрішній неосновний компонент; 4 - основний компонент; 5 - зовнішній основний компонент

1 external non-substantial component; 2 substantial component; 3 internal non-substantial component; 4 substantial component; 5 external substantial component

Рисунок D.1 - Неоднорідний виріб, що оцінюється

Figure D.1 - Non-homogeneous product to be evaluated

D.2 Вибір зразків неоднорідного виробу

D.2 Sampling of the non-homogeneous product

D.2.1 Розшарування виробу

D.2.1 *Delamination of the product*

Виріб оцінюють за результатами перевірки кожного його компонента. Кожний компонент отримують його розшаруванням або надають окремо.

The product is evaluated through each of its constituting components. Each component is obtained by delamination or is provided separately.

Зразки відбирають згідно з 7.2 і кожний з них подрібнюють згідно з 7.4.

The samples are taken as described in 7.2 and each sample is ground as specified in 7.4.

A - мінімальна площа $0,5 \text{ m}^2$ і мінімальна маса $10,0 \text{ г}$; B - мінімальна маса висушеного матеріалу (клею) $10,0 \text{ г}$; C - мінімальна площа $0,5 \text{ m}^2$ і мінімальна маса $50,0 \text{ г}$; D - мінімальна маса висушеного матеріалу (клею) $10,0 \text{ г}$; E - мінімальна площа $0,5 \text{ m}^2$ і мінімальна маса $50,0 \text{ г}$; F - мінімальна маса висушеного матеріалу (клею) $10,0 \text{ г}$; G - мінімальна площа $0,5 \text{ m}^2$ і мінімальна маса $50,0 \text{ г}$; 1, 2, 3, 4 і 5 визначені на рисунку D.1.

A minimum $0,5 \text{ m}^2$ and minimum $10,0 \text{ g}$; B minimum $10,0 \text{ g}$ of dried material (glue); C minimum $0,5 \text{ m}^2$ and minimum $50,0 \text{ g}$; D minimum $10,0 \text{ g}$ of dried material (glue); E minimum $0,5 \text{ m}^2$ and minimum $50,0 \text{ g}$; F minimum $10,0 \text{ g}$ of dried material (glue); G minimum $0,5 \text{ m}^2$ and minimum $50,0 \text{ g}$; 1, 2, 3, 4 and 5 are defined in Figure D.1

Рисунок D.2 - Вибір зразків неоднорідного виробу

Figure D.2 - Sampling of the non-homogeneous product

D.2.2 Визначення поверхневої густини кожного компонента

D.2.2 *Determination of the area weight of each component*

Поверхневу густину кожного з семи компонентів у кілограмах на метр квадратний визначають згідно з 8.3. Поверхневу густину кожного з семи

The area weight of each of the seven components, in kg/m^2 , is determined as specified in 8.3. The area weights of the

компонентів А, В, С, D, Е, F та G seven components A, B, C, D, E, F and G
 відповідно позначено: $m_A, m_B, m_C, m_D, m_E, m_F$ та m_G .
 The mass per unit area of the product is:

Маса одиниці площі виробу:

$$m = m_A + m_B + m_C + m_D + m_E + m_F + m_G.$$

D.3 Визначення вищої теплоти
 згоряння кожного компонента

D.3 Determination of the gross heat of
 combustion of each component

Вищу теплоту згоряння для кожного
 компонента визначають згідно з 8.3, а
 саме три її значення для кожного
 компонента, у мегаджоулях на кілограм:

The gross heat of combustion of each
 component is determined as described in
 8.3, i.e. three results for each component,
 in MJ/kg, are:

$$Q_{PCSA1}, Q_{PCSB1}, Q_{PCSC1}, Q_{PCSD1}, Q_{PCSE1}, Q_{PCSF1}, Q_{PCSG1};$$

$$Q_{PCSA2}, Q_{PCSB2}, Q_{PCSC2}, Q_{PCSD2}, Q_{PCSE2}, Q_{PCSF2}, Q_{PCSG2};$$

$$Q_{PCSA3}, Q_{PCSB3}, Q_{PCSC3}, Q_{PCSD3}, Q_{PCSE3}, Q_{PCSF3}, Q_{PCSG3}.$$

Отримані для кожного компонента
 результати аналізують згідно з розділом
 9 і за потреби проводять додаткові
 випробування, за результатами яких
 визначають середнє значення для
 кожного компонента:

These results are analysed for each
 component as described in Clause 9 and
 further tests are carried out, if required,
 giving the following mean values for each
 component:

- у мегаджоулях на кілограм:

- in MJ/kg:

$$Q_{PCSA}, Q_{PCSB}, Q_{PCSC}, Q_{PCSD}, Q_{PCSE}, Q_{PCSF} \text{ та (and) } Q_{PCSG};$$

