

PUNTOS DE INFLAMACIÓN Y DE COMBUSTIÓN MEDIANTE LA COPA ABIERTA CLEVELAND

INV E – 709 – 13

1 OBJETO

- 1.1 Esta norma describe el procedimiento para determinar los puntos de inflamación y de combustión de productos de petróleo, empleando una copa abierta de Cleveland de manejo manual o automático.
- 1.2 El método es aplicable a todos los productos de petróleo con puntos de inflamación por encima de 79° C (175° F) y por debajo de 400° C (752° C), con excepción de los fuel-oils.
- 1.3 Esta prueba es dinámica y su resultado depende del control de la velocidad a la cual se incrementa la temperatura del producto, así como del diseño del aparato, de su estado y de la manera como se realice la prueba. En consecuencia, el punto de inflamación sólo se puede definir en términos de un método de ensayo normalizado y no se puede garantizar una correlación válida, de tipo universal, con los resultados obtenidos al usar métodos o equipos diferentes a los especificados en esta norma.
- 1.4 Esta norma reemplaza la norma INV E-709-07.

2 DEFINICIONES

- 2.1 *Dinámica (en productos de petróleo)* – Condición en la cual la muestra de ensayo y el vapor sobre ella no se encuentran en equilibrio térmico en el instante en el cual se aplica la fuente de inflamación. Esto se debe, principalmente, a que al calentar la muestra a la velocidad especificada, la temperatura del vapor se encuentra en retardo respecto de la temperatura de la muestra.
- 2.2 *Punto de inflamación (en productos de petróleo)* – La menor temperatura, corregida a una presión barométrica de 101.3 kPa (760 mm Hg), a la cual la aplicación de una fuente de ignición hace que los vapores de la muestra de ensayo desprendan una llamarada repentina bajo las condiciones especificadas de la prueba.

- 2.3** *Punto de combustión (en productos de petróleo)* – La menor temperatura corregida a una presión barométrica de 101.3 kPa (760 mm Hg), a la cual la aplicación de una fuente de ignición hace que los vapores de la muestra de ensayo ardan con una llama sostenida durante un mínimo de 5 segundos, bajo las condiciones especificadas de la prueba.

3 RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1** La copa del ensayo se llena con la muestra hasta un nivel especificado. Se aumenta la temperatura de la muestra, primero con rapidez y luego a una rata constante y lenta, a medida que se aproxima al punto de inflamación. A intervalos de tiempo especificados, se pasa una pequeña llama de ensayo a través de la copa. La temperatura más baja a la cual la aplicación de la llama de ensayo hace que los vapores que se encuentran por encima de la superficie del líquido desprendan una llamarada repentina, se toma como punto de inflamación. Para determinar el punto de combustión, se continúa la aplicación de la llama de ensayo a través de la copa, hasta que haga que el espécimen arda con una llama sostenida, por lo menos durante 5 segundos.

4 IMPORTANCIA Y USO

- 4.1** El punto de inflamación mide la tendencia de la muestra a formar una mezcla inflamable con el aire en condiciones controladas de laboratorio. Esta es solo una de varias de las propiedades que se deben considerar al evaluar los riesgos de inflamación de un material.
- 4.2** El punto de inflamación da una indicación de la posible presencia de sustancias altamente volátiles e inflamables en un producto relativamente no volátil o no inflamable.
- 4.3** Este método de ensayo se usa para medir y describir las propiedades de respuesta al calor y a la llama bajo condiciones de laboratorio controladas, y la información obtenida como resultado de su ejecución no se puede extrapolar para describir o valorar el riesgo de combustión de los materiales bajo la condición de un incendio real. Los resultados del ensayo se deben tomar solamente como elementos estimativos de las precauciones por adoptar durante la manipulación de estos productos para prevenir los riesgos de un incendio.

5 EQUIPO

5.1 *Aparato de copa abierta de Cleveland (de operación manual)* – Este aparato consta de la copa de ensayo, placa de calentamiento, aplicador de la llama, calentador y soportes, descritos en detalle en el Anexo A. En las Figuras 709 - 1, 709 - 2 y 709 - 3, se ilustran el aparato ensamblado, la placa de calentamiento y la copa, con sus respectivas dimensiones.

5.2 *Aparato de copa abierta de Cleveland (de operación automática)* – Este aparato se puede usar para el desarrollo del ensayo, según lo indicado en el numeral 10.2.

5.3 *Termómetro* – Un termómetro de mercurio con las características que se muestran en seguida, que tenga un rango de temperatura de -6 a 400°C (20° a 760°F). Alternativamente, se pueden emplear medidores eléctricos de temperatura, tales como termocuplas o termómetros de resistencia, que presenten la misma respuesta que el termómetro de mercurio.

REFERENCIA ASTM	ESCALA ($^{\circ}\text{C}$)	GRADUACIONES ($^{\circ}\text{C}$)	LONGITUD TOTAL (mm)	ERROR MÁXIMO ($^{\circ}\text{C}$)
11 C	-6 a $+400$	2	308	1° hasta 260 2° por encima de 260

6 REACTIVOS

6.1 *Solventes para limpieza* – De grado técnico, apropiados para limpiar el material asfáltico que quede adherido a la copa luego del ensayo. Pueden ser tolueno o acetona.

