

Méthode d'analyse

MA. 108 – P.E. 1.1

2024-12-06 (révision 7)

Détermination de la température du point
d'éclair selon la technique Pensky-Martens
(vase clos)

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974

Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements
climatiques, de la Faune et des Parcs
675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2025

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

ISBN : 978-2-555-00150-3 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2025

TABLE DES MATIÈRES

1.	Domaine d'application _____	1
2.	Principe et théorie _____	1
3.	Interférence _____	1
4.	Conservation _____	1
5.	Matériel et appareillage _____	2
6.	Réactifs et étalons _____	2
7.	Protocole d'analyse _____	2
7.1	Mesure du point d'éclair : méthode manuelle _____	2
7.2	Mesure du point d'éclair : Instrument automatique _____	3
7.3	Duplicata _____	4
8.	Calcul et expression des résultats _____	4
9.	Critères d'acceptabilité _____	5
10.	Bibliographie _____	5

1. Domaine d'application

Le Règlement sur les matières dangereuses, à la section « matière inflammable », prévoit un test d'inflammabilité pour des échantillons liquides contenant ou non des solides en suspension ou en solution. L'inflammabilité d'une matière s'évalue en mesurant la température la plus basse à laquelle les vapeurs du liquide s'enflamment en présence d'une flamme.

Selon le Règlement sur les matières dangereuses, toute matière liquide ou semi-liquide, autre qu'une boisson alcoolisée, est considérée comme inflammable si le point d'éclair est égal ou inférieur à 61 °C.

De plus, le Règlement sur les matières dangereuses permet l'utilisation d'huile usée à des fins énergétiques à condition que le point d'éclair soit de 38 °C ou plus élevé.

Cette méthode s'applique à la détermination du point d'éclair d'une huile usée, d'un liquide ou d'un liquide contenant des solides en suspension ou en solution.

Le domaine d'application de la méthode se situe entre 25 °C et 80 °C. Un point d'éclair peut être mesuré à plus basse température après avoir abaissé la température de l'échantillon en le mettant au congélateur avant de procéder à l'analyse.

2. Principe et théorie

Le test du point d'éclair consiste à chauffer doucement un échantillon à un rythme constant d'élévation de température et avec une agitation continue. À chaque degré d'augmentation de la température, une flamme ou un allumeur électrique est introduit dans la vapeur produite au-dessus de l'échantillon. La plus basse température à laquelle les vapeurs s'enflamment est le point d'éclair.

3. Interférence

Le point d'éclair peut être surestimé dans le cas d'échantillons formant de la mousse ou une pellicule en surface.

Le point d'éclair peut être influencé par la présence de solides ou d'eau dans l'échantillon.

Parfois, le point d'éclair peut être tellement discret qu'il est difficilement perçu.

NOTE : La flamme prend parfois un halo bleuté avant l'atteinte du point d'éclair; ne pas confondre.

4. Conservation

Pour l'application du Règlement sur les matières dangereuses, les renseignements sur les modes de prélèvement et de conservation des échantillons sont présentés dans le document DR-09-01, intitulé *Modes de prélèvement et de conservation des échantillons relatifs à l'application du Règlement sur les matières dangereuses*.

5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

- 5.1. Appareil électrique manuel ou automatisé en vase clos de type Pensky-Martens
- 5.2. Thermomètre de type ASTM 9C couvrant une échelle de température de -5 °C à 110 °C
- 5.3. Briquet piézo-électrique à gaz
- 5.4. Agitateur culbuteur (de type « Réax »)

6. Réactifs et étalons

Tous les solvants utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire.

- 6.1. Acétone, (CH₃)₂CO (n° CAS 67-64-1)
- 6.2. Dichlorométhane, CH₂Cl₂ (n° CAS 75-09-2)

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

7.1 Mesure du point d'éclair : méthode manuelle

NOTE : La température minimale à laquelle on doit commencer à vérifier le point d'éclair est de 15 °C, ce qui correspond à un écart de 10 °C par rapport au résultat minimum rapporté, soit 25 °C.

- Nettoyer la cuve d'essai avec un papier absorbant; si cela s'avère insuffisant, nettoyer la cuve ainsi que l'agitateur avec de l'acétone ou du dichlorométhane, puis assécher à l'aide d'un papier absorbant et d'un jet d'air.
- Homogénéiser l'échantillon mécaniquement avant de prélever une aliquote. Cette homogénéisation est faite de la façon suivante :
 - Les échantillons sont installés sur l'agitateur durant au moins 10 minutes. Lorsque l'analyste est prêt à traiter un échantillon en particulier, l'agitateur est momentanément arrêté et l'échantillon devant faire l'objet de la détermination est retiré de celui-ci, puis vigoureusement agité manuellement juste avant le prélèvement d'une aliquote.
- Introduire l'échantillon dans la cuve d'essai jusqu'à la marque de remplissage (environ 65 ml). Poursuivre en suivant les étapes ci-dessous pour utiliser l'appareil manuel, ou suivre les étapes de la section 7.2 pour utiliser l'appareil automatisé.

