
NORME INTERNATIONALE



1523

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Peintures et vernis — Détermination du point d'éclair — Méthode en vase clos

Première édition — 1973-12-15

CDU 667.61 : 543.873

Réf. N° : ISO 1523-1973 (F)

Descripteurs : peinture, vernis, essai, point d'éclair.

Prix basé sur 4 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, la Norme Internationale ISO 1523 remplace la Recommandation ISO/R 1523-1971 établie par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

Les Comités Membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation :

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

Aucun Comité membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Peintures et vernis — Détermination du point d'éclair — Méthode en vase clos

0 INTRODUCTION

La présente Norme Internationale fait partie d'une série traitant de l'échantillonnage et des essais des peintures, vernis et produits assimilés. Elle doit être lue conjointement avec l'ISO 1516, *Peintures et vernis — Détermination des catégories de danger par le point d'éclair — Méthode en vase clos*.

Par le mode opératoire spécifié dans la présente Norme Internationale, 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 ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination du 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 annexe ne puissent pas couvrir toute cette gamme de température 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 RÉFÉRENCES

ISO 1512, *Peintures et vernis — Échantillonnage*.

ISO 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essais*.

3 DÉFINITION

point d'éclair (en vase clos) : 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 vase clos donnent

naissance, dans les conditions de l'essai à un mélange air-vapeur capable d'être allumé par une source de chaleur externe.

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

4 PRINCIPE

La prise d'essai est chauffée dans un vase clos 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'excède 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 min. 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 min.

5 APPAREILLAGE

5.1 Vase d'essai

Le vase d'essai utilisé doit être un vase clos ayant un repère de remplissage interne; les vases clos spécifiés dans un certain nombre de normes nationales répondent aux conditions requises (voir annexe).

NOTE — Si le vase d'essai utilisé est muni d'un agitateur, celui-ci doit fonctionner pendant la période de chauffage, mais doit être arrêté pendant chaque essai d'inflammation. Si un agitateur initialement placé dans le vase d'essai est enlevé, l'ouverture dans le couvercle doit être hermétiquement bouchée avant de commencer l'essai.

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

5.2 Bain d'eau

Tout bain d'eau convenable, pouvant être chauffé à la température spécifiée (voir 7.2.1.2) et de capacité calorifique convenable pour répondre aux spécifications de 7.2.3.5, peut être utilisé. Un bain comportant un agitateur et un thermostat variable convient.

5.3 Thermomètres

Le vase d'essai doit être muni d'un thermomètre de dimensions appropriées, d'échelle et de précision convenables, qui est 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 $0,5^\circ\text{C}$ près.

5.4 Support

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

6 ÉCHANTILLONNAGE

6.1 Un échantillon représentatif du produit à essayer doit être prélevé et préparé suivant les méthodes spécifiées dans l'ISO 1512 et l'ISO 1513. L'échantillon doit être livré et conservé dans un récipient.

6.2 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 contenant l'échantillon doit être immédiatement fermé

hermétiquement pour empêcher toute fuite de composants volatils inflammables hors du récipient. (Dans le cas contraire, un nouvel échantillonnage serait nécessaire.)

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 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.

7.2 Essai définitif

7.2.1 Préparation de l'appareillage

7.2.1.1 Placer l'appareil à l'abri des courants d'air dans une pièce où la température est réglée à environ 20°C .

7.2.1.2 Régler le bain d'eau à une température de 5°C inférieure à la température approximative du point d'éclair déterminée comme indiquée en 7.1.

7.2.1.3 Nettoyer et sécher soigneusement le vase d'essai, le couvercle et le thermomètre du vase et les amener approximativement à la même température que celle du bain d'eau définie en 7.2.1.2.

7.2.2 Prise d'essai

Prélever et préparer l'échantillon comme indiqué au chapitre 5 et s'assurer que pendant tout le temps de sa préparation, sa température soit d'au moins 10°C inférieure à la température présumée pour le point d'éclair.

Remplir le vase 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 le contact entre l'échantillon et les parois du vase au-dessus du repère de remplissage. Si cela se produisait de façon significative, vider le vase, le préparer de nouveau comme indiqué en 7.2.1.3 et le remplir avec une nouvelle prise d'essai de l'échantillon.