Nota 1: El tolueno, la acetona y muchos otros solventes son inflamables y constituyen un riesgo para la salud. Su almacenamiento, manejo y desperdicio se deberán ajustar a las regulaciones vigentes.

7 PREPARACIÓN DEL APARATO

- 7.1** Se apoya el aparato de copa abierta de Cleveland sobre una mesa firme, a nivel, en un cuarto o compartimento libre de corrientes de aire. Se protege de la luz fuerte la parte superior del aparato, empleando cualquier medio adecuado, para detectar con facilidad el punto de inflamación. Los ensayos efectuados en sitios donde existan corrientes de aire, no son dignos de confianza.

Nota 2: Se recomienda instalar un protector contra las corrientes de aire, para prevenir que ellas afecten los vapores que se producen sobre la copa de ensayo. El protector debiera cubrir tres lados del área vecina a la copa (Ver Anexo A). Algunos aparatos ya tienen este dispositivo incorporado.

Nota 3: Para algunas muestras cuyos vapores o productos de la pirólisis son objetables, se permite colocar el aparato con un protector en una cámara aislante, cuyo escape debe ser ajustable de manera que se puedan extraer los vapores sin que se produzcan corrientes de aire sobre la copa de ensayo durante los últimos 56° C (100° F) de elevación de la temperatura, antes del punto de inflamación.

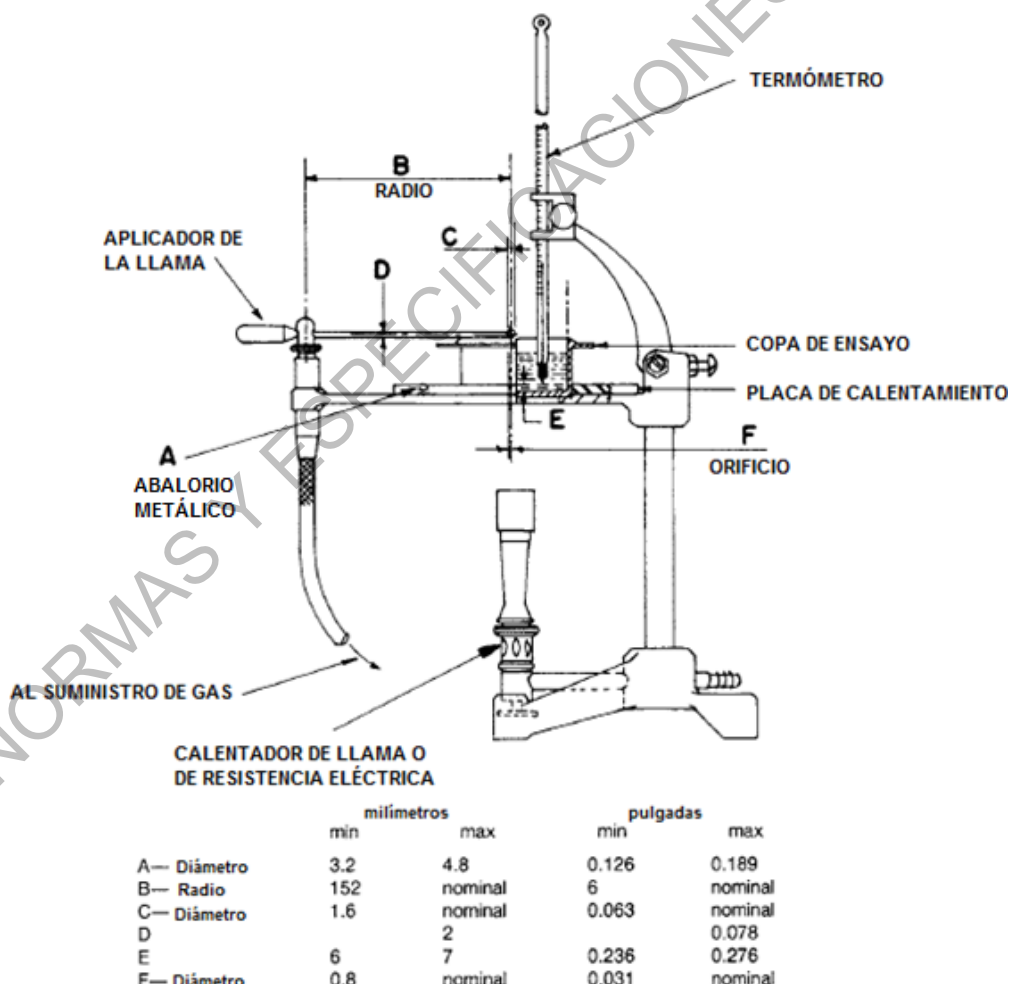
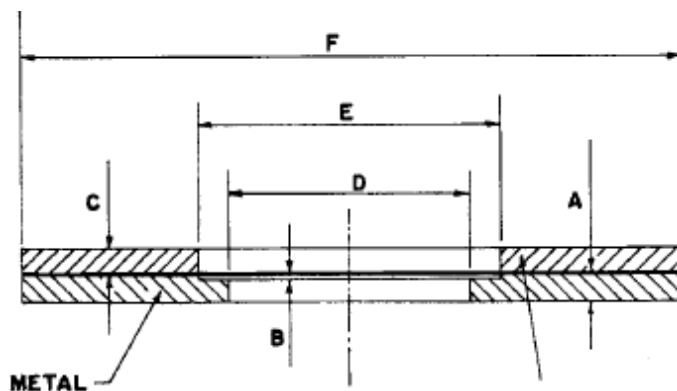
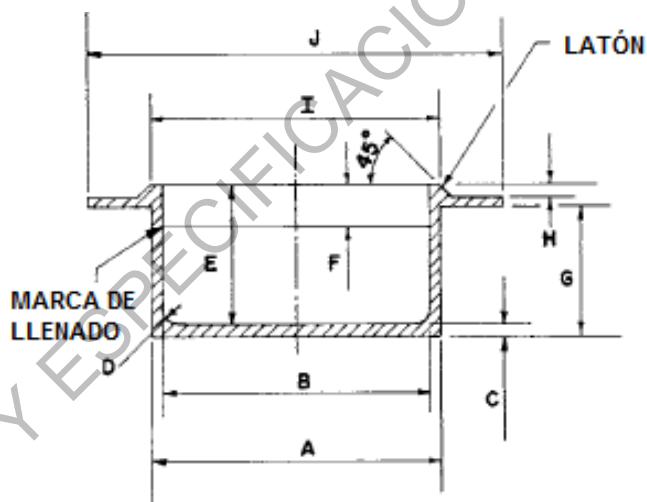


