

NORME INTERNATIONALE

ISO
2719

Deuxième édition
1988-12-01



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

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

*Petroleum products and lubricants — Determination of flash point — Pensky-Martens closed
cup method*

iTeh Standards

(<https://standards.itih.ai>)

Document Preview

ISO 2719:1988

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/4605ab30-6f23-4712-8571-f40d7f634c55/iso-2719-1988>

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 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2719 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2719 : 1973) dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A, B et C font partie intégrante de la présente Norme internationale.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes de détermination du point d'éclair en vase clos au moyen de l'appareil Pensky-Martens, des combustibles liquides, des liquides avec des matières en suspension, des huiles lubrifiantes, des produits à la surface desquels un film tend à se former dans les conditions de l'essai 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 : 1973, *Produits pétroliers — Détermination des points d'éclair et de feu — Méthode Cleveland en vase ouvert*. Les points d'éclair des peintures et vernis et des huiles siccatives peuvent être déterminés suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 1523 : 1983, *Peintures, vernis, pétrole et produits assimilés — Détermination du point d'éclair — Méthode à l'équilibre en vase clos*.

NOTES

1 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 que l'on rencontre souvent dans les fluides par suite d'un semi-craquage. Toutefois, la température inférieure à laquelle de tels produits peuvent produire une atmosphère inflammable peut être plus basse que celle trouvée par cette méthode. (Voir aussi article 6, second alinéa et note en 7.3.)

2 Cette méthode devra être utilisée pour mesurer ou décrire les propriétés des matériaux, produits ou systèmes lorsque soumis à un effet de chaleur ou de flammes sous des conditions contrôlées en laboratoire. Dans des conditions réelles d'incendie, la réponse à la chaleur ou aux flammes pourra être différente.

2 Définition

point d'éclair: La température la plus basse corrigée de la pression barométrique de 101,3 kPa, à laquelle l'application d'une flamme d'essai provoque l'allumage d'une portion de vapeur dans des conditions d'essai spécifiées.

NOTES

1 On estime que l'échantillon a atteint le point d'éclair lorsqu'une flamme franche apparaît et se propage instantanément à la surface de l'échantillon.

2 De temps en temps, particulièrement lorsqu'on s'approche du point d'éclair réel, l'application de la flamme d'essai provoque l'apparition d'un halo bleuté ou d'une flamme élargie. Ceci n'est pas le point d'éclair et doit être ignoré.

3 Principe

La prise d'essai est chauffée à un régime lent et uniforme, en remuant constamment, dans un vase clos. Une petite flamme est dirigée par une ouverture (maintenue close à d'autres moments) 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.

4 Appareillage

4.1 Thermomètre, à immersion partielle, conforme aux spécifications données dans l'annexe A :

- à échelle basse, pour les produits dont le point d'éclair est compris entre 10 °C et 110 °C ;
- à échelle moyenne, tel par exemple le thermomètre ASTM 88C ou le thermomètre IP 101C ;
- à échelle haute, pour les produits dont le point d'éclair est compris entre 110 °C et 370 °C.

4.2 Appareil Pensky-Martens en vase clos, tel que décrit dans l'annexe B.

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.

4.3 Adaptateur, prévu pour l'utilisation avec thermomètre à échelle basse (voir annexe C).

5 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'un écran de protection d'environ 400 mm de largeur et de 600 mm de hauteur.

6 Préparation de la prise d'essai

Les échantillons soumis à l'essai ne doivent pas être stockés dans des flacons en polyéthylène, en polypropylène ou autres plastiques, à cause de la diffusion possible des produits légers à travers les parois des flacons.

Si l'on suppose que l'échantillon contient des impuretés volatiles, ne pas tenir compte du traitement indiqué en 6.1 et 6.2.

6.1 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.

Si la différence de température entre le point de fusion et le point d'éclair d'un liquide est inférieure à 20 °C, chauffer l'échantillon à 3 °C ± 1 °C au-dessus de son point de fusion et transférer immédiatement une prise d'essai dans le vase, puis poursuivre comme spécifié dans l'article 8, en négligeant les températures minimales indiquées dans cet article.

6.2 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, la température ne devant pas être élevée à une valeur inférieure de 17 °C à celle du point d'éclair présumé.

Lors de l'élimination de l'eau, il est aussi probable que des produits inflammables solubles dans l'eau seront enlevés.

6.3 Pour les points d'éclair présumés en-dessous de la température ambiante, préparer l'appareillage comme suit.

6.3.1 Enlever le vase d'essai (comprenant le couvercle, le thermomètre et l'agitateur) de l'appareil.

6.3.2 Placer l'ensemble dans un bain réfrigérant approprié (eau ou un mélange 1 + 1 d'eau et d'éthylène glycol). Le bain doit pouvoir contenir l'agitateur et le couvercle. Prévoir un support pour le vase dans le bain, de telle façon que le couvercle et la partie supérieure soient horizontales et que le vase soit immergé en contact direct avec le liquide du bain dans une position telle que le niveau d'essai dans le vase soit le même que celui du liquide du bain.

