

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication		Page	Effective En vigueur
	<b>Manuel de référence de la sécurité des produits</b>  <b>Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire</b>		C22.1-1	2003-03-06
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre				Amendment number- Numéro de la modification
Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C22.1 <b>DÉTERMINATION DU POINT D'ÉCLAIR DES SOLIDES, DES PÂTES ET DES GELS PAR          LA MÉTHODE D'ESSAI EN CREUSET FERMÉ</b>				30

## 1 PORTÉE

- 1.1 Cette méthode décrit une procédure générale pour déterminer le point d'éclair des produits inflammables sous forme de solide, de pâte ou de gel visés par la partie 3, le tableau 49(1), l'article 4, et le paragraphe 51 du *Règlement sur les produits chimiques et contenants de consommation*, 2001.

## 2 DÉFINITIONS

- 2.1 *Point d'éclair* : La température la plus basse, corrigée pour une pression barométrique de 101,3 kPa (760 mm Hg), à laquelle l'application d'une source d'allumage provoque l'inflammation des vapeurs au-dessus de la surface d'un échantillon, dans des conditions d'essai précisées.

## 3 DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE

- 3.1 John Keenan Taylor, *Quality Assurance of Chemical Measurements*, Lewis Publishers, INC. p.328, 1987.
- 3.2 Méthode d'essai normalisée D 56-00 de l'ASTM, *Flash Point by Tag Closed Tester*.
- 3.3 P. Lambert, *Flashpoint determination of flammable solids and semi-solids using the seta-flash closed-cup apparatus*, (LSP 2000-0584)
- 3.4 B. Séguin, *Validate a method for the determination of the Flash Point of solids by the Closed Cup Test Method*, (LSP 2002-0660).

## 4 RÉACTIFS ET APPAREILS

- 4.1 Baromètre
- 4.2 Thermomètre (précision :  $\pm 1$  °C)
- 4.3 Balance (précision :  $\pm 0,0001$  g)
- 4.4 Appareil à creuset fermé Tag (automatique).

## 5 MARCHE À SUIVRE

*Précaution* : Certains échantillons en gel peuvent produire des étincelles au point d'éclair.

Le point d'éclair est mesuré dans des conditions strictement contrôlées et à l'aide de techniques prescrites. Les échantillons doivent être analysés selon les lignes directrices concernant les comptes-rendus et les procédures de contrôle de la qualité décrites aux sections 6 et 7 de la présente méthode.

- 5.1 Peser  $20 \pm 1$  g de l'échantillon dans le creuset. Il est important de répartir également autant que possible l'échantillon dans le creuset.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication	Page	Effective En vigueur
	<b>Manuel de référence de la sécurité des produits</b>  <b>Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire</b>	C22.1-2	2003-03-06
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre			Amendment number- Numéro de la modification
Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C22.1 <b>DÉTERMINATION DU POINT D'ÉCLAIR DES SOLIDES, DES PÂTES ET DES GELS PAR          LA MÉTHODE D'ESSAI EN CREUSET FERMÉ</b>			30

- 5.2 Envelopper le creuset dans du papier d'aluminium et le mettre au congélateur pendant 2 heures. La température du spécimen doit être au moins 10 °C en-dessous du point d'éclair prévu de la substance analysée (*Note 1*).
- 5.4 Suivre la procédure décrite dans la norme D56-00 de l'ASTM (sections 12.1 à 12.4).
- 5.5 **Résumé :** En employant l'analyseur automatique, analyser l'échantillon selon les directives du fabricant de l'instrument. Lire et noter la pression barométrique ambiante au moment de l'essai (*Note 2*). Le point d'éclair est la température la plus basse (mesurée en °C) à laquelle l'application de la flamme d'essai provoque l'éclair et l'inflammation momentanée des vapeurs au-dessus de la surface de l'échantillon. On ne doit pas confondre le point d'éclair véritable et le halo bleuâtre qui entoure à l'occasion la flamme d'essai pendant les applications qui précèdent celle qui provoque l'éclair véritable. (Voir le MON-11 sur l'appareil TAG pour de plus amples détails sur le mode d'emploi de l'appareil).