Figura 709 - 1. Equipo de la copa abierta de Cleveland



	milímetros		pulgadas	
	min	max	min	max
A	6	7	0.236	0.276
B	0.5	1.0	0.020	0.039
C	6	7	0.236	0.276
D— Diámetro	55	56	2.165	2.205
E— Diámetro	69.5	70.5	2.736	2.776
F— Diámetro	146	159	5.748	6.260

Figura 709 - 2. Placa de calentamiento



	milímetros		pulgadas	
	min	max	min	max
A	67.5	69	2.658	2.717
B	63	64	2.480	2.520
C	2.8	3.5	0.110	0.138
D— Radio	4	nominal	0.157	nominal
E	32.5	34	1.280	1.339
F	9	10	0.354	0.394
G	31	32.5	1.221	1.280
H	2.8	3.5	0.110	0.138
I	67	70	2.638	2.756
J	97	100	3.819	3.937

Figura 709 - 3. Copa abierta de Cleveland

7.2 Se limpia la copa de ensayo con el solvente de limpieza para remover cualquier residuo de algún ensayo previo. Si hay residuos de carbón, se deberán remover con una esponjilla metálica. Se debe tener certeza absoluta de que la copa está perfectamente limpia y seca antes de cada uso. De ser necesario, se lava con agua fría y se seca por unos pocos minutos sobre una llama abierta o sobre una placa calentadora para remover cualquier traza de solvente o humedad. Antes de su empleo, se enfría la copa hasta, por lo menos, 56° C (100° F) por debajo del punto de inflamación supuesto.

7.3 Mediante un soporte adecuado, se sostiene el termómetro en una posición vertical, con su extremo inferior a 6.4 ± 0.1 mm ($1/4 \pm 1/50$ ") sobre el fondo de la copa y localizado en un punto equidistante entre el centro y la pared de la misma, y en un diámetro perpendicular al arco (o línea) de barrido de la llama de ensayo y del lado opuesto al brazo del aplicador de la misma.

Nota 4: Cuando el termómetro esté en posición, la línea de inmersión grabada en él deberá estar 2 ± 0.1 mm ($5/64 \pm 1/50$ ") por debajo del nivel del borde de la copa. Igualmente, en algunos equipos automáticos la posición del medidor de temperatura se ajusta automáticamente.

7.4 El aparato, manual o automático, se deberá preparar para de acuerdo con las instrucciones de su fabricante, en relación con su calibración, su verificación y su operación.

8 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

8.1 Se debe obtener una muestra representativa, según la norma INV E-701. Se requieren, al menos, 70 ml de muestra para cada determinación.

8.2 Si no se toman precauciones para evitar la pérdida de volátiles de la muestra, se pueden obtener puntos de inflamación erróneamente altos. No se debe abrir innecesariamente el recipiente donde se guarda la muestra, para prevenir pérdidas de volátiles o ingreso de humedad. La muestra solo se puede transferir de un recipiente a otro si su temperatura es inferior, al menos, 56° C (100° F) bajo el punto de inflamación supuesto. Siempre que sea posible, el punto de inflamación debiera ser primer ensayo a realizar sobre una muestra de asfalto. Las muestras para el ensayo se deben almacenar a temperatura ambiente.

8.3 No se deben guardar muestras en recipientes agrietados o permeables a los gases, pues el material volátil se puede escapar por las grietas o las paredes.

