

NORME INTERNATIONALE



2719

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

28

**Produits pétroliers — Détermination du point d'éclair —
Méthode Pensky-Martens en vase clos**

Première édition — 1973-09-01

CDU 665.5 : 536.46

Réf. N° : ISO 2719-1973 (F)

Descripteurs : produit pétrolier, liquide, huile, essai, essai d'inflammabilité, point d'éclair.

Prix basé sur 8 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.

La Norme Internationale ISO 2719 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers*, et soumise aux Comités Membres en juillet 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Portugal
Allemagne	Iran	Roumanie
Australie	Irlande	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suède
Canada	Mexique	Tchécoslovaquie
Chili	Norvège	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	U.R.S.S.
Hongrie	Pologne	U.S.A.

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

France

Produits pétroliers — Détermination du point d'éclair — Méthode Pensky-Martens en vase clos

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination du point d'éclair en vase clos au moyen de l'appareil Pensky-Martens, des fuel oils, des huiles lubrifiantes, des produits à la surface desquels un film tend à se former dans certaines conditions d'essais et d'autres liquides.

Les points d'éclair et de feu en vase ouvert des produits pétroliers peuvent être déterminés suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 2592, *Produits pétroliers — Détermination des points d'éclair et de feu — Méthode Cleveland en vase ouvert*. Le point d'éclair des huiles siccatives et suspensions de solides peut être déterminé suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 1523, *Peintures et vernis — Détermination du point d'éclair — Méthode en vase ouvert*.

NOTE — La méthode décrite dans la présente Norme Internationale peut être utilisée pour se rendre compte de la contamination de certaines huiles lubrifiantes par de faibles quantités de produits volatils.

2 PRINCIPE

La prise d'essai est chauffée à un régime lent et uniforme, en remuant constamment. Une petite flamme est dirigée dans le vase à intervalles réguliers de température tandis que l'on cesse de remuer.

Le point d'éclair est la température la plus basse à laquelle l'application de la flamme d'essai provoque l'inflammation des vapeurs émises au-dessus de la prise d'essai.

3 APPAREILLAGE

3.1 Appareil Pensky-Martens en vase clos, tel que décrit à l'Annexe A.

NOTE — Il existe des appareils automatiques satisfaisants pour déterminer le point d'éclair, qui peuvent présenter l'avantage de raccourcir le temps d'essai et de permettre l'utilisation d'échantillons plus petits, et qui possèdent, par ailleurs, d'autres avantages justifiant leur emploi. Si ces appareils automatiques sont utilisés, l'utilisateur doit s'assurer que toutes les instructions du fabricant concernant l'étalonnage, le réglage et la manipulation de l'appareil sont respectées.

En cas de litige, la détermination du point d'éclair, effectuée manuellement doit être considérée comme méthode d'arbitrage.

3.2 Thermomètres, à immersion partielle, conformes aux spécifications du tableau :

- à échelle basse pour les produits dont le point d'éclair est compris entre 12 et 110 °C;
- à échelle haute pour les produits dont le point d'éclair est compris entre 107 et 370 °C.

NOTE — Pour les produits dont le point d'éclair est compris entre 107 et 110 °C, l'un ou l'autre de ces thermomètres peut être utilisé.

TABLEAU — Spécifications des thermomètres

	Échelle basse	Échelle haute
Échelle	-7 à + 110 °C	+ 90 à + 370 °C
Immersion	57 mm	57 mm
Échelon	0,5 °C	2 °C
Traits longs à chaque	1 °C	10 °C
Chiffraison à chaque	5 °C	20 °C
Erreur d'échelle, max.	0,5 °C	1,5 °C
Chambre d'expansion permettant un chauffage jusqu'à	160 °C	370 °C
Longueur hors tout	287 ± 5 mm	287 ± 5 mm
Diamètre de la tige	6 à 7 mm	6 à 7 mm
Longueur du réservoir	9 à 13 mm	8 à 10 mm
Diamètre du réservoir	≧ tige	4,5 à 6 mm
Distance du fond du réservoir au trait repère	0 °C : 85 à 98 mm	110 °C : 86 à 99 mm
Distance du fond du réservoir au trait repère	100 °C : 221 à 237 mm	360 °C : 227 à 245 mm
Renflement de la tige		
Diamètre	7,5 à 8,5 mm	7,5 à 8,5 mm
Longueur	2,5 à 5,0 mm	2,5 à 5,0 mm
Distance jusqu'au fond du réservoir	64 à 66 mm	64 à 66 mm

