

CONSIGLIO NAZIONALE DELLE RICERCHE
COMITATO ELETTROTECNICO ITALIANO
STAZIONE SPERIMENTALE PER LE
INDUSTRIE DEGLI OLI E DEI GRASSI

METODO PER LA DETERMINAZIONE
DEL PUNTO DI INFIAMMABILITA'
IN VASO CHIUSO PENSKY-MARTENS

ASTM D 93 - 66

Adottato nel 1961; ultima revisione nel 1966

ASSOCIAZIONE ELETTROTECNICA ED ELETTRONICA ITALIANA
UFFICIO CENTRALE: VIA S. PAOLO, 10
MILANO
1968

supplem.
S. 361

| | |
|---|----|
| Scopo | 5 |
| Sommario del metodo | 5 |
| Apparecchiatura | 5 |
| Preparazione dell'apparecchiatura | 6 |
| Preparazione del campione | 6 |
| Modo di operare | 7 |
| Modo di procedere nel caso di sospensione di solidi | 8 |
| Pressione barometrica | 8 |
| Precisione | 8 |
| Appendice A - Apparecchiatura | 9 |
| Appendice B - Normalizzazione del termometro e ghiera | 14 |
| Appendice C - Specifiche per i termometri | 16 |

INDICE

pag.

METODO PER LA DETERMINAZIONE DEL PUNTO DI INFAMMABILITA' IN VASO CHIUSO PENSKY-MARTENS

1. SCOPO

Questo metodo di prova descrive un procedimento per la determinazione del punto di infiammabilità, per mezzo dell'apparecchio a vaso chiuso di Pensky-Martens, di oli combustibili, oli lubrificanti, di materiali viscosi e di sospensioni di solidi. Questo procedimento non è applicabile agli oli seccativi, a cere liquide a solvente o a soluzioni di bitumi liquidi (cut-back asphalt).

Nota 1: Il punto di infiammabilità degli oli seccativi può essere determinato secondo il metodo ASTM D 1393 "Determinazione del punto di infiammabilità degli oli seccativi". Per la determinazione del punto di infiammabilità delle cere liquide tipo a solvente può essere impiegato il metodo ASTM D 1437 "Determinazione del punto di infiammabilità delle cere liquide tipo a solvente". Per gli asfalti e bitumi liquidi possono trovare impiego i metodi ASTM D 1310 "Determinazione del punto di infiammabilità di prodotti volatili infiammabili con l'apparecchio Tag a vaso aperto" o IP 113 "Punto di infiammabilità in vaso chiuso degli asfalti liquidi".

Nota 2: Questo metodo può essere impiegato per rilevare la contaminazione di lubrificanti da parte di piccole quantità di materiali volatili.

2. SOMMARIO DEL METODO

Il campione viene riscaldato lentamente a velocità costante e sotto continua agitazione. Una piccola fiamma viene introdotta nella coppa a intervalli di tempo regolari interrompendo contemporaneamente l'agitazione.

Il punto di infiammabilità è la temperatura minima alla quale l'applicazione della fiammella provoca l'accensione del vapore al di sopra del campione.

3. APPARECCHIATURA

a) Apparecchio Pensky-Martens (a tazza chiusa) conforme a quanto indicato in appendice A.

Nota 3: Esistono apparecchi automatici per la determinazione del punto di infiammabilità che presentano il vantaggio fra l'altro di richiedere minor tempo per l'esecuzione della prova e quantità minori di campione.

Impiegando apparecchi automatici occorre seguire scrupolosamente le istruzioni del fabbricante sia per la taratura che per l'esecuzione della prova.

In caso di contestazione dovrà essere considerata prova arbitrale la determinazione eseguita manualmente.

b) Termometri. Per l'impiego con l'apparecchio Pensky-Martens sono prescritti due termometri:

- 1) Per punti di infiammabilità compresi fra -7 e 93°C ($20 - 200^{\circ}\text{F}$), limiti inclusi, sarà usato un termometro ASTM Pensky-Martens infiammabilità inferiore o Tag a tazza chiusa avente una scala da -5 a 110°C ($20 - 230^{\circ}\text{F}$) conformi alle specifiche per i termometri ASTM 9 C risp. 9 F o IP 15 C (15°F) riportate in appendice C.
- 2) Per punti di infiammabilità compresi fra 110°C e 371°C ($230 - 700^{\circ}\text{F}$) sarà usato un termometro ASTM Pensky-Martens infiammabilità superiore avente una scala da 90 a 370°C ($200 - 700^{\circ}\text{F}$), conformi alle specifiche per termometri ASTM 10 C risp. 10 F o IP 16 C (16°F) riportate in appendice C.
- 3) Per punti di infiammabilità compresi fra 93 e 110°C ($200 - 230^{\circ}\text{F}$) possono essere impiegati entrambi i termometri.

