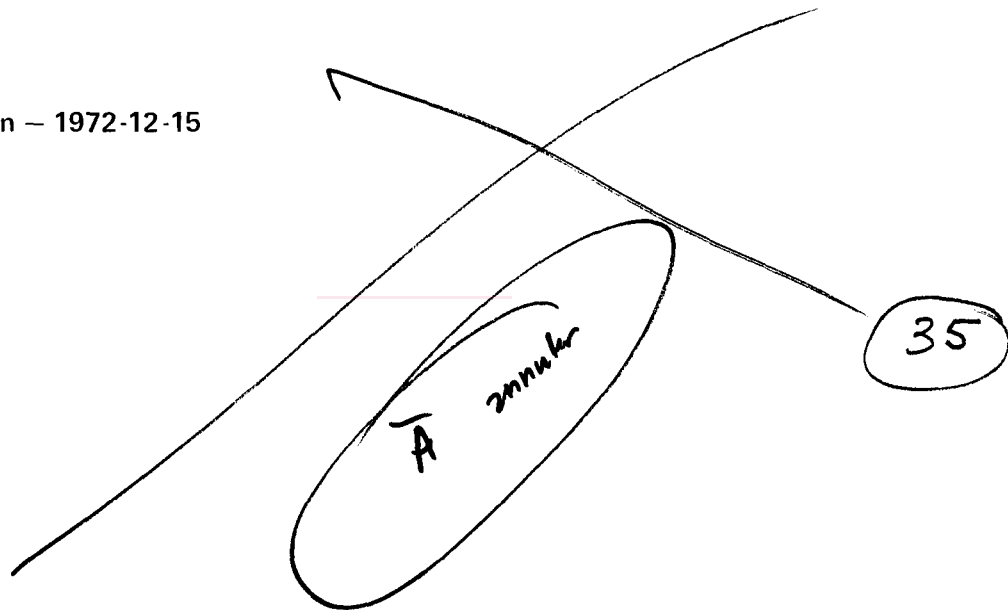

NORME INTERNATIONALE **ISO** 1250



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

Solvants d'origine minérale pour peintures — White spirits et hydrocarbures analogues

Première édition — 1972-12-15



CDU 667.629.2

Réf. No : ISO 1250-1972 (F)

Descripteurs : peinture, solvant, hydrocarbures, spécification de matière, caractéristique, essai.

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.

La Norme Internationale ISO 1250 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

Elle fut approuvée en mars 1969 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Portugal
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Brésil	Nouvelle-Zélande	Turquie
Danemark	Pays-Bas	U.R.S.S.
Egypte, Rép. arabe d'	Pérou	
Espagne	Pologne	

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

France

Solvants d'origine minérale pour peintures — White spirits et hydrocarbures analogues

0 INTRODUCTION

La présente Norme Internationale est destinée à couvrir les caractéristiques essentielles des solvants d'origine minérale utilisés dans l'industrie des peintures, qui peuvent entrer dans deux catégories, suivant la teneur en hydrocarbures aromatiques, soit : Type A, teneur en hydrocarbures aromatiques inférieure à 25 %; et Type B, teneur en hydrocarbures aromatiques de 25 à 50 %. Il avait d'abord été prévu d'utiliser le titre simple «White Spirit», mais une discussion a montré que ce terme ne serait pas acceptable pour divers types de solvants, parce qu'il est utilisé avec une signification beaucoup plus restreinte dans certains pays. Un titre plus long mais plus explicatif a donc été adopté pour la Norme Internationale.

La plupart des méthodes d'essai données dans ce document sont techniquement identiques aux méthodes les plus connues normalisées par l'American Society for Testing and Materials, qui sont elles-mêmes étudiées par l'ISO/TC 28, *Produits pétroliers*. Il faut s'attendre cependant à ce que ces méthodes d'essais soient remplacées par des références à des Normes Internationales appropriées.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie les caractéristiques de deux catégories de solvants d'origine minérale, utilisés pour les peintures et les vernis, à savoir :

Type A : ayant une teneur en hydrocarbures aromatiques inférieure à 25 % (V/V);

Type B : ayant une teneur en hydrocarbures aromatiques de 25 à 50 % (V/V).

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 842, *Echantillonnage des matières premières pour peintures et vernis*.

ISO 2049, *Produits pétroliers — Détermination de la couleur*.

ISO 2160, *Produits pétroliers — Action corrosive sur le cuivre — Essai à la lame de cuivre*.

3 CARACTÉRISTIQUES REQUISES ET LEURS TOLÉRANCES

Les solvants d'origine minérale consistent essentiellement en un mélange d'hydrocarbures, mais la présence d'un dénaturant est autorisée, après accord entre les parties intéressées. Ils doivent avoir les caractéristiques indiquées dans le Tableau 1, page 2.