**Remarque :** Utiliser de l'acétone et/ou du méthanol pour nettoyer le creuset, selon le genre d'échantillon analysé.  
 Une fois que l'échantillon a été retiré, rincer le creuset avec une portion d'acétone et essuyer l'intérieur avec du papier.

## 6 ANALYSE

- 6.1 Comme le coefficient de variation des échantillons solides, en pâte ou en gel est plus élevé que celui des liquides, vous devriez utiliser l'option SU pour chaque analyse.
- 6.2 Lorsqu'on analyse un échantillon la première fois et que son point d'éclair est inconnu, commencer avec un point d'éclair prévu de -17 °C. L'instrument commencera l'essai à -27°C et augmentera la température jusqu'à l'obtention du point d'éclair.

## 7 CALCULS ET COMPTE RENDU

- 7.1 Lorsque la température au moment de l'essai diffère de 0 °C, corriger la pression observée selon l'équation suivante :

$$p_{\text{corrigée}}, \text{ mmHg} = (p \times \text{facteur}) + p$$

où :

$p$  = Pression barométrique ambiante (mm Hg),

facteur = Multiplicateur de correction (obtenir dans le tableau accompagnant le baromètre).

- 7.2 Lorsque la pression barométrique au moment de l'essai diffère de 760 mm Hg, corriger le point d'éclair observé selon l'équation suivante :

*Note 1: Si le point d'éclair prévu du premier spécimen de l'échantillon est de 10 degrés au-dessus de la température de la pièce, répéter l'analyse sans mettre l'échantillon au congélateur.*

*Note 2: On ne doit jamais répéter un essai avec la même portion de l'échantillon. On doit toujours utiliser une portion fraîche de l'échantillon pour chaque analyse.*

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication	Page	Effective En vigueur
	<b>Manuel de référence de la sécurité des produits</b>  <b>Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire</b>	C22.1-3	2003-03-06
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C22.1 <b>DÉTERMINATION DU POINT D'ÉCLAIR DES SOLIDES, DES PÂTES ET DES GELS PAR LA MÉTHODE D'ESSAI EN CREUSET FERMÉ</b>			Amendment number- Numéro de la modification  30

**Point d'éclair (corrigé), °C = C + 0,033 (760 - p<sub>corrigée</sub>)**

où :

C = Point d'éclair observé (°C).

- 7.3 Lorsque la quantité d'échantillon disponible pour analyser est suffisante et lorsque c'est pratique, le résultat de l'analyse doit être indiqué sous forme de moyenne de deux analyses répétées, à condition que la précision de la différence entre les valeurs ne dépasse pas les spécifications précisées au paragraphe 9.1.
- 7.4 S'il y a lieu, l'écart type d'analyses répétées (s pour n ≥ 3) doit être calculé (Note 3), et le résultat de l'analyse doit être indiqué selon le format suivant :

N° d'échantillon	N° de spécimen	Propriétés physiques	Méthode d'essai	Point d'éclair (°C)
1	1A	Solide, gel ou pâte	ASTM D56	xx,x ± 2s

## 8 PROCÉDURE DE CONTRÔLE DE QUALITÉ

- 8.1 La procédure de contrôle de qualité suivante doit être suivie en même temps que l'analyse de l'échantillon afin d'assurer que l'instrumentation disponible fonctionne correctement et que la précision et l'exactitude des mesures analytiques répondent aux spécifications de la méthode.
- 8.2 Le fonctionnement normal et correct de la méthode d'essai doit être vérifié selon les lignes directrices suivantes :
- 8.2.1 Déterminer le point d'éclair d'un liquide de vérification de point d'éclair de référence, comme celui indiqué au tableau 1, dans des conditions expérimentales identiques à celles de l'échantillon analysé.

