

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

RECOMMANDATION DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

IEC RECOMMENDATION

Publication 296A

Première édition — First edition

1971

Premier complément à la Publication 296 (1969)

Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs

First supplement to Publication 296 (1969)

Specification for new insulating oils for transformers and switchgear



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembé
Genève, Suisse

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60296A:1971

Withdrawn

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

RECOMMANDATION DE LA CEI

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

IEC RECOMMENDATION

Publication 296A

Première édition — First edition

1971

Premier complément à la Publication 296 (1969)

Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs

First supplement to Publication 296 (1969)

Specification for new insulating oils for transformers and switchgear



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe

Genève, Suisse

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	6
PRÉFACE	6
Articles	
NORME ASTM D 445-65 — Méthode normalisée d'essai pour la mesure de la viscosité des liquides transparents et opaques (viscosités cinématique et dynamique)	8
1. Domaine d'application	8
2. Définitions	8
3. Résumé de la méthode	8
4. Appareillage	10
5. Etalonnage	12
6. Méthode d'essai pour la détermination de la viscosité cinématique	14
7. Méthode d'essai pour la viscosité dynamique	16
8. Nettoyage du viscosimètre	16
9. Calculs et rapport	18
10. Précision	18
ANNEXE A — Etalonnage des viscosimètres	20
1. Fournitures de référence	20
2. Calibrage	20
NORME ASTM D 93-66 — Méthode normalisée d'essai pour la mesure du point d'éclair, en vase clos, au moyen de l'appareil de Pensky-Martens	24
1. Domaine d'application	24
2. Principe de la méthode	24
3. Appareillage	24
4. Préparation de l'appareil	24
5. Préparation de la prise d'essai	26
6. Mode opératoire pour la détermination du point d'éclair des huiles	26
7. Mode opératoire pour la détermination du point d'éclair des suspensions de solides	26
8. Pression barométrique	28
9. Précision	28
ANNEXE A — Spécifications pour l'appareillage	30
1. Ensemble de l'appareillage	30
ANNEXE B — Normalisation de la fabrication des thermomètres et des colliers	38
ANNEXE C — Spécifications pour les thermomètres	42

CONTENTS

	Page
FOREWORD	7
PREFACE	7
Clause	
ASTM STANDARD D 445-65 — Standard method of test for viscosity of transparent and opaque liquids (kinematic and dynamic viscosities)	9
1. Scope	9
2. Definitions	9
3. Summary of method	9
4. Apparatus	11
5. Standardization	13
6. Procedure for kinematic viscosity	15
7. Procedure for dynamic viscosity	17
8. Cleaning of viscometer	17
9. Calculations and report	19
10. Precision	19
APPENDIX A — Calibration of viscometers	21
1. Reference materials	21
2. Calibration	21
ASTM STANDARD D 93-66 — Standard method of test for flash point by Pensky-Martens closed tester	25
1. Scope	25
2. Summary of method	25
3. Apparatus	25
4. Preparation of apparatus	25
5. Preparation of sample	27
6. Procedure for the determination of flash point of oils	27
7. Procedure for the determination of flash point of suspensions of solids	27
8. Barometric pressure	29
9. Precision	29
APPENDIX A — Apparatus specifications	31
1. Apparatus assembly	31
APPENDIX B — Manufacturing standardization of thermometer and ferrule	39
APPENDIX C — Thermometer specifications	43

Articles	Pages
NORME ASTM D 97-66 — Méthode normalisée d'essai du point d'écoulement	52
1. Domaine d'application	52
2. Principe de la méthode	52
3. Définition	52
4. Appareillage	52
5. Mode opératoire	54
6. Expression des résultats	58
7. Précision	58
 NORME ASTM D 1275-67 — Méthode normalisée d'essai pour la détection du soufre corrosif dans les huiles minérales isolantes	 62
1. Domaine d'application	62
2. Valeur de l'essai	62
3. Appareillage	62
4. Réactifs	62
5. Mode opératoire	64
6. Essai proprement dit	64
7. Interprétation des résultats	64
8. Expression des résultats	64
 NORME ASTM D 971-50 — Méthode normalisée d'essai pour la mesure de la tension interfaciale huile-eau par la méthode de l'anneau	 66
1. Domaine d'application	66
2. Principe	66
3. Appareillage	66
4. Préparation de l'appareil	66
5. Etalonnage de l'appareil	66
6. Echantillon	66
7. Mode opératoire	68
8. Calcul et expression des résultats	68
9. Précision	70
 ANNEXE A — Spécifications pour les thermomètres ASTM	 74
ANNEXE B — Spécifications pour les thermomètres IP.	76
ANNEXE C — Températures d'étalonnage	78

Clause	Page
ASTM STANDARD D 97-66 — Standard method of test for pour point	53
1. Scope	53
2. Summary of method	53
3. Definition	53
4. Apparatus	53
5. Procedure	55
6. Calculation and report	59
7. Precision	59
ASTM STANDARD D 1275-67 — Standard method of test for corrosive sulphur in electrical insulating oils	63
1. Scope	63
2. Significance	63
3. Apparatus	63
4. Reagents	63
5. Preparation of apparatus	65
6. Procedure	65
7. Interpretation	65
8. Report	65
ASTM STANDARD D 971-50 — Standard method of test for interfacial tension of oil against water by the ring method	67
1. Scope	67
2. Outline of method	67
3. Apparatus	67
4. Preparation of apparatus	67
5. Calibration of apparatus	67
6. Sample	67
7. Procedure	69
8. Calculation	69
9. Precision	71
APPENDIX A — Specifications for ASTM thermometers	75
APPENDIX B — Specifications for IP thermometers	77
APPENDIX C — Standardization temperatures	79

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

PREMIER COMPLÉMENT A LA PUBLICATION 296 (1969)
SPÉCIFICATION DES HUILES ISOLANTES NEUVES POUR TRANSFORMATEURS
ET INTERRUPTEURS

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager cette unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux ne possédant pas encore de règles nationales, lorsqu'ils préparent ces règles, prennent comme base fondamentale de ces règles les recommandations de la CEI dans la mesure où les conditions nationales le permettent.
- 4) On reconnaît qu'il est désirable que l'accord international sur ces questions soit suivi d'un effort pour harmoniser les règles nationales de normalisation avec ces recommandations dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Les Comités nationaux s'engagent à user de leur influence dans ce but.

PRÉFACE

La Publication 296 de la CEI : Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs, a été établie par le Sous-Comité 10A : Huiles isolantes à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes N° 10 de la CEI : Diélectriques liquides et gazeux.

Comme prévu dans la préface de la publication mentionnée ci-dessus, les textes des méthodes ASTM citées sont publiés avec l'aimable autorisation de l'American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa. 19103 et font l'objet de ce premier complément à la Publication 296 de la CEI. La traduction française de ces textes a été assurée par le Sous-Comité 10A de la CEI.

Ces méthodes ASTM seront remplacées par les méthodes ISO correspondantes dès que ces dernières seront disponibles.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

FIRST SUPPLEMENT TO PUBLICATION 296 (1969)
SPECIFICATION FOR NEW INSULATING OILS FOR TRANSFORMERS
AND SWITCHGEAR

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote this international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees having as yet no national rules, when preparing such rules, should use the IEC recommendations as the fundamental basis for these rules in so far as national conditions will permit.
- 4) The desirability is recognized of extending international agreement on these matters through an endeavour to harmonize national standardization rules with these recommendations in so far as national conditions will permit. The National Committees pledge their influence towards that end.

PREFACE

IEC Publication 296: Specification for New Insulating Oils for Transformers and Switchgear, was prepared by Sub-Committee 10A, Hydrocarbon Insulating Oils, of IEC Technical Committee No. 10, Liquid and Gaseous Dielectrics.

As stated in the Preface to the above Publication, the texts of the ASTM methods quoted have been published with the kind authorization of the American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa. 19103 and constitute this first supplement to IEC Publication 296. The French translation of these texts has been prepared by IEC Sub-Committee 10A.

These ASTM methods will be replaced by the corresponding ISO methods as soon as the latter become available.

PREMIER COMPLÉMENT A LA PUBLICATION 296 (1969)
SPÉCIFICATION DES HUILES ISOLANTES NEUVES POUR TRANSFORMATEURS
ET INTERRUPTEURS

NORME ASTM D 445-65

MÉTHODE NORMALISÉE D'ESSAI POUR LA MESURE DE LA VISCOSITÉ DES LIQUIDES
TRANSPARENTS ET OPAQUES (VISCOSITÉS CINÉMATIQUE ET DYNAMIQUE)

1. Domaine d'application

- a) Cette méthode concerne la détermination de la viscosité cinématique des fractions liquides du pétrole (notes 1 et 2), transparentes et opaques. Cette détermination se fait par mesure du temps d'écoulement d'un volume donné de liquide à une température donnée, au travers d'instruments en verre capillaire calibré, l'écoulement se faisant par gravité. Une méthode est donnée pour le calcul des viscosités dynamiques à partir des viscosités cinématiques mesurées.

Note 1. — Les bitumes sont exceptés ; pour la mesure similaire de leur viscosité, voir les méthodes ASTM D 2170 : « Test for kinematic viscosity of asphalts » et ASTM D 2171 : « Test for absolute viscosity of asphalts ».

Note 2. — La méthode est destinée à être utilisée avec des liquides pour lesquels le taux de cisaillement est proportionnel à la contrainte de cisaillement (écoulement newtonien). La constante de proportionnalité est le coefficient de viscosité. Avec certains produits ayant tendance à avoir un comportement colloïdal, il est nécessaire que les mesures soient faites à une température suffisamment élevée pour que l'écoulement s'effectue librement, et de façon telle que des résultats similaires puissent être obtenus en utilisant des tubes viscosimétriques de diamètres de capillaire différents.

2. Définitions

- a) *Viscosité cinématique.* Dans le cadre de cette méthode, la viscosité cinématique est une mesure du temps mis par un volume fixé de liquide pour s'écouler par gravité au travers d'un capillaire. L'unité CGS de viscosité cinématique est le stoke qui est homogène à des centimètres carrés par seconde. Dans l'industrie du pétrole, la viscosité cinématique est couramment exprimée en centistokes, cSt, de telle façon que 1 St = 100 cSt.
- b) *Viscosité dynamique (nommée parfois viscosité absolue).* Cette viscosité est numériquement représentée par le produit de la viscosité cinématique par la masse volumique du liquide, les deux déterminations étant effectuées à la même température. L'unité CGS de viscosité dynamique est le poise, P, qui est homogène à des grammes par centimètre par seconde.