NOTE — Si l'on utilise de l'acétone ou des glaçons pour refroidir le bain, ne pas les mettre en contact direct avec le liquide du bain.

6.3.3 Lorsque le thermomètre, en contact avec la prise d'essai atteint une température d'au moins 5 % inférieure au point d'éclair supposé, retirer le bain. Appliquer la flamme d'essai

tous les 1 °C; la température ambiante supérieure provoque la continuation de l'élévation de température de la portion d'essai.

7 Mode opératoire

7.1 Nettoyer et sécher soigneusement toutes les parties du vase et de ses accessoires avant de commencer l'essai. S'assurer que toute trace de solvant utilisé pour nettoyer l'appareil a bien été éliminée. 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'enceinte chauffante (ou dans le bain réfrigérant, dans le cas d'un point d'éclair présumé en-dessous de la température ambiante, voir 6.3). Prendre soin d'engager convenablement le vase dans son logement. Mettre le thermomètre en place. Allumer la flamme d'essai et la régler à un diamètre d'environ 4 mm ± 0,5 mm. Régler le chauffage à un régime tel que la température indiquée par le thermomètre s'accroisse de 5 °C à 6 °C/min. Mettre en route l'agitateur à une vitesse de 90 tr/min à 120 tr/min, de façon que la prise d'essai soit dirigée de haut en bas.

7.2 Pour les produits ayant un point d'éclair présumé inférieur ou égal à 110 °C, appliquer la flamme d'essai tous les degrés jusqu'à 110 °C en commençant à une température comprise entre 18 °C et 28 °C en-dessous du point d'éclair présumé. Présenter la flamme d'essai à l'aide du mécanisme monté sur le couvercle commandant le volet et la veilleuse 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 manœuvre de la flamme d'essai (voir également 6.1, second alinéa).

7.3 Si la prise d'essai a un point d'éclair présumé supérieur à 110 °C, présenter la flamme d'essai de la même manière que ci-dessus tous les 2 °C en commençant à une température comprise entre 17 °C et 28 °C en dessous du point d'éclair présumé.

NOTE — La procédure décrite en 7.2 et 7.3 n'est pas nécessairement applicable lorsque l'essai est effectué pour déterminer la présence éventuelle de contaminants volatils.

7.4 Noter comme point d'éclair la température lue sur le thermomètre au moment où la seconde application ou la suivante, de la flamme d'essai jusqu'à la 20^{ème} application, 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.

Si un point d'éclair est observé lors de la première application de la flamme à l'échantillon, ou si aucun point d'éclair n'a eu lieu qu'après la 20^{ème} présentation à la flamme, il faut refaire l'essai avec une nouvelle prise d'essai, ces délais fixant respectivement la valeur inférieure ou supérieure du point d'éclair. Si un point d'éclair est observé lors de la première application de la flamme, mais aucun point n'est observé à la température dont la valeur est inférieure à celle de la température de la première application de la flamme, cette température est le point d'éclair.

8 Méthode alternative pour les produits fortement visqueux

8.1 Amener le produit soumis à l'essai et l'appareil de mesure à la température de $15\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ ou 11 °C plus bas que le point d'éclair présumé quelque soit son niveau inférieur. Mettre en route l'agitateur à une vitesse de $250\text{ tr/min} \pm 10\text{ tr/min}$, dans un sens tel que le courant de convection du produit soit dirigé de haut en bas. Élever la température pendant toute la durée de l'essai à une vitesse comprise entre 1 °C à $1,5\text{ °C/min}$. À l'exception de ces recommandations pour les vitesses d'agitation et de chauffage, procéder comme décrit dans l'article 7.

8.2 Si la différence de température entre le point de fusion et le point d'éclair d'un matériau soumis à l'essai est inférieure à 14 °C , chauffer l'échantillon de $3\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ au-dessus de sa température de fusion et transférer immédiatement la prise d'essai dans le vase et procéder comme indiqué dans l'article 7 en ne tenant pas compte des températures minimales spécifiées.

8.3 Exemples de matériaux très visqueux: huiles lourdes, solutions polymériques, adhésifs, etc. Si les résultats obtenus avec de tels matériaux, en se conformant aux articles 6 et 7, sont douteux, répéter l'opération en se conformant à la méthode donnée dans le présent article. La température d'éclair la plus haute doit être considérée comme le point d'éclair du matériau.

9 Étalonnage

9.1 Déterminer le point d'éclair du *p*-xylène en suivant les instructions des articles 6 et 7. Lorsque l'analyseur fonctionne correctement, on obtient une valeur de $27,2\text{ °C} \pm 1,1\text{ °C}$.

