

**NORMA
TÉCNICA
GUATEMALTECA**

NTG 51005 h50:2017

Método de ensayo para punto de inflamación y llama por medio de la copa abierta de Cleveland. ASTM D-92



**Comisión Guatemalteca de Normas
Ministerio de Economía**

Calzada Atanasio Tzul 27-32, zona 12,
Segundo nivel, Guatemala, Guatemala.
Teléfonos: +502 2247-2654 y 2656
Fax: +502 2247-2687

info-coguanor@mineco.gob.gt
www.mineco.gob.gt

Referencia número

ICS: 75:140

ÍNDICE

PROLOGO.....	3
INTRODUCCIÓN.....	4
1 ALCANCE	4
2 NORMAS DE REFERENCIA.....	5
3 TERMINOLOGÍA.....	5
4 SUMARIO DE METODO DE ENSAYO.....	6
5 USO Y SIGNIFICADO.....	6
6 APARATOS.....	7
7 REACTIVOS Y MATERIALES.....	9
8 MUESTREO.....	9
9 PREPARACIÓN DEL APARATO	11
10 CALIBRACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN.....	11
11 PROCEDIMIENTO.....	12
12 CÁLCULOS.....	16
13 REPORTE.....	18
14 PRECISIÓN Y TENDENCIA.....	18
15 PALABRAS CLAVE.....	19
ANEXOS	
A1. Ensayador de Copa Abierta de Cleveland.....	19
A2 Verificación del Desempeño del Equipo.....	20
APENDICES	
X1 Técnica para prevenir la formación de película superficial cuando se realice el ensayo del punto de inflamación de asfalto por método de prueba ASTM D-92.....	20

PRÓLOGO

La Comisión Guatemalteca de Normas -COGUANOR- es el Organismo Nacional de Normalización según el Decreto No.1523 del Congreso de la República del 15 de mayo de 1962, modificado por el Decreto No.78-2005 del 08 de diciembre de 2005.

COGUANOR es una entidad adscrita al Ministerio de Economía cuya misión es gestionar la normalización técnica y actividades conexas, para propiciar la obtención de productos y servicios de calidad, contribuyendo a mejorar la competitividad de las empresas y generar confianza entre los sectores involucrados.

La elaboración de normas a través de Comités Técnicos de Normalización garantiza la participación de todos los sectores interesados, dando transparencia a este proceso. En apoyo a las actividades productivas del país, el Comité Técnico de Normalización de Asfalto trabajó la norma NTG 51005 h50:2017, *Método de ensayo para punto de inflamación y llama por medio de la copa abierta de Cleveland. ASTM D-92*

A continuación se mencionan las entidades públicas y privadas que participaron en la elaboración y revisión de la presente norma:

Agregados de Guatemala S.A.	Iván Ernesto Roca
Asfaltos de Guatemala, S.A.	Dina Avellán
	José Luis Agüero Umattino
Pavimentos de Guatemala, S.A.	Pedro Luis Rocco
Asociación Guatemalteca de Contratistas de la Construcción	Hugo Guerra
Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos	José Istupe Alejandra Franco
Comisión Guatemalteca de Normas	Héctor Herrera
Instituto del Asfalto de Guatemala	Olga Pozuelos
Consultor Independiente	Rodrigo Urrejola
Unidad Ejecutora de Conservación Vial- COVIAL	Edgar Marizuya
Uno Guatemala, S.A.	Gabriela Rodríguez

INTRODUCCIÓN

Este ensayo de punto de inflamación y de llama es un método dinámico y depende de razones definidas de incrementos de temperatura para controlar la precisión del método. El principal uso es para materiales viscosos que tiene un punto de inflamación de 79°C (175°F) y más. Este también es usado para determinar el punto de llama que es una temperatura arriba del punto de inflamación en la que la muestra a ensayar soportará la combustión por un mínimo de 5s. No confunda éste método de ensayo con el Método de Ensayo D 4206 que es un ensayo sostenido de quema, de tipo copa abierta, a una temperatura específica de 49°C (120°F).

Los valores del producto de inflamación son función del diseño del aparato, la condición del aparato usado, y el procedimiento operacional que se lleve a cabo. El punto de inflamación puede, entonces, definirse solamente en términos de un método estandarizado y ninguna correlación general válida puede garantizarse entre resultados obtenidos por métodos distintos o con aparatos de prueba diferentes al especificado.

1. ALCANCE

1.1 Este método de ensayo describe la determinación de punto de inflamación y punto de llama de productos de petróleo por un equipo manual de copa abierta de Cleveland o un equipo de copa abierta de Cleveland automático.

NOTA 1: La precisión del punto de llama no fue determinada en el actual programa interlaboratorios. El punto de llama es un parámetro que comúnmente no está especificado, aunque en algunos casos, conocer la temperatura de inflamabilidad puede ser deseable.

1.2 Este método es aplicable a todos los productos de petróleo que tienen un punto de inflamación arriba de 79°C (175°F) y abajo de 400°C (752°F) excepto aceites combustibles.

NOTA 2: Este método de ensayo puede especificarse ocasionalmente para la determinación de punto de llama de aceites combustibles. Para la determinación del punto de llama de aceites combustibles utilice el Método de Ensayo ASTM D 93. El Método de Ensayo ASTM D 93 también debe ser utilizado para determinar la posible presencia de pequeñas pero significativas concentraciones de sustancias con bajo punto de llama que podrían no detectarse al utilizar el Método de Ensayo ASTM D 92. El Método de Ensayo ASTM D 1310 puede emplearse si se sabe que el punto de llama es menor de 79°C (175°F)

1.3 Los valores expresados en unidades SI deben ser tomados como el estándar. Los valores entre paréntesis se dan únicamente como información.

1.4 Advertencia: El mercurio ha sido designado por varias agencias ambientales como un material peligroso que puede causar daños al sistema nervioso central, riñones y el hígado. El mercurio o sus vapores, puede ser dañino para la salud y corrosivo en los materiales. Se debe tener cuidado al manipular el mercurio y los

productos que lo contienen. Vea la hoja de seguridad de materiales (Material Safety Data Sheet – MSDS) para referencia de mercurio.

1.5 Este estándar no pretende señalar todos los riesgos de seguridad asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer las prácticas apropiadas de seguridad y salud, y determinar la aplicabilidad de limitaciones reguladas previo a su uso. Para advertencias específicas vea 6.4, 7.1, 11.1.3, y 11.2.4.