3. Résumé de la méthode

On mesure, pour un volume fixé de liquide, le temps d'écoulement à travers un tube viscosimétrique capillaire, la hauteur de liquide étant parfaitement reproductible et la température étant minutieusement contrôlée. La viscosité cinématique est ensuite calculée à partir du temps d'écoulement mesuré et de la constante d'étalonnage du tube viscosimétrique.

FIRST SUPPLEMENT TO PUBLICATION 296 (1969)
SPECIFICATION FOR NEW INSULATING OILS FOR TRANSFORMERS
AND SWITCHGEAR

ASTM STANDARD D 445-65

STANDARD METHOD OF TEST FOR VISCOSITY OF TRANSPARENT
AND OPAQUE LIQUIDS (KINEMATIC AND DYNAMIC VISCOSITIES)

1. Scope

- a) This method covers the determination of the kinematic viscosity of liquid petroleum products (Notes 1 and 2), both transparent and opaque, by measuring the time of flow of a fixed volume of liquid at a given temperature through calibrated glass capillary instruments, using "gravity-flow". A procedure is given for the calculation of dynamic viscosities from measured kinematic viscosities.

Note 1. — Bitumens are excepted; for the similar measurement of their viscosity, see ASTM Method D 2170, Test for Kinematic Viscosity of Asphalts, and ASTM Method D 2171, Test for Absolute Viscosity of Asphalts.

Note 2. — The method is intended for use with liquids, in which the rate of shear is proportional to the shearing stress (Newtonian flow). The proportionality constant is the coefficient of viscosity. With certain products which exhibit "gel-like" behavior, care must be taken that measurements are made at sufficiently high temperatures for such materials to flow freely so that similar results will be obtained in viscometers of different capillary diameters.

2. Definitions

- a) *Kinematic viscosity.* For the purpose of this method, kinematic viscosity is a measure of the time for a fixed volume of liquid to flow by gravity through a capillary. The CGS unit of kinematic viscosity is the stoke which has the dimensions centimetres-squared per second. In the petroleum industry, kinematic viscosity is usually expressed in centistokes, cSt, so that $1 \text{ St} = 100 \text{ cSt}$.
- b) *Dynamic viscosity (sometimes called absolute viscosity)* is numerically the product of kinematic viscosity and the density of the liquid, both at the same temperature. The CGS unit of dynamic viscosity is the poise, P, which has the dimensions grams per centimetre per second.

3. Summary of method

The time is measured for a fixed volume of the liquid to flow through the capillary viscometer under an accurately reproducible head and at a closely controlled temperature. The kinematic viscosity is then calculated from the measured flow time and the calibration constant of the viscometer.

TABLEAU I
Types de viscosimètres

Viscosimètres	Etendue de l'échelle de mesure cSt *
A. Types à niveau suspendu pour liquides transparents :	
1. BS/IP niveau suspendu	2 à 100 000
2. BS/IP niveau suspendu, forme raccourcie	0,6 à 10 000
3. BS/IP miniature à niveau suspendu	0,6 à 600
4. Ubbelohde	0,4 à 100 000
5. FitzSimons	0,8 à 1 200
6. Atlantic	0,4 à 100 000
7. Cannon-Ubbelohde	0,5 à 100 000
8. Cannon-Ubbelohde semi-micro	0,4 à 100 000
B. Types Ostwald modifiés pour liquides transparents :	
1. Cannon-Fenske routine	0,2 à 20 000
2. Zeitfuchs	0,8 à 3 000
3. BS/IP « U-tube »	0,9 à 10 000
4. BS/IP « U-tube » miniature	0,2 à 100
5. SIL	0,8 à 10 000
6. Cannon-Manning semi-micro	0,4 à 20 000
7. Pinkevitch	0,6 à 15 000
C. Types à écoulement inversé pour liquides transparents et opaques :	
1. Cannon-Fenske opaque	0,4 à 20 000
2. Zeitfuchs « cross-arm »	0,6 à 100 000
3. BS/IP « U-tube » à flot inversé	0,7 à 300 000
4. Lantz-Zeitfuchs	60 à 100 000
* Chaque échelle indiquée exige une série de tubes viscosimétriques.	

4. Appareillage

- a) *Tubes viscosimétriques*, du type verre capillaire calibré. Ils sont acceptables s'ils permettent d'effectuer les mesures de viscosité à l'intérieur des limites de répétabilité et de reproductibilité indiquées dans l'article 10. Les viscosimètres énumérés dans le tableau 1 satisfont à ces exigences (note 3).

Note 3. — La constante d'étalonnage, C , dépend de l'accélération due à la pesanteur au lieu où l'étalonnage a été effectué. Par conséquent, cette valeur de l'accélération due à la pesanteur doit être fournie, en même temps que la constante de l'instrument, par le laboratoire qui a effectué l'étalonnage. Si l'accélération due à la pesanteur, g , diffère dans les deux endroits de plus de 0,1 %, la constante d'étalonnage doit être corrigée comme suit :

$$C_2 = \frac{g_2}{g_1} \times C_1$$

où les indices 1 et 2 indiquent respectivement le laboratoire qui a effectué l'étalonnage et le laboratoire d'essai.

Note 4. — Les spécifications pour ces viscosimètres sont décrites dans la spécification ASTM D 2515 pour les viscosimètres cinématiques en verre.

- b) *Supports de viscosimètres* permettant de suspendre le tube viscosimétrique fermement dans le bain, dans la même position verticale que pour l'étalonnage, en utilisant un fil à plomb ou un niveau précis.
- c) *Bain thermostatique pour les viscosimètres*. Bain de liquide transparent ou de vapeur d'une épaisseur telle qu'à aucun moment, au cours des mesures, l'échantillon contenu dans le viscosimètre ne soit à moins de 2 cm au-dessous de la surface du bain liquide ou à moins de 2 cm au-dessus

TABLE I
Viscometer types

Test viscometers	Range, cSt *
A. Suspended level types for transparent liquids:	
1. BS/IP suspended level	2 to 100 000
2. BS/IP suspended level, shortened form	0.6 to 10 000
3. BS/IP miniature suspended level	0.6 to 600
4. Ubbelohde	0.4 to 100 000
5. FitzSimons	0.8 to 1 200
6. Atlantic	0.4 to 100 000
7. Cannon-Ubbelohde	0.5 to 100 000
8. Cannon-Ubbelohde semi-micro	0.4 to 100 000
B. Modified Ostwald types for transparent liquids:	
1. Cannon-Fenske routine	0.2 to 20 000
2. Zeitfuchs	0.8 to 3 000
3. BS/IP U-tube	0.9 to 10 000
4. BS/IP U-tube miniature	0.2 to 100
5. SIL	0.8 to 10 000
6. Cannon-Manning semi-micro	0.4 to 20 000
7. Pinkevitch	8.6 to 15 000
C. Reverse-flow types for transparent and opaque liquids:	
1. Cannon-Fenske opaque	0.4 to 20 000
2. Zeitfuchs cross-arm	0.6 to 100 000
3. BS/IP U-tube reverse flow	0.7 to 300 000
4. Lantz-Zeitfuchs	60 to 100 000
* Each range quoted requires a series of viscometers.	

4. Apparatus

- a) *Viscometers*, calibrated glass capillary type, capable of measuring viscosity within the limits of repeatability and reproducibility given in Clause 10 are acceptable. Those viscometers listed in Table I meet these requirements (Note 3).

Note 3. — The calibration constant, C , is dependent upon the gravitational acceleration at the place of calibration and this must, therefore, be supplied by the standardization laboratory together with the instrument constant. Where the acceleration of gravity, g , in the two locations differs by more than 0.1% correct the calibration constant as follows :

$$C_2 = \frac{g_2}{g_1} \times C_1$$

where the subscripts 1 and 2 indicate respectively the standardization laboratory and the testing laboratory.

Note 4. — Specifications for these viscometers are described in ASTM Specification D 2515, for Kinematic Glass Viscometers.

- b) *Viscometer holders or frames* to enable the viscometer to be suspended securely in the bath in the same vertical position as when calibrated, using a plumbline or accurate level.
- c) *Viscometer thermostat.* Any transparent liquid or vapour bath of sufficient depth, such that at no time during the measurement will any portion of the sample in the viscometer be less than 2 cm below the surface of the bath liquid or less than 2 cm above the bottom of the bath, may

du fond du bain. Le réglage de la température doit être tel que pour l'étendue de 60 °F à 212 °F (15 °C à 100 °C) la température moyenne du bain ne varie pas de plus de 0,02 deg F (0,01 deg C) le long des viscosimètres, suivant la position de chaque viscosimètre, ou suivant l'emplacement du thermomètre. Pour les températures extérieures à cette échelle, la variation ne doit pas dépasser 0,05 deg F (0,03 deg C).

- d) *Mesure de la température.* Thermomètres type liquide dans du verre, appropriés pour la détermination des viscosités cinématiques, couvrant l'échelle des températures d'essai indiquées dans le tableau II, conformes à la spécification ASTM E 1 applicable aux thermomètres ASTM, et aux prescriptions IP relatives aux thermomètres normalisés IP ; s'assurer que ces thermomètres ont été étalonnés avant de les utiliser (voir article 5). Tout autre système thermométrique est autorisé à la condition que la même précision puisse être obtenue.