4 ÉCHANTILLONS

4.1 Des échantillons représentatifs, ayant chacun un volume minimal de 500 ml, doivent, chaque fois qu'il est possible, être prélevés en triple, d'un ou plusieurs emballages d'origine, non ouverts au préalable, ou dans la masse en cours d'emballage, suivant accord entre les parties intéressées, puis ils doivent être emballés dans des récipients propres, secs et étanches à l'air, en verre foncé, ou métalliques. Les récipients doivent être de dimensions telles qu'ils soient presque complètement remplis par l'échantillon. Chaque récipient ainsi rempli doit être obturé à l'aide d'une substance non susceptible d'être altérée par le contenu du récipient, et porter tous renseignements utiles et la date d'échantillonnage.

Des indications concernant l'échantillonnage sont données dans ISO/R 842.

4.2 Si un échantillon est exigé en vue de l'examen de son odeur selon le chapitre 3, il doit être conforme à tout autre égard aux prescriptions de la présente spécification. Il doit avoir un volume minimal de 500 ml et doit être emballé selon la manière décrite en 4.1.

TABLEAU 1 – Caractéristiques requises et leurs tolérances

Caractéristique	Spécification	Méthode d'essai
Clarté	clair, absence de matières solides	vérification visuelle
Eau non dissoute à 20 °C	néant	vérification visuelle
Odeur	si nécessaire pour l'acheteur, conforme à un échantillon agréé	—
Couleur	pas plus foncé que l'étalon	voir 5.1
Distillation à 1 013 mbar; volume de condensat recueilli	ces limites s'appliquent aux solvants d'origine minérale pour peintures avec ou sans dénaturant	
Méthode a)*	1 ml au maximum en-dessous de 130 °C 10 ml au maximum en-dessous de 145 °C 90 ml au minimum en-dessous de 200 °C point final, max. 200 °C	voir 5.2
Méthode b)*	1 ml au maximum en-dessous de 132 °C 10 ml au maximum en-dessous de 148 °C 90 ml au minimum en-dessous de 204 °C point sec, max. 220 °C	voir 5.3
Teneur en hydrocarbures aromatiques	type A : moins de 25 % (V/V) type B : entre 25 et 50 % (V/V) si nécessaire, des limites plus précises peuvent être agréées entre les parties intéressées	voir 5.4
Résidu d'évaporation	max. 10 mg pour 100 ml	voir 5.5
Neutralité	après agitation de 50 ml du produit dans 10 ml d'eau distillée, la couche d'eau doit rester neutre au méthyl orange par accord entre les parties intéressées, cette spécification peut être supprimée ou modifiée en fonction de la présence de dénaturant	
Présence de composés nuisibles du soufre	ne doit pas provoquer plus d'une légère ternissure de la lame de cuivre	voir ISO 2160
Point d'aniline	si nécessaire, après accord entre les parties intéressées	voir 5.6
Point d'éclair	si nécessaire, après accord entre les parties intéressées	par accord entre les parties intéressées
Pouvoir de réduction de la viscosité	si nécessaire, après accord entre les parties intéressées	voir 5.7

* Par méthodes a) et b), on entend les méthodes spécifiées en 5.2 et 5.3, et correspondant respectivement aux normes ASTM D 86 et D 1078 et aux normes nationales équivalentes.

Pour la comparaison des résultats de distillation obtenus selon les deux méthodes, utiliser les équations de conversion :

$$t_b = (t_a \times 1,025) - 0,993$$

$$t_a = (t_b \times 0,975) + 0,969$$

où

t_a est la température, en degrés Celsius, correspondant à un volume de distillat donné, relevée suivant la méthode a);

t_b est la température, en degrés Celsius, correspondant au même volume de distillat, relevée suivant la méthode b).

Ces relations ont été établies par T.R. Donlan (Voir «Materials, Research and Standards», Octobre 1962).

5 MÉTHODES D'ESSAI

5.1 Méthode pour la comparaison de la coloration

5.1.1 Solution étalon de coloration

Dissoudre 4,8 mg de dichromate de potassium pur et anhydre dans 1 l d'eau distillée ou d'eau désionisée de pureté au moins équivalente.

5.1.2 Appareillage

Deux tubes de Nessler, de 50 ml, ayant le trait de jauge 50 ml à une distance de la base, mesurée à l'intérieur du tube, comprise entre 110 et 116 mm, à 1 mm près.