4. PREPARAZIONE DELL'APPARECCHIATURA

L'apparecchiatura va collocata su un piano orizzontale ben stabile. Se la prova non è condotta in un ambiente privo di correnti d'aria, è buona norma, anche se non è obbligatorio, circondare l'apparecchiatura su tre lati con uno schermo, ogni sezione del quale sia larga 46 cm ed alta 61 cm.

5. PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

- a) Campioni di asfalti o di prodotti molto viscosi possono essere riscaldati fino a che siano sufficientemente fluidi prima della prova, comunque non dovranno essere riscaldati più di quanto non sia assolutamente necessario, e non dovrà mai superarsi una temperatura inferiore di almeno 16°C (30°F) al presunto punto di infiammabilità.
- b) Campioni contenenti acqua libera o disciolta possono essere disidratati con cloruro di calcio o filtrandi attraverso carta da filtro o cotone assorbente; è permesso il riscaldamento

del campione ma non per periodi di tempo prolungati o a temperature che superino il limite di 16°C (30°F) al di sotto del presunto punto di infiammabilità.

Nota 4: Se si sospetta che il campione contenga contaminanti volatili il trattamento descritto in sezione 5 a) e b) dovrà essere omesso.

6. MODO DI OPERARE

a) Prima di iniziare la prova si puliscono e si asciugano accuratamente tutte le parti della coppa ed i suoi accessori. Bisogna eliminare con particolare attenzione ogni traccia del solvente usato per pulire l'apparecchiatura.

Si riempie la coppa col campione da provare fino al segno di livello.

Si applica il coperchio alla coppa e la si introduce nella stufa assicurandosi che il dispositivo di bloccaggio sia agganciato. Si inserisce il termometro e si accende la fiamma regolandola in modo che abbia un diametro di 4 mm. Si regola il riscaldamento in modo che la temperatura letta sul termometro aumenti di $5-6^{\circ}\text{C}$ ($9-11^{\circ}\text{F}$) al minuto. Si aziona l'agitatore, ad una velocità di $90-120$ giri al minuto, agitando verso il basso.

b) Se si sa che il campione ha un punto di infiammabilità inferiore od uguale a 104°C (220°F), si comincia ad applicare la fiamma quando il campione raggiunge una temperatura 17°C (30°F) sotto il presunto punto di infiammabilità. Si ripete l'applicazione ogni 1°C (2°F). La fiamma di prova viene applicata azionando il meccanismo, posto sul coperchio, che comanda la saracinesca ed il bruciatore in modo che la fiamma sia abbassata nella parte del vapore della coppa in $0,5$ sec., sia lasciata in posizione abbassata per 1 sec. e poi prontamente risollecata. L'agitazione deve essere interrotta durante l'applicazione della fiamma.

c) Se si sa che il campione ha un punto di infiammabilità superiore a 104°C (220°F) si applica, nella maniera prima descritta, la fiamma ogni 3°C (5°F) a partire da 17°C (30°F) al di sotto del punto di infiammabilità presunto.

d) Si considera come punto di infiammabilità la temperatura segnata dal termometro quando la fiamma provoca un lampo netto all'interno della coppa. Talvolta, durante l'applicazione, quando la temperatura è prossima al punto di infiammabilità, la fiamma può essere circondata da un alone bluastro. Questo alone non deve essere confuso con il vero punto di infiammabilità.

