

Puntos de inflamación y combustión de los materiales bituminosos. (Aparato Cleveland, vaso abierto)

1 OBJETO, FUNDAMENTO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la determinación de los puntos de inflamación y combustión de todos los productos derivados del petróleo, excepto el fuel-oil, y aquellos que tengan un punto de inflamación inferior a 80 °C, utilizados en construcción de carreteras.

Nota 1. Para la determinación del punto de inflamación a temperaturas inferiores a 80 °C se empleará la NLT-136. Si se trata de un fuel-oil, puede determinarse mediante la ASTM D 93 o la IP 34.

1.2 El ensayo consiste en calentar de forma regulada un vaso con el material bituminoso, haciendo pasar periódicamente cerca de su superficie una pequeña llama de prueba, hasta que se produce el primer destello de inflamación de los vapores.

1.3 Definiciones

1.3.1 Punto de inflamación (en productos petrolíferos), es la temperatura más baja, corregida para la presión atmosférica de 101,3 kPa (760 mm Hg), a la que la aplicación de una fuente de ignición causa la inflamación de los vapores de la muestra en las condiciones del ensayo.

1.3.2 Punto de combustión (en productos petrolíferos), es la temperatura más baja, corregida para la presión atmosférica de 101,3 kPa (760 mm Hg), a la que la aplicación de una fuente de ignición causa la inflamación y la combustión continua, durante al menos cinco (5) segundos de los vapores de la muestra en las condiciones del ensayo.

Nota 2. La aplicación de una llama de prueba, como en el ensayo que se describe en esta norma, puede causar un halo azulado o un aumento del volumen de la propia llama, antes de que se produzca el punto de inflamación real. Aquellos no son el punto de inflamación y, por tanto, se ignoran.

1.4 El punto de inflamación es una medida de la tendencia de la muestra de ensayo a formar una mezcla inflamable con el aire en las condiciones controladas del laboratorio. Solamente es una de varias de las

propiedades que deben considerarse al establecer los riesgos totales de la inflamabilidad de un material.

1.5 El punto de inflamación puede indicar la posible presencia de materiales muy volátiles e inflamables en un material relativamente no volátil ni inflamable (por ejemplo, un punto de inflamación anormalmente bajo en una muestra de aceite de motor, puede indicar que esté contaminado con gasolina).

1.6 Los resultados de este ensayo deben tomarse solamente como elementos estimativos de las precauciones a tomar durante la manipulación de estos productos para prevenir los riesgos de incendio.

2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1 Aparato Cleveland, cuyo montaje, forma y dimensiones se describen en la figura 1, compuesto de los siguientes elementos:

2.1.1 Vaso de ensayo. Con la forma y dimensiones de la figura 3, será de bronce u otro material no oxidable y análoga conductividad térmica. Puede estar provisto de mango.

2.1.2 Placa de calentamiento. Una placa generalmente circular, de bronce, hierro o acero, con la forma y dimensiones de la figura 2, con un orificio circular centrado provisto de un rebaje para la colocación del vaso de ensayo, y recubierto superiormente con una plancha de material refractario, salvo en la zona de asentamiento del vaso.

2.1.3 Llama de prueba. El dispositivo para aplicar la llama de prueba puede ser de cualquier tipo, pero se sugiere que termine en una boquilla de, aproximadamente, $(1,6 \pm 0,05)$ mm de diámetro, provista de un orificio en su centro para la salida del gas de $(0,8 \pm 0,05)$ mm de diámetro. Este dispositivo estará montado de tal forma que permita un barrido fijo y alternativo de la llama de prueba sobre la muestra, describiendo un arco de circunferencia de radio mínimo de 150 mm, y con el centro del

orificio moviéndose en un plano situado a menos de 2 mm por encima del borde superior del vaso.

2.1.4 Calentador. La fuente de calor puede ser un mechero de gas o incluso una lámpara de alcohol, aunque en ningún caso los gases de la combustión o

la llama pueden envolver el vaso de ensayo. Una fuente de calor muy adecuada es un calentador eléctrico provisto de regulación de temperatura. En cualquier caso, la fuente de calor se situará en el centro del orificio circular de la placa de calefacción, debiendo evitarse los sobrecalentamientos locales.