5.1.3 Mode opératoire

Filtrer l'échantillon à travers un papier filtre ayant environ 150 mm de diamètre, et rejeter les premiers 10 ml de filtrat. Remplir l'un des tubes de Nessler, jusqu'au trait de jauge, avec l'échantillon filtré, et l'autre avec la solution étalon de coloration. Placer les tubes verticalement, 75 mm au-dessus de la surface d'une plaque de verre opalin réfléchissant la lumière du jour diffuse, et comparer les colorations de l'échantillon et de la solution étalon de coloration. Noter si la coloration de l'échantillon est équivalente, plus claire ou plus foncée que la coloration de la solution étalon de coloration.

5.1.4 Remarque

D'autres méthodes, telles que celles d'ISO 2049, utilisant des étalons de coloration permanents et donnant des résultats équivalents à la coloration spécifiée, peuvent être utilisées, après accord entre les parties intéressées.

5.2 Essai de distillation — Méthode a)

5.2.1 Définitions

5.2.1.1 volume de condensat recueilli : Volume, exprimé en millilitres, de condensat recueilli dans l'éprouvette graduée pour les valeurs lues sur le thermomètre correspondant aux températures spécifiées.

5.2.1.2 point final (de distillation) : Température maximale relevée pendant la distillation. Cette température est habituellement atteinte après évaporation de tout le liquide du fond du ballon.

5.2.2 Appareillage

L'appareillage, dont un modèle convenable est représenté aux Figures 1 et 2, doit comprendre :

5.2.2.1 Ballon de distillation, en verre résistant à la chaleur, de capacité utile 125 ml et de dimensions conformes aux cotes de la Figure 3 a).

5.2.2.2 Thermomètre, à mercure, en verre, sous azote, gradué sur tige, à dos émaillé, et conforme aux spécifications suivantes¹⁾ :

Étendue de l'échelle	- 2 à + 300 °C
Valeur de l'échelon	1 °C
Immersion	totale
Longueur totale	385 ± 5 mm
Diamètre de la tige	6 à 7 mm
Forme du réservoir	cylindrique
Longueur du réservoir	10 à 15 mm
Diamètre du réservoir	5 à 6 mm, et inférieur à celui de la tige
Distance de l'extrémité inférieure du réservoir	
— au trait repère 0 °C	100 à 110 mm
— au trait repère 300 °C	333 à 354 mm
Trait plus long tous les	5 °C
Chiffraison tous les	10 °C
Chambre d'expansion	exigée
Finition du sommet	avec ou sans anneau
Erreur d'échelle, max.	± 0,5 °C jusqu'à 300 °C
Stabilité du zéro	voir Note

NOTE — Le thermomètre doit subir un vieillissement artificiel à l'aide d'un traitement adéquat, avant d'être gradué, afin que la stabilité du zéro soit assurée. Ce traitement doit être tel qu'après le mode opératoire décrit ci-dessous, l'élévation d'un point de référence ne soit pas supérieure à l'erreur maximale spécifiée, et la précision du thermomètre soit dans les limites spécifiées.

Chauffer le thermomètre à une température égale à la valeur maximale de l'échelle et le maintenir à cette température pendant 5 min. Laisser le thermomètre refroidir, soit par refroidissement naturel dans l'air au repos, soit par refroidissement lent (à une vitesse prescrite) dans le bain d'essai jusqu'à 20 °C au-dessus de la température ambiante ou jusqu'à 50 °C, la plus basse de ces deux températures devant être retenue, puis déterminer le zéro. Si un refroidissement rapide est opéré, le zéro doit être déterminé dans un intervalle de 1 h. Chauffer à nouveau le thermomètre à une température égale à la valeur maximale de l'échelle, le maintenir à cette température pendant 24 h, le laisser refroidir jusqu'à l'une des deux températures précitées, à la même vitesse qu'au début de l'essai, et déterminer à nouveau le zéro dans les mêmes conditions que précédemment.

5.2.2.3 Enveloppe protectrice

5.2.2.3.1 Utilisation avec chauffage au gaz

L'enveloppe protectrice doit avoir une section droite rectangulaire et être ouverte au sommet et à la base. Ses dimensions doivent être conformes aux cotes de la Figure 1 et elle doit être constituée d'une tôle métallique d'environ 0,8 mm d'épaisseur.

Dans chacune des deux faces étroites de l'enveloppe protectrice doivent être pratiqués deux trous circulaires, de 25 mm de diamètre, situés 215 mm au-dessous du bord supérieur de l'enveloppe protectrice, conformément à la Figure 1.

1) Les caractéristiques données ont été extraites de la spécification pour le thermomètre ASTM 7C; le thermomètre IP 5C, bien qu'il diffère un peu dans sa spécification, convient aussi pour cet essai.