- Dès que l'échantillon est versé dans la cuve d'essai, installer cette dernière dans l'appareil. Remplacer immédiatement le couvercle et insérer le thermomètre dans le porte-thermomètre.
- Enclencher le système de blocage.
- Allumer la flamme d'essai en ouvrant les valves amenant le gaz à l'appareil et en utilisant le briquet. Ajuster la flamme avec les vis d'ajustement de façon qu'elle ait un diamètre d'environ 4 mm.
- Placer le miroir de manière à voir la flamme qui s'abaisse dans la cuve.
- Démarrer l'agitation (90 à 120 tr/min) et noter la température de l'échantillon dès l'instant où celle-ci est stable.
- Arrêter l'agitation et abaisser la flamme d'essai pour une seconde dans la cuve. Si un point d'éclair se produit, noter la température et le test de point d'éclair prend fin à cette étape. Sinon, reprendre l'agitation et chauffer l'échantillon de façon à obtenir une élévation de température de 2 à 3 °C par minute (rhéostat à 80). Agiter l'échantillon durant le chauffage à une vitesse de 90 à 120 tr/min.
- À chaque degré d'élévation de température atteint, arrêter l'agitation et abaisser la flamme d'essai dans la cuve pendant une seconde.
- Répéter l'étape précédente jusqu'à atteindre un point d'éclair ou jusqu'à ce que la température de 80 °C soit atteinte.
- Observer tous les changements que subit la flamme (grosueur, couleur et comportement).

NOTE 1 : La flamme prend parfois un halo bleuté avant l'atteinte du point d'éclair; ne pas confondre.

NOTE 2 : Une flamme soufflée ou éteinte lorsqu'elle est abaissée à cause de la présence d'eau dans l'échantillon n'indique pas que le point d'éclair est atteint.

NOTE 3 : Si, à la température initiale, la flamme s'allonge et ressort comme s'il y avait un apport de combustible, il est possible que le point d'éclair soit dépassé ou presque atteint. Dans ce cas, poursuivre le chauffage jusqu'à l'obtention d'une hausse de 15 °C; s'il y a inflammation ou que la flamme ne cesse de croître, reprendre la mesure à une température initiale plus basse si possible.

7.2 Mesure du point d'éclair : Instrument automatique

La mesure du point d'éclair peut être effectuée avec l'instrument automatique. **Cette option est privilégiée car l'ignition et la lecture sont automatisées.** Une cupule de 15 ml est utilisée. Suivre alors les recommandations dans le manuel d'utilisation du fabricant en appliquant le programme suivant, #p-Lab-Search.

Catégorie	Valeurs
<i>Gradient 1</i>	5,5 °C /min
<i>Gradient 2</i>	5,5 °C /min
<i>Grad1</i> □ <i>Grad2</i>	000 °C
<i>Test interval a</i>	1,0 °C
<i>Test interval b</i>	2,0 °C
Démarrage cycle de test a EFLP-	57 °C
Ventilateur on/off :	35 °C
Débord : EFLP + X	5 °C
Pré-chauffage :	Éteint
<i>Sample temp. control</i>	Allumé
<i>FP validity/rounding</i> :	ASTM A + B
<i>Stirrer</i>	115 tr/min
<i>Init heating power</i>	90 %
<i>Init temperature difference</i> :	100 °C
<i>Start temperature difference</i> :	90 °C
<i>Block nominal value</i>	0 °C
<i>Correction</i>	Éteint
<i>Coefficient A</i>	000
<i>Coefficient B</i>	000
<i>First drop</i>	Allumé
<i>Stirrer start</i>	10 °C
<i>EFLP threshold</i>	110 °C
Safety mode	130 °C

7.3 Duplicata

Effectuer l'analyse d'un échantillon en duplicata, à l'exception des échantillons de contrôle de qualité, lorsqu'un point d'éclair obtenu se situe entre 33 °C et 43 °C ou entre 55 °C et 65 °C.

8. Calcul et expression des résultats

Le point d'éclair est exprimé directement en degrés Celsius sans correction pour la pression barométrique. Rapporter le point d'éclair à 1 °C près.

NOTE 1: Si un point d'éclair a été atteint à la température initiale, rapporter que le point d'éclair est inférieur à 25 °C (<25 °C).

NOTE 2 : Si aucun point d'éclair n'a été atteint à 80 °C, rapporter que le point d'éclair est supérieur à 80 °C (> 80 °C).

9. Critères d'acceptabilité

Les critères d'acceptabilité sont définis dans le document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Matériaux de référence	Graphique de contrôle ($\pm 3 \sigma$)
Duplicatas	$\pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$

10. Bibliographie

NOTE : Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, se référer à la dernière édition du document.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Method D93-11, Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester*, November 2011.



**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 