- 8.4** En el material puede estar presente un alto contenido de hidrocarburos en forma de gases, como el propano y el butano, y no ser detectados en el ensayo, debido a su evaporación durante el muestreo y la colocación en la copa. Esto es especialmente evidente en residuos pesados de asfalto provenientes de procesos de extracción con solventes.
- 8.5** Las muestras de materiales muy viscosos se pueden calentar hasta que alcancen una fluidez razonable antes de ser ensayadas. Sin embargo, nunca se deben calentar más de lo absolutamente necesario. En particular, no se deberán calentar por encima del punto de inflamación esperado menos 56° C (100° F). Si se llega a exceder este límite, se deberá esperar a que la temperatura descienda hasta él, antes de transferir la muestra a la copa de ensayo.
- 8.6** Muestras que contengan agua libre o disuelta pueden ser deshidratadas con cloruro de calcio o se pueden filtrar a través de un papel de filtro cualitativo, o secar con un algodón absorbente. Si la muestra que contiene agua es muy viscosa, se puede calentar hasta que alcance una fluidez razonable antes de ser filtrada, pero no se debe calentar por periodos muy prolongados, ni más allá de 56° C (100° F) bajo el punto de inflamación esperado.

Nota 5: Si se sospecha que la muestra contiene contaminantes volátiles, se debe omitir el tratamiento descrito en los numerales 8.5 y 8.6.

9 CALIBRACIÓN Y NORMALIZACIÓN

- 9.1** Se ajusta el sistema de detección automático del punto de inflamación, si se utiliza, según las instrucciones del fabricante del equipo.
- 9.2** Se calibra el dispositivo de medición de la temperatura, según las instrucciones del fabricante.
- 9.3** El funcionamiento del equipo manual o automático se debe verificar por lo menos una vez por año, determinando el punto de inflamación de un material de referencia certificado (CRM por su sigla en inglés), como los de la lista del Anexo B, cuyo punto de inflamación sea razonablemente cercano al esperado en las muestras para ensayo. El material de referencia se debe ensayar de acuerdo con el procedimiento descrito en esta norma y el punto de inflamación observado (numerales 10.1.10 o 10.2.5) se deberá corregir por el efecto de la presión barométrica (ver Sección 11). El punto de inflamación obtenido se deberá encontrar dentro del rango indicado en la Tabla 709B - 1

del Anexo B o en el rango previamente calculado para un CRM que no se encuentre en la tabla.

- 9.4** Una vez que se ha verificado el funcionamiento del aparato, se debe determinar el punto de inflamación de patrones secundarios de trabajo (SWS), junto con sus límites de control. Estos materiales secundarios se pueden emplear para la ejecución de chequeos de comportamiento más frecuentes (Ver Anexo B).
- 9.5** Cuando los puntos de inflamación obtenidos no están dentro de los límites referidos en los numerales 9.3 y 9.4, se deben revisar el estado y la operación del aparato, para asegurar su conformidad con los detalles descritos en el Anexo A, prestando especial atención a la posición del medidor de temperatura, a la aplicación de la llama de ensayo y a la velocidad de calentamiento. Después de ajustado el aparato, se repite el proceso con un espécimen fresco (Ver numeral 9.3), con especial atención a los detalles procedimentales prescritos en la Sección 10.

10 PROCEDIMIENTO

10.1 *Empleando equipo manual:*

10.1.1 Se llena la copa a cualquier temperatura que no sea mayor de 56° C (100° F) por debajo del punto de inflamación esperado de la muestra, de manera que la parte superior del menisco quede a nivel con la marca de llenado de la copa. Si se ha vertido demasiada muestra en la copa, se remueve el exceso empleando una jeringa u otro dispositivo apropiado; sin embargo, si ha quedado material adherido a la parte exterior de la copa, ésta se deberá vaciar, limpiar y volver a llenar. Se deshacen todas las burbujas de aire sobre la superficie de la muestra con un implemento puntiagudo u otro dispositivo apropiado, y se mantiene el nivel requerido de muestra para el ensayo. Si persiste la espuma durante las etapas finales del ensayo, éste se debe dar por terminado y se ignorará cualquier resultado.

10.1.2 No se debe añadir material sólido a la copa de ensayo. Las muestras sólidas o muy viscosas se deben calentar previamente en otro recipiente, hasta que alcancen la fluidez necesaria para ser vertidas en la copa, dentro del límite de temperatura citado con anterioridad.

- 10.1.3** Se enciende la llama de ensayo y se ajusta a un diámetro entre 3.8 y 5.4 mm (1/8 a 3/16") o al tamaño del abalorio metálico de comparación, si hay uno montado en el aparato (Ver Anexo A).

Nota 6: Precauciones – (1) La presión de gas entregada por el equipo no debe exceder de 3 kPa de presión de agua. (2) El operador debe tener cuidado cuando se utilice una llama de gas y evitar que los gases de la llama influyan en la ejecución del ensayo, minimizando así su influencia en los resultados. (3) El operador debe trabajar con cuidado e implementar acciones de seguridad durante la aplicación inicial de la llama, puesto que las muestras que tienen un bajo punto de inflamación pueden presentar un destello muy fuerte cuando la llama es aplicada en primera instancia. (4) Las temperaturas alcanzadas durante el ensayo, hasta del orden de 400° C (752° F) son consideradas de alta peligrosidad.