7. MODO DI PROCEDERE NEL CASO DI SOSPENSIONI DI SOLIDI

Si portano la sostanza in esame e l'apparecchiatura a $15 \pm 5^\circ\text{C}$ ($60 \pm 10^\circ\text{F}$) oppure ad una temperatura di 11°C (20°F) inferiore a quella del presunto punto di infiammabilità, scegliendo l'alternativa corrispondente alla temperatura più bassa. Si riempie completamente lo spazio fra la coppa e l'interno del bagno d'aria con acqua alla temperatura del campione e dell'apparecchiatura. Si agita, verso il basso, alla velocità di 250 ± 10 giri al minuto. Durante tutta la prova si innalza la temperatura non meno di 1°C (2°F) e non più di $1,5^\circ\text{C}$ (3°F) al minuto. Salvo la differente prescrizione per la velocità di riscaldamento e per la velocità di agitazione, si opera come descritto al paragrafo 6.

Nota 5: Non si deve mai impiegare del ghiaccio secco per ottenere la richiesta velocità di riscaldamento, poiché la presenza dell'anidride carbonica può portare ad un risultato falso.

8. PRESSIONE BAROMETRICA

Si legge e si annota la pressione barometrica. Si apportano correzioni con i seguenti criteri:

- si aggiungono $0,9^\circ\text{C}$ ($1,6^\circ\text{F}$) alla temperatura di infiammabilità per ogni 25 mm di pressione al di sotto di 760 mm;
 - si sottraggono $0,9^\circ\text{C}$ ($1,6^\circ\text{F}$) alla temperatura di infiammabilità per ogni 25 mm di pressione al di sopra di 760 mm.
- Apportata la correzione si arrotonda al più vicino numero intero e si riporta questo come punto di infiammabilità corretto.

9. PRECISIONE

L'attendibilità dei risultati (probabilità 95%) dovrebbe essere giudicata secondo i seguenti criteri:

a) *Ripetibilità:* due determinazioni, eseguite dallo stesso operatore, non devono differire più di:

| Materiale | Punto di infiammabilità | Ripetibilità |
|-----------------------|--|---|
| Sospensioni di solidi | da 35°C (95°F) a 43°C (110°F) | 2°C (4°F) |
| Tutti gli altri | inferiore a 105°C (220°F) superiore a 105°C (220°F) | 2°C (4°F) 5°C (10°F) |

b) *Riproducibilità:* risultati ottenuti da due laboratori non devono differire più di:

| Materiale | Punto di infiammabilità | Riproducibilità |
|-----------------------|--|---|
| Sospensioni di solidi | da 35°C (95°F) a 43°C (110°F) | 3°C (6°F) |
| Tutti gli altri | inferiore a 105°C (220°F) superiore a 105°C (220°F) | 3°C (6°F) 7°C (15°C) |

APPENDICE A

APPARECCHIATURA

Nota A1: Nella prossima ristampa del metodo sono previste alcune variazioni nelle tolleranze delle dimensioni.

A1. Un'apparecchiatura tipica, con riscaldamento a gas è descritta nella figura A1. L'apparecchiatura consiste in una tazza di prova, coperchio e stufa conformi ai requisiti seguenti:

a) *Tazza:* la tazza sarà costruita in ottone o altro materiale resistente alla corrosione di equivalente conducibilità termica e dovrà corrispondere alle dimensioni indicate in figura A2. La flangia dovrà essere munita di dispositivi per il posizionamento della tazza nella stufa. Una impugnatura attaccata alla flangia della tazza costituirà un utile accessorio, tale impugnatura non dovrà però essere pesante da far rovesciare la tazza vuota.

b) *Coperchio:*

- 1) coperchio propriamente detto: il coperchio descritto nella figura A3 sarà di ottone (paragrafo (a)) e dovrà avere un bordo che si estenda verso il basso quasi fino alla flangia della tazza. Il bordo dovrà adattarsi all'esterno della tazza con un gioco non superiore a 0,35 mm (0,014 in.) sul diametro. Vi saranno dispositivi per il posizionamento ed il fissaggio in accoppiamento con corrispondenti dispositivi sulla tazza. Nella figura A3 sono mostrate le quattro aperture sul coperchio A.B.C. e D. Il bordo superiore della tazza dovrà essere in perfetto contatto con la superficie interna del coperchio in tutta la sua circonferenza.