2. NORMAS DE REFERENCIA

2.1 Normas ASTM1

D93 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

D140 Practice for Sampling Bituminous Materials

D1310 Test Method for Flash Point and Fire Point of Liquids by Tag Open-Cup Apparatus

D4057 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

D4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

D4206 Test Method for Sustained Burning of Liquid Mixtures Using the Small Scale Open-Cup Apparatus

E1 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers

E300 Practice for Sampling Industrial Chemicals

Research Report RR:S15-1010

Research Report RR:D02-1007

2.2 Energy Institute Standard:

Specifications for IP Standard Thermometers

2.3 ISO Standards:

Guide 34 General requirements for the competence of reference material producers

Guide 35 Reference materials—General and statistical principles for certification

3. TERMINOLOGÍA

3.1 Definiciones:

3.1.1 *Dinámica en productos de petróleo*, la condición donde la temperatura del vapor sobre la muestra de ensayo y ésta, no están en equilibrio al tiempo que la fuente de ignición es aplicada.

3.1.1.1 *Discusión* - Esta es principalmente causada por el calentamiento de la muestra de ensayo a la velocidad constante prescrita con la temperatura del vapor rezagada detrás de la temperatura de la muestra.

3.1.2 *Punto de llama en método de ensayo de punto de inflamación*, la temperatura más baja de una muestra, corregida a la presión barométrica de 101.3 kPa (760 mm Hg), en la cual la aplicación de una fuente de ignición causa que los vapores de la muestra de ensayo se incendien y se mantenga quemando por un mínimo de 5 s bajo condiciones específicas de ensayo.

3.1.3 *Punto de inflamación en método de ensayo de punto de inflamación*, la temperatura más baja de una muestra, corregida a la presión barométrica de 101.3kPa (760mm Hg), en la cual se aplica una fuente de ignición y causa que los vapores de la muestra de ensayo se inflamen bajo condiciones específicas de ensayo.

4. SUMARIO DE METODO DE ENSAYO

4.1 La copa de ensayo se debe llenar con 70ml de la muestra aproximadamente. La temperatura de ensayo se incrementa rápidamente al inicio y luego a un ritmo constante más lento cuando se esté acercando al punto de inflamación. A intervalos específicos una inflamación de ensayo se pasa a través de la copa. El punto de inflamación es la temperatura más baja del líquido, en la que la aplicación de la llama de ignición hace que los vapores de la muestra de ensayo se inflamen. Para determinar el punto de llama se continúa el análisis hasta que la inflamación de ensayo causa que la muestra de ensayo se incendie y se mantenga una llama continua por lo menos 5s.

5. USO Y SIGNIFICADO

5.1 El punto de inflamación es una medición de la tendencia de la muestra de ensayo a formar una mezcla inflamable con aire bajo condiciones controladas en el laboratorio. Esta es una de varias de las propiedades que deben ser consideradas en evaluar de todos los riesgos de inflamabilidad de un material.

5.2 El punto de inflamación es usado en el transporte y regulaciones de seguridad para definir materiales inflamables y combustibles. Consulte las regulaciones particulares involucradas para definiciones precisas de estas clasificaciones.

5.3 El punto de inflamación puede indicar la posible presencia de materiales muy volátiles e inflamables en un material no volátil o relativamente no volátil. Por ejemplo un punto bajo de inflamación en una muestra de aceite de motor puede indicar una contaminación con gasolina.

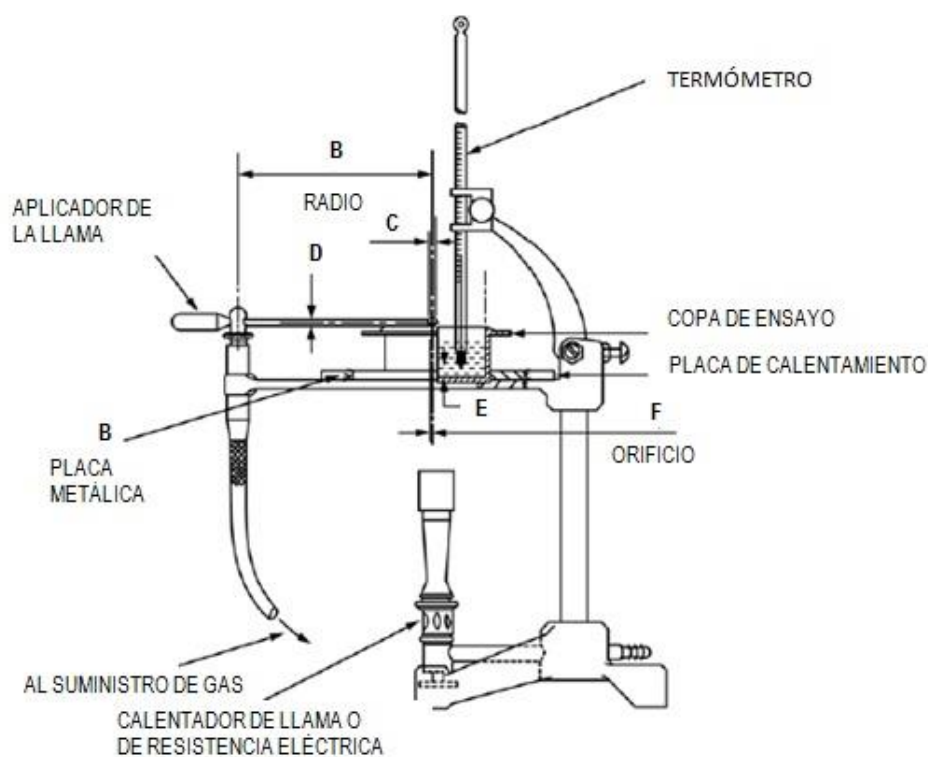
5.4 Este método de ensayo puede ser usado para medir y describir las propiedades de materiales, productos o montajes en respuesta al calentamiento o una llama de prueba, bajo condiciones controladas de laboratorio y no debe ser usado para describir o evaluar el peligro o condiciones de llama. Sin embargo los resultados de este método pueden ser usados como elementos de riesgo de llama evaluándose que se cuenta con todos los factores que son pertinentes en una evaluación del peligro de llama de un uso en particular.

5.5 El punto de llama es una medición de la tendencia de la muestra de ensayo para soportar la combustión.

6. APARATOS

6.1 Aparato de Copa Abierta de Cleveland (manual): Este aparato consiste en una copa de ensayo, plato de calentamiento, aplicador de la llama de ensayo, calentador, y soportes descritos detalladamente en el Anexo A1. El aparato manual ensamblado, plato de calentamiento y copa son ilustrados en las figuras 1 – 3 respectivamente. Las dimensiones están listadas con las figuras.