4 PRÉPARATION DE L'APPAREILLAGE

Poser l'appareil sur une table horizontale et bien stable. À moins que les essais ne soient effectués dans une pièce ou un compartiment sans courant d'air, il est recommandé, mais non exigé, d'entourer l'appareil sur trois côtés au moyen d'écrans de protection d'environ 46 cm de largeur et 61 cm de hauteur.

5 PRÉPARATION DE LA PRISE D'ESSAI

5.1 Les prises d'essai de produits très visqueux peuvent être chauffées jusqu'à ce qu'elles deviennent assez fluides, avant d'être soumises à l'essai. Cependant, aucune prise d'essai ne doit être chauffée plus qu'il n'est absolument nécessaire. Elle ne doit jamais dépasser une température inférieure de 17 °C à celle du point d'éclair présumé.

5.2 Les prises d'essai contenant de l'eau en solution ou à l'état libre peuvent être déshydratées au chlorure de calcium ou par filtration à travers un papier filtre ou un tampon d'ouate absorbant, sec et non tassé. Il est possible de chauffer la prise d'essai, mais le chauffage ne doit pas être effectué pendant des périodes prolongées ni élever la température à une valeur inférieure de 17 °C à celle du point d'éclair présumé.

NOTE — Si l'on suppose que l'échantillon contient des impuretés volatiles, ne pas tenir compte du traitement indiqué en 5.1 et 5.2.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Nettoyer et sécher soigneusement toutes les parties du vase et de ses accessoires avant de commencer l'essai, pour s'assurer que tout le solvant utilisé pour nettoyer l'appareil a été éliminé. Remplir le vase avec la prise d'essai jusqu'au niveau indiqué par la marque de remplissage. Placer le couvercle sur le vase et disposer ce dernier dans l'étuve. S'assurer que les dispositifs de mise en place et de fermeture sont correctement enclenchés. Introduire le thermomètre. Allumer la flamme d'essai et la régler à un diamètre d'environ 4 mm. Régler le chauffage à un régime tel que la température indiquée par le thermomètre s'accroisse de 5 à 6 °C/min. Mettre en route l'agitateur à une vitesse de 90 à 120 tr/min et tournant dans le sens descendant.

6.2 Si la prise d'essai a un point d'éclair présumé inférieur ou égal à 104 °C, commencer à présenter la flamme d'essai pour une température de la prise d'essai inférieure de 17 °C à celle du point d'éclair, puis à tous les multiples de 1 °C. Présenter la flamme d'essai à l'aide du mécanisme monté sur le couvercle commandant le volet et la veiller pour que la flamme soit abaissée jusqu'au-dessus du vase où sont émises les vapeurs, en 0,5 s, laissée en position basse pendant 1 s et relevée rapidement jusqu'à sa position haute. Arrêter l'agitation pendant la manoeuvre de la flamme d'essai.

6.3 Si la prise d'essai a un point d'éclair présumé supérieur à 104 °C, présenter la flamme d'essai de la même manière que ci-dessus tous les 2 °C en commençant à une température inférieure de 17 °C à celle du point d'éclair présumé.

6.4 Noter comme point d'éclair la température lue sur le thermomètre au moment où l'application de la flamme d'essai provoque un éclair distinct à l'intérieur du vase. Ne pas confondre le point d'éclair réel avec le halo bleuâtre qui entoure quelquefois la flamme d'essai au moment d'applications précédant celle qui provoque le véritable éclair.

7 CORRECTIONS EN FONCTION DE LA PRESSION BAROMÉTRIQUE

Relever la pression atmosphérique. Calculer le point d'éclair corrigé, ramené à la pression atmosphérique normale de 1,013 bar, en ajoutant algébriquement à la température obtenue, la correction donnée, en degrés Celsius, par la formule suivante :

$$\frac{1,013 - p}{0,033} \times 0,9$$

où p est la pression atmosphérique, en bars.

