NORME INTERNATIONALE

ISO 3679

Cinquième édition 2022-11

Détermination du point d'éclair — Méthode de l'éclair de type passe/ne passe pas et méthode du point d'éclair en vase clos à petite échelle

Determination of flash point – Method for flash no-flash and flash point by small scale closed cup tester

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 3679:2022

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b8c515-6966-4363-a317a5360d974172/iso-3679-2022



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3679:2022 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b8c515-6966-4363-a317-a5360d974172/iso-3679-2022



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8 CH-1214 Vernier, Genève Tél.: +41 22 749 01 11 E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sor	mmaire	Page
Avar	nt-propos	v
Intro	oduction	vii
1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Termes et définitions	2
4	Principe	
_	4.1 Modes opératoires rapides à l'équilibre A et B	3
5	Produits et réactifs	3
6	Appareillage	3
7	Préparation de l'appareillage 7.1 Généralités 7.2 Localisation de l'appareillage 7.3 Nettoyage de l'assemblage de coupe d'essai et des accessoires 7.4 Vérification de l'appareillage	4 5
8	Échantillonnage	5
9	Manipulation des échantillons 9.1 Produits pétroliers et esters méthyliques d'acides gras 9.1.1 Sous-échantillonnage 9.1.2 Échantillons liquides à température ambiante 9.1.3 Échantillons semi-solides ou solides à température ambiante 9.1.4 Échantillons contenant de l'eau dissoute ou libre ne faisant pas partie du produit	6 6 6
	9.2 Peintures, vernis et produits assimilés 15/94b8c515-6966-4363-a317-	6
10	Modes opératoires 10.1 Généralités 10.2 Mode opératoire A — Essai de l'éclair type passe-ne passe pas 10.3 Mode opératoire B — Détermination du point d'éclair 10.4 Mode opératoire C — Détermination du point d'éclair	7 7 8
11	Calculs	
	11.1 Conversion de la lecture de pression barométrique	10
12	Expression des résultats	11
13	Fidélité 13.1 Généralités 13.2 Répétabilité, r 13.3 Reproductibilité, R 13.4 Biais relatif entre le mode opératoire C et le mode opératoire B	11 11 11
14	Rapport d'essai	13
Anno	exe A (normative) Appareillage de point d'éclair	14
Anno	exe B (normative) Vérification de l'appareillage	19
Anno	exe C (informative) Utilisation d'un insert de coupe d'essai	23
Anno	exe D (normative) Modes opératoires A et B à températures sub-ambiantes pour appareillage manuel	24
Anne	exe E (normative) Snécifications du dispositif de mesure de température	25

ISO 3679:2022(F)

Annexe F (informative) Valeurs de point d'éclair des produits chimiques	26
Bibliographie	27

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3679:2022 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b8c515-6966-4363-a317-a5360d974172/iso-3679-2022

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et produits connexes, combustibles et lubrifiants d'origine synthétique ou biologique*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 19, *Carburants et combustibles gazeux et liquides, lubrifiants et produits connexes, d'origine pétrolière, synthétique et biologique*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (l'ISO 3679:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- modification de l'introduction, du titre et du domaine d'application pour présenter une description plus générique de la méthode;
- révision de <u>l'Article 3</u> sur les termes et définitions;
- révision de la clause de vérification;
- ajout d'un nouveau mode opératoire C;
- révision de la formulation de <u>l'Article 13</u> et ajout de précisions sur le mode opératoire C;
- révision de la description de l'appareillage en <u>Annexe A</u>;
- révision de l'<u>Annexe B</u> qui devient normative;
- révision du texte sur le plan éditorial conformément aux Directives ISO/IEC, Partie 2, 2021.

ISO 3679:2022(F)

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3679:2022 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b8e515-6966-4363-a317-a5360d974172/iso-3679-2022

Introduction

Le présent document comprend trois modes opératoires (A, B et C) qui couvrent la détermination de l'éclair de type passe/ne passe pas et du point d'éclair. Les modes opératoires rapides à l'équilibre A et B permettent respectivement de déterminer l'éclair de type passe-ne passe pas et le point d'éclair. Le mode opératoire de non-équilibre C utilise un système automatisé de régulation de la température des coupes d'essai pour la détermination du point d'éclair.