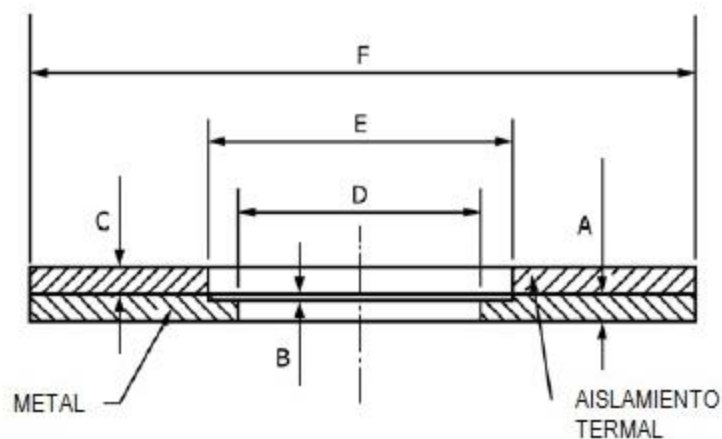
6.2 Aparato de Copa Abierta de Cleveland (automático): Este aparato es un instrumento de punto de inflamación automático que debe cumplir de acuerdo con las especificaciones de la sección 11 de procedimiento. El aparato debe usar una copa de ensayo con las dimensiones que se describen en el Anexo A1, y la aplicación de la llama debe ser de acuerdo con lo que se describe en el Anexo A1.



	milímetros		pulgadas	
	min	max	min	max
A - Diámetro	3.2	4.8	0.126	0.189
B - Radio	152	nominal	6	nominal
C - Diámetro	1.6	nominal	0.063	nominal
D		2	0.078	
E	6	7	0.236	0.276
F - Diámetro	0.8	nominal	0.031	nominal

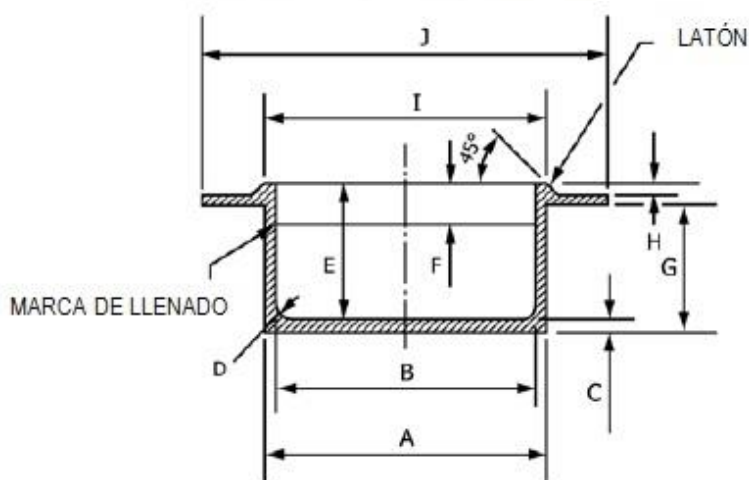
Figura 1 Aparato de la copa abierta de Cleveland

PROPUESTA NTG 51005 h50:2017



	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 2 Plato 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	1.138
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 3 Copa abierta de Cleveland

6.3 Instrumento de Medición de Temperatura: Un termómetro que tenga el rango que se muestra enseguida y con forme a los requerimientos descritos en la Especificación E 1 o en la especificación por IP Termómetros Estándar, o un instrumento de medición de temperatura electrónica tal como un termómetro de resistencia o termocopla. El instrumento debe exhibir la misma respuesta de temperatura que el termómetro de mercurio.

	Rango de Temperatura	Número de Termómetro ASTM IP
-6 a +400°C	11C 28C	
	20 760°F	11F

6.4 Llama de Ensayo: Llama de gas natural (metano) y gas envasado (butano, propano) que hayan sido aceptados para usar como una fuente de ignición. El dispositivo de la llama de gas está descrito detalladamente en Anexo A1. (**Advertencia:** El gas que se supe al aparato no debe exceder de 3kP (12plg) de presión de agua.)

7. REACTIVOS Y MATERIALES

7.1 Solventes de Limpieza –Utilice un solvente de grado técnico adecuado capaz de limpiar la muestra de ensayo de la copa de ensayo y dejarla secar. Algunos solventes usados comúnmente son tolueno y acetona. (**Advertencia:** El tolueno, la acetona y muchos otros solventes son inflamables. Riesgo de Salud. Descarte los solventes y materiales de desecho de acuerdo a las regulaciones locales.)

8. MUESTREO

8.1 Obtenga una muestra de acuerdo con las instrucciones dadas en las prácticas D140, D4057, D4177 o E300.

8.2 Se requiere como mínimo 70ml de muestra para cada ensayo. Refiérase a la práctica D4057.

8.3 Erróneamente se obtienen puntos altos de inflamación si no se toman las precauciones para evitar la pérdida de material volátil. No abra el contenedor innecesariamente, esto podría prevenir la pérdida de material volátil y la posible introducción de humedad. No tome la muestra para transferirla hasta que la temperatura de la muestra no esté abajo de 56°C (100°F) abajo del punto de inflamación esperado. Cuando sea posible, el punto de inflamación debe ser el primer ensayo que se realice a una muestra y ésta debe ser guardada a baja temperatura.

NOTA 3: Típicamente la temperatura de almacenamiento de la muestra es a temperatura ambiente o menor.

8.4 No guarde las muestras en contenedores que son permeables al gas debido que el material volátil puede filtrarse a través de las paredes del recinto. Muestras

en contenedores con fuga no son confiables por lo que no pueden ser una fuente de resultados válidos.

8.5 Hidrocarburos livianos pueden presentarse en forma de gases tales como el propano o butano y no pueden detectarse en el ensayo porque se pierde durante el muestreo y el llenado de la copa de ensayo. Esto es especialmente evidente en residuos pesados o asfaltos del proceso de extracción de solventes.

8.6 Muestras de materiales muy viscosos pueden ser calentados hasta que estén razonablemente fluidos antes de ser ensayados. Sin embargo la muestra no se debe calentar más de lo absolutamente necesario. Esta no deberá ser calentada arriba de una temperatura de 56°C (100°F) abajo del punto de flama esperado. Cuando la muestra haya sido calentada arriba de esta temperatura deje enfriar la muestra hasta que alcance como mínimo los 56°C (100°F) abajo de la temperatura de punto de inflamación esperado para poder transferirla.

NOTA 4: Típicamente, el contenedor de la muestra para este tipo de muestras debe mantenerse cerrado durante el proceso de calentamiento.

8.7 Muestras que contengan agua disuelta o libre debe ser deshidratada con cloruro de calcio o por filtrado por medio de un papel filtro cualitativo o por un tapón suelto y seco de algodón absorbente. Las muestras de materiales muy viscosos pueden ser calentadas hasta que estén razonablemente fluidas antes de ser filtradas, sin ser calentadas por períodos largos arriba de la temperatura de 56°C (100°F) abajo del punto de inflamación esperado.