Arrondir le résultat ainsi corrigé au nombre entier le plus proche.

8 FIDÉLITÉ

Les données suivantes doivent être utilisées pour juger de la validité des résultats (95 % de probabilité).

8.1 Répétabilité

Deux résultats obtenus par le même opérateur devront être rejetés s'ils présentent entre eux une différence supérieure à :

Point d'éclair	Répétabilité
inférieur ou égal à 104 °C	2 °C
supérieur à 104 °C	5,5 °C

8.2 Reproductibilité

Les résultats soumis par deux laboratoires devront être rejetés s'ils présentent entre eux une différence supérieure à :

Point d'éclair	Reproductibilité
inférieur ou égal à 104 °C	3,5 °C
supérieur à 104 °C	8 °C

NOTE — Les limites de fidélité indiquées ne proviennent pas d'un programme d'essais comparatifs conduit en degrés Celsius mais ont été calculées à partir du programme fondé sur l'échelle Fahrenheit.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

La valeur corrigée du point d'éclair doit être notée dans le procès-verbal d'essai comme point d'éclair Pensky-Martens en vase clos, en faisant référence à la présente Norme Internationale.

ANNEXE A

APPAREIL PENSKY-MARTENS EN VASE CLOS

Un montage type de l'appareil, chauffé au gaz, est indiqué sur la Figure 1. L'appareil est constitué d'un vase d'essai, d'un couvercle et d'une étuve conforme aux spécifications suivantes :

A.1 Vase, en laiton, ou tout autre métal non sujet à la rouille, de conductibilité thermique équivalente et conforme aux spécifications dimensionnelles indiquées sur la Figure 2. Le collet doit être équipé de dispositifs permettant la mise en place du vase dans l'étuve. Une poignée fixée au collet du vase est un accessoire utile. La poignée ne doit pas être lourde au point de faire basculer le vase lorsqu'il est vide.

A.2 Ensemble couvercle, comprenant :

A.2.1 Couvercle (voir Figure 3), en laiton, ou tout autre métal non sujet à la rouille, de conductibilité thermique équivalente, ayant un rebord rabattu jusqu'au collet du vase. Le rebord doit s'ajuster parfaitement sur le bord extérieur du vase avec un jeu ne dépassant pas 0,36 mm sur le diamètre. Il doit être muni d'un dispositif de mise en place ou de fermeture, ou les deux, coïncidant avec le dispositif correspondant situé sur le vase. Les quatre ouvertures du couvercle, A, B, C et D, sont indiquées sur la Figure 3. Le bord supérieur du vase doit être en contact étroit avec la face interne du couvercle sur toute la circonférence.

A.2.2 Volet, en laiton (voir Figure 4), d'environ 2,4 mm d'épaisseur, manoeuvrant sur la partie supérieure du couvercle. La forme et le montage du volet doivent être tels qu'il puisse tourner sur l'axe passant par le centre du couvercle, entre deux butées placées de manière que dans la position extrême, les ouvertures A, B et C du couvercle soient complètement fermées et que dans la position extrême inverse, ces ouvertures soient complètement dégagées. Le mécanisme actionnant le volet doit être du type à ressort et construit pour qu'au repos, le volet ferme avec soin les trois ouvertures, qu'en le mettant dans l'autre position extrême, les trois ouvertures soient complètement dégagées et que la pointe du dispositif d'allumage soit complètement abaissée.

A.2.3 Dispositif de présentation de la flamme (voir Figure 4), possédant une pointe munie d'un orifice de 0,69 à 0,79 mm de diamètre. Cette pointe doit être, de préférence, fabriquée en acier inoxydable, mais d'autres métaux appropriés peuvent être utilisés. Le dispositif de présentation de la flamme doit être équipé d'un mécanisme qui, lorsque le volet est en position «ouvert», abaisse la

pointe de façon à ce que le centre de l'orifice se trouve entre les plans des faces inférieure et supérieure du couvercle proprement dit, en un point du rayon passant par le centre de la plus grande ouverture A (voir Figure 3).