Nota 7: Resulta útil la realización de algunas aplicaciones preliminares de llama durante la etapa inicial del calentamiento, para detectar si la muestra contiene algún material volátil inesperado. Un intervalo típico es al comienzo del calentamiento y luego cada 10° C, hasta llegar a la temperatura normalizada para la aplicación de la llama (Ver numeral 10.1.5).

- 10.1.4** Inicialmente, se aplica calor de manera que la velocidad de incremento de temperatura de la muestra sea de 5 a 17° C (9 a 30° F) por minuto. Cuando la temperatura de la muestra sea de, aproximadamente, 56° C (100° F) por debajo del punto de inflamación esperado, se disminuye la intensidad del calor, de manera que la temperatura aumente, para los últimos 28° C (50° F) antes de llegar al punto de inflamación, a razón de 5 a 6° C (9 a 11° F) por minuto.

Nota 8: Con materiales de bajo punto de inflamación o muy viscosos, se recomienda usar la tasa de calentamiento de 5 a 6° C/min desde el comienzo hasta el final del ensayo.

- 10.1.5** Cuando la temperatura de la muestra esté unos 28° C (50° F) por debajo del punto de inflamación supuesto, se comienza la operación de barrido con la llama de ensayo, una vez por cada aumento de 2° C (5° F). Se pasa la llama de ensayo a través del centro de la copa, en ángulos rectos con el diámetro que pasa a través del termómetro, con un movimiento suave y continuo, bien sea en una línea recta o a lo largo del arco de una circunferencia que tenga un radio de, al menos, 150 ± 0.1 mm (6 ± 0.039 "). El centro de la llama de prueba se debe mover en un plano horizontal que esté a no más de 2 mm (5/64") por encima del plano del borde superior de la copa, pasando en un solo sentido. La siguiente pasada [a una temperatura 2° C (5° F) mayor] se realizará en la dirección opuesta. El tiempo empleado para efectuar un barrido de la llama de ensayo a través de la copa, deberá ser de 1 ± 0.1 segundos.

Nota 9: Algunos aparatos automáticos pasan la llama de ensayo en una sola dirección. Los aparatos que trabajan de esta manera, cortan el suministro de gas luego de cada aplicación, retornan a la posición inicial sin crear ninguna corriente cerca o sobre la copa y luego

reencienden la llama de ensayo sin que entre gas al espacio de vapor de la copa, antes de la siguiente pasada.

Nota 10: Cuando se esté determinando el punto de inflamación del asfalto, se recomienda remover con una espátula, cuidadosamente y hacia un solo lado, cualquier costra que se forme sobre la superficie de la muestra antes de cada aplicación de la llama. De acuerdo con los datos disponibles, si esta película no se remueve, se obtienen puntos de inflamación mayores que los reales (Ver Anexo C).

10.1.6 Durante los últimos 28° C (50° F) de aumento de temperatura antes del punto de inflamación esperado, se debe evitar la perturbación de los vapores en la copa de ensayo por movimientos repentinos o por corrientes de aire cerca de la copa.

10.1.7 Cuando persiste espuma encima del espécimen de ensayo durante los últimos 28° C (50° F) por debajo del punto de inflamación supuesto, se da por terminado el ensayo y se ignora cualquier resultado.

10.1.8 Se debe prestar atención a todos los detalles relacionados con la llama de ensayo, tales como tamaño de ésta y las velocidades de incremento de la temperatura y de paso de la llama sobre el espécimen, con el fin de garantizar la validez de los resultados del ensayo.

10.1.9 Cuando se ensaye una muestra para la cual se desconozca la temperatura esperada de punto de inflamación, se debe llevar el material en la copa de ensayo a una temperatura no mayor a 50° C (122° F), o si el material requiere calentamiento antes de colocarlo en la copa, se calentará hasta la temperatura adecuada de transferencia y, posteriormente, se permitirá que la temperatura disminuya a 50° C (122° F). A continuación, se aplica la llama de ensayo como se describió en el numeral 10.1.5, comenzando al menos 5° C (9° F) por encima de la temperatura de inicio. Se continúa el calentamiento de la muestra a una rata de 5 a 6° C (9 a 11° F) por minuto, aplicando la llama de ensayo a intervalos de 2° C (5° F) como se describe en el numeral 10.1.5, hasta obtener el punto de inflamación.

Nota 11: El resultado del punto de inflamación obtenido en la prueba ejecutada en el modo de punto de inflamación esperado desconocido, se debe tomar sólo como una aproximación. Este valor se podrá tomar como punto de inflamación esperado, al ensayar una nueva muestra del mismo asfalto en el modo de operación normalizado.

10.1.10 Se registra como punto de inflamación observado, la lectura en el aparato de medida de temperatura, en el instante en que la llama de ensayo produce un destello marcado sobre la superficie de la muestra (Figura 709 - 4).

10.1.10.1 Se considera que la muestra se ha inflamado, cuando aparece una llama larga en cualquier punto de la superficie, que se propaga instantáneamente sobre la superficie del espécimen.