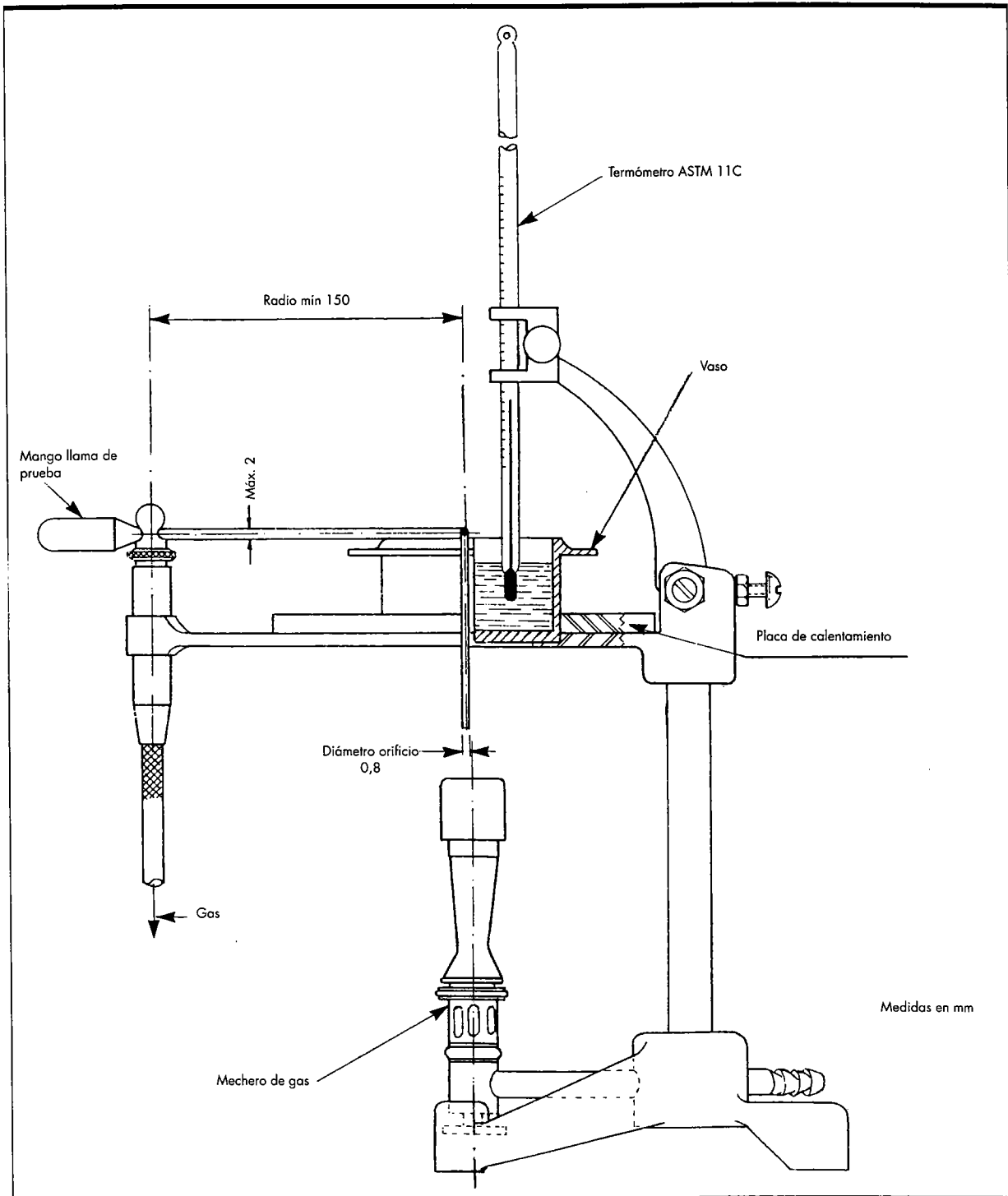


Figura 1.-Aparato Cleveland vaso abierto.