- 2) Saracinesca: il coperchio sarà fornito di una saracinesca di ottone (Sez. 3) (figura A4) circa 2,38 mm (3/32 in.) di spessore, che si sposti sul piano della superficie inferiore del coperchio. La saracinesca sarà di forma tale, e così montata, che essa ruoti su un asse passante per il centro

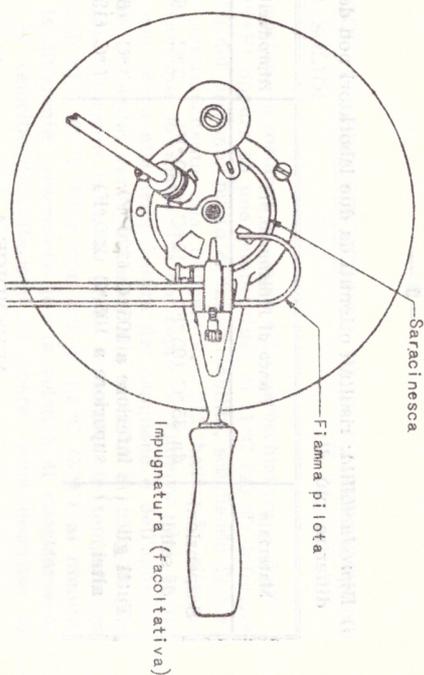
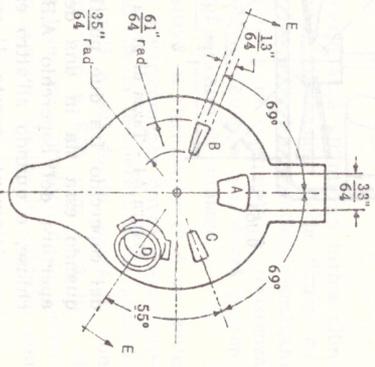
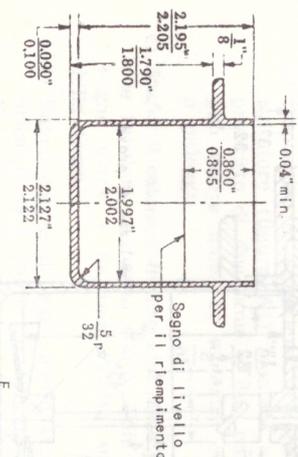
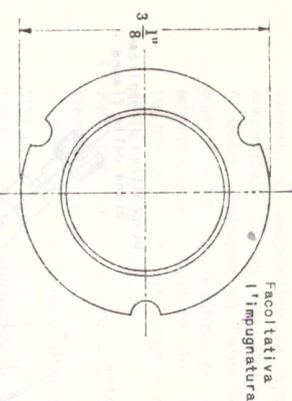


Figura A2 - Tazza di prova.



Sezione E-E

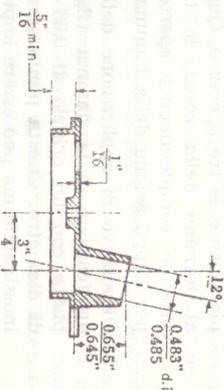


Figura A3 - Coperchio propriamente detto.