NOTA 5: Si se sospecha que la muestra contiene contaminantes volátiles el tratamiento descrito en 8.6 y 8.7 deben ser omitidos.

9. PREPARACIÓN DEL APARATO

9.1 Sujete el aparato manual o automático al nivel de una superficie nivelada y estable, como por ejemplo una mesa firme.

9.2 Los ensayos deben de ser realizados en un cuarto o compartimiento libre de corrientes de aire. Ensayos hechos en una campana de laboratorio o en cualquier localidad donde existan corrientes no deben ser de confianza.

NOTA 6: Se recomienda un protector de corriente para prevenir que estas mismas no interfieran con el vapor sobre la copa de ensayo. Este protector debe cubrir al menos tres lados alrededor de la copa de ensayo. Algunos aparatos pueden incluir este protector.

NOTA 7: Con algunas muestras cuyos vapores o producto de la pirólisis son objetables, se permite poner el equipo con el protector dentro de la campana. La corriente de ésta debe ser ajustada tal que los vapores pueden ser sacados sin causar corrientes de aire sobre la copa de ensayo durante el aumento final de 56°C (100°F) de temperatura antes del punto de inflamación.

9.3 Lave la copa de ensayo con el solvente de limpieza para remover cualquier muestra de ensayo o trazas de gomas o residuo remanente del ensayo anterior. Si se presentan residuos de carbón estos deben ser removidos con un material tal

como una esponja de metal de grado fino. Asegúrese que la copa de ensayo esté completamente limpia y seca antes de usarla nuevamente. Si es necesario lave la copa de ensayo con agua fría y séquela por unos cuantos minutos sobre una llama o una estufa para remover las últimas trazas de solvente y de agua. Enfríe la copa de ensayo por lo menos a 56°C (100°F) abajo del punto de inflamación esperado.

9.4 Sujete el medidor de temperatura disponible en una posición vertical con el fondo del mismo localizado a $6.4\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ ($\frac{1}{4}\text{plg} \pm 1/50\text{plg}$) arriba del fondo interno de la copa de ensayo y localizado a un punto equidistante entre el centro y el lado de la copa de ensayo sobre un diámetro perpendicular al arco (o línea) de la curva de la flama de ensayo y sobre el lado opuesto al aplicador de la flama de ensayo en la posición de montaje. Está permitido que los dispositivos de medición electrónicos de temperatura puedan ser montados en una posición no vertical prevista para que el desempeño cumpla con los requerimientos dados en 6.3.

NOTA 8: La línea de inmersión marcada en el termómetro ASTM o IP será $2\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ ($5/64\text{plg} \pm 1/50\text{plg}$) por debajo del borde del nivel de la copa cuando el termómetro esta correctamente posicionado.

NOTA 9: Algunos aparatos automatizados son capaces de posicionar el dispositivo medidor de temperatura automáticamente. Refiérase a las instrucciones del fabricante para un adecuado ajuste e instalación.

9.5 Prepare el aparato manual o automático según las instrucciones para calibración, chequeo y operación del equipo.

10. CALIBRACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN

10.1 Cuando sea usado el sistema de detección automático de punto de inflamación deberá ser ajustado de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

10.2 Calibre el sistema de medición de temperatura según las indicaciones del fabricante.

10.3 Verifique el funcionamiento del aparato manual o automático por lo menos una vez al año, para determinar el punto de inflamación de un material de referencia certificada (CRM) tales como los que se listan en el Anexo A2, que son razonablemente cercanas al rango de temperatura esperado para la muestra de ensayo. El material debe ser ensayado según los procedimientos de ensayo de este método de ensayo y el punto de inflamación obtenido en 11.1.10 ó 11.2.5, debe ser corregido por la presión barométrica (vea sección 12), el punto de inflamación debe ser establecido dentro de los límites proporcionados en la tabla A2.1 para los CRM identificados o dentro de los límites calculados para un CRM que no esté listado (vea Anexo A2).

10.4 Una vez que el funcionamiento del aparato sea verificado, el punto de inflamación de un segundo grupo de estándares de trabajo (SWSs) puede ser determinados con todos sus límites de control. Estos materiales secundarios

pueden ser utilizados con mayor frecuencia para chequeo de funcionamiento (vea anexo A2).

NOTA 10: El fluido de verificación es un material con un ensayo predeterminado en el laboratorio, la temperatura del punto de inflamación que se utilice para verificar la correcta operación del aparato. Según las instrucciones del fabricante del aparato, la calibración es tarea del operador y ésta debe ser el resultado de la verificación del estado de reproducibilidad.

10.5 Cuando el punto de inflamación no se obtiene dentro de los límites establecidos en 10.3 ó 10.4, verifique la condición y operación del aparato para asegurar conforme a los detalles listados en el Anexo A1, especialmente en lo que se refiere a la posición para el medidor de temperatura, la aplicación de la flama de ensayo y el rango de calentamiento. Después de ajustar el aparato, repita el ensayo con una nueva muestra (vea 10.3) con especial atención a los detalles de procedimientos descritos en la sección 11.

11 PROCEDIMIENTO

11.1 *Aparato manual*

11.1.1 Llene la copa de ensayo con la muestra tal que el tope del menisco de la muestra de ensayo sea exactamente a la marca de llenado, y posicione la copa de ensayo en el centro del plato de calentamiento. La temperatura de ensayo y la muestra no debe exceder de 56°C (100°F) abajo del punto de inflamación esperado. Si se agrega mucha muestra de ensayo a la copa de ensayo, remueva el exceso con una jeringa o un instrumento similar para retirar el fluido. Sin embargo si la muestra de ensayo está fuera de la copa de ensayo esta debe vaciarse y limpiarse y se vuelve a llenar. Destruya cualquier burbuja de aire o espuma sobre la superficie de la muestra de ensayo con un cuchillo afilado, u otro instrumento disponible y manteniendo el nivel requerido para la muestra de ensayo. Si una espuma persiste durante el tramo final del ensayo termine el ensayo y haga caso omiso del cualquier resultado.

NOTA 11: Inicialmente la copa de ensayo puede ser llenada por debajo de la marca de llenado para permitir la expansión termal de la muestra.

11.1.2 Material sólido no debe ser agregado a la copa de ensayo. Muestras sólidas o viscosas deben ser calentadas hasta que estén fluidas antes de ponerlas dentro de la copa de ensayo. Sin embargo la temperatura de la muestra durante el calentamiento no debe exceder de 56°C (100°F) abajo de la temperatura de punto de inflamación esperado.

