

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO

R 1523

PEINTURES ET VERNIS

DÉTERMINATION DU POINT D'ÉCLAIR

(MÉTHODE EN CREUSET FERMÉ)

1^{ère} ÉDITION

Avril 1971

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1523, *Peintures et vernis – Détermination du point d'éclair (Méthode en creuset fermé)*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, dont le Secrétariat est assuré par le Nederlands Normalisatie-instituut (NNI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1523 qui fut soumis, en novembre 1969, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	R.A.U.
Allemagne	Israël	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suède
Chili	Nouvelle-Zélande	Suisse
Danemark	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pologne	U.R.S.S.
France	Portugal	Yougoslavie

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

PEINTURES ET VERNIS

**DÉTERMINATION DU POINT D'ÉCLAIR
(MÉTHODE EN CREUSET FERMÉ)**

INTRODUCTION

La présente Recommandation ISO fait partie d'une série traitant de l'échantillonnage et des essais des peintures, vernis et produits assimilés. Elle doit être lue conjointement avec la Recommandation ISO/R 1516, *Peintures et vernis - Détermination des catégories de danger par le point d'éclair (méthode en creuset fermé)*.

Par le mode opératoire décrit dans la présente Recommandation ISO, les différences entre les appareils d'essai décrits dans différentes normes sont diminuées si l'on s'assure que l'essai n'est effectué que lorsque le produit à essayer et le mélange air-vapeur au-dessus de lui dans le récipient d'essai sont exactement en équilibre de température.

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode pour déterminer le point d'éclair d'une peinture, d'un vernis ou d'un produit assimilé, essayé de la manière décrite. La méthode est applicable pour des températures comprises entre 5 et 65 °C bien que certains des appareils indiqués en Appendice ne puissent pas couvrir toute cette gamme de températures en utilisant les thermomètres fournis avec l'appareil.

NOTE. - Dans certains pays, des réglementations existantes peuvent nécessiter l'utilisation d'autres méthodes sur au moins une partie du domaine de température compris entre 5 et 65 °C.

Le mode opératoire permet également des variations par rapport à la pression normale.

2. DÉFINITION

Point d'éclair (en creuset fermé). Température la plus basse, en degrés Celsius (sous une pression atmosphérique de 101,3 kN/m²), à laquelle les vapeurs émises par le solvant du produit à essayer placé dans un creuset fermé donnent naissance, dans les conditions de l'essai à un mélange air-vapeur capable d'être enflammé par une source d'ignition externe.

NOTE. - Cette mesure de l'inflammabilité des vapeurs du solvant par une ignition externe donne une indication de l'importance du risque d'incendie du produit.

3. PRINCIPE

La prise d'essai est chauffée dans un creuset fermé de modèle normalisé, par immersion dans un bain d'eau jusqu'au niveau fixé. La température du bain est élevée lentement à un régime tel que la différence entre la température du bain d'eau et celle de la prise d'essai dans le creuset n'exécède jamais 2 °C.

Ce régime de chauffage lent est nécessaire en raison de la faible conductivité thermique des peintures, vernis et produits assimilés et également parce que la transmission de chaleur par convection est retardée par la haute viscosité de la plupart de ces produits. Un dispositif d'agitation peut être utilisé pour faciliter la conduction thermique, mais s'il est utilisé, il ne doit pas fonctionner pendant l'exécution de l'essai d'ignition.

Pendant la période de chauffage, les essais d'ignition sont effectués à des intervalles d'au moins 1,5 minute. Cet intervalle de temps est nécessaire pour assurer que la concentration de saturation de la vapeur dans l'espace libre au-dessus de la prise d'essai est rétablie après chaque essai d'ignition.

L'opération de chauffage indiquée ci-dessous assure que la température de la prise d'essai ne s'élève pas de plus de 0,5 °C en 1,5 minute.

4. APPAREILLAGE

- 4.1 *Creuset d'essai.* Le creuset d'essai utilisé doit être un creuset fermé ayant un repère de remplissage interne; les creusets fermés spécifiés dans un certain nombre de normes nationales répondent aux conditions demandées (voir Appendice).