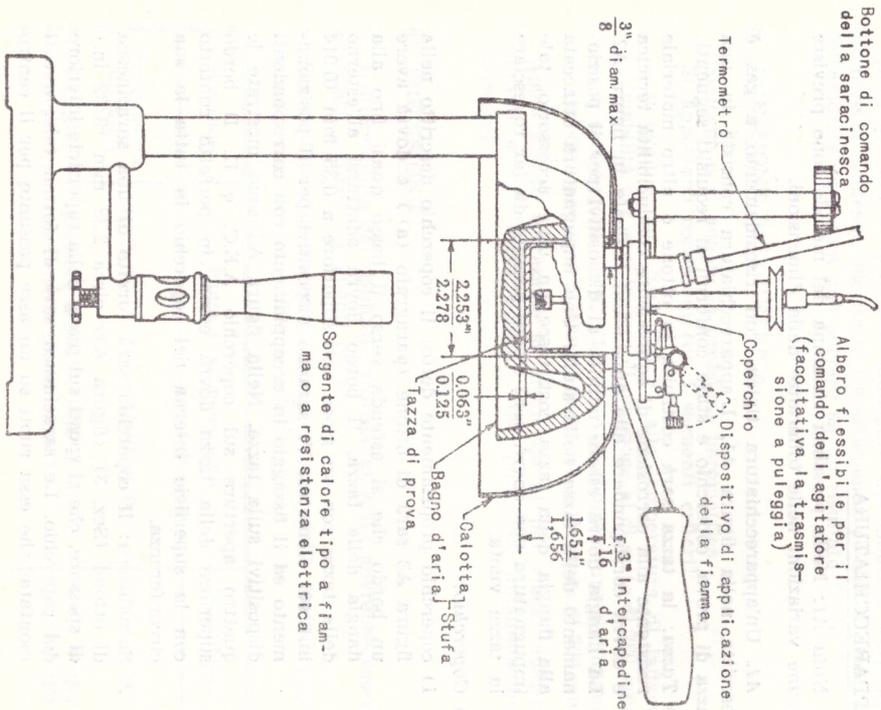


Figura A1 - Apparecchio per la determinazione del punto di infiammabilità in vaso chiuso Pensky-Martens.

APPENDICE B

NORMALIZZAZIONE DEL TERMOMETRO E GHIERA

B1. a) Il termometro per punto di infiammabilità inferiore che è anche conforme alle specifiche per il termometro della tazza dell'apparecchio Tag a tazza chiusa (Metodo ASTM D 56: Determinazione del punto di infiammabilità con l'apparecchio Tag a tazza chiusa) ed è frequentemente provvisto di una ghiera metallica di dimensioni tali da adattarsi al collare del coperchio dell'apparecchio Tag, può avere come accessorio un adattatore per l'inserimento nel collare più largo dell'apparecchio Pensky-Martens. Le differenze nelle dimensioni di questi collari, che non influenzano i risultati delle determinazioni, sono sorgenti di inutili inconvenienti sia per i fabbricanti o i fornitori degli apparecchi che per gli utilizzatori.

b) Il Sottocomitato 21 per le apparecchiature metalliche per laboratorio del Comitato ASTM E 1 sui metodi di prova ha studiato questo problema ed ha fissato alcuni requisiti dimensionali che sono indicati nelle figure B1, B2 e B3. La conformità a queste dimensioni non è obbligatoria ma è desiderabile, sia per gli utilizzatori che per i fornitori dell'apparecchio Pensky-Martens.

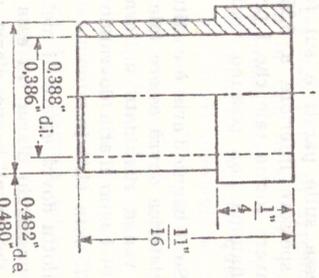


Figura B1 - Dimensioni del raccordo per il termometro (non impenetrative).

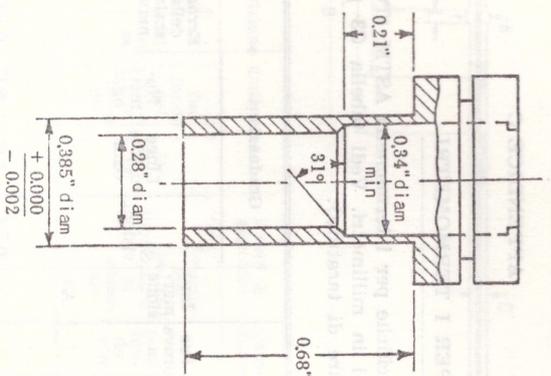


Figura B2 - Dimensioni della ghiera del termometro (non impenetrative).

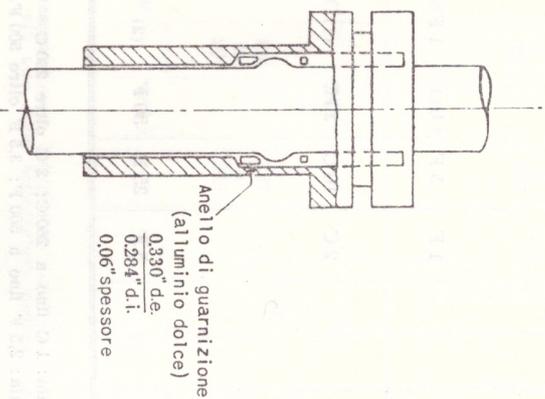


Figura B3 - Dimensioni dell'anello di guarnizione del termometro (non impenetrative).