9.2 Si le point d'éclair obtenu sur le *p*-xylène ne se situe pas dans les limites établies en 9.1, vérifier l'état de l'appareil pour s'assurer de la conformité avec les détails listés dans l'annexe B, spécialement de l'étanchéité du couvercle, le fonctionnement du volet et la position de la flamme d'essai. Après ajustements, si nécessaire, recommencer l'essai. Le *p*-xylène ayant un point d'éclair de $27,2\text{ °C} \pm 1,1\text{ °C}$ n'est pas un matériau de référence approprié dans les gammes de température élevées qui peuvent aller jusqu'à 370 °C pour le Pensky-Martens en vase clos.

9.3 Le *p*-xylène doit être conforme aux exigences suivantes:

densité relative à $15,56\text{ °C} / 15,56\text{ °C} \dots \dots$
 $0,860\text{ min} / 0,866\text{ max}$.

limite d'ébullition $\dots \dots 2\text{ °C}$ du départ jusqu'au point sec (la limite doit inclure le point d'ébullition du *p*-xylène pur qui est de $138,35\text{ °C}$)

pureté $\dots \dots 95\text{ % min}$. (point de congélation de $11,23\text{ °C min.}$)

10 Expression des résultats

10.1 Correction de pression barométrique

Observer et noter la pression atmosphérique ambiante au moment de l'essai. Lorsque la pression diffère de $101,3\text{ kPa}$, corriger le point d'éclair de la façon suivante:

$$\text{point d'éclair corrigé} = C + 0,25 (101,3 - p)$$

où

C est le point d'éclair observé, en degrés Celsius;

p est la pression atmosphérique ambiante, en kilopascals.

La pression atmosphérique utilisée pour le présent calcul doit être la même que celle de la pression ambiante du laboratoire au moment de l'essai. De nombreux baromètres anéroïdes, tels que ceux utilisés dans les stations météorologiques ou aéroports, sont corrigés pour donner des indications ramenées à la pression du niveau de la mer. Ces baromètres ne doivent pas être utilisés.

NOTE — Si la pression est mesurée en millimètres de mercure, utiliser la formule

$$\text{point d'éclair corrigé} = C + 0,033 (760 - p')$$

où p' est la pression en millimètres de mercure.

10.2 Arrondir le point d'éclair ainsi corrigé au $0,5\text{ °C}$ près.

10.3 Fidélité

10.3.1 Méthode de base

La fidélité de la présente méthode, obtenue à partir de l'examen statistique des résultats d'essais interlaboratoires, est la suivante.

10.3.1.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais obtenus par le même opérateur, avec le même appareillage dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit pas, dans une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode, dépasser plus d'une fois sur 20 les valeurs indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1 — Répétabilité

Produits	Point d'éclair, °C	Répétabilité
Suspension de solides	35 à 43,5	2
Divers	104 et au-dessous Au-dessus de 104	2 6

10.3.1.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants obtenus par des opérateurs différents dans des laboratoires différents, sur un produit identique, ne doit pas, dans une longue

série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode, dépasser plus d'une fois sur 20 les valeurs indiquées dans le tableau 2.

Tableau 2 — Reproductibilité

Produits	Point d'éclair, °C	Répétabilité
Suspensions de solides	35 à 43,5	3,5
Divers	104 et au-dessous Au-dessus de 104	3,5 8,5

10.3.2 Méthode alternative

Les critères suivants doivent être utilisés pour juger de l'acceptabilité des résultats (95 % de confiance) obtenus sur les produits visqueux qui ont tendance à former un film en surface.

10.3.2.1 Répétabilité

Les moyennes de deux résultats obtenus sur le même échantillon, le même jour, par le même opérateur et de deux résultats d'un autre jour seront considérées comme douteuses si elles présentent entre elles une différence supérieure à 5 °C.

10.3.2.2 Reproductibilité

Les moyennes de deux résultats obtenus sur un même échantillon, le même jour, par un opérateur, comparées à la moyenne de deux résultats obtenus sur le même échantillon par un opérateur différent, dans un laboratoire différent, n'importe quel jour, seront considérées comme douteuses si elles diffèrent de plus de 10 °C.

NOTE — Les définitions de la répétabilité et de la reproductibilité pour cette procédure représentent différents paramètres de la variance de celles correspondant aux définitions de 10.3.1.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- le type et l'identification du produit soumis à l'essai;
- la référence à la présente Norme internationale;
- les résultats de l'essai (voir 10.2);
- toute modification au mode opératoire spécifié, résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- la date de l'essai.

Itch Standards
(<https://standards.itech.ai>)
Document Preview

ISO 2719:1988

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/iso/4605ab30-6f23-4712-8571-f40d7f634c55/iso-2719-1988>