NOTE. — Si le creuset d'essai utilisé est muni d'un agitateur, il peut être utilisé pendant la période de chauffage, mais doit être arrêté pendant chaque essai d'ignition. Si un agitateur initialement placé dans le creuset d'essai est enlevé, l'ouverture dans le couvercle doit être hermétiquement bouchée avant de commencer l'essai.

Le creuset d'essai doit être muni, essentiellement, d'un couvercle hermétique comportant une plaque coulissante et un dispositif d'ignition permettant, quand la plaque coulissante est ouverte, d'introduire la flamme d'ignition (diamètre $3,5 \pm 0,5$ mm); quand le dispositif d'ignition est introduit, son ajustage doit être à 1 ± 1 mm au-dessus de la surface inférieure du couvercle. L'appareillage doit être tel qu'un essai d'ignition puisse être effectué en ouvrant la plaque coulissante, en introduisant et en retirant l'ajutage du dispositif d'ignition et en refermant la plaque coulissante pendant $2,5 \pm 0,5$ secondes. Un dispositif de commande mécanique peut être utilisé pour cela. La flamme du dispositif d'ignition peut être produite par un gaz inflammable convenable.

- 4.2 *Bain d'eau.* Tout bain d'eau convenable, pouvant être chauffé à la température spécifiée (voir paragraphe 6.2.1.2) et de capacité calorifique convenable pour satisfaire aux conditions du paragraphe 6.2.3.5 peut être utilisé. Un bain muni d'un agitateur et d'un thermostat variable convient.

- 4.3 *Thermomètres.* Le creuset d'essai doit être muni d'un thermomètre de dimensions appropriées, d'échelle et de précision convenables, immergé dans la prise d'essai pour mesurer sa température.

Le bain d'eau doit être muni d'un thermomètre de précision égale pour mesurer la température de l'eau. Les thermomètres pour le creuset et le bain d'eau doivent avoir des échelles et une précision semblables.

NOTE. — Les thermomètres utilisés doivent normalement être ceux fournis avec l'appareil particulier, mais dans tous les cas doivent être précis à $0,5$ °C près.

- 4.4 *Support.* Un support convenable doit être prévu pour maintenir le creuset dans le bain d'eau de telle façon que le couvercle et le bord supérieur soient horizontaux et que le creuset soit immergé en contact direct avec l'eau, le niveau de la prise d'essai dans le creuset étant identique ou inférieur à celui de l'eau dans le bain d'eau.

5. ÉCHANTILLONNAGE

- 5.1 Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer et le préparer suivant les méthodes décrites dans les Recommandations ISO/R 1512, *Peintures et vernis — Échantillonnage* et ISO/R 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons avant essai*. L'échantillon doit être livré et conservé dans un récipient étanche à l'air.
- 5.2 En raison de la possibilité de perte de constituants volatils, l'échantillon ne doit recevoir que le traitement minimal nécessaire pour assurer l'uniformité. Après le prélèvement de la prise d'essai, le récipient d'échantillonnage doit être immédiatement fermé hermétiquement pour empêcher toute fuite de composants volatils hors du récipient. (Dans le cas contraire, un nouvel échantillon serait nécessaire.)

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Essai préliminaire

Déterminer le point d'éclair approximatif de l'échantillon par un ou plusieurs essais préliminaires. Ceci détermine la température de départ de l'essai définitif qui doit être d'environ 5 °C inférieure à la valeur prévue.

6.2 Essai définitif

6.2.1 Préparation de l'appareillage

- 6.2.1.1 Placer l'appareillage à l'abri des courants d'air dans une pièce où la température est contrôlée à environ 20 °C.

