
**Détermination du point d'éclair —
Méthode rapide à l'équilibre en vase clos**

Determination of flash point — Rapid equilibrium closed cup method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3679:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3679:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004>

© ISO 2004

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|---|-----------|
| Avant-propos | iv |
| Introduction | v |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 1 |
| 4 Principe | 2 |
| 5 Produits et réactifs | 2 |
| 6 Appareillage | 2 |
| 7 Préparation de l'appareillage | 3 |
| 8 Échantillonnage | 4 |
| 9 Manipulation des échantillons | 4 |
| 10 Mode opératoire | 5 |
| 11 Calculs | 6 |
| 12 Expression des résultats | 7 |
| 13 Fidélité | 7 |
| 14 Rapport d'essai | 8 |
| Annexe A (normative) Appareillage de point d'éclair | 9 |
| Annexe B (normative) Spécifications des thermomètres | 14 |
| Annexe C (informative) Vérification de l'appareillage | 15 |
| Annexe D (informative) Utilisation d'un insert de coupe d'essai | 18 |
| Bibliographie | 19 |

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 3679 a été élaborée conjointement par les comités techniques ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants* et ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3679:1983), qui a fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004>

Introduction

La présente Norme internationale décrit l'une des deux méthodes de détermination du point d'éclair à l'équilibre en vase clos pour les peintures, les vernis, les liants pour peintures, les solvants, les adhésifs, les produits pétroliers et les produits connexes. Au moment du choix d'une méthode, il convient de la lire conjointement avec la seconde méthode, à savoir l'ISO 1523 [4]. Lorsqu'elle est utilisée conjointement avec le détecteur d'éclair (A.1.6), la présente Norme internationale convient aussi pour la détermination du point d'éclair des esters méthyliques d'acide gras (EMAG).

Dans l'ISO 3679 aussi bien que dans l'ISO 1523, l'essai n'est mené que lorsque le produit soumis à l'essai et le mélange air/vapeur au-dessus de celui-ci sont à peu près en équilibre de température.

L'appareillage spécifié dans la présente Norme internationale permet d'obtenir un résultat semblable en utilisant un mode opératoire plus rapide et avec une prise d'essai plus petite (2 ml ou 4 ml) que dans l'ISO 1523. De plus, l'appareillage peut être rendu transportable pour mener des essais sur site, outre son utilisation normale au laboratoire.

Un travail coopératif (voir [6] dans la bibliographie) a montré que les résultats obtenus par ces deux méthodes sont comparables. Il convient d'interpréter avec prudence les résultats obtenus sur des mélanges de solvants contenant des hydrocarbures halogénés, car ces mélanges peuvent conduire à des résultats aberrants (voir [7] dans la Bibliographie).

Les valeurs de point d'éclair ne constituent pas une propriété physico-chimique constante des produits soumis à l'essai. Elles sont fonction de la conception de l'appareillage, des conditions de son utilisation, et du mode opératoire mis en œuvre. C'est pourquoi un point d'éclair ne peut être défini qu'en terme de méthode d'essai normalisée, et il n'est pas possible d'établir une corrélation générale valide entre les résultats obtenus par des méthodes d'essai ou avec des appareillages différents de ceux qui sont spécifiés.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3679:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004>

Détermination du point d'éclair — Méthode rapide à l'équilibre en vase clos

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination du point d'éclair en vase clos des peintures (y compris les peintures à support aqueux), des vernis, des liants pour peintures, des adhésifs, des solvants, des produits pétroliers et des produits connexes, dont le point d'éclair est compris entre -30 °C et 300 °C . Lorsqu'elle est utilisée avec le détecteur d'éclair (A.1.6), la présente Norme internationale convient aussi pour la détermination du point d'éclair des esters méthyliques d'acide gras (EMAG).

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1513:1992, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essais*

ISO 3170:2004, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

ISO 3171:1988, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoduc*

ISO 15528:2000, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Termes et définitions

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

3.1

point d'éclair

température la plus basse d'une prise d'essai (mesurée de la manière prescrite), ramenée à une pression barométrique de $101,3\text{ kPa}$, à laquelle la présentation d'une flamme entraîne l'inflammation des vapeurs après un court délai, celle-ci se propageant à la surface du liquide en opérant dans les conditions spécifiées de l'essai

4 Principe

Une prise d'essai de volume imposé est introduite dans une coupe d'essai qui est maintenue à la température estimée du point d'éclair du produit soumis à l'essai. Après une période donnée, une flamme d'essai est présentée et on observe s'il y a ou non apparition d'un éclair. De nouvelles tentatives sont effectuées à différentes températures sur de nouvelles prises d'essai jusqu'à détermination du point d'éclair à la sensibilité spécifiée.