2.1.5 Pantalla de protección. Para evitar las corrientes de aire durante el ensayo, se utilizará una pantalla de base cuadrada, de aproximadamente 460 mm de lado y 610 mm de altura y abierta frontalmente.

2.1.6 Termómetro. Un termómetro para punto de inflamación, con las siguientes características:

REFERENCIA ASTM	ESCALA °C	GRADUACIÓN °C	LONG. TOTAL mm	ERROR MAX. °C
11 C	-6 a 400	2	308	1°C hasta 260 2°C sup. 260

Nota 3. Para las restantes características del termómetro, puede consultarse la especificación ASTM E1.

2.2 Aparato Cleveland automático. Es un aparato automático para la determinación de los puntos de inflamación y combustión que puede efectuar el ensayo de acuerdo con el procedimiento operativo descrito en el apartado 5 de esta norma de ensayo. El aparato utiliza el vaso de ensayo especificado en 2.1.1 y la aplicación de la llama de prueba se realiza como se refiere en el apartado 5.5.

3 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

3.1 Una cantidad de al menos 70 cm³ se necesita para cada ensayo.

3.2 Se pueden obtener puntos de inflamación erróneos si no se toman las precauciones necesarias

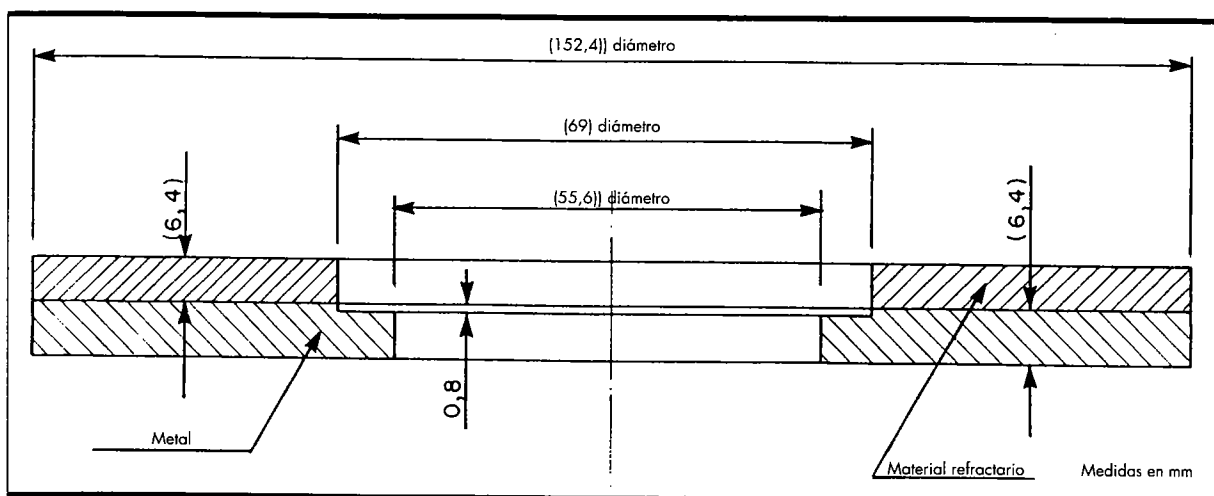


Figura 2.-Placa de calentamiento.