- 6.2.1.2 Régler le bain d'eau à une température de 5 °C inférieure à la température approximative du point d'éclair déterminée comme indiqué au paragraphe 6.1.
- 6.2.1.3 Nettoyer et sécher soigneusement le creuset d'essai, le couvercle et le thermomètre du creuset et les amener approximativement à la même température que celle du bain d'eau définie au paragraphe 6.2.1.2.
- 6.2.2 *Prise d'essai.* Prélever et préparer l'échantillon conformément au chapitre 5 ci-dessus et s'assurer qu'à tout moment, pendant cette préparation, sa température soit d'au moins 10 °C inférieure à la température prévue pour le point d'éclair.

Remplir le creuset d'essai avec l'échantillon jusqu'à ce que le repère de remplissage interne disparaisse juste sous la surface du liquide. Prendre soin d'éviter la formation de bulles et d'éviter le contact entre l'échantillon et les parois du creuset au-dessus du repère de remplissage. Si cela se produisait de façon suffisamment importante, vider le creuset, le préparer de nouveau comme indiqué au paragraphe 6.2.1.3 et le remplir avec une nouvelle prise d'essai de l'échantillon.

6.2.3 Détermination

- 6.2.3.1 Immédiatement après le remplissage du creuset d'essai, placer le couvercle et suspendre le creuset dans le bain pour que le couvercle soit horizontal et que le creuset soit immergé en contact direct avec l'eau, la surface de la prise d'essai étant au même niveau que celle de l'eau dans le bain. Vérifier que le bain est à la température voulue, définie au paragraphe 6.2.1.2.
- 6.2.3.2 Allumer la flamme du dispositif d'ignition et la régler de façon à ce qu'elle ait la grosseur d'une perle de $3,5 \pm 0,5$ mm de diamètre.
- 6.2.3.3 Dès que la prise d'essai a atteint la même température que celle du bain d'eau (c'est-à-dire la température du début de l'essai définitif), effectuer un essai d'ignition en ouvrant la plaque coulissante, en introduisant et en retirant l'ajutage du dispositif d'ignition et en refermant la plaque coulissante en $2,5 \pm 0,5$ secondes.
- 6.2.3.4 Si l'ignition se produit (voir Note 1), la température initiale choisie était trop élevée et le mode opératoire complet du paragraphe 6.2.3 doit être recommencé avec une nouvelle prise d'essai de l'échantillon à une température d'environ 5 °C inférieure.
- 6.2.3.5 Si aucune ignition ne se produit (voir Note 1), chauffer le bain à une vitesse telle que la différence entre la température du bain et celle de la prise d'essai n'excède jamais 2 °C. Quand la température de la prise d'essai a augmenté de 0,5 °C (c'est-à-dire après au moins 1,5 minute), recommencer l'essai d'ignition et si aucune ignition ne se produit répéter le mode opératoire jusqu'à ce qu'une température à laquelle l'ignition se produit soit atteinte (voir Note 2). Lire à 0,5 °C près la température indiquée par le thermomètre du creuset, apporter à cette lecture toute correction connue du thermomètre et noter le résultat comme la température du point d'éclair à la pression régnant pendant l'essai. Noter également la pression atmosphérique en kilonewtons par mètre carré, en millibars ou en millimètres de mercure.

NOTES

1. Quand le mélange air-vapeur à essayer est proche de la température du point d'éclair, l'introduction de la flamme d'ignition peut produire une sorte de halo; cependant, le produit n'est jugé avoir été enflammé que s'il y a apparition d'une flamme bleue relativement grande qui s'étend à la surface du liquide.
Si une large flamme bleue n'apparaît pas comme un éclair, mais s'il se produit une combustion lumineuse stable dans l'orifice produit par l'ouverture de la plaque coulissante quand la flamme d'ignition est introduite, le point d'éclair du produit est beaucoup plus bas que la température de l'essai et la détermination doit être recommencée depuis le paragraphe 6.1.
2. En raison de la volatilité des solvants des produits susceptibles d'être essayés, la durée totale de l'essai ne doit pas dépasser environ 2 heures.