L'ISO 1516 et l'ISO 1523 sont aussi des méthodes d'essai à l'équilibre en vase clos qu'il convient de prendre en considération lors du choix d'une méthode.

L'appareillage spécifié dans le présent document permet de déterminer un résultat d'essai similaire en utilisant des modes opératoires plus rapides, A ou B, et une prise d'essai plus petite (2 ml ou 4 ml) que celle exigée par l'ISO 1516 ou l'ISO 1523, respectivement. De plus l'appareillage peut être rendu transportable pour mener des essais sur site, en plus de son utilisation normale au laboratoire. Un travail coopératif [16] a montré que les résultats obtenus par ces deux méthodes sont comparables. Le mode opératoire C repose sur les méthodes d'essai IP 534[18] et l'ASTM D7236[14].

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^[17].

Une étude limitée a révélé que certaines peintures à support aqueux peuvent avoir un point d'éclair élevé lorsqu'un allumeur électrique est utilisé avec le présent document.

Le point d'éclair est utilisé pour le transport, le stockage, la manutention et la réglementation de sécurité comme caractéristique de classification pour définir les produits «inflammables» et «combustibles». Une définition précise des différentes classes est donnée dans chaque réglementation particulière.

Une valeur de point d'éclair indique la présence d'un ou de plusieurs matériaux hautement volatils dans un matériau relativement non volatil ou ininflammable, et l'essai de point d'éclair est souvent utilisé comme une étape préliminaire à d'autres études sur la composition de matériaux inconnus.

Il n'est pas approprié d'effectuer une détermination de point d'éclair sur des produits potentiellement instables, décomposables ou explosifs, sauf s'il a préalablement été établi que le chauffage de la quantité spécifiée de tels produits en contact avec les éléments métalliques de l'appareil de point d'éclair, dans la plage de température requise par la méthode, n'induira pas de décomposition, d'explosion ou tout autre effet néfaste.

Le point d'éclair ne constitue pas une propriété physico-chimique constante d'un produit soumis à l'essai. Il est fonction de la conception de l'appareil, 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 termes 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 prescrits.

L'ISO/TR 29662 donne des conseils utiles concernant la réalisation des essais de point d'éclair et l'interprétation des résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3679:2022

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b8c515-6966-4363-a317-a5360d974172/iso-3679-2022

Détermination du point d'éclair — Méthode de l'éclair de type passe/ne passe pas et méthode du point d'éclair en vase clos à petite échelle

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer la mise en œuvre de matériaux, d'opérations et de matériels dangereux. Le présent document ne prétend pas aborder tous les problèmes de sécurité associés à son utilisation. Il incombe aux utilisateurs du présent document de prendre les mesures appropriées pour assurer la sécurité et préserver la santé du personnel avant l'application de la norme, et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction à cet effet.

1 Domaine d'application

Le présent document décrit trois modes opératoires (A, B et C) qui couvrent la détermination de l'éclair de type passe-ne passe pas et du point d'éclair.

Les modes opératoires rapides à l'équilibre A et B sont applicables aux essais d'éclair de type passe-ne passe pas et de point d'éclair, dans un domaine de température de –30 °C à 300 °C, pour les peintures (y compris les peintures à support aqueux), les vernis, les liants pour peintures et vernis, les adhésifs, les solvants, les produits pétroliers y compris les carburéacteurs, le carburant diésel, le kérosène, les esters méthyliques d'acides gras et produits connexes. Ces modes opératoires rapides à l'équilibre permettent de déterminer si un produit générera ou pas un éclair à une température spécifiée (mode opératoire A pour essai d'éclair de type passe-ne passe pas) ou de déterminer le point d'éclair d'un échantillon (mode opératoire B). Lorsqu'il est utilisé conjointement avec le détecteur d'éclair (A.1.6), le présent document convient aussi pour la détermination du point d'éclair des esters méthyliques d'acide gras (EMAG). La validité de la fidélité est donnée dans le <u>Tableau 2</u>.

Le mode opératoire de non-équilibre C s'applique aux produits pétroliers, y compris les carburéacteurs, le carburant diesel, le kérosène, et les produits pétroliers connexes, dans la plage de température de –20 °C à 300 °C. Le mode opératoire de non-équilibre est automatisé pour déterminer le point d'éclair. La fidélité a été déterminée sur la plage de 40 °C à 135 °C.