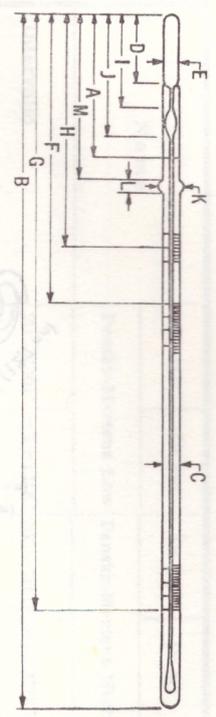
APPENDICE C

SPECIFICHE PER I TERMOMETRI

Tabella C1: Specifiche per i termometri ASTM (Tutte le dimensioni in millimetri. Vedi tabella C3 per le temperature di taratura).

| ASTM N e nome | Intervallo | Per prova a | Immissione | Graduazioni | | | Errore della scala max | Scritte speciali | Camera di espans. |
|--|-----------------|-------------|------------|--------------|-------------------|-------------|------------------------|----------------------------------|-------------------|
| | | | | Suddivisioni | Linee lunghe ogni | Numeri ogni | | | |
| 9C - 62 Pensky-Martens Low Range (Inflammabilità inferiore) e Tag tazza chiusa | - 5 a +110 C | | 57 | 0,5 C | 1 C | 5 C | 0,5 C | ASTM 9C (o 9F) 57 MM IMM | 160 C |
| 10C - 62 Pensky-Martens High Range (Inflammabilità superiore) | 90 a 370 C | | 57 | 2 C | 10 C | 20 C | (1) | ASTM 10C (o 10F) 57 MM IMM | (3) |
| 10F - 62 | 200 a 700 F | | | 5 F | 25 F | 50 F | (2) | | 320 F |

- (1) Errore di scala: 1 C fino a 260 C; 2 C oltre 260 C.
- (2) Errore di scala: 2,5 F fino a 500 F; 3,5 F oltre 500 F.
- (3) Esiste una camera di espansione per ridurre la pressione del gas in modo da evitare deformazione del bulbo a temperature più elevate. Essa non è prevista per riempire porzioni di colonna di



| Bulbo | Posizione della scala | | Punto di ghiaccio | Camera di contrazione | Allargamento dello stelo | | | | | | |
|--------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-------------------|-----------------------|--------------------------|---|---|---|-----------|------------|---------|
| | Da fondo del bulbo alla linea di: | Da fondo del bulbo alla linea di: | | | | | | | | | |
| Lunghezza totale #5 B | Stelo d. e. C | Lunghezza D | d. e. E | F | G | H | I | J | K | L | M |
| | | | | | | | | | | | |
| 287 | 6,0 a 7,0 | 9,0 a 13 | Stelo | 85 a 98 | 221 a 237 | | | | 7,5 a 8,5 | 2,5 a 5,0° | 64 a 66 |
| 287 | 6,0 a 7,0 | 8,0 a 10 | 4,5 a 6,0 | 86 a 99 | 227 a 245 | | | | 7,5 a 8,5 | 2,5 a 5,0° | 64 a 66 |
| | | | 110 C | 360 C | | | | | | | |
| | | | 230 F | 680 F | | | | | | | |

- (4) La lunghezza dell'allargamento e la distanza dal fondo del bulbo all'inizio dell'allargamento saranno misurate con il calibro descritto in figura C1.

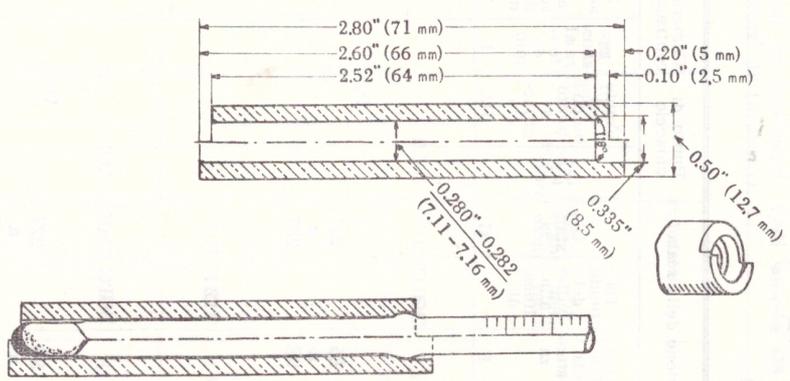


Figura C1 - Calibro per il controllo dell'allargamento dello stelo dei termometri.