TABLEAU II
Thermomètres pour viscosité cinématique

Echelle de température		Pour les essais à		Subdivisions		Numéro du thermomètre	
°F	°C	°F	°C	°F	°C	ASTM	IP
−67,5 à −62,5	−55,3 à −52,5	−65	−53,9	0,1	0,05	74F	69 F ou C
−61 à −29	−51,6 à −34	−60 à −30	−51 à −35	0,2	0,1	43F	65 F ou C
−42,5 à −37,5	−41,4 à −38,6	−40	−40	0,1	0,05	73F	68 F ou C
−2,5 à +2,5	−19,2 à −16,4	0	−17,8	0,1	0,05	72F	67 F ou C
29 à 35	−2 à + 2	32	0	0,1	0,05	—	33 F ou C
66,5 à 71,5	18,6 à 21,4	68 et 70	20 et 21,1	0,1	0,05	44F	29 F ou C
74,5 à 79,5	23,6 à 26,4	77	25	0,1	0,05	45F	30 F ou C
83,5 à 88,5	—	86	—	0,1	—	118F	—
97,5 à 102,5	36,6 à 39,4	100	37,8	0,1	0,05	28F	31 F ou C
119,5 à 124,5	48,6 à 51,4	122	50	0,1	0,05	46F	66 F ou C
127,5 à 132,5	52,5 à 56,5	130	54,4	0,1	0,05	29F	34 F ou C
137,5 à 142,5	58 à 62	140	60	0,1	0,05	47F	35 F ou C
177,5 à 182,5	—	180	—	0,1	—	48F	—
197 à 203	91 à 95	200	93,3	0,1	0,05	—	36 F ou C
207,5 à 212,5	98,6 à 101,4	210 et 212	98,9 et 100	0,1	0,05	30F	32 F ou C
272,5 à 277,5	—	275	—	0,1	—	110F	—

- e) *Mesure du temps.* On peut utiliser tout dispositif gradué en divisions ne représentant pas plus de 0,2 s, ayant une précision minimale de $\pm 0,05\%$ quand on le vérifie pendant des périodes de 15 min. On peut utiliser un chronomètre à dé clic ou tout autre compteur de temps ayant un mécanisme actionné par ressort.

De même, des compteurs de temps électriques peuvent être utilisés quand la fréquence du courant est contrôlée pour obtenir une précision de 0,01% ou mieux (note 5).

Note 5. — Les courants alternatifs fournis par un certain nombre de réseaux publics ne sont pas contrôlés de façon continue, mais par intermittence. Quand de tels courants sont utilisés pour actionner des compteurs de temps électriques, ces contrôles par intermittence peuvent entraîner des erreurs importantes dans la mesure des temps d'écoulement correspondant à la viscosité.

5. Etalonnage

- a) *Viscosimètres.* Seuls des viscosimètres calibrés doivent être utilisés.

be used. The temperature control must be such that for the range of 60 °F to 212 °F (15 °C to 100 °C) the temperature of the bath medium does not vary by more than 0.02 deg F (0.01 deg C) over the length of the viscometers, or between the position of each viscometer, or at the location of the thermometer. For temperatures outside this range, the variation must not exceed 0.05 deg F (0.03 deg C).

- d) *Temperature-measuring device.* Suitable liquid-in-glass kinematic viscosity test thermometers, covering the range of test temperatures indicated in Table II, as specified in ASTM Specifications E 1, for ASTM Thermometers and in the IP requirements for IP standard thermometers; make certain that they have been standardized before use (see Clause 5). Any other thermometric device is permissible provided that the same accuracy can be obtained.

TABLE II
Kinematic viscosity thermometers

Temperature range		For tests at		Subdivisions		Thermometer number	
°F	°C	°F	°C	°F	°C	ASTM	IP
−67.5 to −62.5	−55.3 to −52.5	−65	−55.9	0.1	0.05	74F	69 F or C
−61 to −29	−51.6 to −34	60 to −30	−51 to −35	0.2	0.1	43F	65 F or C
−42.5 to −37.5	−41.4 to −38.6	−40	−40	0.1	0.05	73F	68 F or C
−2.5 to +2.5	−19.2 to −16.4	0	17.8	0.1	0.05	72F	67 F or C
29 to 35	−2 to +2	32	0	0.1	0.05	—	33 F or C
66.5 to 71.5	18.6 to 21.4	68 and 70	20 and 21.1	0.1	0.05	44F	29 F or C
74.5 to 79.5	23.6 to 26.4	77	25	0.1	0.05	45F	30 F or C
83.5 to 88.5	—	86	—	0.1	—	118F	—
97.5 to 102.5	36.6 to 39.4	100	37.8	0.1	0.05	28F	31 F or C
119.5 to 124.5	48.6 to 51.4	122	50	0.1	0.05	46F	66 F or C
127.5 to 132.5	52.5 to 56.5	130	54.4	0.1	0.05	29F	34 F or C
137.5 to 142.5	58 to 62	140	60	0.1	0.05	47F	35 F or C
177.5 to 182.5	—	180	—	0.1	—	48F	—
197 to 203	91 to 95	200	93.3	0.1	0.05	—	36 F or C
207.5 to 212.5	98.6 to 101.4	210 and 212	98.9 and 100	0.1	0.05	30F	32 F or C
272.5 to 277.5	—	275	—	0.1	—	110F	—

- e) *Timing device.* Any device may be used provided it is graduated in divisions representing not more than 0.2 s and has an accuracy of at least $\pm 0.05\%$ when tested over intervals of 15 min. A stop watch or other spring-actuated timer is permissible.

Also, electrical timing devices may be used when the current frequency is controlled to an accuracy of 0.01% or better (Note 5).

Note 5. — Alternating currents as provided by some public power systems are intermittently, not continuously, controlled; when used to actuate electrical timing devices, such intermittent control can cause large errors in viscosity flow time measurement.

5. Standardization

- a) *Viscometers.* Only calibrated viscometers shall be used.

- b) *Thermomètres.* Les thermomètres type liquide dans du verre utilisés couramment doivent être vérifiés à 0,02 deg F (0,01 deg C) près par comparaison directe avec un thermomètre étalonné approprié. Les thermomètres pour essai de viscosité cinématique doivent être étalonnés en « immersion totale », ce qui signifie en immersion jusqu'au sommet de la colonne de mercure, le reste de la colonne et la chambre d'expansion située au sommet du thermomètre étant exposés à la température ambiante ; ne pas immerger le bulbe d'expansion situé au sommet du thermomètre. Il est essentiel que le point de glace fondante des thermomètres étalons soit déterminé avant utilisation, et que les corrections officielles soient ajustées de façon à se conformer au changement du point de glace fondante.
- c) *Compteurs de temps.* Aux Etats-Unis d'Amérique, on peut utiliser comme étalon primaire de référence pour l'étalonnage des compteurs de temps les signaux de temps émis 24 heures sur 24 par le « National Bureau of Standards », station WWV, Washington, D.C., sur 2,5 MHz ; 5 MHz ; 10 MHz ; 15 MHz ; 20 MHz ; 25 MHz ; 30 MHz et 35 MHz et qui représentent un étalon primaire commode. En certains endroits, on reçoit mieux les stations suivantes : CHU d'Ottawa, Canada, sur 3 330 MHz ; 7 335 MHz et 14 670 MHz, ou MSF de Rugby, Royaume-Uni, sur 2,5 MHz, 5 MHz et 10 MHz.

6. Méthode d'essai pour la détermination de la viscosité cinématique

Les détails du mode opératoire varient suivant les différents types de viscosimètres figurant sur le tableau I, page 10. Toutefois, et dans tous les cas, procéder en accord avec les alinéas de a) à i).

- a) S'assurer que le thermomètre a été récemment étalonné ; les thermomètres neufs doivent être vérifiés chaque semaine.
- b) Maintenir le bain à la température d'essai, dans les limites données dans le paragraphe 4c). Apporter les corrections nécessaires, s'il y en a, à toutes les lectures du thermomètre.
- c) Choisir un viscosimètre étalonné propre et sec qui donne un temps d'écoulement qui ne soit pas inférieur au minimum spécifié pour le viscosimètre et qui, dans tous les cas, ne soit pas inférieur à 200 s.
- d) Charger le viscosimètre (note 6) en fonction du type d'appareil, cette opération étant effectuée conformément au mode opératoire lors de l'étalonnage de l'appareil. Si l'échantillon contient des particules solides, filtrer pendant la charge sur un tamis N° 200 (74 μ).

Note 6. — La viscosité des huiles pour cylindre raffinées à la vapeur, des huiles noires lubrifiantes, des fuel-oils contenant des résidus de distillation, et des produits paraffineux similaires, peut être affectée par le passé thermique. La procédure suivante de préchauffage doit être suivie de façon à obtenir des résultats uniformes pour les viscosités mesurées à des températures inférieures à 200 °F (95 °C).

Pour obtenir un échantillon représentatif, chauffer l'échantillon dans le récipient d'origine à environ 122 °F (50 °C) en agitant et en secouant. Sonder le fond du récipient avec une tige de façon à s'assurer que les produits paraffineux sont en solution. Verser 100 ml dans un Erlenmeyer de 125 ml. Boucher sans serrer avec un bouchon en liège ou en caoutchouc. Immerger l'Erlenmeyer dans un bain d'eau bouillante pendant 30 min. Bien agiter, retirer l'échantillon du bain et le passer à travers un tamis N° 200 (74 μ) directement dans le viscosimètre mis au préalable en place dans le bain thermostatique. Achever la mesure de la viscosité dans l'heure qui suit le préchauffage.

- e) Laisser le viscosimètre chargé dans le bain jusqu'à ce qu'il ait atteint la température d'essai. Déterminer, par des séries d'essais préliminaires, le temps nécessaire pour atteindre la température d'équilibre, celui-ci dépendant du type d'instrument et de la température voulue. Quand le type de viscosimètre l'exige, ajuster le volume de l'échantillon d'essai après que l'échantillon a atteint la température d'équilibre.
- f) Quand la température d'essai est inférieure au point de rosée, adapter sans serrer des tubes desséchants dans les extrémités ouvertes du viscosimètre, de façon à éviter la condensation d'eau. Les tubes desséchants doivent s'adapter au type du viscosimètre et ne pas freiner l'écoulement de l'échantillon à l'essai par l'établissement de pressions dans l'instrument. Pour les températures

- b) *Thermometers.* Routine liquid-in-glass thermometers should be checked to the nearest 0.02 deg F (0.01 deg C) by direct comparison with a suitable standardized thermometer. Kinematic viscosity test thermometers shall be standardized at "total immersion" which means immersion to the top of the mercury column, with the remainder of the stem and the expansion chamber at the top of the thermometer exposed to room temperature; do not submerge the expansion bulb at the top of the thermometer. It is essential that the ice point of standardized thermometers be determined before use and the official corrections be adjusted to conform to the change in ice point.
- c) *Timers.* In the United States of America, time signals as broadcast by the National Bureau of Standards, Station WWV, Washington, D.C., at 2.5 MHz; 5 MHz; 10 MHz; 15 MHz; 20 MHz; 25 MHz; 30 MHz and 35 MHz are a convenient and primary standard reference for calibrating timing devices; the signals are broadcast 24 hours daily. Station CHU from Ottawa, Canada, at 3 330 MHz; 7 335 MHz and 14 670 MHz or Station MSF at Rugby, United Kingdom, at 2.5 MHz; 5 MHz and 10 MHz may be received better in some locations.