5 Produits et réactifs

5.1 Solvant de nettoyage

Solvant approprié permettant d'éliminer toute trace de la prise d'essai précédente de la coupe d'essai et du couvercle.

NOTE Le choix du solvant dépend du produit précédemment testé et de la résistance du résidu. Des solvants aromatiques de faible volatilité (sans benzène) peuvent être utilisés pour retirer les traces de produits huileux, et des solvants mixtes, comme un mélange toluène-acétone-méthanol, peuvent convenir pour enlever les dépôts à caractère gommeux.

5.2 Liquides de contrôle

Une série de matériaux de référence certifiés (MRC) et/ou une série d'étalons de travail secondaires (ETS), selon la description donnée en Annexe C.

6 Appareillage

6.1 Généralités

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004>

L'appareillage est décrit en Annexe A, y compris les détails relatifs à la coupe d'essai et à son couvercle, ainsi que les dimensions et des exigences particulières. Ceux-ci sont illustrés aux Figures A.1 à A.5. Il se peut que la mesure des points d'éclair sur l'ensemble de la gamme – 30 °C à 300 °C nécessite l'utilisation de plusieurs appareils.

6.2 Seringues

6.2.1 Seringue de 2 ml, permettant de délivrer 2,00 ml ± 0,05 ml et équipée, au besoin, d'une aiguille résistant à des températures d'essai supérieures ou égales à 100 °C. Lors des essais sur des EMAG, une prise d'essai de 2 ml est utilisée quelle que soit la température.

6.2.2 Seringue de 5 ml, permettant de délivrer 4,00 ml ± 0,10 ml et équipée, au besoin, d'une aiguille résistant à des températures d'essai supérieures ou égales à 100 °C. Lors des essais sur des EMAG, il n'est pas nécessaire de disposer d'une seringue de 5 ml.

6.3 Baromètre, avec une précision de 0,1 kPa. Ne pas utiliser de baromètres précorrégés pour ramener la pression au niveau de la mer, tels que ceux qui sont utilisés dans les stations météorologiques ou dans les aéroports.

6.4 Bain chauffant ou étuve (optionnel), pour le chauffage des échantillons, si besoin est, pouvant réguler la température à ± 5 °C près. En cas d'utilisation d'une étuve, celle-ci doit être compatible avec l'utilisation de produits pouvant émettre des vapeurs d'hydrocarbures.

Il est recommandé d'utiliser une étuve antidéflagrante.

6.5 Bain de refroidissement ou congélateur (optionnel), pour le refroidissement des échantillons, si besoin est, pouvant refroidir l'échantillon à 10 °C en dessous du point d'éclair présumé, et pouvant réguler la température à ± 5 °C près. En cas d'utilisation d'un congélateur, celui-ci doit être conçu pour une protection contre les explosions.

6.6 Écran de protection contre les courants d'air (optionnel), pour minimiser ceux-ci, si nécessaire. L'écran protège l'arrière et les deux côtés de l'appareil.

NOTE Un écran qui a 350 mm de hauteur, 480 mm de largeur et 240 mm de profondeur convient.

6.7 Insert de coupe d'essai (optionnel). Voir Annexe D.

NOTE Pour les échantillons difficiles à enlever, on peut utiliser un insert de coupe d'essai en métal mince.

7 Préparation de l'appareillage

7.1 Généralités

Choisir l'appareil approprié en fonction de la température de point d'éclair présumée. Suivre les instructions du fournisseur pour le réglage et l'utilisation de l'appareillage. L'utilisation d'un insert de coupe d'essai (6.7) est décrite en Annexe D.

7.2 Localisation de l'appareillage

Placer l'appareillage (Annexe A) sur une surface horizontale et stable, dans un endroit exempt de courants d'air.

Il est recommandé d'utiliser un écran de protection (6.6) lorsque l'endroit n'est pas exempt de courants d'air.