7. CALCUL DU POINT D'ÉCLAIR CORRIGÉ

Calculer le point d'éclair corrigé, ramené à la pression atmosphérique normale de 101,3 kN/m² (1013 mbar; 760 mmHg), en ajoutant algébriquement à la température obtenue, la correction donnée, en degrés Celsius, par l'une des expressions suivantes :

$$\frac{101,3 - p_0}{4} \quad \text{ou} \quad \frac{1013 - p_1}{40} \quad \text{ou} \quad \frac{760 - p_2}{30}$$

où

p_0 est la pression atmosphérique du lieu d'essai, en kilonewtons par mètre carré;

p_1 est la pression atmosphérique du lieu de l'essai, en millibars;

p_2 est la pression atmosphérique du lieu de l'essai, en millimètres de mercure.

8. PRÉCISION

8.1 Répétabilité (un observateur, un instrument) : ± 2 °C.

8.2 Reproductibilité (observateurs différents, instruments différents) : ± 3 °C.

NOTE. — Pour des essais d'arbitrage, un plus haut niveau de précision est nécessaire et le mode opératoire décrit au chapitre 10 doit être suivi.

9. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit mentionner les indications suivantes :

- a) une référence à la présente Recommandation ISO ou à une norme nationale correspondante;
- b) type et identification du produit à essayer;
- c) référence à la norme décrivant le creuset d'essai et les détails de toute modification qui lui a été apportée;
- d) point d'éclair corrigé, calculé comme indiqué au chapitre 7;
- e) toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire décrit;
- f) date de l'essai.

10. ESSAIS D'ARBITRAGE

- 10.1 Pour des essais d'arbitrage, effectuer au moins deux mesures individuelles.
- 10.2 Si la différence entre les résultats de deux essais individuels, calculés suivant le chapitre 7, n'excède pas 1,0 °C, noter la valeur moyenne comme point d'éclair.
- 10.3 Si la différence entre les deux premiers résultats excède 1,0 °C, un troisième essai doit être fait. Si la plus grande différence entre les trois résultats n'excède pas 1,5 °C, noter la valeur moyenne comme point d'éclair.
- 10.4 Si la plus grande différence entre les trois premiers essais excède 1,5 °C, deux essais supplémentaires doivent être faits. Si seulement l'un des cinq résultats diffère de plus de 1,5 °C de la valeur moyenne, écarter ce résultat et noter la valeur moyenne des quatre autres résultats comme point d'éclair.
- 10.5 Si plus d'un des cinq résultats diffèrent de plus de 1,5 °C de la valeur moyenne, noter la valeur moyenne comme point d'éclair, mais indiquer également les valeurs individuelles et ajouter une note au procès-verbal d'essai sur l'inflammation irrégulière de l'échantillon.

APPENDICE

Les creusets indiqués ci-dessous des appareils à creuset fermé décrits dans les normes nationales satisfont aux conditions nécessaires de cette méthode d'essai pour la détermination du point d'éclair. La méthode nécessite l'immersion du creuset dans un bain d'eau et si l'appareil normalisé ne comprend pas un tel bain, il doit en être muni.

Creuset Abel	norme française	NF T 66-009
Creuset Abel	norme française	NF M 07-011
Creuset Abel	norme britannique	BS 3442 (et IP 33 et IP 170)
Creuset Abel-Pensky	norme allemande	DIN 51 755
Creuset Abel-Pensky (+ agitateur)	norme suédoise	SIS 02 18 11
Creuset Abel-Pensky (modifié)	norme allemande	DIN 53 213
Creuset Pensky-Martens	norme britannique	BS 2839 (et IP 34)
Creuset Pensky-Martens	norme française	NF M 07-019
Creuset Pensky-Martens	norme allemande	DIN 51 758
Creuset Pensky-Martens	norme néerlandaise	NEN 3205
Creuset Pensky-Martens	norme suédoise	SIS 02 18 12
Creuset Pensky-Martens	norme américaine	Z 11.7 (et ASTM D 93)
Creuset Tag	norme américaine	Z 11.24 (et ASTM D 56)