6. Procedure for kinematic viscosity

The specific details of operation vary for the different types of viscometers listed in Table I, page 11. In all cases, however, proceed in accordance with paragraphs *a)* to *i)*.

- a) Ascertain that the thermometer has been standardized recently; new thermometers may require checking every week.
- b) Maintain the bath at the test temperature within the limits given in Sub-clause 4c). Apply the necessary corrections, if any, to all thermometer readings.
- c) Select a clean, dry, calibrated viscometer which will give a flow time not less than the minimum specified for the viscometer, or 200 s, whichever is the greater.
- d) Charge the viscometer (Note 6) in the manner dictated by the design of the instrument, this operation being in conformity with that employed when the instrument was calibrated. Should the sample contain solid particles, filter during charging through a No. 200 (74 μ) sieve.

Note 6. — The viscosity of steam-refined cylinder oils, black lubricating oils, residual fuel oils, and similar waxy products can be affected by the previous thermal history. The following preheating procedure should be followed to obtain uniform results for viscosities below 200 °F (95 °C).

To obtain a representative sample, heat the sample in the original container to about 122 °F (50 °C) with stirring and shaking. Probe the bottom of the container with a rod to be certain that all waxy materials are in solution. Pour 100 ml into a 125 ml Erlenmeyer flask. Stopper loosely with a cork or rubber stopper. Immerse the flask in a bath of boiling water for 30 min. Mix well, remove the sample from the bath, and strain it through a No. 200 (74 μ) screen directly into the viscometer already in the thermostated bath. Complete the viscosity test within 1 h after preheating.

- e) Allow the charged viscometer to remain in the bath long enough to reach the test temperature. Because this time will vary for the different instruments and for different temperatures, establish a safe temperature equilibrium time by trial. Where the design of the viscometer requires it, adjust the volume of the test sample after the sample has reached temperature equilibrium.
- f) When the temperature of the test is below the dew point, fit loosely packed drying tubes onto the open ends of the viscometer to prevent water condensation. Drying tubes must fit the design of the viscometer and not restrict the flow of the sample under test by pressures created in the instrument. At temperatures below 32 °F (0 °C), it may be advisable to charge the sample into

inférieures à 32 °F (0 °C), il est recommandé de charger l'échantillon dans le viscosimètre à la température ambiante ; laisser le viscosimètre se refroidir à la température du bain en maintenant l'échantillon dans le capillaire afin d'éviter une légère accumulation de givre sur les parois du capillaire.

- g) Par aspiration (si l'échantillon ne contient pas de constituants volatils) ou à l'aide d'une pression, ajuster le niveau supérieur de l'échantillon dans le tube capillaire à une distance d'environ 5 mm au-dessus du premier trait de mesure du temps d'écoulement.
- h) L'échantillon s'écoulant librement, mesurer en secondes, et au plus à 0,2 s près (voir paragraphe 4e)), le temps nécessaire pour que le ménisque passe du premier au second trait de mesure du temps d'écoulement. Si le temps d'écoulement est inférieur au minimum spécifié (voir paragraphe 6c)), choisir un viscosimètre ayant un capillaire de diamètre inférieur et répéter l'opération.
- i) Pour les modèles Ostwald modifié et niveau suspendu, répéter la procédure décrite dans les alinéas g) et h) en faisant une seconde mesure du temps d'écoulement. Si deux mesures concordent à 0,2%, prendre la moyenne pour calculer la viscosité cinématique correspondante. Pour les modèles à écoulement inversé, on doit obligatoirement effectuer les déterminations en double ; les temps d'écoulement ne doivent pas différer de plus de 0,35%. Si l'écart est supérieur, rejeter les résultats de l'essai.

7. Méthode d'essai pour la viscosité dynamique

- a) Déterminer la viscosité cinématique tel que décrit dans l'article 6.
- b) Déterminer la masse volumique de l'échantillon, en grammes par millilitres, à la même température que la viscosité, suivant l'une des méthodes suivantes :
 - 1) Méthode ASTM D 941 : « Test for density and specific gravity of liquids by Lipkin bicapillary pycnometer ».
 - 2) Méthode ASTM D 1481 : « Test for density and specific gravity of viscous materials by Lipkin bicapillary pycnometer ».
 - 3) Méthode IP 189 : « Specific gravity and density, graduated bicapillary pycnometer method ».
 - 4) Méthode ASTM D 1217 : « Test for density and specific gravity of liquids by Bingham pycnometer ».
 - 5) Méthode ASTM D 1480 : « Test for density and specific gravity of viscous materials by Bingham pycnometer ».
 - 6) Méthode IP 190 : « Specific gravity and density, capillary-stoppered pycnometer method ».
 - 7) Méthode IP 733 : « Density bottles ».

8. Nettoyage du viscosimètre

- a) Entre deux déterminations successives, nettoyer complètement le viscosimètre en le rinçant d'abord plusieurs fois avec un solvant approprié totalement miscible avec l'échantillon, puis avec un solvant totalement volatil. Sécher le tube en passant un lent courant d'air sec filtré à travers le viscosimètre, pendant 2 min ou jusqu'à ce que la dernière trace de solvant soit éliminée.
- b) Nettoyer périodiquement l'instrument avec de l'acide chromique de façon à éliminer les dépôts organiques, rincer complètement avec de l'eau distillée et de l'acétone, et sécher avec de l'air sec propre. Les dépôts minéraux peuvent être éliminés par traitement à l'acide chlorhydrique, avant l'emploi d'acide chromique, particulièrement dans le cas où des sels de baryum peuvent être présents.
- c) Les viscosimètres utilisés pour les fluides siliconés, les dérivés fluorés du carbone et les autres liquides difficilement éliminables au nettoyage doivent être réservés exclusivement à ces fluides, sauf pour les opérations d'étalonnage. Les viscosimètres doivent être fréquemment réétalonnés.

the viscometer at ambient temperature; allow the viscometer to cool to bath temperature, keeping sample in the working capillary to prevent slight accumulation of frost on the walls of the capillary.

- g)* Use suction (if the sample contains no volatile constituents) or pressure to adjust the head level of the test sample to a position in the capillary arm of the instrument about 5 mm ahead of the first timing mark.
- h)* With the sample flowing freely, measure in seconds, to within 0.2 s (see Sub-clause 4e)), the time required for the meniscus to pass from the first timing mark to the second. If this flow time is less than the specified minimum (see Sub-clause 6c)), select a viscometer with a capillary of smaller diameter and repeat the operation.
- i)* For modified Ostwald and suspended-level types, repeat the procedure described in paragraphs *g)* and *h)* making a second measurement of the flow time. If two measurements agree within 0.2%, use the average for calculating the reported kinematic viscosity. For reverse flow types, duplicate determinations must be made; flow times should agree within 0.35%. If these agreements are not obtained, reject the test results.

7. Procedure for dynamic viscosity

- a)* Determine the kinematic viscosity as described in Clause 6.
- b)* Determine the density of the sample, in grams per millilitre, at the same temperature as the viscosity, in accordance with the following applicable methods:
 - 1) ASTM Method D 941, Test for Density and Specific Gravity of Liquids by Lipkin Bicapillary Pycnometer.
 - 2) ASTM Method D 1481, Test for Density and Specific Gravity of Viscous Materials by Lipkin Bicapillary Pycnometer.
 - 3) IP Method 189, Specific Gravity and Density, Graduated Bicapillary Pycnometer Method.
 - 4) ASTM Method D 1217, Test for Density and Specific Gravity of Liquids by Bingham Pycnometer.
 - 5) ASTM Method D 1480, Test for Density and Specific Gravity of Viscous Materials by Bingham Pycnometer.
 - 6) IP Method 190, Specific Gravity and Density, Capillary-Stoppered Pycnometer Method.
 - 7) IP Method 733, Density Bottles.

8. Cleaning of viscometer

- a)* Between successive determinations, clean the viscometer thoroughly by several rinsings with an appropriate solvent completely miscible with the sample, followed by a completely volatile solvent. Dry the tube by passing a slow stream of filtered dry air through the viscometer for 2 min or until the last trace of solvent is removed.
- b)* Periodically clean the instrument with chromic acid to remove organic deposits, rinse thoroughly with distilled water and acetone, and dry with clean dry air. Inorganic deposits may be removed by hydrochloric acid treatment before use of cleaning acid, particularly if barium salts are suspected.
- c)* Viscometers used for silicone fluids, fluorocarbons, and other liquids which are difficult to remove by the use of a cleaning agent, should be reserved for the exclusive use of those fluids except when standardizing. Such viscometers should be subjected to standardization checks at frequent intervals.

9. Calculs et rapport

a) Calculer comme suit la viscosité cinématique :

$$\text{Viscosité cinématique, cSt} = Ct$$

où :

C = constante d'étalonnage du viscosimètre (cSt/s)

t = temps d'écoulement (s).

b) Calculer comme suit la viscosité dynamique :

$$\text{Viscosité dynamique, cP} = p\nu$$

où :

p = masse volumique (g/cm³) (note 7) à la même température que la viscosité cinématique

ν = viscosité cinématique (cSt).

Note 7. — Il est permis d'employer la masse volumique en g/ml au lieu de g/cm³. La 12^e Conférence générale sur les poids et mesures de novembre 1964 a redéfini le litre de telle sorte que 1 ml représente exactement 1 cm³. Cette dernière unité est préférable pour l'expression des mesures précises de volume.

c) Noter la viscosité et la température d'essai.

10. Précision

La précision suivante s'applique aux mesures effectuées entre 60 °F et 212 °F (15 °C et 100 °C) sur des huiles propres et transparentes.

a) *Répétabilité* : des résultats obtenus en double par le même opérateur, utilisant le même viscosimètre ou des viscosimètres différents, doivent être considérés comme douteux si leur différence est supérieure à 0,35% de leur moyenne.

b) *Reproductibilité* : les résultats fournis par deux laboratoires différents doivent être considérés comme douteux si leur différence est supérieure à 0,7% de leur moyenne.

9. Calculations and report

a) Calculate the kinematic viscosity as follows:

$$\text{Kinematic viscosity, cSt} = Ct$$

where:

C = calibration constant of the viscometer (cSt/s)

t = flow time (s).

b) Calculate the dynamic viscosity as follows:

$$\text{Dynamic viscosity, cP} = p\nu$$

where:

p = density (g/cm³) (Note 7) at same temperature as kinematic viscosity

ν = kinematic viscosity (cSt).