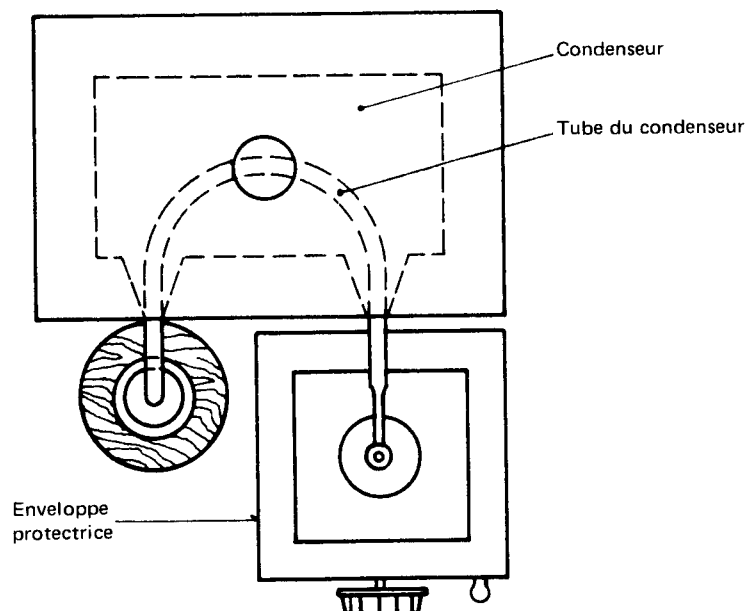
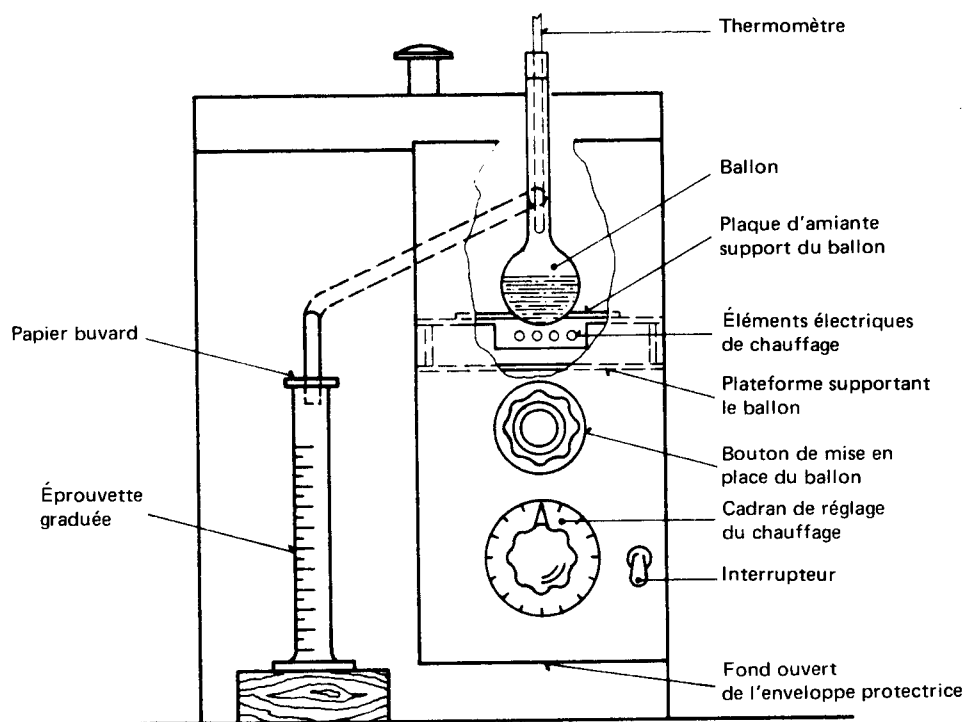
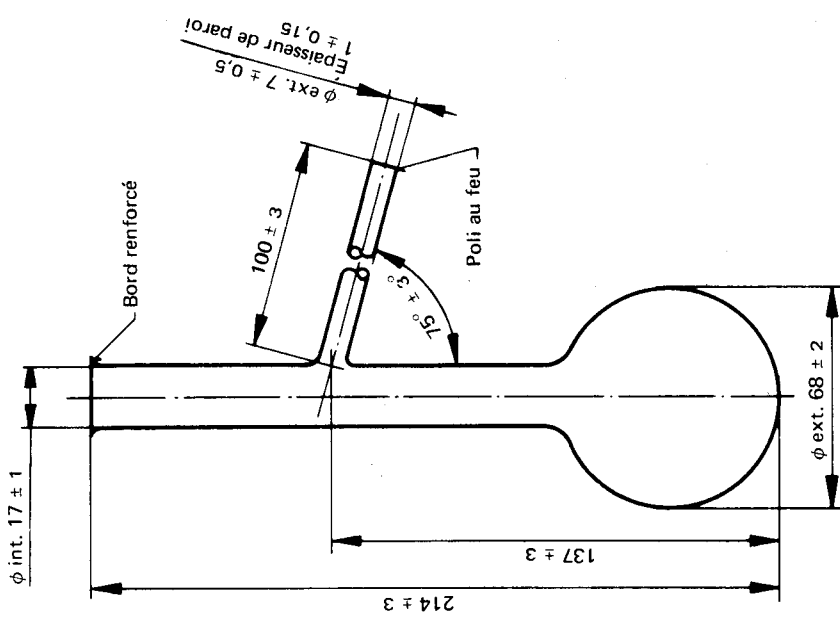
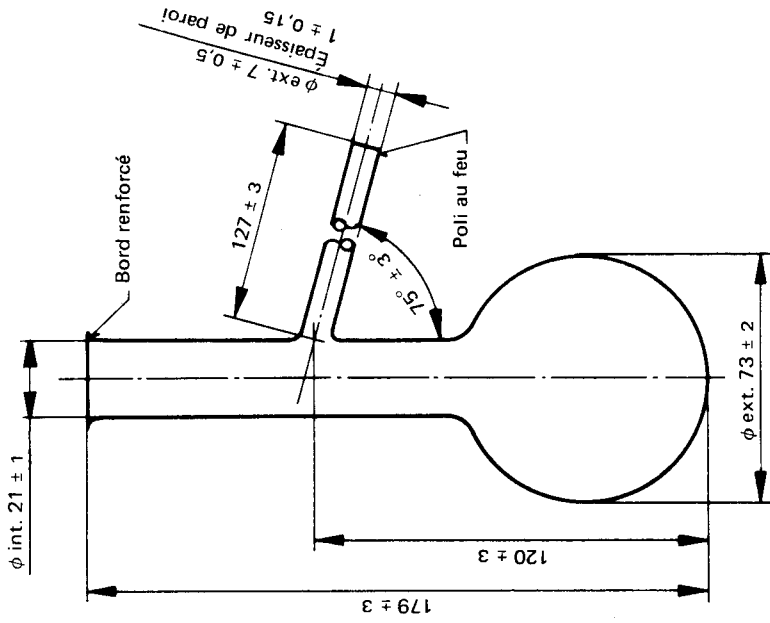