A.2.4 Veilleuse, pour réaliser l'allumage automatique du dispositif. Une perle d'environ 4 mm de diamètre peut être montée sur le couvercle de façon à pouvoir régler, par comparaison, la dimension de la flamme d'essai. La pointe de la veilleuse doit être munie d'une ouverture de même dimension que celle de la pointe du dispositif de présentation de la flamme, de 0,69 à 0,79 mm de diamètre.

A.2.5 Agitateur (voir Figure 4), monté au centre du couvercle et comportant deux hélices à deux pales métalliques. La tige du dispositif d'agitation peut être couplée au moteur par un câble souple ou tout autre dispositif de transmission par poulie convenable.

A.3 Étuve. Le chauffage du vase peut être réalisé au moyen d'une étuve proprement dite, formant bain d'air. L'étuve doit être constituée d'un bain d'air et d'une plaque supérieure sur laquelle repose le collet du vase.

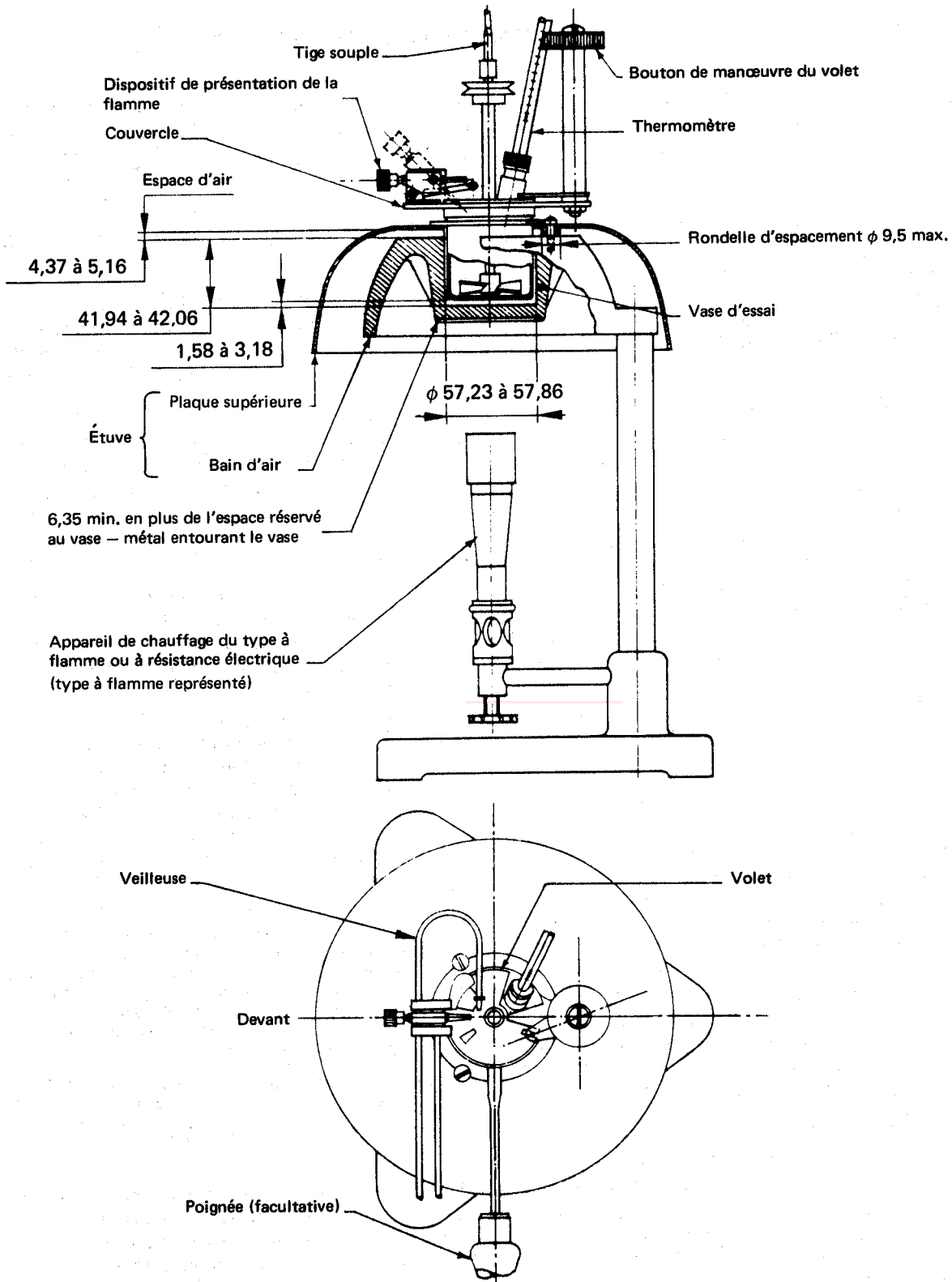
A.3.1 Bain d'air, avec espace annulaire conforme aux spécifications dimensionnelles indiquées sur la Figure 1. Le bain d'air peut être constitué soit par un bloc métallique coulé chauffé par une flamme ou électriquement (voir Note 1), soit par un élément de résistance électrique (voir Note 2). Dans chaque cas, le bain d'air doit être conçu de façon à ne pas se déformer, aux températures prévues.