Pour les spécifications et les réglementations, les modes opératoires A ou B sont utilisés de manière routinière (voir 10.1.1).

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 Guide 35, Matériaux de référence — Lignes directrices pour la caractérisation et l'évaluation de l'homogénéité et la stabilité

ISO 1513, Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essai

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

ISO 3171, Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoduc

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

ISO 17034, Exigences générales pour la compétence des producteurs de matériaux de référence

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse https://www.iso.org/obp
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse https://www.electropedia.org/

3.1

équilibre

dans les méthodes d'essai du point d'éclair, la condition pour laquelle la vapeur au-dessus de la prise d'essai et la prise d'essai sont à la même température au moment où la source d'inflammation est appliquée

Note 1 à l'article: Cette condition ne peut être entièrement obtenue dans la pratique, car la température peut ne pas être uniforme dans toute la prise d'essai, et le couvercle d'essai et le volet coulissant de l'appareil peuvent être plus chauds ou plus froids.

EXEMPLE Les modes opératoires A et B du présente document, l'ISO 1516 et l'ISO 1523 sont des exemples de méthodes d'essai à l'équilibre.

3.2

ester méthylique d'acide gras

carburant composé d'esters mono-alkyl d'acides gras longue chaîne dérivés d'huiles végétales ou de graisses animales, appelé B100 ou Biodiesel (100 %)

Note 1 à l'article: L'EMAG fait l'objet de spécifications telles que l'EN 14214 et l'ASTM D6751.

3.3

éclair de type passe-ne passe pas eh.ai/catalog/standards/sist/94b8c515-6966-4363-a317-

présentation d'une source d'inflammation à la température spécifiée de la prise d'essai (mesurée de la manière prescrite), ajustée pour tenir compte des variations de pression atmosphérique par rapport à 101,3 kPa, pour déterminer si la vapeur de la prise d'essai s'enflamme et si la flamme se propage à la surface du liquide dans les conditions d'essai spécifiées

3.4

point d'éclair

température la plus basse de la prise d'essai, ajustée pour tenir compte des variations de pression atmosphérique par rapport à 101,3 kPa, à laquelle la présentation d'une source d'inflammation provoque l'inflammation des vapeurs émises par la prise d'essai avec propagation de la flamme sur toute l'étendue de la surface du liquide, dans les conditions d'essai spécifiées

3.5

non-équilibre

dans les méthodes d'essai du point d'éclair, la condition pour laquelle la vapeur au-dessus de la prise d'essai et la prise d'essai ne sont pas en équilibre de température au moment où la source d'inflammation est présentée

Note 1 à l'article: Cette condition est principalement causée par le chauffage de la prise d'essai à la vitesse constante prescrite, la température de la vapeur étant en retard par rapport à la température de la prise d'essai.

Note 2 à l'article: Le mode opératoire C du présent document, l'ISO 2719 et l'ISO 13736 sont des exemples de méthodes d'essai de non-équilibre.

4 Principe

4.1 Modes opératoires rapides à l'équilibre A et B

Une prise d'essai de 2 ml ou de 4 ml est introduite dans une coupe d'essai qui est réglée et maintenue à la température d'essai requise. Après une période donnée, lorsque les vapeurs et la prise d'essai sont considérées comme étant en équilibre de température, une source d'inflammation est présentée et l'on détermine (mode opératoire A) s'il y a eu ou non apparition d'un éclair. Afin de déterminer le point d'éclair de l'échantillon, de nouvelles tentatives sont effectuées à différentes températures de coupe d'essai sur de nouvelles prises d'essai (mode opératoire B) jusqu'à détermination du point d'éclair. La température est ajustée de façon à tenir compte de la variation de la pression atmosphérique par rapport à 101,3 kPa, à l'aide d'une formule.

4.2 Mode opératoire de non-équilibre C

Une prise d'essai de 2 ml est introduite dans une coupe d'essai qui est réglée et maintenue à la température de départ requise. La coupe d'essai est ensuite chauffée à une vitesse de rampe de 1,5 °C/min à 2,5 °C/min et la source d'inflammation est présentée à des intervalles de température de 1 °C jusqu'à ce qu'un point d'éclair soit détecté. La température du point d'éclair détecté est ajustée de façon à tenir compte de la variation de la pression atmosphérique par rapport à 101,3 kPa, à l'aide d'une formule.