7.2.3 Détermination

7.2.3.1 Immédiatement après le remplissage du vase d'essai, ajuster le couvercle et suspendre le vase dans le bain pour que le couvercle soit horizontal et que le vase 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 en 7.2.1.2.

7.2.3.2 Allumer la flamme du dispositif d'allumage et la régler de façon à ce qu'elle ait la grosseur d'une perle de $3,5 \pm 0,5$ mm de diamètre.

7.2.3.3 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 en ouvrant la plaque coulissante, en introduisant et en retirant l'ajutage du dispositif d'allumage et en refermant la plaque coulissante en $2,5 \pm 0,5$ s.

7.2.3.4 Si l'inflammation se produit (voir note 1), la température initiale choisie était trop élevée et le mode opératoire complet de 7.2.3 doit être recommencé avec une nouvelle prise d'essai de l'échantillon à une température d'environ 5°C inférieure.

7.2.3.5 Si aucune inflammation 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 $0,5^\circ\text{C}$ (c'est-à-dire après au moins de 1,5 min), recommencer l'essai d'inflammation et si aucune inflammation ne se produit répéter le mode opératoire jusqu'à ce qu'une température à laquelle l'inflammation se produit soit atteinte (voir note 2). Lire à $0,5^\circ\text{C}$ près la température indiquée par le thermomètre du vase, 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'allumage 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'allumage 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 7.1.

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 h.

8 CALCUL DU POINT D'ÉCLAIR CORRIGÉ

Calculer le point d'éclair corrigé, ramené à la pression atmosphérique normale de $101,3 \text{ kN/m}^2$ ($1\ 013 \text{ mbar}$; 760 mmHg), en ajoutant algébriquement à la température obtenue, la correction donnée, en degrés Celsius, par l'une des expressions suivantes :

$$\frac{101,3 - p_0}{4} \text{ ou } \frac{1\ 013 - p_1}{40} \text{ ou } \frac{760 - p_2}{30}$$

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.

9 PRÉCISION

9.1 Répétabilité

La différence entre des résultats d'essais successifs, obtenus par le même opérateur dans un délai court avec le même appareillage, dans des conditions opératoires constantes, sur un produit identique ne doit pas dépasser 2°C , à un niveau de confiance de 95 %.

9.2 Reproductibilité

La différence entre des résultats simples et indépendants, obtenus par différents opérateurs, travaillant dans différents laboratoires sur un produit identique ne doit pas dépasser 3°C , à un niveau de confiance de 95 %.

NOTE — Pour des essais d'arbitrage, un plus haut niveau de précision est nécessaire et le mode opératoire spécifié au chapitre 11 devra être suivi.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- référence à la présente Norme Internationale ou à une norme nationale correspondante;
- type et identification du produit à essayer;
- référence de la norme décrivant le vase d'essai et les détails de toute modification qui lui a été apportée;
- point d'éclair corrigé, calculé comme indiqué au chapitre 8;
- toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire décrit;
- date de l'essai.

11 ESSAIS D'ARBITRAGE

11.1 Pour des essais d'arbitrage, effectuer au moins deux mesurages individuels.

11.2 Si la différence entre les résultats de deux essais individuels, calculés suivant le chapitre 8, n'excède pas $1,0^\circ\text{C}$, noter la valeur moyenne comme point d'éclair.

11.3 Si la différence entre les deux premiers résultats excède $1,0^\circ\text{C}$, un troisième essai doit être fait. Si la plus grande différence entre les trois résultats n'excède pas $1,5^\circ\text{C}$, noter la valeur moyenne comme point d'éclair.

11.4 Si la plus grande différence entre les trois premiers essais excède $1,5^\circ\text{C}$, deux essais supplémentaires doivent être faits. Si seulement l'un des cinq résultats diffère de plus de $1,5^\circ\text{C}$ de la valeur moyenne, écarter ce résultat et noter la valeur moyenne des quatre autres résultats comme point d'éclair.

11.5 Si plus d'un des cinq résultats diffèrent de plus de $1,5^\circ\text{C}$ 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.