FIGURE 2 – Appareil à distillation à chauffage électrique

Dimensions en millimètres



a) Ballon de 125 ml pour la méthode a)



b) Ballon de 200 ml pour la méthode b)

FIGURE 3 — Ballons de distillation

Dans chacune des quatre faces de l'enveloppe protectrice doivent être pratiqués trois trous ayant leurs centres à 25 mm au-dessus du bord inférieur de l'enveloppe protectrice. Ces trous doivent occuper les positions indiquées par la Figure 1, leur diamètre étant de 12,5 mm.

Au milieu de chacune des plus grandes faces, une fente verticale, ayant les dimensions approximatives indiquées sur la Figure 1, doit être ménagée à partir du bord supérieur de l'enveloppe protectrice, pour le passage de la tubulure du réfrigérant. Un volet mobile, de dimensions appropriées, doit être prévu pour la fermeture de celle des fentes verticales qui n'est pas utilisée. Ce dispositif permet de placer le réfrigérant sur chacune des faces de l'enveloppe protectrice.

Une feuille d'amiante rigide ou de céramique de 3 à 6 mm d'épaisseur et présentant en son centre un trou circulaire de 75 à 100 mm de diamètre doit être maintenue horizontalement dans l'enveloppe protectrice et étroitement ajustée aux faces de cette enveloppe, afin d'empêcher les gaz chauds émanant de la source de chaleur de venir au contact des parois ou du col du ballon. Les supports de cette plaque peuvent être constitués par des pièces de tôle métalliques triangulaires solidement fixées aux quatre coins de l'enveloppe protectrice.

Sur l'une des faces étroites de l'enveloppe protectrice, une porte, présentant les dimensions approximatives indiquées sur la Figure 1 doit être prévue; elle doit déborder tout autour de l'ouverture pratiquée dans l'enveloppe protectrice approximativement de 5 mm.

Au centre de chacune des faces étroites de l'enveloppe protectrice, une fenêtre de mica ou de verre résistant à la chaleur dont le bord inférieur doit être situé au niveau du bord supérieur de la feuille d'amiante peut être ménagée. Les dimensions approximatives et les positions des fenêtres sont indiquées sur la Figure 1.