Note 7. — It is permissible to use density in g/ml instead of g/cm³. The 12th General Conference on Weights and Measures in November, 1964 redefined the litre so that 1 ml is exactly 1 cm³. The latter unit is preferred for expressing precise volume measurements.

c) Report both the viscosity and the temperature of test.

10. Precision

The following precision applies to clean, transparent oils tested between 60 °F and 212 °F (15 °C to 100 °C).

a) *Repeatability*: duplicate results by the same operator, using the same or different viscometers, should be considered suspect if their difference is greater than 0.35% of their mean.

b) *Reproducibility*: the results submitted by each of two laboratories should be considered suspect if their difference is greater than 0.7% of their mean.

ANNEXE A

ÉTALONNAGE DES VISCOSIMÈTRES

1. Fournitures de référence

*Huiles étalon de viscosité*¹⁾, conformes aux huiles étalon ASTM de viscosité, ayant approximativement la viscosité cinématique indiquée dans le tableau AI, page 22. Les valeurs certifiées de la viscosité cinématique sont établies à la suite d'essais de comparaison et sont fournies avec chaque échantillon.

2. Calibrage

- a) *En utilisant des liquides étalons*, choisir dans le tableau AI un liquide étalon ayant un temps d'écoulement minimal de 200 s à la température d'étalonnage (de préférence 100 °F) et une viscosité supérieure au minimum indiqué sur le tableau I, page 10. Déterminer le temps d'écoulement aux 2/10 de seconde le plus proches en accord avec l'article 6 et calculer comme suit la constante, C , du viscosimètre :

$$C = \frac{\nu}{t}$$

où :

ν = viscosité (cSt) pour le liquide étalon

t = temps d'écoulement, en secondes

- b) *En utilisant des viscosimètres étalons*, choisir une huile de pétrole ayant un temps d'écoulement d'au moins 200 s tant dans le viscosimètre étalon que dans les viscosimètres à étalonner ; certains viscosimètres, figurant dans le tableau I, exigent que l'huile ait une viscosité supérieure au minimum indiqué, afin que la correction cinétique²⁾ soit inférieure à 0,2%. Choisir un viscosimètre étalon de constante C connue. Le viscosimètre peut être un viscosimètre primaire étalonné par la procédure « en escalier » en utilisant successivement des viscosimètres de diamètre de plus en plus grand en commençant avec l'eau distillée comme étalon de base pour la viscosité³⁾. On peut également prendre un viscosimètre courant du même type, étalonné par comparaison avec un viscosimètre primaire. Monter le viscosimètre étalon et le viscosimètre à étalonner dans le même bain et déterminer les temps d'écoulement de l'huile en accord avec l'article 6.

Calculer comme suit la constante C :

$$C_1 = \frac{t_2 \times C_2}{t_1}$$

où :

C_1 = constante C du viscosimètre à étalonner

t_1 = temps d'écoulement du viscosimètre à étalonner au 1/5 de seconde le plus proche

C_2 = constante C du viscosimètre étalon

t_2 = temps d'écoulement du viscosimètre étalon au 1/5 de seconde le plus proche.

¹⁾ Les étalons de viscosité peuvent être obtenus en containers de 1 pinte (environ 0,6 l). Voir le tableau AI. Les commandes doivent être adressées à : « Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, Pa. 16801, U.S.A. ». Les expéditions sont exécutées suivant la demande ou par les meilleurs moyens.

²⁾ M. R. Cannon : « Derivation of viscosity equation and sources of error in viscometry », rapport privé N° 1 à l'« ASTM Subcommittee on Viscosity », février 1950. M. R. Cannon et R. E. Manning : « Viscosity measurement, the kinetic energy correction », rapport privé N° 2 à l'« ASTM Subcommittee on Viscosity », avril 1959. Des exemplaires gratuits peuvent être obtenus de The Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, Pa. 16801, U.S.A.

³⁾ Pour une méthode d'étalonnage des viscosimètres primaires, voir la méthode ASTM D 2162 : « Test for basic calibration of master viscometers and viscosity oil standards » publiée dans la partie 17 du « Book of ASTM Standards », 1969.

APPENDIX A

CALIBRATION OF VISCOMETERS

1. Reference materials

Viscosity oil standards,¹⁾ conforming to ASTM viscosity oil standards having the approximate kinematic viscosity shown in Table AI, page 23. Certified kinematic viscosity values are established by cooperative tests and are supplied with each sample.

2. Calibration

- a) *Using liquid standards*, select from Table AI a liquid standard having a minimum flow time of 200 s at the calibration temperature (preferably 100 °F) and a viscosity in excess of the minimum shown in Table I, page 11. Determine the flow time to the nearest 0.2 s in accordance with Clause 6, and calculate the viscometer constant, C , as follows:

$$C = \frac{v}{t}$$

where :

v = viscosity (cSt) for the standard liquid

t = flow time, in seconds.

- b) *Using standard viscometers*, select any petroleum oil that will have a flow time of at least 200 s in both the standard and to-be-standardized viscometers; some viscometers, as listed in Table I, require that the oil have a viscosity in excess of the minimum shown in order that the kinetic correction²⁾ will be less than 0.2%. Select a standard viscometer of known constant C . This viscometer may be a master viscometer that has been calibrated by the "step-up" procedure using viscometers of successively larger diameters starting with distilled water as the basic viscosity standard,³⁾ or a routine viscometer of the same type that has been calibrated by comparison with a master viscometer. Mount the standard viscometer together with the viscometer to be calibrated in the same bath and determine the flow times of the oil in accordance with Clause 6.

Calculate the constant C as follows:

$$C_1 = \frac{t_2 \times C_2}{t_1}$$

where:

$C_1 = C$ constant of the viscometer being calibrated

t_1 = flow time to the nearest 0.2 s in the viscometer being calibrated

$C_2 = C$ constant of the standard viscometer

t_2 = flow time to the nearest 0.2 s in the standard viscometer.

¹⁾ The viscosity standards are available in 1 pt containers. See Table AI. Purchase orders should be addressed to the Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, Pa. 16801, U.S.A. Shipment will be made as specified or by best means.

²⁾ M. R. Cannon, "Derivation of Viscosity, Equation and Sources of Error in Viscometry"; Private Report No. 1 to ASTM Subcommittee on Viscosity, February, 1950. M. R. Cannon and R. E. Manning, "Viscosity Measurement, The Kinetic Energy Correction", Private Report No. 2 to ASTM Subcommittee on Viscosity, April, 1959. Copies available free of charge from The Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, Pa. 16801, U.S.A.

³⁾ For a procedure for calibrating master viscometers, see ASTM Method D 2162, Test for Basic Calibration of Master Viscometers and Viscosity Oil Standards, which appears in "1969 Book of ASTM Standards", Part 17,

TABLEAU AI
Etalons de viscosité

Viscosité standard conforme aux normes ASTM	Viscosité cinématique approximative (cSt)							
	à -53,89 °C (-65 °F)	à -40 °C (-40 °F)	à 20 °C (68 °F)	à 25 °C (77 °F)	à 30 °C (86 °F)	à 37,78 °C (100 °F)	à 50 °C (122 °F)	à 98,89 °C (210 °F)
S-3	300	80	4,6	4,0	—	3,0	—	1,2
S-6	—	—	10	9,0	—	5,0	—	1,8
S-20	—	—	44	35	—	20	—	3,9
S-60	—	—	160	120	—	60	—	7,7
S-200	—	—	700	480	—	200	—	16
S-600	—	—	2 500	1 600	—	600	280	32
S-2 000	—	—	9 000	5 700	—	2 000	—	76
S-8 000	—	—	38 000	22 000	—	8 000	—	—
S-30 000	—	—	—	—	50 000	27 000	11 000	—

TABLE AI
Viscosity standards

Viscosity standard conforming to ASTM standards	Approximate kinematic viscosity (cSt)							
	At −53.89 °C (−65 °F)	At −40 °C (−40 °F)	At 20 °C (68 °F)	At 25 °C (77 °C)	At 30 °C (86 °F)	At 37.78 °C (100 °F)	At 50 °C (122 °F)	At 98.89 °C (210 °F)
S-3	300	80	4.6	4.0	—	3.0	—	1.2
S-6	—	—	10	9.0	—	6.0	—	1.8
S-20	—	—	44	35	—	20	—	3.9
S-60	—	—	160	120	—	60	—	7.7
S-200	—	—	700	480	—	200	—	16
S-600	—	—	2 500	1 600	—	600	280	32
S 2 000	—	—	9 000	5 700	—	2 000	—	76
S-8 000	—	—	38 000	22 000	—	8 000	—	—
S-30 000	—	—	—	—	50 000	27 000	11 000	—

Withd 2017
IEC NORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60994-1977

NORME ASTM D 93-66

MÉTHODE NORMALISÉE D'ESSAI POUR LA MESURE DU POINT D'ÉCLAIR, EN VASE CLOS, AU MOYEN DE L'APPAREIL DE PENSKY-MARTENS

1. Domaine d'application

La présente méthode traite de la détermination du point d'éclair, en vase clos, au moyen de l'appareil de Pensky-Martens, des huiles combustibles, des huiles de graissage, des substances visqueuses et des suspensions de solides. Cette méthode ne s'applique pas aux huiles siccatives, bitumes fluxés ou cires en solvant, voir note 1.

Note 1. — Le point d'éclair des huiles siccatives peut être déterminé par la méthode ASTM D 1393 : « Test for flash point of drying oils » ; le point d'éclair des cires en solvant peut être déterminé par la méthode ASTM D 1437 : « Test for flash point of solvent-type liquid waxes » ; le point d'éclair des bitumes fluxés peut être déterminé par la méthode ASTM D 1310 : « Test for flash point of volatile flammable materials by tag open-cup apparatus » ou bien par la méthode IP 113 : « Flash point (closed) of cutback bitumen ».

Note 2. — Cette méthode peut être appliquée pour déceler la contamination des huiles de graissage par de petites quantités de matières volatiles.

2. Principe de la méthode

La prise d'essai est chauffée lentement et régulièrement sous une agitation continue. On dirige une petite flamme sur le vase à intervalles réguliers en suspendant simultanément l'agitation. Le point d'éclair est la température la plus basse à laquelle l'application de la flamme d'essai provoque l'inflammation de la vapeur au-dessus de la prise d'essai.