- у мегаджоулях на метр квадратний:

- in MJ/m²:

$$Q_{PCSSA} = m_A \times Q_{PCSA}, Q_{PCSSB} = m_B \times Q_{PCSB}, Q_{PCSSC} = m_C \times Q_{PCSC},$$

$$Q_{PCSSD} = m_D \times Q_{PCSD}, Q_{PCSSSE} = m_E \times Q_{PCSE}, Q_{PCSSSF} = m_F \times Q_{PCSF}, \text{ та (and) } Q_{PCSSSG} = m_G \times Q_{PCSG}.$$

Вища теплота згоряння зовнішнього
 неосновного компонента виробу 1 у
 мегаджоулях на метр квадратний:

The gross heat of combustion of the
 external non-substantial component of
 the product (1), in MJ/m², is

$$Q_{PCSSext} = Q_{PCSSA} + Q_{PCSSB}.$$

Вища теплота згоряння зовнішнього
 неосновного компонента виробу 1 у
 мегаджоулях на кілограм:

The gross heat of combustion of the
 external non-substantial component of
 the product (1), in MJ/kg, is

$$Q_{PCSex} = (Q_{PCSSA} + Q_{PCSSB}) / (m_A + m_B).$$

Вища теплота згоряння зовнішнього
 основного компонента виробу 5 у
 мегаджоулях на метр квадратний:

The gross heat of combustion of the
 external substantial component of the
 product (5), in MJ/m², is

$$Q_{PCSSext} = Q_{PCSSSF} + Q_{PCSSSG}.$$

Вища теплота згоряння зовнішнього основного компонента виробу 5 у мегаджоулях на кілограм:

The gross heat of combustion of the external substantial component of the product (5), in MJ/kg, is

$$Q_{PCSex} = (Q_{PCSSF} + Q_{PCSSG}) / (m_F + m_G).$$

Вища теплота згоряння всього виробу (PCS_S) у мегаджоулях на метр квадратний:

The gross heat of combustion of the whole product (PCS_S), in MJ/m², is

$$Q_{PCSS} = Q_{PCSSA} + Q_{PCSB} + Q_{PCSC} + Q_{PCSD} + Q_{PCSE} + Q_{PCSF} + Q_{PCSS}.$$

Вища теплота згоряння всього виробу (PCS) у мегаджоулях на кілограм:

The gross heat of combustion of the whole product (PCS), in MJ/kg, is

$$Q_{PCS} = Q_{PCSS} / m.$$

ДОДАТОК НА

(обов'язковий)

ПЕРЕЛІК МІЖНАРОДНИХ І ЄВРОПЕЙСЬКИХ СТАНДАРТІВ, НА ЯКІ Є ПОСИЛАННЯ У ЦЬОМУ СТАНДАРТІ, ТА ВІДПОВІДНИХ НАЦІОНАЛЬНИХ СТАНДАРТІВ

Ч/ч	Познака МС або ЄС	Познака НС, який відповідає МС або ЄС	Ступінь відповідності
1	ISO 554:1976 Standard atmospheres for conditioning - and/or testing Specifications*	-	-
2	ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method	ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-2:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 2. Основний метод визначення повторюваності і відтворюваності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ИСО 5725-2-2003, IDT)	Ідентичний (IDT)
3	ISO 13943:2008 Fire safety Vocabulary	ДСТУ 3855-99 Пожежна безпека. Визначення пожежної небезпеки матеріалів та конструкцій. Терміни та визначення (відповідає ISO 13943:2000 в частині 4.7, 4.9 - 4.11, 4.13, 4.16, 4.17, 4.20, 4.22, 5.4, 5.12 - 5.17, 5.20, 5.25-5.35, 6.2-6.7, 8.1, 8.8 - 8.10)	Нееквівалентний (NEQ)
4	EN 13238:2010 Reaction to fire tests for building products	ДСТУ Б EN 13238:2011 Випробування будівельних	Ідентичний

Conditioning procedures and general rules for selection of substrates	виробів щодо реакції на вогонь. Методи кондиціювання та загальні правила відбирання основи	(IDT)
* Вимоги щодо кондиціювання зразків згідно з ISO 554 встановлені в ДСТУ Б EN 13238.		

БІБЛІОГРАФІЯ

BIBLIOGRAPHY

[1] ISO 5725-2:1994 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 2. Основний метод визначення повторюваності і відтворюваності стандартного методу вимірювання

[1] ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

Код УКНД 13.220.50; 91.100.01

Ключові слова: вироби будівельні, метод випробування, реакція на вогонь, теплота згоряння.