5.2.2.3.2 Utilisation avec chauffage électrique

Lorsqu'on utilise un chauffage électrique, la partie de l'enveloppe protectrice située au-dessus de la feuille d'amiante ou de céramique doit être conforme à la description de 5.2.2.3.1, mais la partie inférieure (y compris la feuille d'amiante ou de céramique) peut être modifiée ou omise dans la mesure où cette modification n'expose pas le ballon à distiller à des courants d'air (voir Figure 2).

5.2.2.4 Plaque d'amiante dure ou de céramique de 3 à 6 mm d'épaisseur, présentant un orifice central de 50 mm de diamètre, et d'au moins 150 mm de côté. Lorsqu'un chauffage au gaz est utilisé, cette plaque doit reposer sur la feuille décrite en 5.2.2.3.1. Lorsqu'un chauffage électrique est utilisé, la même disposition est adoptée si la feuille subsiste; autrement, la plaque peut être posée directement sur la source de chaleur ou bien, elle peut constituer la face supérieure de la source de chaleur.

Quel que soit le type de chauffage utilisé, il ne faut appliquer au ballon un chauffage direct qu'à travers l'orifice central de la plaque d'amiante ou de céramique.

5.2.2.5 Source de chaleur : soit un brûleur à gaz capable de fournir une chaleur suffisante pour distiller le produit à la vitesse uniforme prescrite en 5.2.5 (il est souhaitable d'adapter un robinet de réglage sensible ou un régulateur), soit un réchaud électrique répondant aux mêmes caractéristiques (un réchaud de faible capacité calorifique, réglable de 0 à 1 kW, a été jugé satisfaisant).

5.2.2.6 Réfrigérant, constitué d'un tube en laiton sans soudure, longueur 560 mm, diamètre extérieur 14 mm et épaisseur de paroi 0,8 à 0,9 mm, plongé dans un bac métallique, de préférence en cuivre ou en laiton. Le tube doit être placé de telle sorte que 390 mm environ de sa longueur soient en contact avec le milieu refroidissant dans le bac et que ses extrémités dépassent les parois du bac d'environ 50 mm côté ballon et 115 mm côté éprouvette. La partie supérieure du tube située à l'extérieur du bac doit être rectiligne et former un angle de 75° avec la verticale. La partie du tube située à l'intérieur du bac peut soit être rectiligne, soit présenter une courbe de grand rayon; la pente moyenne de cette partie doit être de 0,26 mm par millimètre du tube réfrigérant (sinus de l'angle 15°) et en aucune partie, cette pente ne doit être inférieure à 0,24 mm, ni supérieure à 0,28 mm par millimètre du tube. La partie située à l'extrémité inférieure du tube réfrigérant doit être courbée vers le bas sur une longueur de 76 mm, et légèrement ramenée vers l'arrière, de façon à venir en contact avec la paroi de l'éprouvette en un point situé entre 25 et 32 mm sous le sommet de l'éprouvette, lorsque celle-ci est disposée pour recevoir le distillat. L'extrémité inférieure du tube doit être coupée en biseau à angle aigu, de façon que l'extrémité puisse toucher la paroi de l'éprouvette.

La capacité du bac doit être au minimum de 5,55 l de milieu refroidissant. La disposition du tube dans le bain refroidissant doit être telle que son axe soit situé à au moins 32 mm au-dessous du plan supérieur du bac à son entrée dans le bain et au moins 19 mm au-dessus du plan inférieur de ce bac à sa sortie. La distance séparant le tube des parois du bain doit être de 13 mm au minimum, sauf pour les parties proches des points d'entrée et de sortie.

Le bac de refroidissement peut être pourvu d'un robinet disposé au fond pour assurer la vidange ou l'alimentation, et comporter un tube de trop plein à proximité du bord supérieur.

Les dimensions principales du tube et du bac de refroidissement sont données à la Figure 1.

5.2.2.7 Éprouvette graduée, capacité 100 ml, comportant les détails représentés à la Figure 3. L'erreur de volume ne doit pas être supérieure à 1 ml en tout point de l'échelle. La forme de sa base n'est pas fixée, mais doit être telle que l'éprouvette ne culbute pas lorsqu'elle est placée vide sur une surface inclinée faisant un angle de 15° avec un plan horizontal.