3. Appareillage

a) *Appareil « Pensky-Martens »* : il est décrit dans l'annexe A.

Note 3. — Il existe des appareils automatiques en usage pour la détermination du point d'éclair, qui permettent de réduire la durée des essais, d'employer des échantillons plus petits ou qui présentent d'autres avantages. L'utilisateur d'appareils automatiques doit veiller à appliquer toutes les instructions du constructeur concernant l'étalonnage, le réglage et l'emploi. Dans les cas litigieux, c'est la détermination manuelle du point d'éclair qui fait foi.

b) *Thermomètres* : deux thermomètres étalons sont utilisés avec l'appareil Pensky-Martens, dans les conditions suivantes :

- 1) Dans le cas où le point d'éclair est compris entre -7°C et $+93^{\circ}\text{C}$ inclus (entre 20°F et 200°F), on emploie le thermomètre ASTM Pensky-Martens pour faibles températures ou en vase clos, dont l'étendue de mesure est de -5°C à $+110^{\circ}\text{C}$ (20°F à 230°F), conforme aux spécifications ASTM E 1 pour les thermomètres 9 C (9 F) ou le thermomètre IP 15 C (15 F) conforme aux spécifications de l'annexe C.
- 2) Dans le cas où le point d'éclair est compris entre 110°C et 371°C (entre 230°F et 700°F), on emploie le thermomètre ASTM Pensky-Martens pour hautes températures, dont l'étendue de mesure est de 90°C à 370°C (200°F à 700°F), conforme aux spécifications ASTM E 1 pour les thermomètres 10 C (10 F) ou le thermomètre IP 16 C (16 F) conforme aux spécifications de l'annexe C.
- 3) Pour les points d'éclair compris entre 93°C et 110°C (entre 200°F et 230°F), on peut employer l'un ou l'autre de ces thermomètres.

4. Préparation de l'appareil

On place l'appareil sur une table horizontale et stable. A moins que les essais ne soient effectués dans un local ou un compartiment à l'abri des courants d'air, il est avantageux, mais non nécessaire, d'entourer l'appareil de trois côtés d'un écran dont chaque élément a environ 46 cm de largeur et 61 cm de hauteur,

ASTM STANDARD D 93-66

STANDARD METHOD OF TEST FOR FLASH POINT BY
PENSKY-MARTENS CLOSED TESTER

1. Scope

This method covers the determination of the flash point by Pensky-Martens closed cup tester of fuel oils, lube oils, suspensions of solids, liquids that tend to form a surface film under test conditions, and other liquids. For the determination of the flash point of drying oils, solvent-type waxes, or cut-back asphalts, refer to Note 1.

Note 1. — The flash point of drying oils may be determined using ASTM Method D 1393, Test for Flash Point of Drying Oils; the flash point of solvent-type liquid waxes may be determined using ASTM Method D 1437, Test for Flash Point of Solvent-Type Liquid Waxes; the flash point of cut-back asphalts or bitumens may be determined using ASTM Method D 1310, Test for Flash Point of Volatile Flammable Materials by Tag Open-Cup Apparatus or by IP 113, Flash Point (Closed) of Cutback Bitumen.

Note 2. — This method may be employed for the detection of contamination of lubricating oils by minor amounts of volatile material.

2. Summary of method

The sample is heated at a slow, constant rate with continual stirring. A small flame is directed into the cup at regular intervals with simultaneous interruption of stirring. The flash point is the lowest temperature at which application of the test flame causes the vapour above the sample to ignite.

3. Apparatus

a) *Pensky-Martens closed flash tester*, as described in Appendix A.

Note 3. — There are automatic flash point testers available and in use which may be advantageous in the saving of testing time, permit the use of smaller samples, and have other factors which may merit their use. If automatic testers are used, the user must be sure that all of the manufacturer's instructions for calibrating, adjusting, and operating the instrument are followed. In any cases of dispute, the flash point as determined manually shall be considered the referee test.

b) *Thermometers*: two standard thermometers shall be used with the Pensky-Martens tester, as follows:

- 1) For tests in which the indicated reading falls within the limits 20 °F to 200 °F (−7 °C to +93 °C), inclusive, an ASTM Pensky-Martens low range or tag closed tester thermometer having a range from 20 °F to 230 °F (−5 °C to +110 °C) and conforming to the requirements for thermometers 9 F (9 C) and as prescribed in ASTM Specifications E 1, or IP thermometer 15 F (15 C) conforming to specifications given in Appendix C, shall be used.
- 2) For tests in which the indicated reading falls within the limits 230 °F to 700 °F (110 °C to 371 °C), an ASTM Pensky-Martens high range thermometer having a range from 200 °F to 700 °F (90 °C to 370 °C) and conforming to the requirements for thermometers 10 F (10 C) as prescribed in ASTM Specifications E 1, or IP thermometer 16 F (16 C) conforming to specifications given in Appendix C, shall be used.
- 3) For the range 200 °F to 230 °F (93 °C to 110 °C) either thermometer may be used.

4. Preparation of apparatus

Support the tester on a level, steady table. Unless tests are made in a draught-free room or compartment, it is good practice, but not required, to surround the tester on three sides with a shield, each section of which is about 18 in (46 cm) wide and 24 in (61 cm) high.

5. Préparation de la prise d'essai

- a) Les échantillons de bitumes ou de produits de viscosité élevée peuvent être réchauffés de façon à être suffisamment fluides avant les essais. On ne doit toutefois pas les réchauffer plus qu'il n'est absolument nécessaire ni dépasser une température inférieure de 16 °C (30 °F) au point d'éclair présumé.
- b) Les prises d'essai contenant de l'eau en solution ou à l'état libre peuvent être déshydratées à l'aide de chlorure de calcium ou bien par filtrage à travers un papier-filtre pour analyse qualitative ou un tampon non comprimé de coton hydrophile sec. Il est permis de réchauffer la prise d'essai mais sans le faire pendant une période prolongée ni lui faire dépasser une température inférieure de 16 °C (30 °F) au point d'éclair présumé.

Note 4. — Si l'on suspecte la présence dans la prise d'essai de contaminant volatil, le traitement décrit dans les paragraphes 5a) et 5b) ne doit pas être effectué.

6. Mode opératoire pour la détermination du point d'éclair des huiles

- a) Avant de commencer l'essai, nettoyer et sécher soigneusement toutes les parties du vase et ses accessoires en veillant à éliminer toute trace des solvants utilisés pour nettoyer l'appareil. Remplir le vase de l'huile à essayer jusqu'au niveau indiqué par le repère. Poser le couvercle sur le vase et placer ce dernier dans l'étuve. Veiller à engager convenablement le dispositif de positionnement ou de verrouillage. Introduire le thermomètre. Allumer la flamme d'essai et régler son diamètre à environ 4 mm. Régler le chauffage de façon que la température indiquée par le thermomètre s'accroisse à raison de 5 deg C à 6 deg C (9 deg F à 11 deg F) par minute. Actionner l'agitateur à une vitesse de 90 tr/min à 120 tr/min en agitant vers le bas.
- b) Si l'on sait que l'échantillon a un point d'éclair inférieur ou égal à 104 °C (220 °F), appliquer la flamme d'essai lorsque la température de l'échantillon atteint une valeur inférieure de 17 deg C (30 deg F) au point d'éclair présumé puis à des températures échelonnées de 1 en 1 deg C (de 2 en 2 deg F). La flamme d'essai est appliquée au moyen du mécanisme placé sur le couvercle commandant le volet et le brûleur de telle sorte que la flamme descende dans la partie occupée par la vapeur en 0,5 s et reste en position basse pendant 1 s avant d'être rapidement relevée jusqu'à sa position haute. Ne pas agiter l'échantillon pendant l'application de la flamme d'essai.
- c) Si l'on sait que l'échantillon a un point d'éclair supérieur à 104 °C (220 °F), appliquer la flamme d'essai comme décrit ci-dessus à des températures échelonnées de 3 en 3 deg C (de 5 en 5 deg F) en commençant à une température inférieure de 17 deg C (30 deg F) au point d'éclair présumé.
- d) Noter comme point d'éclair la température indiquée par le thermomètre au moment où la flamme d'essai produit un éclair bien net à l'intérieur du vase. Ne pas confondre le point d'éclair réel avec le halo bleuâtre qui entoure quelquefois la flamme d'essai lors d'applications précédant celle qui provoque le véritable éclair.

7. Mode opératoire pour la détermination du point d'éclair des suspensions de solides

Porter la substance à essayer et l'appareil à une température de 15 ± 5 °C (60 ± 10 °F) ou à une température inférieure de 11 deg C (20 deg F) au point d'éclair présumé, en choisissant la plus faible de ces deux températures.

Remplir complètement d'eau, à la température de l'appareil et de la prise d'essai, l'espace occupé par de l'air compris entre le vase et l'intérieur du bain d'air. Actionner l'agitateur à une vitesse de 250 ± 10 tr/min en allant vers le bas. Augmenter la température pendant tout l'essai à raison d'au moins 1 deg C et d'au plus 1,5 deg C (2 deg F à 3 deg F) par minute. A l'exception de la vitesse d'agitation et de chauffage, procéder de la façon décrite à l'article 6.

Note 5. — Ne jamais employer d'anhydride carbonique solide (CO₂) (neige carbonique) pour obtenir la vitesse de chauffage requise étant donné que le CO₂ mène à des résultats erronés par suite d'un effet de givrage.

5. Preparation of sample

- a) Samples of asphalts or very viscous materials may be warmed until they are reasonably fluid before they are tested. However, no sample should be heated more than is absolutely necessary. It shall never be heated above a temperature of 30 °F (16 °C) below its expected flash point.
- b) Samples containing dissolved or free water may be dehydrated with calcium chloride or by filtering through a qualitative filter paper or a loose plug of dry absorbent cotton. Warming the sample is permitted, but it shall not be heated for prolonged periods or above a temperature of 30 °F (16 °C) below its expected flash point.

Note 4. — If the sample is suspected of containing volatile contaminants, the treatment described in Sub-clauses 5a) and 5b) should be omitted.