11.1.3 Prenda la flama y ajústela a un diámetro de 3.2mm a 4.8mm (1/8plg a 3/16plg) o a un tamaño comparado a la chapa de referencia, si se tiene una montada en el equipo (vea Anexo A1). (**Precaución:** La presión de gas suministrada al aparato no debe ser permitido que exceda de 3kPa (12plg) de la presión de agua). (**Precaución:** tome cuidado cuando utilice una flama de ensayo de gas, si esta se extinguiera, no podrá inflamarse los vapores en la copa de ensayo, y el gas de la flama de ensayo que entren al espacio de los vapores puede influenciar en el resultado). (**Precaución:** El operador debe tener cuidado y tomar

las precauciones de seguridad apropiadas durante la aplicación inicial de la flama de ensayo hasta que las muestras que contengan materiales de bajo flameo pueden dar un fuerte punto de flama anormal cuando se aplique por primer vez el punto de flama). (**Precaución:** Como practica de seguridad cuando se usa un aparato manual o automático, se recomienda fuertemente, antes de calentar la copa de ensayo y espécimen pasar la llama de fuego a través del espécimen en la copa de ensayo para verificar la presencia de material volátil inesperado) (**Precaución:** El operador debe tener cuidado y tomar las precauciones de seguridad apropiadas durante la ejecución de éste método de ensayo. Las temperaturas alcanzadas, durante este ensayo que se encuentran arriba de los 400°C (752°F) son consideradas peligrosas).

NOTA 12: Algunas aplicaciones preliminares de flama durante la fase de calentamiento inicial pueden ser útiles para la detección de material volátil inesperado presente en la muestra. Un intervalo típico está al principio de la fase inicial de calentamiento y luego cada 10°C (50°F) hasta llegar a la aplicación de temperatura estándar del ensayo de flama. Ver 11.1.5.

11.1.4 Aplique calor inicial a un ritmo que el medidor de temperatura describa un incremento de 5°C a 17°C (9°F a 30°F)/min. Cuando la temperatura de la muestra de ensayo es aproximadamente 56°C (100°F) abajo del punto de inflamación esperado, disminuya el calor aplicado de tal forma que el rango de temperatura sea durante los últimos 28°C (50°F) antes del punto de inflamación de 5°C a 6°C (9°F a 11°F)/min.

NOTA 13: Con un material de punto de inflamación bajo o un material altamente viscoso, es aconsejable el uso del rango de calentamiento de 5°C (41°F)/min a 6°C (43°F)/min desde el inicio hasta el final del ensayo.

11.1.5 Aplique la flama de ensayo cuando la temperatura de ensayo de la muestra de ensayo sea aproximadamente 28°C (82°F) abajo del punto de inflamación esperado y cada repetición a una temperatura con lecturas de incremento de 2°C (3.6°F). Pase la flama de ensayo a lo largo del centro de la copa de ensayo en ángulos rectos con respecto al diámetro, que pasen por el medidor de temperatura. Con un movimiento suave y continuo aplique la flama de ensayo ya sea en forma lineal o a lo largo de la circunferencia de un círculo teniendo como radio por lo menos 150mm ± 1mm (6.00plg ± 0.039plg). El centro de la flama de ensayo debe moverse en un plano horizontal no más de 2mm (5/64plg) arriba del plano superior de la copa de ensayo y pasando solamente en una dirección. Al tiempo de la próxima aplicación de la flama de ensayo páselo en la dirección opuesta de la aplicación precedente. El tiempo consumido en pasar la flama de ensayo a través de la copa en cada caso debe ser aproximadamente 1s ± 0.1s.

NOTA 14: Algunos aparatos automatizados pasan la flama de ensayo en una sola dirección. Aparatos que operan de esta manera típicamente apagan el gas de la llama de ensayo luego de cada aplicación, regresando a la posición inicial sin crear una corriente de aire cercana y sobre la copa de ensayo, y la flama de ensayo puede ser encendida de tal manera que ningún gas inflamable entre al espacio del vapor de la copa antes de la siguiente aplicación.

NOTA 15: Cuando se determine el punto de inflamación de asfalto, es recomendable mover con cuidado completamente hacia un lado, ya sea con una espátula, cualquier película formada antes

PROPUESTA NTG 51005 h50:2017

de cada aplicación de la fuente de ignición. Datos disponibles indican que un punto de inflamación elevado es observado para muestras de asfalto cuando la película formada en la superficie no se ha removido, comparado al punto de inflamación observado cuando la película de la superficie ha sido previamente removida a la aplicación de la fuente de ignición.

NOTA 16: Una alternativa para la remoción de la película formada en la superficie puede ser encontrada en el Apéndice X1.

11.1.6 Durante el último aumento 28°C (50°F) en temperatura previo al punto de inflamación esperado, se debe tener cuidado de perturbar a los vapores en la copa de ensayo con un movimiento brusco o corrientes cerca de la copa de ensayo.

11.1.7 Cuando persiste una espuma en la parte de arriba de la muestra de ensayo durante el último aumento 28°C (50°F) en temperatura previo al punto de inflamación esperado, termine el ensayo y haga caso omiso de cualquier resultado.

11.1.8 Se requiere atención meticulosa para todos los detalles relacionados con la flama de ensayo, su tamaño, los incrementos del rango de temperatura, y la velocidad de paso de la flama de ensayo sobre la muestra de ensayo, para resultados apropiados.

11.1.9 Cuando se ensaye una muestra en donde la temperatura del punto de inflamación no es conocido, lleve al material y a la copa de ensayo a una temperatura no mayor de 50°C (122°F), o cuando el material necesita ser calentado para ser transferido dentro de la copa de ensayo, aplique al material esa temperatura. Aplique la flama de ensayo de la manera descrita en 11.1.5, comience por lo menos a 5°C (9°F) sobre la temperatura de inicio. Continúe calentando la muestra de ensayo de 5 a 6°C (9 a 11°F)/min. Y ensaye el material a cada 2°C (5°F) como se describe en 11.1.5 hasta que el punto de inflamación sea obtenido.

NOTA 17: Los resultados del punto de inflamación determinados en una muestra en donde se desconoce un punto de inflamación esperado, deben considerarse aproximados. Este valor puede utilizarse como el punto de inflamación esperado cuando una muestra fresca es ensayada en un modo de operación estándar.

11.1.10 Mientras el punto de inflamación es observado, registrar la lectura del sistema de medición de temperatura al tiempo de que la flama de ensayo cause una flama distinta en el interior de la copa.

11.1.10.1 Se considera que la muestra llega al punto de flama cuando una flama larga aparece en cualquier punto de la superficie de la muestra de ensayo e instantáneamente se propaga por sí misma sobre la muestra de ensayo.

11.1.11 La aplicación de la flama de ensayo puede causar un halo azul o una flama alargada antes del punto de inflamación real. Este no es el punto de inflamación y debe ser ignorado.