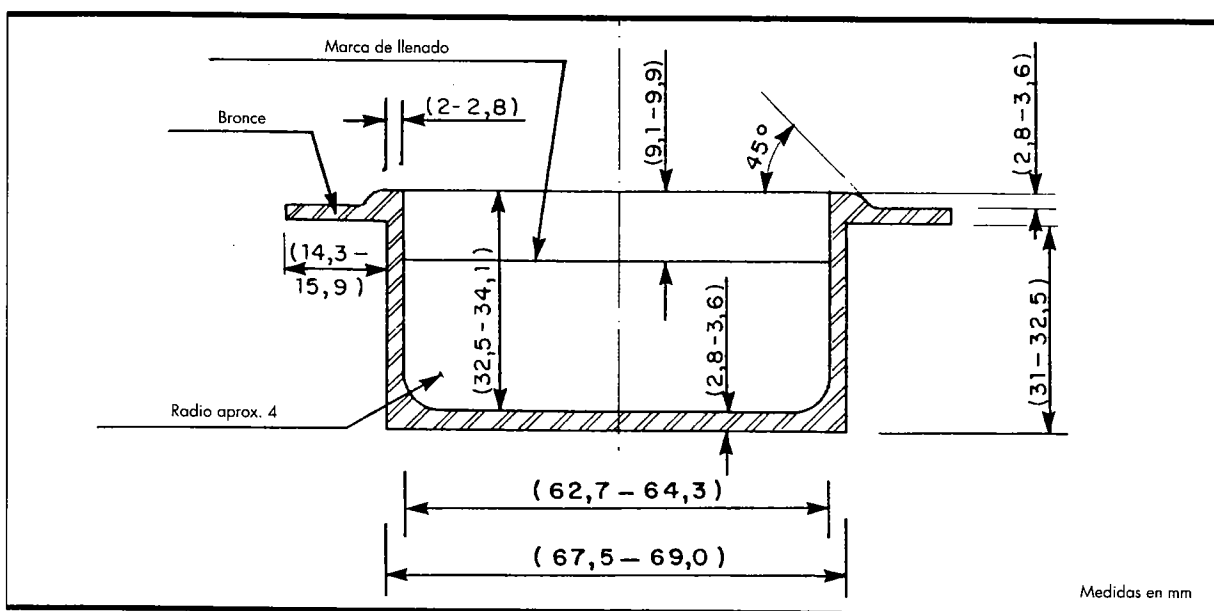


Figura 3.-Vaso Cleveland.

para evitar pérdida de volátiles del material. No se deben abrir los recipientes contenedores de las muestras para ensayo innecesariamente (pérdida de volátiles e introducción de humedad). No se deben transferir las muestras si las temperaturas de éstas están por encima de la de su supuesto punto de inflamación menos 56°C. El punto de inflamación debe ser el primer ensayo que se realice, si es posible, con las muestras y éstas se almacenarán a temperatura baja.

3.3 En el material pueden estar presentes hidrocarburos ligeros como propano o butano y no ser detectados en el ensayo debido a la pérdida de los mismos durante el muestreo y el llenado del vaso de ensayo. Esto es especialmente evidente en los residuos pesados o en los betunes procedentes de extracción con disolvente.

3.4 Las muestras de materiales muy viscosos se pueden calentar hasta que estén lo suficientemente fluidos. Pero en ningún caso la muestra se calentará más de lo absolutamente necesario; nunca por encima de la de su punto de inflamación esperado menos 56°C.

3.5 Las muestras que contengan agua disuelta o libre se pueden deshidratar con cloruro de calcio o por filtración a través de papel de filtro cualitativo.

Nota 4. Si se sospecha que las muestras contienen contaminantes volátiles, las acciones descritas anteriormente en 3.4 y 3.5 no se pueden realizar.

4 PREPARACIÓN DEL APARATO

4.1 El aparato Cleveland se coloca sobre una superficie firme y nivelada y en un lugar libre de corrientes de aire; se evitará mediante una pantalla si fuera preciso, que una luz fuerte incida directamente sobre su parte superior, impidiendo la decisiva observación del punto de inflamación.

4.2 Únicamente en el caso de materiales cuyos vapores o productos de pirólisis sean perjudiciales, está permitida la realización del ensayo en el interior de una vitrina; en este caso, se deberá regular su tiro para que los vapores se puedan eliminar sin que se produzcan corrientes de aire sobre el vaso de ensayo, durante los últimos 56 °C antes del punto de inflamación.

4.3 Se limpia el vaso de ensayo con un disolvente apropiado para quitar cualquier residuo o traza de ensayos precedentes. Si existieran depósitos carbonosos, se puede utilizar un estropajo de acero. A continuación, se enjuaga con agua fría y se seca ex-

poniéndolo algunos minutos a una llama o sobre una placa de calefacción, hasta que desaparezca cualquier traza de disolvente o humedad. Finalmente se enfría hasta una temperatura que sea, como mínimo, 56 °C más baja que la supuesta para el punto de inflamación.