5 Produits et réactifs A NO A ROD PREVIEW

5.1 Solvant de nettoyage, permettant d'éliminer toute trace de l'échantillon sur la coupe d'essai et le couvercle.

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 peuvent convenir pour enlever les dépôts à caractère gommeux.

- **5.2 Matériaux de référence**, pour point d'éclair, matériaux de référence certifiés (MRC) et/ou une série d'étalons de travail secondaires (ETS), selon la description donnée à l'<u>Annexe B</u>.
- **5.3 Gaz pour allumeur et veilleuse**, non requis si un allumeur électrique est utilisé. Le butane, le propane, le gaz de houille ou le gaz naturel peuvent être utilisés.

6 Appareillage

- **6.1** Appareillage de point d'éclair, comme spécifié à l'<u>Annexe A</u>.
- **6.2 Baromètre**, à lecture de pression absolue, d'une précision de ±0,5 kPa. Ne pas utiliser de baromètres précorrigés pour donner directement la pression régnant au niveau de la mer, tels que ceux employés dans les stations météorologiques et les aéroports.
- **6.3** Bain chauffant ou étuve (optionnel), pour réchauffer l'échantillon si nécessaire.

Le bain et l'étuve doivent être adaptés à une utilisation avec des matériaux volatils et inflammables.

6.4 Bain de refroidissement ou congélateur (optionnel), pour le refroidissement des échantillons, si nécessaire, pouvant refroidir l'échantillon à 10 °C en dessous du point d'éclair présumé.

Le bain et le congélateur doivent être adaptés à une utilisation avec des matériaux volatils et inflammables.

- **6.5 Écran de protection contre les courants d'air (optionnel)**, pour minimiser les courants d'air, si nécessaire. L'écran protège l'arrière et les deux côtés de l'appareil.
- **6.6** Insert de coupe d'essai (optionnel), voir l'<u>Annexe C</u>.

Pour les échantillons difficiles à enlever, on peut utiliser un insert de coupe d'essai en métal mince, mais la précision n'a pas été déterminée.

6.7 Seringues

6.7.1 Seringue, permettant de délivrer 2,00 ml ± 0,05 ml et équipée d'une buse adaptée à la température d'essai et à l'appareillage nécessaires.

Pour permettre l'utilisation d'une prise d'essai de 4 ml, cette seringue peut être utilisée deux fois.

6.7.2 Seringue, permettant de délivrer 4,00 ml ± 0,10 ml et équipée d'une buse adaptée à la température d'essai et à l'appareillage nécessaires.

7 Préparation de l'appareillage

7.1 Généralités

- **7.1.1** Choisir l'instrument approprié pour le mode opératoire pertinent et la température de point d'éclair présumée. Suivre les instructions du fournisseur pour le réglage, la vérification (voir <u>7.4</u>) et l'utilisation de l'appareillage, particulièrement en ce qui concerne l'utilisation et le réglage de la source d'inflammation.
- **7.1.2** Le mode opératoire C est automatisé et nécessite un contrôle automatisé de la rampe de température; les essais à températures inférieures à la température ambiante nécessitent un refroidissement intégré (voir <u>A.1.5</u>).
- **7.1.3** L'utilisation d'un insert de coupe d'essai (<u>6.6</u>) pour les matériaux potentiellement adhésifs est décrite à l'Annexe C.
- **7.1.4** Lors des essais sur des EMAG (modes opératoires A et B), utiliser une prise d'essai de $2 \text{ ml} \pm 0.05 \text{ ml}$ et un temps d'essai de $60 \text{ s} \pm 2 \text{ s}$, combinés avec un détecteur d'éclair thermique électronique (voir A.1.6).
- **7.1.5** Pour les températures d'essai inférieures à la température ambiante, utiliser l'<u>Annexe D</u>, à moins que l'appareillage ne soit doté d'un dispositif incorporé de refroidissement de la coupe d'essai.

7.2 Localisation de l'appareillage

Placer l'appareillage spécifié à l'<u>Annexe A</u> sur une surface horizontale et stable, dans un endroit exempt de courants d'air.

Il est recommandé d'utiliser un écran de protection (6.5) lorsque l'endroit n'est pas exempt de courants d'air.

AVERTISSEMENT — Si le produit soumis à essai risque d'émettre des vapeurs toxiques, il convient que l'appareillage soit 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.