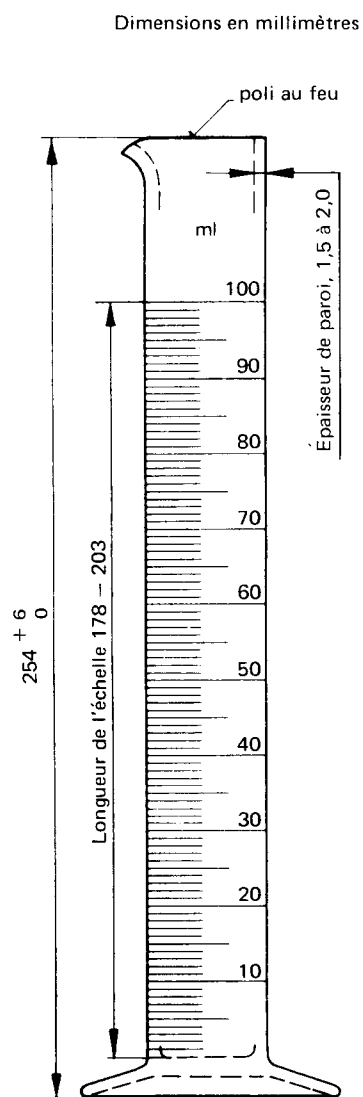


FIGURE 4 – Éprouvette graduée

5.2.3 Montage de l'appareil

5.2.3.1 Assembler l'appareil selon les indications de la Figure 1, après avoir nettoyé le tube réfrigérant avec un morceau de tissu sans peluche fixé à un fil de fer ou de toute autre manière convenable, et en observant les précautions suivantes.

5.2.3.2 Position du thermomètre

Maintenir le thermomètre dans l'axe du col du ballon au moyen d'un bouchon bien ajusté, constitué d'une matière inattaquable par le liquide en cours d'essai, la naissance du tube capillaire uniforme du thermomètre devant être au même niveau que le point intérieur le plus bas de la soudure du tube de dégagement des vapeurs sur le col du ballon de distillation. Le thermomètre doit être à une température de 13 à 18 °C lors de son introduction dans le ballon, au commencement de l'essai.

5.2.3.3 Support du ballon

Si l'enveloppe protectrice est munie d'une feuille d'amiante ou de céramique, placer la plaque d'amiante ou de céramique (voir 5.2.2.4) sur la feuille, de façon que les deux orifices soient approximativement concentriques. Poser le ballon sur la plaque, puis l'enfoncer de manière à obturer l'orifice de la plaque.

5.2.3.4 Raccord du ballon et du réfrigérant

Établir une liaison étanche entre le ballon et le tube du réfrigérant au moyen d'un bouchon de liège traversé par le tube de dégagement des vapeurs, de telle manière que le ballon soit en position verticale, que le tube de dégagement pénètre dans le tube du réfrigérant d'une longueur comprise entre 25 et 50 mm et que ces deux tubes soient coaxiaux.

5.2.3.5 Remplissage du bac de refroidissement

Remplir le bac d'eau ou d'eau additionnée de glace pilée en quantité suffisante pour recouvrir le tube du réfrigérant et pour assurer que la température du bain en début et au cours de la distillation soit comprise entre 0 et 4 °C.

5.2.4 Corrections à appliquer aux températures de distillation spécifiées avant de commencer la distillation

5.2.4.1 Correction de la pression barométrique

Lorsque la pression barométrique est différente de 1 013 mbar (760 mmHg), apporter aux températures de distillation spécifiées les corrections indiquées dans le Tableau 2. Ces corrections sont seulement valables pour des pressions supérieures à 933 mbar (700 mm) de mercure.

TABLEAU 2 – Corrections aux températures

Gamme de température °C	Correction ¹⁾ °C 13 mbar (10 mmHg)
110 à 130	0,47
130 à 150	0,50
150 à 170	0,52
170 à 190	0,54
190 à 210	0,57
210 à 230	0,59

1) À ajouter aux températures de distillation spécifiées lorsque la pression barométrique est supérieure à 1 013 mbar (760 mmHg), à retrancher lorsque la pression barométrique est inférieure à 1 013 mbar (760 mmHg).

5.2.4.2 Correction des erreurs dues au thermomètre

Si le thermomètre fournit des indications inexactes aux températures de distillation spécifiées et corrigées conformément aux dispositions de 5.4.2.1, effectuer une correction supplémentaire de ces températures correspondant à l'erreur propre au thermomètre.

5.2.5 Mode opératoire

5.2.5.1 Mesurer 100 ml de l'échantillon dans l'éprouvette graduée, propre et sèche, l'échantillon et l'éprouvette ayant une température comprise entre 13 et 18 °C, puis transvaser l'échantillon aussi complètement que possible dans le ballon de distillation en prenant soin de ne pas verser de liquide dans le tube de dégagement de la vapeur. Réintroduire le thermomètre dans la position décrite en 5.2.3.1 et placer l'éprouvette graduée, sans séchage préalable, à la sortie du tube du réfrigérant, de telle sorte que l'extrémité de celui-ci débouche dans l'axe de l'éprouvette et y pénètre sur une longueur d'au moins 25 mm, mais sans descendre au-dessous du trait-repère 100 ml. Si la température ambiante n'est pas comprise entre 13 et 18 °C, plonger l'éprouvette graduée jusqu'au niveau de la graduation 100 ml dans un bain transparent maintenu entre ces deux températures. Couvrir le sommet de l'éprouvette d'un fragment de papier buvard ou d'un produit similaire découpé de manière à s'ajuster étroitement au tube du réfrigérant, de façon à empêcher toute condensation de pénétrer dans l'éprouvette. Maintenir le niveau du bain autour de l'éprouvette au trait-repère 100 ml.