6. Procedure for the determination of flash point of oils

- a) Thoroughly clean and dry all parts of the cup and its accessories before starting the test, being sure to remove any solvent which had been used to clean the apparatus. Fill the cup with the sample to be tested to the level indicated by the filling mark. Place the lid on the cup and set the latter in the stove. Be sure to have the locating or locking device properly engaged. Insert the thermometer. Light the test flame and adjust it to 5/32 in (4 mm) in diameter. Supply the heat at such a rate that the temperature as indicated by the thermometer increases 9 °F to 11 °F (5 °C to 6 °C). Turn the stirrer 90 rev/min to 120 rev/min, stirring in a downward direction.
- b) If the sample is known to have a flash point of 220 °F (104 °C) or below, apply the test flame when the temperature of the sample is not higher than 30 deg F (17 deg C) below the flash point, and thereafter at a temperature reading that is a multiple of 2 deg F (1 deg C). Apply the test flame by operating the mechanism on the cover which controls the shutter and test flame burner so that the flame is lowered into the vapour space of the cup in 0.5 s, left in its lowered position for 1 s, and quickly raised to its high position. Do not stir the sample while applying the test flame.
- c) If the sample is known to have a flash point above 220 °F (104 °C) apply the test flame in the manner just prescribed at each temperature that is a multiple of 5 deg F (3 deg C), beginning at a temperature not higher than 30 deg F (17 deg C) below the flash point.
- d) Record as the flash point the temperature read on the thermometer at the time the test flame application causes a distinct flash in the interior of the cup. Do not confuse the true flash point with the bluish halo that sometimes surrounds the test flame at applications preceding the one that causes the actual flash.

7. Procedure for the determination of flash point of suspension of solids

Bring the material to be tested and the tester to a temperature of 60 ± 10 °F (15 ± 5 °C) or 20 deg F (11 deg C) lower than the estimated flash point, whichever is lower.

Completely fill the air space between the cup and the interior of the air bath with water at the temperature of the tester and sample. Turn the stirrer 250 ± 10 rev/min, stirring in a downward direction. Raise the temperature throughout the duration of the test at a rate of not less than 2 deg F nor more than 3 deg F (1 deg C to 1.5 deg C) per minute. With the exception of these requirements for rates of stirring and heating, proceed as prescribed in Clause 6.

Note 5. — Solid carbon dioxide (CO₂) (dry ice) shall in no case be used to obtain the proper rate of temperature rise, since CO₂ has a blanketing effect which leads to a false flash point,

8. Pression barométrique

Noter la pression barométrique. Corriger les points d'éclair comme suit : pour chaque tranche de 25 mm au-dessous de 760 mm, ajouter 0,9 deg C (1,6 deg F) au point d'éclair; pour chaque tranche de 25 mm au-dessus de 760 mm, retrancher 0,9 deg C (1,6 deg F) du point d'éclair. Après correction, arrondir les valeurs obtenues à l'entier le plus voisin.

9. Précision

La validité des résultats (probabilité de 95%) se juge à l'aide des critères suivants :

a) *Répétabilité* : deux résultats obtenus par le même opérateur ne doivent pas être mis en cause s'ils ne diffèrent pas de plus des valeurs suivantes :

Matière	Point d'éclair		Répétabilité	
	°C	°F	°C	°F
Suspensions de solides	De 35 à 43	De 95 à 110	2	4
Autres	Inférieur à 104	Inférieur à 220	2	4
	Supérieur à 104	Supérieur à 220	5	10

b) *Reproductibilité* : les résultats obtenus par deux laboratoires différents ne doivent pas être mis en cause s'ils ne diffèrent pas de plus des valeurs suivantes :

Matière	Point d'éclair		Reproductibilité	
	°C	°F	°C	°F
Suspensions de solides	De 35 à 43	De 95 à 110	3	6
Autres	Inférieur à 104	Inférieur à 220	3	6
	Supérieur à 104	Supérieur à 220	8	15

8. Barometric pressure

Observe and record the barometric pressure. Make a correction on the following basis: for each 1 in (25 mm) below 29.92 in (760 mm) barometric reading, add 1.6 deg F (0.9 deg C) to the flash point; for each 1 in (25 mm) above 29.92 in (760 mm) barometric reading, subtract 1.6 deg F (0.9 deg C) from the flash point. After applying the correction, round off the values obtained to the nearest whole number.

9. Precision

The following criteria should be used for judging the acceptability of results (95% probability):

a) *Repeatability*: duplicate results by the same operator should not be considered suspect unless they differ by more than the following amounts:

Material	Flash point range °F	Repeat-ability °F
Suspensions of solids	95 to 110	4
All others	Below 220	4
	Above 220	10

b) *Reproducibility*: the results submitted by each of two laboratories should not be considered suspect unless the two results differ by more than the following amounts:

Material	Flash point range °F	Repro-ducibility °F
Suspensions of solids	95 to 110	6
All others	Below 220	6
	Above 220	15

ANNEXE A

SPÉCIFICATIONS POUR L'APPAREILLAGE

1. Ensemble de l'appareillage

L'appareillage type avec chauffage au gaz est représenté sur la figure 1, page 34. Il comprend un vase, un couvercle et une étuve, conformes aux spécifications ci-dessous.

a) *Vase*. Le vase, en laiton ou en un autre métal inoxydable de conductibilité thermique équivalente, doit être conforme aux dimensions indiquées sur la figure 2, page 35. La bride est équipée de dispositifs permettant de positionner le vase dans l'étuve. Une poignée fixée sur la bride représente un accessoire utile ; elle ne doit pas être d'un poids tel que le vase se renverse quand il est vide.

b) *Couvercle*

1) *Couvercle proprement dit*. Le couvercle représenté sur la figure 3, page 36, est en laiton (alinéa a)) et comporte un rebord rabattu vers le bas jusqu'à la bride du vase. Le rebord doit s'ajuster sur le bord extérieur du vase avec un jeu diamétral ne dépassant pas 0,35 mm (0,014 in). Le couvercle doit comporter un dispositif de positionnement ou de verrouillage, ou les deux qui s'engagent dans un dispositif correspondant sur le vase. La figure 3 montre quatre ouvertures A, B, C et D sur le couvercle. Le bord supérieur du couvercle doit être en contact étroit avec la surface intérieure du vase sur toute la circonférence.

2) *Volet*. Le couvercle est équipé d'un volet en laiton (article 3) (figure 4, page 37) d'environ 2,5 mm (3/32 in) d'épaisseur qui se déplace sur la partie supérieure du couvercle. La forme et le montage du volet doivent être tels qu'il puisse tourner autour de l'axe passant par le centre du couvercle entre deux butées placées de manière que, lorsqu'il est dans l'une des positions extrêmes, les ouvertures A, B et C soient complètement fermées, et que, lorsqu'il est dans l'autre position extrême, ces mêmes ouvertures soient entièrement ouvertes.

Le mécanisme actionnant le volet est du type à ressort et il est réglé pour qu'au repos le volet ferme complètement les trois ouvertures. Lorsqu'on l'amène sur l'autre position extrême, les trois ouvertures sont complètement ouvertes et la pointe du tube d'application de la flamme est complètement baissée.

3) *Dispositif d'application de la flamme*. Ce dispositif (figure 4) comporte une pointe munie d'un orifice de 0,7 mm à 0,8 mm (0,027 in à 0,031 in) de diamètre, de préférence en acier inoxydable bien qu'il puisse être en un autre métal approprié. Le dispositif est équipé d'un mécanisme qui, lorsque le volet se trouve dans la position « ouverte », abaisse la pointe de telle sorte que le centre de son orifice soit entre les plans des surfaces supérieure et inférieure du couvercle proprement dit en un point d'un rayon passant par le centre de l'ouverture la plus grande A (figure 3).

4) *Veilleuse*. Il est prévu une veilleuse pour l'allumage automatique de la flamme. Une bille de 4 mm (5/32 in) de diamètre peut être montée sur le couvercle, de façon à permettre de régler les dimensions de la flamme par comparaison. La pointe de la veilleuse a un orifice de même dimension que le dispositif d'application de la flamme (0,7 mm à 0,8 mm).

5) *Agitateur*. Le couvercle est équipé d'un agitateur (figure 4) monté au centre du vase et comportant deux hélices à deux pales en métal. L'axe de l'agitateur peut être accouplé à un moteur au moyen d'un arbre flexible ou d'un système de poulies.

c) *Etuve*. La chaleur est fournie au vase par une étuve appropriée fonctionnant en bain d'air. L'étuve comprend un bain d'air et un plateau supérieur sur lequel repose la bride du vase.

APPENDIX A

APPARATUS SPECIFICATIONS

1. Apparatus assembly

A typical assembly of the apparatus, gas heated, is shown in Figure 1, page 34. The apparatus shall consist of a test cup, cover, and stove conforming to the following requirements:

- a) *Cup*. The cup shall be of brass, or other non rusting metal of equivalent heat conductivity, and shall conform to the dimensional requirements in Figure 2, page 35. The flange shall be equipped with devices for locating the position of the cup in the stove. A handle attached to the flange of the cup is a desirable accessory. The handle shall not be so heavy as to tip over the empty cup.
- b) *Cover*
 - 1) *Cover proper*. The cover shown in Figure 3, page 36, shall be of brass (paragraph *a*), and shall have a rim projecting downward almost to the flange of the cup. The rim shall fit the outside of the cup with a clearance not exceeding 0.014 in on the diameter. There shall be a locating or locking device, or both engaging with a corresponding device on the cup. The four openings in the cover *A*, *B*, *C*, and *D*, are shown in Figure 3. The upper edge of the cup shall be in close contact with the inner face of the cover throughout its circumference.
 - 2) *Shutter*. The cover shall be equipped with a brass (clause 3) shutter (Figure 4, page 37), approximately 3/32 in thick, operating on the plane of the upper surface of the cover. The shutter shall be so shaped and mounted that it rotates on the axis of the horizontal center of the cover between two stops, so placed, that when in one extreme position, the openings *A*, *B*, and *C* in the cover are completely closed, and when in the other extreme position, these openings are completely opened. The mechanism operating the shutter should be of the spring type and constructed so that when at rest the shutter shall exactly close the three openings. When operated to the other extreme, the three cover openings shall be exactly open and the tip of the exposure tube shall be fully depressed.
 - 3) *Flame-exposure device*. The flame-exposure device (Figure 4) shall have a tip with an opening 0.027 in to 0.031 in in diameter. This tip shall be made preferably of stainless steel, although it may be fabricated of other suitable metals. The flame-exposure device shall be equipped with an operating mechanism which, when the shutter is in the "open" position, depresses the tip so that the centre of the orifice is between the planes of the under and upper surfaces of the cover proper at a point on a radius passing through the centre of the larger opening *A* (Figure 3).
 - 4) *Pilot flame*. A pilot flame shall be provided for automatic relighting of the exposure flame. A bead 5/32 in in diameter may be mounted on the cover so that the size of the test flame can be regulated by comparison. The tip of the pilot flame shall have an opening the same size as the tip of the flame exposure device (0.027 in to 0.031 in in diameter).
 - 5) *Stirring device*. The cover shall be equipped with a stirring device (Figure 4) mounted in the centre of the cover and carrying two 2-bladed metal propellers. A stirrer shaft may be coupled to the motor by a flexible shaft or a suitable arrangement of pulleys.
- c) *Stove*. Heat shall be supplied to the cup by means of a properly designed stove which is equivalent to an air bath. The stove shall consist of an air bath and a top plate on which the flange of the cup rests.