10.1.11 No se debe confundir el verdadero destello que indica el punto de inflamación, con un halo azulado que, a veces, rodea la llama de ensayo. Este no es el punto de inflamación y debe ser ignorado.



Figura 709 - 4. Punto de inflamación

10.1.12 Cuando se detecta un punto de inflamación o de combustión durante algún ensayo preliminar de aplicación de llama o en la primera aplicación de la llama de ensayo (Ver numeral 10.1.5), la prueba se deberá interrumpir, los resultados serán descartados y se repetirá nuevamente el ensayo con una muestra fresca. La primera aplicación de la llama sobre la muestra fresca se deberá realizar a una temperatura menor en 28° C (50° F) o más, de la hallada cuando el punto de inflamación fue detectado en la primera aplicación.

10.1.13 Para determinar el punto de combustión, se continua calentando el espécimen a la misma velocidad de 5 a 6° C (9 a 11° F)/min y se continúa pasando la llama de ensayo a intervalos de 2° C (5° F), hasta que el espécimen se encienda y mantenga la llama por lo menos durante 5 segundos (Figura 709 - 5). Se registra como punto de combustión la temperatura a la cual la llama de ensayo produce esta ignición sostenida de la muestra.



Figura 709 - 5. Punto de combustión

10.1.14 Determinados los puntos de inflamación y combustión, se apaga la muestra, se suspenden el calentamiento y el paso de la llama de ensayo, y se dejan enfriar los aparatos. Cuando se hayan enfriado hasta una temperatura de manejo segura, inferior a 60° C (140° F), se remueve la copa y se limpia, al igual que el resto de accesorios, de la manera que lo recomiende el fabricante.

10.2 *Empleando equipo automático:*

10.2.1 El equipo automático deberá ser capaz de desarrollar el procedimiento descrito en el numeral 10.1, incluyendo el control de la velocidad de calentamiento, la aplicación de la llama de ensayo, la determinación del punto de inflamación o de combustión, o de ambos, y registrarlos.

10.2.2 Se llena la copa con la muestra hasta que el borde superior del menisco quede exactamente a nivel con la marca de llenado y se coloca la copa en el centro de la placa de calentamiento. La temperatura de la copa y de la muestra de ensayo no debe ser mayor de 56° C (100° F) por debajo del punto de inflamación esperado. Si se ha incluido demasiada cantidad de muestra a la copa, se remueve el exceso empleando una jeringa u otro dispositivo apropiado; sin embargo, si ha quedado material adherido a la parte exterior de la copa, ésta se deberá vaciar, limpiar y volver a llenar. Se deshacen todas las burbujas de aire sobre la superficie de la muestra con un implemento puntiagudo u otro dispositivo apropiado, y se mantiene el nivel requerido de muestra para el ensayo. Si persiste la espuma durante las etapas finales del ensayo, éste se debe dar por terminado y se desechará cualquier resultado.

10.2.3 No se debe añadir material sólido a la copa de ensayo. Las muestras sólidas o muy viscosas se deben calentar previamente en otro recipiente, hasta que alcancen la fluidez necesaria para ser vertidas en la copa; sin embargo, la temperatura de este calentamiento no debe sobrepasar el límite de 56° C (100° F) por debajo del punto de inflamación esperado.

10.2.4 Se enciende la llama de ensayo y se ajusta a un diámetro entre 3.8 y 5.4 mm (1/8" a 3/16") o al tamaño del abalorio metálico de comparación, si hay uno montado en el aparato (Ver Anexo A).

Nota 12: Precauciones – (1) La presión de gas entregada por el equipo no debe exceder de 3 kPa de presión de agua. (2) El operador debe tener cuidado cuando se utilice una llama de gas y evitar que los gases de la llama influyan en la ejecución del ensayo y así minimizar su influencia en los resultados. (3) El operador debe trabajar con cuidado e implementar acciones de seguridad durante la aplicación inicial de la llama, puesto que las muestras que tienen un bajo punto de inflamación pueden presentar un destello muy fuerte cuando la llama es aplicada en primera instancia. (4) Las temperaturas alcanzadas durante el ensayo, hasta del orden de 400° C (752° F) son consideradas de alta peligrosidad y riesgo para la salud humana.

10.2.5 Se enciende el equipo automático, según el manual de instrucciones, y se continúa con el proceso descrito en los numerales 10.1.1 a 10.1.14.

11 CÁLCULOS

11.1 Si la presión barométrica real del ambiente en el momento del ensayo difiere de 101.3 kPa (760 mm Hg), se deben corregir los puntos de inflamación y/o de combustión, de la siguiente forma:

$$\text{Punto de inflamación corregido} = C + 0.25 (101.3 - K) \quad [709.1]$$

$$\text{Punto de inflamación corregido} = F + 0.06 (760 - P) \quad [709.2]$$

$$\text{Punto de inflamación corregido} = C + 0.033 (760 - P) \quad [709.3]$$

Donde: C: Punto de inflamación observado, °C;

F: Punto de inflamación observado, °F;

P: Presión barométrica del ambiente, mm Hg;

K: Presión barométrica del ambiente, kPa.