5.2.5.2 Régler le chauffage de telle sorte que la première goutte de condensat tombe du réfrigérant à l'issue d'un laps de temps de 5 à 10 min. La première goutte étant tombée, déplacer l'éprouvette de manière à amener l'extrémité du tube du réfrigérant en contact avec sa paroi. Régler à nouveau le chauffage de telle sorte que la distillation se produise à l'allure uniforme de 4 à 5 ml par minute (approximativement 2 gouttes par seconde).

Noter le volume de distillat recueilli, arrondi au 0,5 ml le plus proche, lorsque le thermomètre atteint chacune des températures corrigées correspondant aux températures de distillation spécifiées de 130 °C, 145 °C et 200 °C.

Lorsque le liquide restant dans le ballon est de 5 ml environ, effectuer, si nécessaire, un dernier réglage du chauffage, afin que l'intervalle de temps entre cet instant et celui où le point final (point final de distillation) est atteint, n'excède pas 5 min. Si cette condition n'est pas satisfaite, recommencer l'essai avec modification appropriée du réglage final du chauffage. Consigner le point final et noter si le fond du ballon est sec.

5.2.6 Expression des résultats

Mentionner les volumes de distillat mesurés aux températures corrigées qui correspondent (voir 5.2.4) aux températures spécifiées de 130 °C, 145 °C et 200 °C. Mentionner le point final de distillation convenablement corrigé en appliquant les corrections barométrique et thermométrique. Indiquer si ces valeurs correspondent ou non aux spécifications de 5.2.4. Noter la pression barométrique pendant l'essai et indiquer si les corrections nécessaires ont été appliquées.

5.2.7 Précision

Les critères suivants doivent être utilisés pour juger de l'acceptabilité des résultats (niveau de confiance de 95 %) :

a) Deux résultats obtenus par le même opérateur et avec le même appareillage ne doivent être considérés comme suspects que s'il diffèrent de plus de la répétabilité qui, selon la Figure 5, correspond au résultat d'essai obtenu et au gradient de température régnant au moment où le résultat a été obtenu.

b) Les résultats obtenus séparément par deux laboratoires ne doivent être considérés comme suspects que s'ils diffèrent de plus de la reproductibilité qui, selon la Figure 5, correspond au résultat d'essai obtenu et au gradient de température régnant au moment où le résultat a été obtenu.

c) Pour faciliter l'utilisation de la Figure 5, le gradient de température, en degrés Celsius, pour le pourcentage de volume évaporé ou condensé, en tout point compris entre le point initial de distillation et le point final de distillation ou point sec, doit être supposé le même que le gradient moyen entre deux points de repères situés à égale distance au-dessus et en-dessous du point en question. La distance du point en question à l'un ou à l'autre des points de repères ne doit pas représenter plus de 10 % du volume évaporé ou condensé dans tous les cas, ni plus de 5 %, si le point en question n'est pas inclus dans l'intervalle 10 à 90 %. Pour le point initial de distillation, le point final de distillation ou le point sec, le gradient doit être supposé le même que le gradient moyen sur un intervalle compris entre le point extrême et le point de repère suivant au-dessus ou en-dessous de celui-ci, et ne doit pas excéder 5 % du volume évaporé ou condensé.

d) Dans la Figure 5 (page 10), il sera noté que les échelles marginales droite et gauche, représentant le gradient de température, sont identiques. Ceci facilite le tracé d'une droite horizontale sur le graphique au niveau nécessaire, ce qui peut être fait de toute manière convenable. Au point où la droite coupe l'échelle de précision appropriée, la zone dans laquelle se trouve cette intersection, indiquera la répétabilité ou la reproductibilité attendue.

5.3 Essai de distillation – Méthode b)

5.3.1 Définitions

5.3.1.1 volume de condensat recueilli : Volume, exprimé en millilitres, de condensat recueilli dans l'éprouvette graduée, pour les valeurs lues sur le thermomètre correspondant aux températures spécifiées.

5.3.1.2 point sec : Température relevée au moment de la vaporisation de la dernière goutte de liquide au fond du ballon, toute goutte ou couche mince de liquide située sur les parois du ballon ou du thermomètre n'étant pas considérée.

5.3.2 Appareillage

L'appareillage doit comprendre :