11.1.12 Cuando el punto de inflamación o punto de llama es detectado durante cualquier aplicación preliminar de la flama de ensayo, o en la primera aplicación de flama de ensayo (Ver 11.1.5) el ensayo debe ser interrumpido, el resultado descartado y el ensayo debe repetirse con una muestra fresca. La primera aplicación de la flama de ensayo a la muestra fresca debe ser por lo menos 28°C (50°F) abajo de la temperatura encontrada cuando el punto de inflamación fue detectado bajo las condiciones en 11.1.12.

11.1.13 Cuando el equipo ha sido enfriado para un manejo de temperatura seguro, menos de 60°C (140°F), remueva la copa de ensayo, limpie la misma y el equipo comorecomiende el fabricante.

NOTA 18: Tome cuidado cuando limpie el equipo para no dañar o desarmar el sistema de detección automático de flama si se usa, o el sistema de medición de temperatura. Vea las instrucciones del fabricante para el cuidado y mantenimiento adecuado.

11.1.14 Para determinar el punto de llama, continúe calentando la muestra de ensayo después de anotar el punto de inflamación tal que la temperatura de muestra de ensayo aumente en un ritmo de 5°C a 6°C (9 a 11°F)/min. Continúe la aplicación de la flama de ensayo a intervalos de 2°C (5°F) hasta que la muestra de ensayo se inflame y se mantenga quemando por un mínimo de 5s. Anote la temperatura de la muestra de ensayo que se inflamó cuando la llama de ensayo fue aplicada. Mantenga el quemado mientras se observa el punto de llama de la muestra de ensayo.

11.1.15 Cuando el equipo se ha enfriado a una temperatura segura para la manipulación, menos de 60°C (140°F), remueva la copa de ensayo, limpie la misma y el equipo comorecomiende el fabricante.

11.2 Equipo automático

11.2.1 El equipo automático debe ser capaz de realizar el procedimiento como el que se describe en 11.1, incluyendo el control del ritmo de temperatura, aplicación de la flama de ensayo, detección del punto de inflamación o punto de llama o ambos, y anotar el punto de inflamación o punto de llama o ambos.

11.2.2 Llene la copa de ensayo con la muestra de tal manera que el tope del menisco de la muestra de ensayo este a nivel de la marca de llenado, y posicione la copa de ensayo en el centro del plato de calentamiento. La temperatura de la copa de ensayo y de la muestra, no deben exceder de 56°C (100°F) abajo del punto de inflamación esperado. Si se agrega mucha muestra de ensayo a la copa de ensayo, remueva el exceso con una jeringa o un instrumento similar para extraer el fluido. Sin embargo, si hay muestra de ensayo fuera de la copa, debe vaciarse, limpiarse y volverse a llenar. Destruya cualquier burbuja o espuma sobre la superficie de la muestra de ensayo con un cuchillo afilado u otro instrumento apropiado, manteniendo el nivel requerido para la muestra de ensayo. Si una espuma persiste durante el tramo final del ensayo, termine el ensayo y descarte cualquier resultado.

NOTA 19: Inicialmente, la copa de ensayo puede ser llenada debajo de la marca de llenado para permitir la expansión térmica de la muestra.

11.2.3 No debe ser agregado material sólido a la copa de ensayo. Muestras sólidas o viscosas deben ser calentadas hasta que estén fluidas antes de ponerlas dentro de la copa de ensayo, sin embargo la temperatura de la muestra no debe exceder de 56°C (100°F) abajo de la temperatura de punto de inflamación esperado.

11.2.4 Prenda la flama de ensayo, cuando sea necesaria, y ajústela a un diámetro de 3.2mm a 4.8mm (1/8plg a 3/16plg) o a un tamaño comparado a la placa metálica, si una es montada sobre el equipo. (**Precaución:** La presión de gas suministrada al equipo no debe permitirse que exceda de 3kPa (12pul) de la presión de agua). (**Precaución:** Ejerza cuidado cuando se utilice una flama de ensayo de gas, si esta se extinguiera, no podría incendiar los vapores en la copa de ensayo, y los vapores de gas de la flama de ensayo que entren al espacio de los vapores puede influenciar en el resultado). (**Precaución:** El operador debe tener cuidado y tomar las precauciones de seguridad apropiadas durante la aplicación inicial de la flama de ensayo, ya que las muestras de ensayo que contengan materiales de bajo flameo pueden dar un fuerte punto de flama anormal cuando se aplique por primer vez el punto de flama). (**Precaución:** El operador debe tener cuidado y tomar las precauciones de seguridad apropiadas durante la ejecución de este método de ensayo. Las temperaturas alcanzadas durante el método de ensayo arriba de los 400°C (752°F) son consideradas peligrosas.)

NOTA 20: Algunos aparatos automáticos pueden realizar aplicaciones preliminares de flama de ensayo durante la fase inicial de calentamiento.

NOTA 21: Algunos aparatos automáticos pueden encender la flama de ensayo automáticamente y el tamaño de la flama es programada.

NOTA 22: Muestras de ensayo que contengan >1% de siliconas pueden crear un deposito aislante en los anillos detectores de flama ionizados, como se utilizan en la mayoría de equipos automáticos, que pueden conducir a resultados erróneos. Si las muestras de ensayo son conocidas por contener siliconas, el uso del ensayo manual es recomendado. Los anillos detectores de llama ionizados son sospechosos de dar resultados erróneos, que pueden ser limpiados con un solvente adecuado.

11.2.5 Inicie el equipo automático según las instrucciones del fabricante. El equipo debe seguir los detalles de los procedimientos descritos en 11.1.4 a 11.1.15.

12 CÁLCULOS

12.1 Observe y anote la presión barométrica del ambiente (Vea Nota 23) al momento del ensayo. Cuando la presión difiere de 101.3 kPa (760 mm Hg), corrija el punto de inflamación o punto de llama o ambos de la siguiente manera:

PROPUESTA NTG 51005 h50:2017

$$\text{Punto de Inflamación Corregido} = C + 0.25(101.3 - K) \quad (1)$$

$$\text{Punto de Inflamación Corregido} = F + 0.06(760 - P) \quad (2)$$

$$\text{Punto de Inflamación Corregido} = C + 0.033(760 - P) \quad (3)$$

Donde:

C = Punto de Inflamación Observado, °C,

F = Punto de Inflamación Observado, °F,

P = Presión Barométrica del Ambiente, mmHg, y

K = Presión barométrica del Ambiente, kPa.

NOTA 23: La presión barométrica usada en este cálculo es la presión del ambiente del laboratorio al momento del ensayo. Muchos barómetros aneroides, así como aquellos usados en estaciones del clima y aeropuertos, son precorregidos para dar lecturas a nivel del mar y no podrían dar la lectura correcta para este ensayo.

12.2 Use el punto de inflamación o el punto de llama corregido o ambos como se determina en 12.1, redondee los valores lo más cercano a 1°C (2°F) y anote.