Nota 13: La presión barométrica usada en estos cálculos es la del ambiente en el laboratorio en el instante del ensayo. Muchos barómetros aneroides, como los usados en las estaciones meteorológicas de los aeropuertos, son pre-correctados para dar lecturas correspondientes al nivel de mar y, por lo tanto, no suministran una lectura correcta para este ensayo.

- 11.2** Las mismas fórmulas del numeral 11.1 se usan para calcular el punto de combustión corregido. En este caso, los valores C y F corresponden al punto de combustión observado.
- 11.3** El valor corregido del punto de inflamación o de combustión, o ambos, se debe registrar redondeado al grado Celsius (o 2° F) más cercano.

12 INFORME

- 12.1** Se informa el valor corregido del punto de inflamación o de combustión, o ambos, con el redondeo indicado en el numeral 11.3.

13 PRECISIÓN Y SESGO

- 13.1** *Precisión* – La precisión de este método de ensayo, determinada por el examen estadístico de los resultados de ensayos ejecutados en varios laboratorios, es la siguiente:

- 13.1.1** *Repetibilidad* – Resultados duplicados por el mismo operador, sobre muestras idénticas, ensayadas correctamente y empleando el mismo equipo, se deberán considerar dudosos si difieren en más de las siguientes cantidades (95 % de confiabilidad):

Punto de inflamación 8° C (15° F)

Punto de combustión 8° C (15° F)

- 13.1.2** *Reproducibilidad* – Resultados obtenidos por dos operarios trabajando en diferentes laboratorios, sobre muestras del mismo material, ensayadas correctamente, se deberán considerar dudosos si difieren en más de las siguientes cantidades:

Punto de inflamación 18° C (32° F)

Punto de combustión 14° C (25° F)

Nota 14: La precisión para muestras de asfalto en cuya superficie ha formado costra y ésta se haya removido, no se ha establecido.

Nota 15: La precisión para muestras de asfalto en las cuales se utiliza el procedimiento del Anexo C, no se ha establecido.

13.2 Sesgo – El procedimiento de este ensayo no tiene sesgo, por cuanto los puntos de inflamación y de combustión solo se pueden definir en términos de este método de ensayo

13.3 Sesgo relativo – Los análisis estadísticos de los datos no muestran una diferencia significativa entre las varianzas de reproducibilidad usando el equipo manual o el automático para las muestras estudiadas, excepto para muestras de aceites lubricantes de multiviscosidad o aceites minerales blancos. En el caso de que se presente incertidumbre sobre resultados entre determinaciones con equipo manual o equipo automático, se tomará como referencia el resultado obtenido mediante la determinación manual.

14 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM D 92 – 11

ANEXO A (Aplicación obligatoria)

EQUIPO DE LA COPA DE CLEVELAND

A.1 Copa de ensayo – De acuerdo con la Figura 709 - 3 y con las dimensiones indicadas en ella. La copa puede ser de latón u otro material inoxidable de conductividad equivalente. Puede estar equipada con una manija.

A.2 Placa de calentamiento – De materiales y dimensiones suficientes para asegurar que el calentamiento que se transmite hacia la copa sea aplicado solo por la parte inferior de ésta. La Figura 709 - 2 muestra un ejemplo de placa manual que utiliza mecheros Bunsen o elementos orientados de calefacción eléctrica.

A.3 Aplicador de la llama de ensayo – Puede ser de cualquier tipo de diseño adecuado, pero debe terminar en una boquilla de 1.6 ± 0.05 mm (1/16") de diámetro, provista de un orificio central para la salida del gas, con un diámetro

de 0.8 ± 0.05 mm (1/32"). El aplicador puede estar montado de forma que permita la repetición automática del barrido de la llama de ensayo sobre la muestra haciendo girar el orificio de la boquilla en un arco de circunferencia con un radio no menor de 150 mm (6"). El centro de la llama de ensayo se deberá mover siempre en un plano horizontal que esté a no más de 2 mm (5/64") por encima del borde la copa. Es conveniente instalar un pequeño abalorio con un diámetro de 3.2 a 4.8 mm (1/8 a 3/16") en una posición tal, que permita comparar el tamaño de la llama de ensayo con él.

- A.4** *Calentador* – El calor puede ser suministrado por cualquier fuente apropiada. El uso de un quemador de gas o incluso de una lámpara de alcohol está permitido pero, bajo ninguna circunstancia, se permite que productos de combustión o de llama libre envuelvan la copa de ensayo. Es preferible el uso de un calentador eléctrico que se pueda regular manual o automáticamente. La fuente de calor se debe colocar centrada bajo el orificio de la placa de calentamiento, debiéndose evitar los sobrecalentamientos locales. Los calentadores de llama se deben proteger de las corrientes de aire o de radiaciones excesivas empleando cualquier protector adecuado, que no supere el nivel de la superficie superior de la placa de calentamiento.
- A.5** *Soporte del dispositivo de medida de la temperatura* – Cualquier dispositivo que permita sostener el termómetro en la posición especificada durante el ensayo y que, además, permita la fácil remoción de éste una vez terminado el ensayo.
- A.6** *Soporte de la placa calentadora* – Cualquier soporte adecuado que la sostenga a nivel y con firmeza.
- A.7** *Pantalla de protección (opcional)* – Para evitar las corrientes de aire durante el ensayo, se puede utilizar una pantalla de base cuadrada, de unos 410 mm de lado y 610 mm de altura, y abierta frontalmente.