4.4 Mediante un soporte adecuado, se monta el termómetro en posición vertical, con la parte inferior del bulbo a $(6,4 \pm 0,1)$ mm del fondo del vaso, en un punto equidistante del centro y de la pared y en un diámetro perpendicular al arco de giro descrito por la llama de prueba.

Nota 5. Cuando el termómetro está correctamente colocado, su línea de inmersión estará a $(2,0 \pm 0,1)$ mm por debajo del plano formado por el borde superior del vaso.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 El material se calienta, si fuera preciso, hasta que tenga la necesaria fluidez para poderse verter en el vaso; la temperatura de calentamiento deberá ser, como máximo, de 56 °C por debajo de la temperatura del punto de inflamación.

5.2 Se llena el vaso con la muestra para ensayo hasta que su menisco esté enrasado con la marca de llenado. Si se añade un exceso de muestra, se puede quitar ésta mediante una pipeta, pero si se ha vertido algo de material en la parte exterior del vaso o en el aparato, se anula el ensayo y se vacía y limpian completamente tanto el vaso como las zonas manchadas del aparato, antes de proceder a un nuevo y correcto llenado. La superficie del material deberá estar libre de burbujas.

5.3 Se enciende el mechero de prueba y se ajusta su llama para que tenga un diámetro entre 3 y 5 mm. Para comprobar su tamaño, puede montarse en el mismo aparato y en un lugar adecuado, una pieza de color claro y del tamaño que debe tener la llama.

Nota 6. Si la llama de prueba se extingue no inflamará los vapores en el vaso de ensayo y el gas invadirá el espacio de los vapores alterando los resultados que se determinen posteriormente.

Nota 7. Se tomarán las precauciones necesarias durante el inicio y la ejecución del ensayo debido a que muestras que contengan sustancias con bajo punto de inflamación pueden producir un fogonazo cuando se aplica por primera vez la llama de prueba, y porque se pueden alcanzar temperaturas hasta de 400°C que son peligrosas.

5.4 Se comienza el calentamiento ajustándolo para conseguir una velocidad inicial de aumento de la temperatura entre 14 y 17 °C por minuto. Cuando se alcance una temperatura de unos 56 °C por debajo del punto de inflamación previsto, se co-

mienza a disminuir el calor para lograr que, en los últimos 28 °C, la velocidad de elevación de la temperatura esté comprendida entre 5 y 6 °C por minuto.

5.5 A unos 28 a 30 °C antes del punto de inflamación previsto, se comenzará la operación de barrido sobre la muestra con la llama de prueba, repitiendo esta operación de manera regular cada 2 °C de aumento de la temperatura. Este barrido se efectúa con un movimiento suave y uniforme, describiendo un arco de circunferencia de (150 ± 1) mm como mínimo de radio y que, pasando por el centro de la superficie de la muestra, corte normalmente al diámetro que pasa por el termómetro. El centro de la llama de prueba deberá moverse en un plano horizontal, y situado a una distancia no mayor de 2 mm por encima del plano formado por el borde superior del vaso de ensayo. La llama de prueba se pasará en un solo sentido cada vez, y en el sentido opuesto la pasada siguiente, debiendo tardarse en cada pasada $(1 \pm 0,1)$ segundo aproximadamente.

5.6 Se anota la temperatura leída en el termómetro cuando se produzca el primer destello en algún punto de la superficie de la muestra durante una pasada. No debe confundirse el verdadero destello que indica el punto de inflamación, con un halo azulado que, a veces, rodea la llama de prueba.

5.7 Cuando se ensayan materiales con punto de inflamación desconocido, se lleva el material en el vaso de ensayo a una temperatura no mayor de 50°C calentándolo o enfriándolo, según proceda. Se aplica la llama de prueba en la forma descrita en 5.5, comenzando a por lo menos 5°C por encima de la temperatura inicial. Se continúa calentando a una velocidad de 5-6°C por minuto, pasando la llama de prueba cada 2°C hasta que se obtenga el punto de inflamación.