13 REPORTE

13.1 Reporte el valor corregido del punto de inflamación o el punto de llama o ambos, como el Método de Ensayo D 92 Punto de inflamación o punto de llama o ambos de copa abierta de Cleveland, de la muestra de ensayo.

14 PRECISIÓN Y TENDENCIA

14.1 *Precisión:* La precisión de este método de ensayo fue determinada por examen estadístico de ensayos entre laboratorios de la siguiente manera:

14.1.1 *Repetibilidad:* La diferencia entre resultados sucesivos obtenidos por el mismo operador con el mismo equipo bajo constantes condiciones de operación sobre una idéntica muestra de ensayo, a lo largo de la corrida en la correcta y normal operación del método de ensayo excediendo de los siguientes valores en 1 caso de 20.

Punto de Inflamación	8°C (15°F)
Punto de Llama	8°C (15°F)

14.1.2 *Reproducibilidad:* La diferencia entre solo dos e independientes resultados obtenidos por diferentes operadores trabajando en diferentes laboratorios sobre una muestra idéntica, a lo largo de la corrida, en la normal y correcta operación del método de ensayo, excede de los siguientes valores solamente en 1 caso de 20.

PROPUESTA NTG 51005 h50:2017

Punto de Inflamación	18°C (32°F)
Punto de Llama	14°C (25°F)

NOTA 24: Las precisiones para el punto de llama no fueron determinadas en el presente programa interlaboratorios. El punto de llama es un parámetro que no es comúnmente especificado, sin embargo en algunos casos, esta temperatura puede ser deseada.

NOTA 25: No ha sido determinada la precisión para muestras de tipos de asfalto que hayan tenido formada una película en la superficie y se ha removido.

NOTA 26: No ha sido determinada la precisión para muestras de tipos asfalto que han utilizado el procedimiento del Anexo X1.

14.2 Tolerancia: El procedimiento de este método de ensayo no tiene tolerancia porque el punto de inflamación y el punto de llama pueden ser definidos solamente en términos de este método de ensayo.

14.3 Tolerancia Relativa: En la evaluación estadística de los datos, no se detectó ninguna diferencia significativa entre las variaciones de reproducibilidad de los resultados para las muestras estudiadas con la excepción de aceites lubricantes de multiviscosidad y aceite mineral blanco para el punto de inflamación Cleveland manual y automático. La evaluación de los datos no detecta alguna diferencia entre el promedio para muestras estudiadas, con la excepción de aceites lubricantes de multiviscosidad, para el punto de inflamación Cleveland manual y automático, que mostraron alguna tolerancia. En cualquier caso de disputa, el punto de inflamación que sea determinado según el procedimiento manual debe ser considerado como el ensayo de referencia.

14.4 Los datos de precisión para punto de inflamación fueron desarrollados en un programa de ensayos corporativos en 1991 usando siete muestras basado en aceites, asfaltos y aceites lubricantes. Cinco laboratorios participaron con equipos manuales y ocho laboratorios participaron con equipos automáticos. Información sobre los tipos de muestras y sus puntos de inflamación promedios están en el reporte de investigación disponible en la Oficina de ASTM.

15 PALABRAS CLAVE

15.1 Copa abierta automática de Cleveland; copa abierta de Cleveland; punto de llama copa abierta para punto de inflamación; flamabilidad; punto de inflamación; productos de petróleo.

ANEXOS**(Información Obligatoria)****A1. Ensayador de Copa Abierta de Cleveland**

A1.1 Copa de Ensayo - Conforme a la Fig. 3 con dimensiones como se muestra en la figura. La copa debe estar hecha de latón o de algún otro metal con conductividad de calentamiento equivalente no oxidable. La copa debe estar equipada con un agarrador.

A1.2 Plato de Calentamiento – Debe ser de una dimensión y materiales suficientes para asegurar que el calentamiento térmico de la copa de ensayo es aplicado solo al fondo de la copa de ensayo y que calores extraños a la copa de ensayo diferentes a los del fondo sean minimizados. Un ejemplo de aparatos manuales que utilicen mecheros Bunsen o elementos de calentamiento eléctricos expuestos es mostrado en la Fig. 2.

A1.3 Aplicador de fuente de Ignición - La fuente para aplicar la llama de ensayo puede ser de cualquier tipo disponible. Cuando se usa una llama de ensayo se sugiere que la punta sea de $1.6\text{mm} \pm 0.05\text{mm}$ (1/16plg) de diámetro en el final y que el orificio sea de aproximadamente $0.8\text{mm} \pm 0.05\text{mm}$ (1/32plg) de diámetro. El mecanismo para operar el aplicador de la llama de ensayo debe ser montado de tal manera que automáticamente duplique el movimiento de la llama de ensayo el radio de oscilación debe ser no menos de 150mm (6plg). El centro de la llama de ensayo debe estar soportado de tal manera que la oscilación en un plano no debe ser mayor de 2mm (5/64plg) sobre el plano del borde de la copa. Se desea que la placa metálica tenga un diámetro de 3.2mm a 4.8mm (1/8plg a 3/16plg), debe ser montada en una posición conveniente sobre el equipo tal que la llama de ensayo pueda ser comparada con esta.

NOTA A1.1 Un dispositivo de encendido para llama de ensayo, como una llama piloto, es a veces utilizado para un encendido automático de la llama de ensayo en el caso de que ésta se extinga durante el ensayo. Este dispositivo debe ser diseñado de tal manera que el gas sin quemar no se propague fuera ni alrededor de la copa de ensayo durante el encendido.

A1.4 Calentador - El calentador debe ser suministrado por cualquier fuente conveniente, el uso de mecheros de gas o lámparas de alcohol son permitidos, pero bajo ninguna circunstancia son productos de combustión o de llama libre que permite que llegue alrededor de la copa. Un calentador eléctrico que puede ser controlado automáticamente o controlado por el usuario es preferible. La fuente de calor debe ser centrada debajo de la abertura de la plato de calentamiento para que no tenga un sobre calentamiento local. Calentadores de tipo llama pueden ser protegidos de corrientes o excesiva radiación por algún tipo de protector adecuado disponible que no se proyecte sobre el nivel de la superficie superior de la plato de calentamiento.

A1.5 Soporte del Medidor de Temperatura - Se puede utilizar cualquier dispositivo conveniente que pueda sujetar el medidor de temperatura en la posición especificada durante el ensayo y que permita la fácil remoción del medidor de

temperatura de la copa de ensayo después que se haya realizado el ensayo.

A1.6 Soporte del plato de Calentamiento - Se puede utilizar cualquier soporte conveniente que pueda sujetar firmemente a nivel el plato de calentamiento.