Note 3: On peut calculer l'écart type (s) des résultats des analyses à l'aide de la formule suivante, où x<sub>i</sub> est le résultat de chaque analyse individuelle,  $\bar{x}$  est la moyenne des analyses répétées, et n est le nombre total d'analyses répétées.

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

 Health Canada / Santé Canada	Title of publication-Titre de la publication <b>Manuel de référence de la sécurité des produits</b>	Page	Effective En vigueur
	<b>Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire</b>	C22.1-4	2003-03-06
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C22.1 <b>DÉTERMINATION DU POINT D'ÉCLAIR DES SOLIDES, DES PÂTES ET DES GELS PAR LA MÉTHODE D'ESSAI EN CREUSET FERMÉ</b>			Amendment number-Numéro de la modification 30

**Tableau 1.** Valeurs de référence de liquides de vérification des points d'éclair pour les méthodes d'essai à creuset fermé.

Liquide de vérification du point d'éclair	Méthode d'essai	Valeur de référence (°C)	Incertitude* (°C)
<i>n-décane</i>	<i>ASTM D56</i>	50,9	$\pm 0,8$

\* Les points d'éclair de référence pour les méthodes d'essai particulières ont été déterminés au moyen d'un programme interlaboratoire de collaboration entre le NIST et le comité S-15 de l'ASTM. L'incertitude définit une gamme de valeurs pour la valeur de référence dans laquelle on croit que la valeur réelle se situe, à un niveau de confiance de 95 %.

Noter le résultat de l'essai dans le livret de contrôle de la qualité de l'instrument, et vérifier si le résultat est dans les limites de tolérance de la valeur de référence. Si la mesure de contrôle est acceptable, noter dans le dossier de l'échantillon que l'instrument était dans les « limites de contrôle ». Si le résultat de l'essai ne correspond pas aux spécifications de la méthode, on doit immédiatement faire réparer et/ou étalonner à nouveau l'instrument afin de satisfaire les conditions de fonctionnement prescrites, et l'analyse entière doit être répétée.

Les résultats des essais doivent se situer dans l'intervalle d'avertissement ( $\pm 2 \times s$ ) et l'intervalle de contrôle ( $\pm 3 \times s$ ) de la valeur attendue (*Note 4*). Si le résultat ne se situe pas dans l'intervalle de contrôle, on doit identifier et corriger le problème et analyser l'échantillon à nouveau.

## 9 PRÉCISION ET ERREUR

9.1 *Répétabilité* : Lorsque la méthode d'essai fonctionne normalement et correctement, l'écart entre les résultats d'analyses répétées, obtenus par le même analyste à l'aide des mêmes appareils dans des conditions constantes, avec du matériau d'essai identique, doit être inférieur aux valeurs suivantes à un niveau de probabilité de 95 % :

Creuset fermé Tag (automatique).....= 6,6 % pour un gel ayant un point d'éclair de 46°C

Creuset fermé Tag (automatique).....= 12,0 % pour une pâte ayant un point d'éclair de -13°C

9.2 *Reproductibilité* : Cette section de la méthode est en cours de préparation et sera ajoutée à une version révisée de la méthode lorsque complétée.

9.3 *Erreur* : L'erreur de la méthode d'essai obtenue à partir de la moyenne d'une série de résultats d'analyses d'un matériau de référence (50,9 °C pour le décane) moins la valeur de référence acceptée est la suivante :

Creuset fermé Tag (automatique).....= - 0,6 °C

*Note 4*: Voir le document de référence 3.1 dans la section des documents de référence.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication <b>Manuel de référence de la sécurité des produits</b>  <b>Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire</b>	Page C22.1-5	Effective En vigueur 2003-03-06
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C22.1 <b>Pièce jointe 1 : Ce document est fourni pour usage interne seulement. Des exemplaires de cette publication sont disponibles de l'American Society of Testing and Materials à l'adresse <a href="http://www.astm.org">www.astm.org</a></b>			Amendment number- Numéro de la modification 30

..... FIN .....