NOTES

1 Si l'élément de chauffage est une pièce métallique coulée chauffée par une flamme ou électriquement, celui-ci doit être conçu et utilisé de telle sorte que la température du fond et des parois soient approximativement les mêmes. Dans ce cas, l'épaisseur des parois ne doit pas être inférieure à 6 mm. Le bloc doit être conçu de façon que les produits de combustion ne puissent pas remonter et entrer en contact avec le vase.

2 Si le bain d'air est chauffé par une résistance électrique, il doit être équipé de façon que toutes les parties de la surface intérieure soient chauffées uniformément. Les parois et le fond du bain d'air devront avoir une épaisseur d'au moins 6 mm.

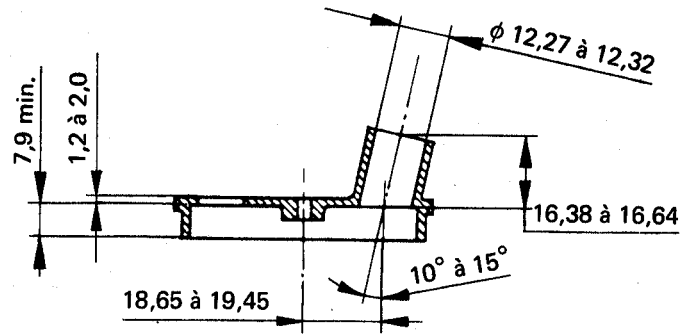
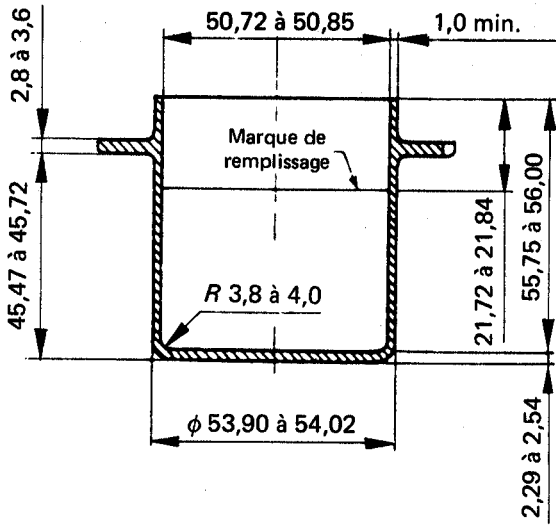
A.3.2 Plaque supérieure, en métal, montée de façon à ménager un espace entre elle et le bain d'air. Elle doit être assemblée au bain d'air au moyen de trois vis et de rondelles d'espacement. Les rondelles doivent être d'une épaisseur suffisante pour assurer un espace d'air de 4,8 mm et leur diamètre ne doit pas être supérieur à 9,5 mm.