5.8 Si se detecta un punto de inflamación en la primera aplicación de la llama de prueba, el ensayo no es válido y debe repetirse. La primera aplicación de la llama de prueba en una nueva porción de la muestra de ensayo se realiza a por lo menos 28°C por debajo de la temperatura a la que se produjo el primer punto de inflamación en la primera aplicación.

5.9 Para determinar el punto de combustión, se continúa calentando el material a la misma velocidad de 5 a 6 °C por minuto y se sigue igualmente pasando la llama de prueba cada 2 °C de elevación de temperatura. Se anota la temperatura leída en

el termómetro a la que el material arde y mantiene la llama durante, al menos, 5 segundos.

Nota 8. Los valores de punto de inflamación determinados en muestras de punto de inflamación no conocido, se consideran aproximados, pero se pueden utilizar como puntos de inflamación esperados o supuestos y ensayar la muestra entonces por el procedimiento estándar descrito.

6 RESULTADOS

6.1 Se observa y anota la presión atmosférica en el momento del ensayo, corrigiendo los valores de las temperaturas leídas en el termómetro, para cada uno de los puntos de inflamación y combustión, mediante la expresión:

$$\text{Temperatura corregida} = C + 0,03 (760 - P).$$

donde:

C = temperaturas leídas en el termómetro para cada uno de los puntos de inflamación y combustión, en °C.

P = presión atmosférica, en mm Hg.

6.2 Las temperaturas corregidas según el apartado 5.1 y aproximadas al valor par más próximo, se expresarán como puntos de inflamación y combustión Cleveland vaso abierto (v/a).

7 PRECISIÓN

7.1 Para juzgar la aceptabilidad de los resultados, se seguirán los siguientes criterios (95 % de probabilidad):

7.1.1 Repetibilidad. Los ensayos realizados por duplicado por un mismo operador y equipo y sobre una misma muestra, se considerarán dudosos si difieren en más de las siguientes cantidades:

Punto de inflamación 8 °C

Punto de combustión 8 °C

7.1.2 Reproducibilidad. Los resultados realizados por distintos operadores y laboratorios sobre una misma muestra, se considerarán dudosos si difieren en más de las siguientes cantidades:

Punto de inflamación 18 °C

Punto de combustión 14 °C

8 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM D 92-97 «Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup».

IP 36/89 «Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup (ST-C-4)».

UNE 104-281-86 Parte 1-12 «Determinación, en vaso abierto, de los puntos de inflamación y combustión de los materiales bituminosos».

9 NORMA PARA CONSULTA

NLT-136 «Puntos de inflamación y combustión de los materiales bituminosos (Aparato Tagliabue, vaso abierto)».

ANEJO (NORMATIVO)

A. CALIBRACIÓN DEL APARATO

A.1 Se ajusta el sistema de detección automático del punto de inflamación, si se utiliza, de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

A.2 Se calibra el dispositivo de medida de temperatura de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

A.3 Se verifica el funcionamiento del aparato -manual o automático- al menos una vez al año, determinando el punto de inflamación de un material de referencia certificado, que tenga un punto de inflamación próximo al esperado en las muestras para ensayo. El material de referencia se ensaya siguiendo el procedimiento descrito en esta norma y se corrige el punto de inflamación obtenido, por la presión barométrica. El punto de inflamación obtenido estará dentro de los límites que se especifiquen para tal material de referencia (n-tetradecano: $(115,5 \pm 8,0)^\circ\text{C}$; n-hexadecano: $(138,8 \pm 8,0)^\circ\text{C}$).

A.4 Si los puntos de inflamación no están dentro de los límites referidos, se examina el estado y la operatividad del aparato Cleveland, y se comprueba si está conforme con lo que se especifica en esta norma de ensayo, especialmente respecto a la posición del termómetro o del dispositivo de medida de temperatura, a la aplicación de la llama de prueba y a la velocidad de calentamiento. Después del ajuste se repite el ensayo con una muestra reciente del material para ensayo, poniendo especial atención en los detalles del procedimiento prescritos en el capítulo 5.