NOTE Si le produit soumis à essai risque d'émettre des vapeurs toxiques, l'appareillage peut être placé sous une hotte aspirante, dont l'aspiration est réglée de sorte à éliminer les vapeurs sans provoquer de courants d'air autour de la coupe d'essai.

7.3 Nettoyage de la coupe d'essai et des accessoires

Nettoyer la coupe d'essai, le couvercle et les accessoires avec un solvant approprié (5.1) de façon à éliminer toute trace de gomme ou de résidu provenant de l'essai précédent. Suivre les instructions du fabricant pour l'entretien et la maintenance de l'appareillage.

NOTE 1 On peut utiliser un jet d'air propre et sec pour retirer les dernières traces de solvant.

NOTE 2 L'orifice de remplissage peut être nettoyé de manière satisfaisante avec un cure-pipe.

7.4 Vérification de l'appareillage

7.4.1 Vérifier le bon fonctionnement de l'appareillage au moins une fois par an à l'aide d'un matériau de référence certifié (MRC) (5.2). Le résultat obtenu doit être compris dans l'intervalle: valeur certifiée du MRC $\pm R/\sqrt{2}$, où R est la reproductibilité de la méthode (voir 13.3).

Il est recommandé d'effectuer des contrôles plus fréquents en utilisant des étalons de travail secondaires (ETS) (5.2).

NOTE L'Annexe C donne une procédure recommandée pour l'utilisation des MRC et des ETS, et pour la production d'ETS.

7.4.2 Les valeurs numériques obtenues au cours des contrôles ne doivent pas être reprises pour les études de biais, ni être utilisées pour des corrections des points d'éclair déterminés par la suite.

Si, lors d'un contrôle, l'appareil s'avérait être défectueux, il est recommandé de vérifier que:

- a) le couvercle forme avec la coupe d'essai un joint étanche aux vapeurs;
- b) le volet coulissant est étanche à la lumière;
- c) le bulbe et la partie immergée de la tige du thermomètre plongent dans une substance permettant un bon transfert de chaleur.

8 Échantillonnage

8.1 Sauf spécification contraire, l'échantillonnage doit être fait conformément à l'ISO 15528, l'ISO 3170 ou l'ISO 3171, ou une norme nationale équivalente.

8.2 Placer un volume suffisant d'échantillon dans un récipient soigneusement fermé fait d'un matériau compatible avec le liquide échantillonné. S'assurer, pour des raisons de sécurité, que le récipient n'est rempli qu'entre 85 % et 95 % de sa capacité.

Si l'on s'attend à ce que plusieurs déterminations soient nécessaires, il convient de choisir le volume des sous-échantillons de façon à respecter les conditions de 9.1.1.

8.3 Conserver les échantillons de façon à minimiser la perte de vapeurs et l'augmentation de la pression. Éviter de stocker les échantillons à des températures supérieures à 30 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW

9 Manipulation des échantillons (standards.iteh.ai)

9.1 Produits pétroliers et esters méthyliques d'acides gras

9.1.1 Sous-échantillonnage. Avant d'ouvrir le récipient pour prélever la prise d'essai, le refroidir dans un bain de refroidissement ou un congélateur (6.5), ou ajuster sa température à au moins 10 °C en dessous de la première température choisie pour l'essai. S'il faut stocker une partie aliquote de l'échantillon avant de la soumettre à l'essai, s'assurer que le récipient est encore rempli à au moins 85 % de sa capacité. Assurer l'homogénéité du sous-échantillon en l'agitant doucement, de telle sorte que les pertes de composés volatils et de fractions légères soient minimisées.

NOTE Les résultats des essais de point d'éclair peuvent être erronés si le volume de l'échantillon tombe en dessous de 85 % de la capacité du récipient.

9.1.2 Échantillons liquides à température ambiante. Si les échantillons sont suffisamment fluides, les mélanger par agitation manuelle légère avant de prélever la prise d'essai, en veillant à réduire le plus possible les pertes de composés volatils. Si l'échantillon est trop visqueux à température ambiante, le chauffer dans son récipient, à l'aide du bain chauffant ou de l'étuve (6.4), jusqu'à une température qui ne soit pas supérieure à 10 °C en dessous de la température d'essai, de telle sorte que l'échantillon puisse être homogénéisé par agitation légère.