NOTE - Le montage du couvercle peut être prévu à droite ou à gauche

FIGURE 1 - Appareil d'essai Pensky-Martens en vase clos

Dimensions en millimètres



Coupe X-X

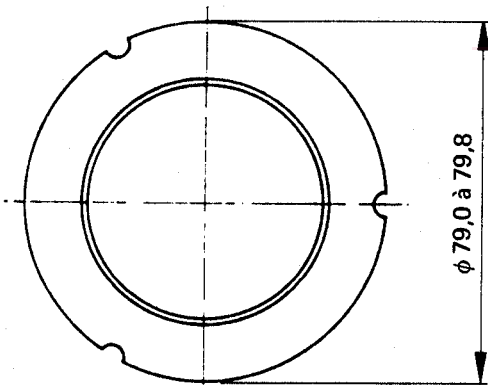


FIGURE 2 – Vase d'essai

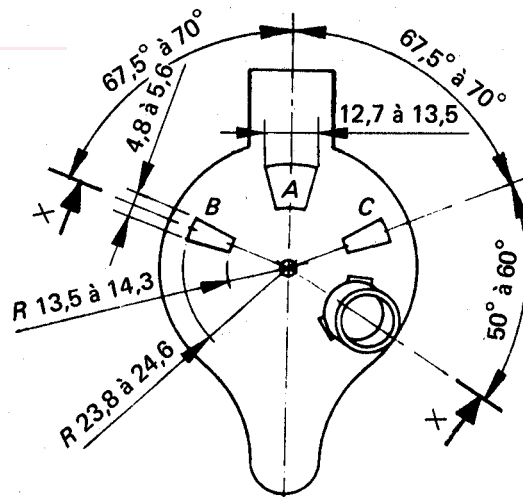


FIGURE 3 – Couvercle proprement dit

ANNEXE B

NORMALISATION DE LA FABRICATION DES THERMOMÈTRES ET DES BAGUES

B.1 Le thermomètre à échelle basse, qui est conforme aux spécifications du thermomètre de l'appareil d'essai Tag en vase clos et qui est fréquemment monté par l'intermédiaire d'une bague destinée à l'ajuster dans le couvercle de l'appareil Tag, peut être complété par un adaptateur (Figure 5) pour être monté dans l'orifice de plus grand diamètre de l'appareil Pensky-Martens. Des différences de dimensions de ces orifices, qui n'affectent pas les résultats d'essai, sont cependant une source de difficultés indésirables pour les fabricants et les fournisseurs d'appareils, comme pour les utilisateurs.

B.2 La conformité aux spécifications dimensionnelles indiquées à la Figure 5 n'est pas obligatoire, mais recommandée aux utilisateurs, comme aux fournisseurs des appareils Pensky-Martens en vase clos.

B.3 La longueur du renflement et la distance de l'extrémité inférieure du renflement au fond du réservoir doivent être mesurées à l'aide d'une jauge comme indiqué sur la Figure 6.