ANEXO B (Aplicación obligatoria)

VERIFICACIÓN DEL COMPORTAMIENTO DEL APARATO

B.1 *Material de referencia certificado (CRM)* – El CRM es un hidrocarburo o cualquier derivado del petróleo estable y con 99% o más de pureza molar, al cual se le ha establecido previamente el punto de inflamación, a través de un método específico y con base en estudios entre laboratorios, siguiendo las guías ASTM RR: D02–1007 o las guías ISO 34 y 35.

B.1.1 En la Tabla 709B - 1 se presentan los valores típicos de los puntos de inflamación, corregidos por la presión barométrica, para algunos materiales de referencia, así como sus límites típicos. Quienes suministren materiales CRM, deberán entregar certificados indicando el método específico de determinación del punto de inflamación para cada lote del material. Los límites para materiales diferentes de los mencionados en la tabla se pueden determinar a partir de los valores de reproducibilidad de este método de ensayo, reducidos por el efecto interlaboratorio y multiplicados luego por 0.7 (Ver Research Report RR: S 15–1008 de la ASTM).

Tabla 709B - 1. Valores típicos de punto de inflamación y límites típicos para CRM

HIDROCARBURO	% PUREZA MOLAR	PUNTO DE INFLAMACIÓN (° C)	LÍMITES (°C)
Tetradecano	99 +	115.5	± 8
Hexadecano	99 +	138.8	± 8

B.2 *Patrón secundario de trabajo (SWS)* – El SWS es un hidrocarburo o cualquier derivado del petróleo estable y con 99 % o más de pureza molar, del cual se sabe que su composición permanece apreciablemente estable.

B.2.1 Se establece el promedio de las determinaciones del punto de inflamación y los límites de control estadístico (3 veces la desviación estándar) para el SWS, empleando técnicas estadísticas normales.

ANEXO C (Informativo)

TÉCNICA PARA PREVENIR LA FORMACIÓN DE COSTRA EN ASFALTOS DURANTE LA EJECUCIÓN DEL ENSAYO DE PUNTOS DE INFLAMACIÓN Y DE COMBUSTIÓN SEGÚN ESTA NORMA DE ENSAYO

C.1 Introducción

- C.1.1** La técnica que se describe en este Anexo, fue desarrollada por Imram Hussami de la compañía de refinación Frontier El Dorado.

C.2 Materiales

- C.2.1** *Papel de filtro* – No. 417 o equivalente, de 7.5 cm de diámetro.
- C.2.2** *Anillo tensor de restricción* – Debe ser de alambre metálico, de forma circular, pero con dobleces interiores rectos de longitud 15 mm y paralelos uno a otro, como lo muestra la Figura 709C - 1. Las dimensiones del anillo son: alambre metálico de 2 mm de espesor, de 62 a 63 mm de diámetro exterior con extremos doblados que se separan 15 mm de la circunferencia del anillo. La longitud total del alambre es, más o menos, 210 mm. Se puede usar un gancho de alambre de colgar ropa para fabricar el anillo de tensión.
- C.2.3** *Perforadora de un solo orificio* – Capaz de perforar en el centro del papel de filtro un agujero de 6 mm de diámetro.

C.3 Procedimiento

- C.3.1** Se ubica el centro del papel de filtro con ayuda de una regla. Empleando la perforadora, se perfora un orificio de 6 mm de diámetro en el centro del papel de filtro.
- C.3.2** Se doblan los bordes del papel de filtro, cerca de 6 mm por todo su alrededor y se lo coloca en el fondo de la copa de Cleveland, con los 6 mm de los bordes doblados hacia arriba.
- C.3.3** Se coloca el anillo tensor de restricción ajustado sobre la parte curvada del papel filtro en el fondo de la copa (el anillo de tensión previene que el papel filtro se mueva hacia arriba durante el ensayo).

- C.3.4** Se llena la copa con la muestra, hasta 4 a 5 mm por debajo de la marca de llenado (esto es para compensar la muestra que es absorbida por el papel de filtro, la cual será liberada durante el ensayo). **Precaución:** Llenar la copa con la muestra hasta la línea marcada puede producir resultados prematuros del punto de inflamación.
- C.3.5** Se inicia el ensayo, usando un aparato manual o automático, y se determina el punto de inflamación.
- C.3.6** Se reporta el punto de inflamación corregido por la presión barométrica, con aproximación a 1° C.

Nota C.1: El uso de esta técnica alternativa puede causar burbujeo en algunas muestras y éste, a su vez, puede interferir con la detección del punto de inflamación en un aparato automático y, así mismo, puede causar una baja velocidad de calentamiento en la misma muestra



Figura 709C - 1. Técnica para prevenir la formación de costra en la superficie de muestras de asfalto en desarrollo del ensayo de punto de inflamación según el método de esta norma