9.1.3 Échantillons solides ou semi-solides. Si, en le chauffant selon 9.1.2, le produit soumis à l'essai ne peut pas être rendu suffisamment fluide pour être introduit dans la coupe d'essai par l'orifice de remplissage, introduire la prise d'essai dans la coupe avec le couvercle ouvert, à l'aide du système d'introduction des solides ou d'une spatule.

9.2 Peintures, vernis et produits assimilés

Préparer les échantillons conformément aux modes opératoires décrits dans l'ISO 1513.

10 Mode opératoire

10.1 Généralités

10.1.1 Suivre les instructions du fabricant pour régler la température d'essai en fonction de la température du point d'éclair.

10.1.2 Lorsque l'essai porte sur des esters méthyliques d'acides gras (EMAG), il faut utiliser le détecteur d'éclair (A.1.6).

10.1.3 Ne pas présenter la flamme d'essai à la prise d'essai plus d'une fois. Utiliser une nouvelle prise d'essai pour chaque essai. Après chaque essai, éteindre la veilleuse et la flamme d'essai à l'aide du robinet de contrôle du gaz. Lorsque la température de la coupe d'essai atteint la valeur de sécurité, enlever la prise d'essai et nettoyer l'appareil.

10.1.4 Ne pas confondre le point d'éclair véritable avec le halo bleuâtre qui entoure parfois la flamme d'essai lors des présentations précédant celle de l'éclair réel.

NOTE Le détecteur d'éclair optionnel (A.1.6) n'est pas affecté par ce phénomène de halo, de sorte que l'opérateur n'a pas alors besoin d'observer aussi soigneusement le déroulement de l'essai.

10.1.5 Noter la pression barométrique ambiante, mesurée au moment de l'essai à l'aide d'un baromètre (6.3) au voisinage de l'appareillage.

NOTE On ne considère pas nécessaire de ramener la pression barométrique à 0 °C, bien qu'il existe des baromètres prévus pour effectuer automatiquement une telle correction.

10.2 Mode opératoire pour les points d'éclair inférieurs ou égaux à 100 °C et pour les EMAG à toutes températures

10.2.1 Avec une seringue (6.2.1) propre et sèche, équilibrée à une température qui soit d'au moins 10 °C inférieure au point d'éclair présumé, prélever une prise d'essai de 2 ml. Refermer le récipient contenant l'échantillon immédiatement après le prélèvement afin de minimiser la perte de composés volatils.

10.2.2 Placer soigneusement l'embout de la seringue sur l'orifice de remplissage et transférer la totalité de la prise d'essai dans la coupe d'essai en poussant complètement le piston de la seringue. Retirer la seringue.

10.2.3 Pour les échantillons solides ou semi-solides, introduire directement dans la coupe d'essai une masse correspondant approximativement à 2 ml et l'étaler sur le fond de la coupe aussi régulièrement que possible.

10.2.4 Démarrer le chronomètre pour le décomptage de temps de 1 min (A.1.3). Ouvrir la vanne de contrôle du gaz et allumer la veilleuse et la flamme d'essai. Régler la flamme d'essai de sorte que son diamètre corresponde à celui de l'anneau guide de 4 mm. Réinitialiser le détecteur d'éclair (A.1.6) si celui-ci est utilisé.

10.2.5 Lorsque le signal sonore du chronomètre se fait entendre, présenter la flamme d'essai en ouvrant lentement et régulièrement le volet coulissant et en le refermant sur une période totale de 2 s à 3 s. Observer s'il y a apparition d'un éclair (voir 10.1.4).

Si une flamme continue et lumineuse apparaît à l'orifice lorsque le volet coulissant est ouvert et que la flamme d'essai est approchée, cela indique que le point d'éclair se situe beaucoup plus bas que la température d'essai. Il est recommandé dans de tels cas de réduire la température d'essai de 10 °C.

10.2.6 Si un éclair est observé, répéter les opérations 10.2.1 à 10.2.5 sur une nouvelle prise d'essai, en démarrant à une température de 5 °C inférieure à celle où l'éclair a été observé. Si un éclair est observé à nouveau, abaisser encore la température de 5 °C et recommencer. Répéter la procédure jusqu'à ce que l'on n'observe plus d'éclair.