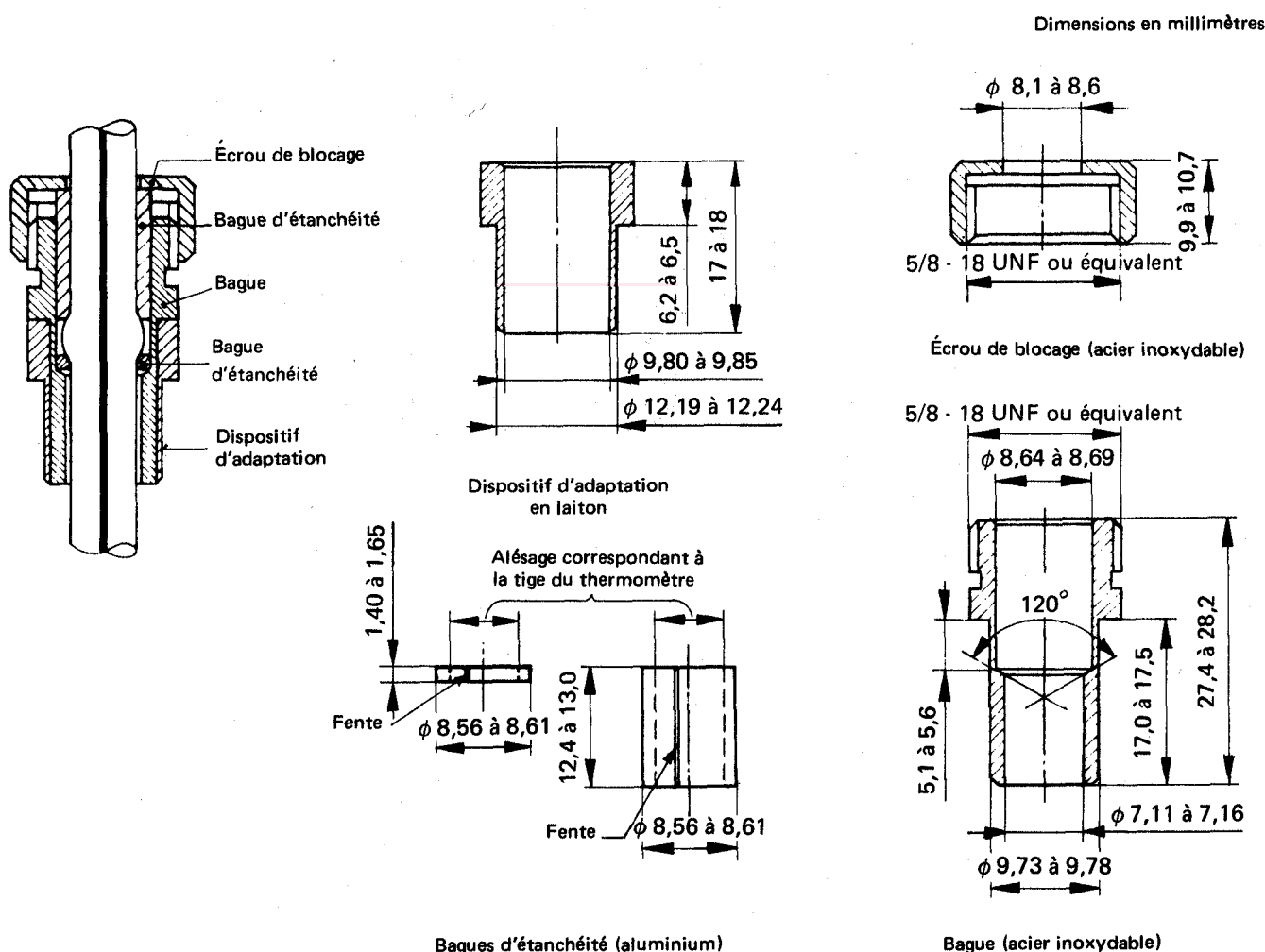


FIGURE 5 – Dispositif d'adaptation des thermomètres

Dimensions en millimètres

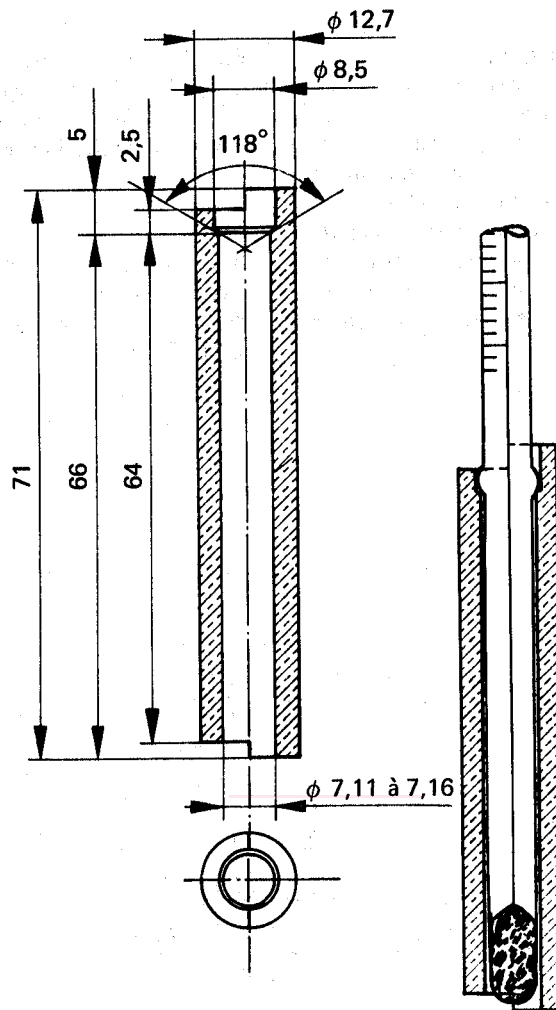


FIGURE 6 — Jauge d'essai pour le contrôle des renforcements des thermomètres