A2 Verificación del Desempeño del Equipo

A2.1 Material de Referencia Certificado (*CRM* por sus siglas en inglés) – CRM es un hidrocarburo estable, puro (99 + % pureza molar) u otro producto estable de petróleo, con un método específico establecido de punto de inflamación por un método de estudio específico entre laboratorios, siguiendo las directrices RR:D02-1007 o las guías ISO 34 y 35.

NOTA A2.1.1 Valores típicos corregidos del punto de inflamación por presión barométrica para algunos materiales de referencia y sus límites típicos son dados en la tabla A2.1 (ver nota A2.2). Proveedores del CRM brindaran certificados documentando el método específico del punto de inflamación de cada material del lote de producción. El cálculo de estos límites para otros CRM's pueden ser determinados por los valores de reproducibilidad por este método de ensayo multiplicado por 0.7. Este valor provee una cobertura nominal de al menos 90% con el 95% de confianza.

Tabla A2.1 D 92 Valores Típicos de Punto de Inflamación y Límites Típicos para CRM

Hydrocarburo	Pureza (%molar)	Punto de Inflamación (°C)	Límites de tolerancia (0.7R) (°C)
n-tetradecano	99 +	115.5	12.5
n-hexadecano	99 +	138.8	12.5

NOTA A2.1 Datos de soporte para los estudios entre laboratorios para generar el punto de inflamación en la Tabla A2.1 pueden encontrarse en el reporte de investigación RR:S15-1010.

NOTA A2.2 Materiales, purezas, valores de punto de inflamación y límites establecidos en la tabla A2.1 fueron desarrollados en un programa entre laboratorios de ASTM para determinar adecuadamente el uso de fluidos de verificación y métodos de ensayo de punto de inflamación. Otros materiales, purezas valores de punto de inflamación y límites pueden ser adecuados cuando se producen de acuerdo a las prácticas del reporte de investigación RR:D02-1007 ó las guías ISO 34 y 35. Los certificados de cumplimiento se deben consultar antes de usarlos, como los valores del punto de inflamación pueden variar según la composición de cada lote de CRM.

A2.2 Estándar Secundario de Trabajo (*SWS* por sus siglas en inglés) – El SWS es un hidrocarburo estable, puro (99 + %molar de pureza) u otro producto de petróleo, cuya composición es conocida por mantenerse estable.

A2.2.1 Establezca el promedio de punto de inflamación y los límites de control estadísticos (3σ) para el SWS usando técnicas estándar de estadística.

APENDICES
(Información no obligatoria)

X1. Técnica para prevenir la formación de película superficial cuando se realice el ensayo del punto de inflamación de asfalto por método de prueba ASTM D-92.

X1.1 Introducción

X1.1.1 esta técnica para prevenir la formación de película superficial cuando se realice el ensayo de punto de inflamación de asfalto por el método de prueba ASTM D-92, fue desarrollado por Imram Hussam de la compañía refinadora Frontier El Dorado.

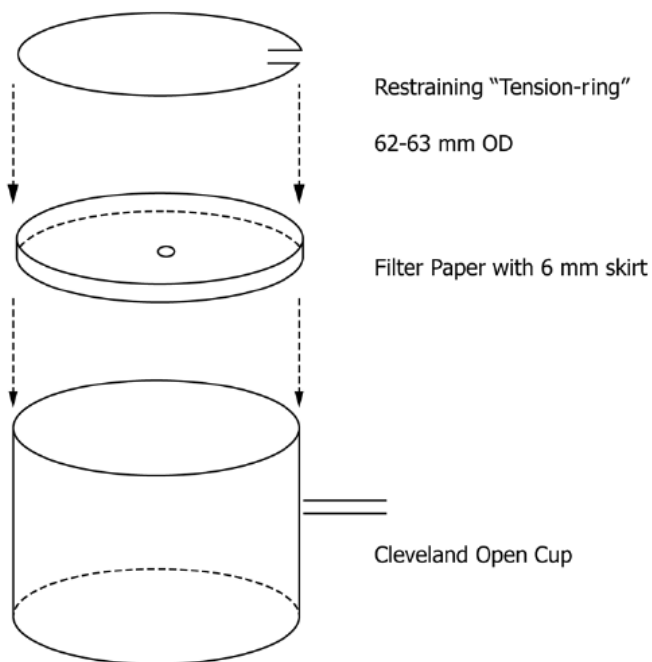
X1.2 Materiales Requeridos

X1.2.1 *Filtro de papel, cualitativo, No. 417 (o su equivalente), con un diámetro de 7.5 cm.*

X1.2.2 *Anillo de restricción de tensión, alambre, circular pero con sus puntas dobladas hacia adentro 15mm, paralelas una hacia otra (Ver Fig. X1.1). Dimensiones: alambre de 2mm de espesor, con diámetro exterior de 62 a 63mm con sus extremos doblados 15mm, separados de la circunferencia del círculo. La longitud total del alambre es aproximadamente 210mm. Se puede utilizar un alambre aislado o un material similar para elaborar el anillo tensor.*

X1.2.3 *Perforador de agujero simple, o equivalente, capaz de realizar un agujero de 6mm de diámetro en el centro del papel filtro.*

PROPUESTA NTG 51005 h50:2017



NOTA X1.1. El uso de esta técnica alternativa puede causar burbujeo en algunas muestras. El burbujeo puede interferir con algunos dispositivos automáticos de detección de flama, y también puede causar un rango de calentamiento lento en algunas muestras.

X1.3 Procedimiento

X1.3.1 *Determinar el centro del papel filtro por medio de una regla.* Utilizando el perforador de agujero simple, realice una perforación de 6mm de diámetro en el centro del papel filtro cualitativo de 7.5cm de diámetro.

X1.3.2 *Doble hacia arriba 6mm las orillas del papel filtro alrededor de su diámetro y colóquelo en la base de la copa abierta de Cleveland, con los 6mm de doblez hacia arriba (Ver Fig. X1.1).*

X1.3.3 *Coloque el anillo de restricción de tensión suavemente sobre la porción curvada del papel filtro en la base de la copa (el anillo de restricción previene el movimiento hacia arriba del papel filtro durante el ensayo).*

X1.3.4 *Llene la copa con la muestra de 4mm a 5mm debajo de la marca de llenado (esto para compensar la cantidad de muestra que es absorbida por el papel filtro el cual será liberado durante el ensayo). (Precaución—llenando completamente hasta la marca de llenado podría producir resultados prematuros del punto de inflamación).*

X1.3.5 *Inicie el ensayo utilizando ya sea el equipo manual o automático (siguiendo las instrucciones del fabricante) y determine el punto de inflamación.*

X1.3.6 *Reporte el punto de inflamación corregido por la presión barométrica redondeando al 1°C más cercano.*