Tabella C2: Specifiche per i termometri IP

| Nome | Pensky-Martens Low | | Pensky-Martens High | |
|---------------------------------------|---|---|---|---|
| | IP 15F | IP 15C | IP 16F | IP 16C |
| Intervallo | 20 - 230F | -7 + 110C | 200 - 700F | 90 - 370C |
| Graduazione | 1 F | 0,5C | 5 F | 2 C |
| Immersione, mm | 57 | 57 | 57 | 57 |
| Lunghezza totale ± 10 mm | 280 | 280 | 280 | 280 |
| Diametro dello stelo, mm | 5,5 - 8,0 | 5,5 - 8,0 | 5,5 - 8,0 | 5,5 - 8,0 |
| Forma del bulbo | cilindrica | cilindrica | cilindrica | cilindrica |
| Lunghezza del bulbo, mm | 9 - 13 | 9 - 13 | 10 max | 10 max |
| Diametro del bulbo, mm | non meno di 5,5 e non di 8,0 e non maggiore dello stelo | non meno di 5,5 e non di 8,0 e non maggiore dello stelo | non meno di 5,5 e non di 8,0 e non maggiore dello stelo | non meno di 5,5 e non di 8,0 e non maggiore dello stelo |
| Lunghezza della porzione graduata, mm | 143 - 177 | 143 - 177 | 143 - 177 | 143 - 177 |
| Distanza da fondo del bulbo a, mm | 20 F 75 - 90 | — 7C 75 - 90 | 200 F 75 - 90 | 90 C 75 - 90 |
| Linee più lunghe ogni | 5 F | 1 C e 5 C | 25 F | 10 C e 20 C |
| Numeri ogni | 10 F | 5 C | 50 F | 20 C |
| Camera di espansione | richiesta | richiesta | richiesta | richiesta |
| Sommità del termometro | anello | anello | anello | anello |
| Errore di scala non superiore ± | 1 F | 0,5 C | 2,5 fino a 500 F 3,5 F oltre 500 F | 1 fino a 26 C 2 C oltre 260 C |
| Vedi note | 1 e tabella per le temperature perature dello stelo emergente | 1 e tabella per le temperature perature dello stelo emergente | 1 e tabella per le temperature perature dello stelo emergente | 1 e tabella per le temperature perature dello stelo emergente |

Nota - Lo stelo dovrà avere un allargamento avente diametro 1,5 - 2 mm maggiore di quello dello stelo e lunghezza 3 - 5 mm, la base dell'allargamento dovrà essere 64 - 66 mm dal fondo del bulbo. Queste dimensioni saranno misurate con il calibro descritto in fig. 1 della specifica E.1.

Tabella C3: Temperature di taratura

| Temperatura | Temperatura media della colonna emergente | Temperatura | Temperatura media della colonna emergente |
|---------------------------------|---|-------------|---|
| Termometro 9F (20 a 230 F) | | | |
| 32 F | 66 F | 0 C | 19 C |
| 100 F | 86 F | 35 C | 28 C |
| 160 F | 106 F | 70 C | 40 C |
| 220 F | 123 F | 105 C | 50 C |
| Termometro 10F (200 a 700 F) | | | |
| 212 F | 141 F | 100 C | 61 C |
| 390 F | 159 F | 200 C | 71 C |
| 570 F | 180 F | 300 C | 87 C |
| 700 F | 220 F | 370 C | 104 C |
| Termometro 10C (90 a 370 C) | | | |
| IP 15F (20 a 230 F) | | | |
| 32 F | 66 F | 0 C | 19 C |
| 70 F | 70 F | 20 C | 20 C |
| 100 F | 86 F | 40 C | 31 C |
| 150 F | 104 F | 70 C | 40 C |
| 212 F | 118 F | 100 C | 48 C |
| IP 16F (200 a 700 F) | | | |
| 200 F | 140 F | 100 C | 61 C |
| 300 F | 149 F | 150 C | 65 C |
| 400 F | 160 F | 200 C | 71 C |
| 500 F | 175 F | 250 C | 78 C |
| 600 F | 195 F | 300 C | 87 C |
| 700 F | 220 F | 350 C | 99 C |
| IP 16C (90 a 370 C) | | | |

Nota - Le temperature della colonna emergente sono quelle raggiunte durante l'uso del termometro negli apparecchi per i quali è indicato. In alcuni casi queste temperature sono notevolmente differenti da quelle realizzate durante la taratura.