- 1) *Bain d'air*. Le bain d'air, cylindrique à l'intérieur, doit être conforme aux dimensions indiquées sur la figure 1, page 34. Le bain d'air peut consister soit en une pièce métallique moulée chauffée par une flamme ou électriquement (note 1), soit en une résistance électrique (note 2). Dans tous les cas, le bain d'air doit pouvoir être employé sans déformation aux températures auxquelles il est exposé.

Note 1. — Si l'élément chauffant est une pièce métallique chauffée par une flamme ou électriquement, il doit être conçu et utilisé de façon que la température du fond et celle des parois soient sensiblement égales. Pour cette raison, son épaisseur métallique doit être au moins de 6,5 mm (1/4 in). La pièce moulée doit être conçue de façon que les produits de combustion de la flamme ne puissent venir en contact avec le vase.

Note 2. — Si l'élément chauffant est du type à résistance électrique, il doit être construit de façon que toutes les parties de la surface intérieure soient chauffées de la même façon. L'épaisseur des parois et du fond du bain d'air doit être d'au moins 6,5 mm (1/4 in).

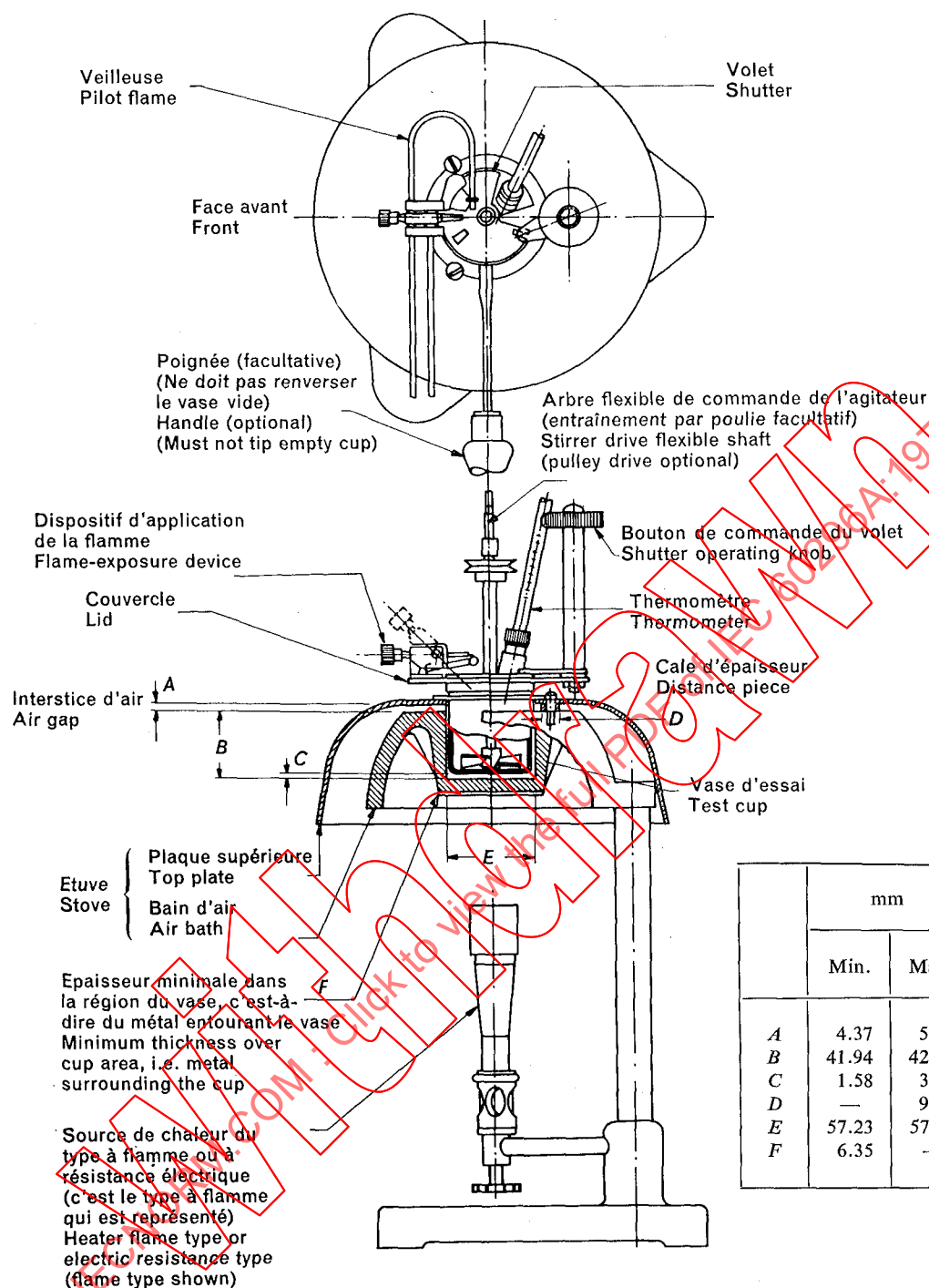
- 2) *Plaque supérieure*. La plaque supérieure doit être en métal et être montée de manière à ménager un espace entre elle et le bain d'air. Elle peut être fixée à ce dernier par trois vis munies de cales d'épaisseur. Ces dernières doivent être d'une épaisseur assurant un interstice d'air de 4,8 mm (3/16 in) et d'un diamètre ne dépassant pas 9,5 mm (3/8 in).

- 1) *Air bath.* The air bath shall have a cylindrical interior and shall conform to the dimensional requirements in Figure 1, page 34. The air bath may be either a flame or electrically heated metal casting (Note 1), or an electric-resistance element (Note 2). In either case, the air bath must be suitable for use at the temperatures to which it will be subjected without deformation.

Note 1. — If the heating element is a flame or electrically heated metal casting, it shall be so designed and used that the temperatures of the bottom and the walls are approximately the same. On this account it should be not less than 1/4 in in thickness. The casting shall be designed so that products of combustion of the flame cannot pass up and come into contact with the cup.

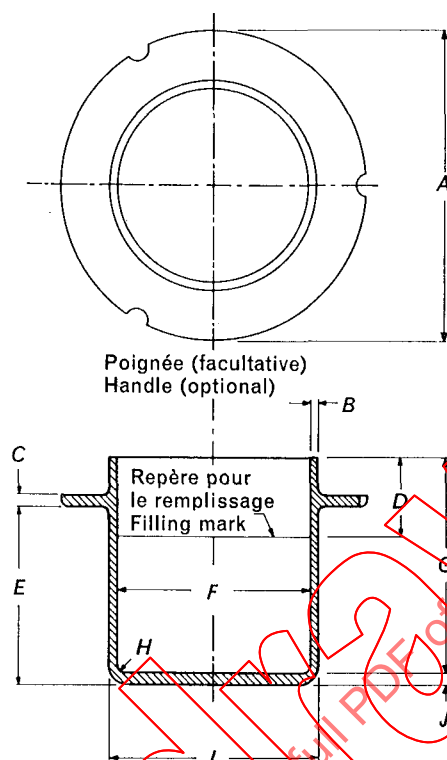
Note 2. — If the air bath is of the electric-resistance heated type, it shall be constructed so that all parts of the interior surface are heated uniformly. The walls and bottom of the air bath shall be not less than 1/4 in in thickness.

- 2) *Top plate.* The top plate shall be of metal, and shall be mounted with an air gap between it and the air bath. It may be attached to the air bath by means of three screws and spacing bushings. The bushings should be of proper thickness to define an air gap of 3/16 in, and they shall be not more than 3/8 in in diameter.



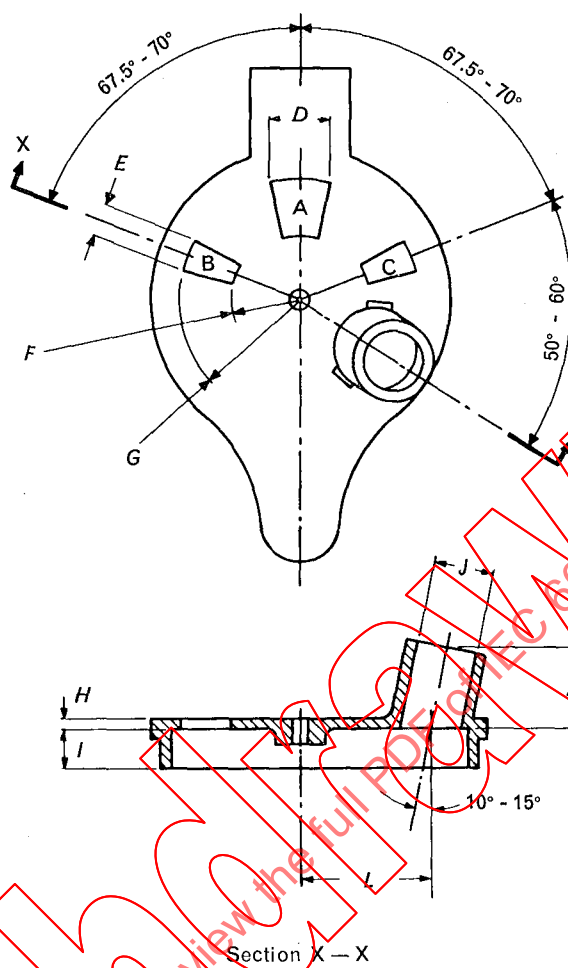
Note. — Le couvercle d'assemblage peut être à gauche ou à droite.
Lid assembly may be positioned either to the right or to the left

FIG. 1. — Appareil Pensky-Martens.
Pensky-Martens closed flash-tester.



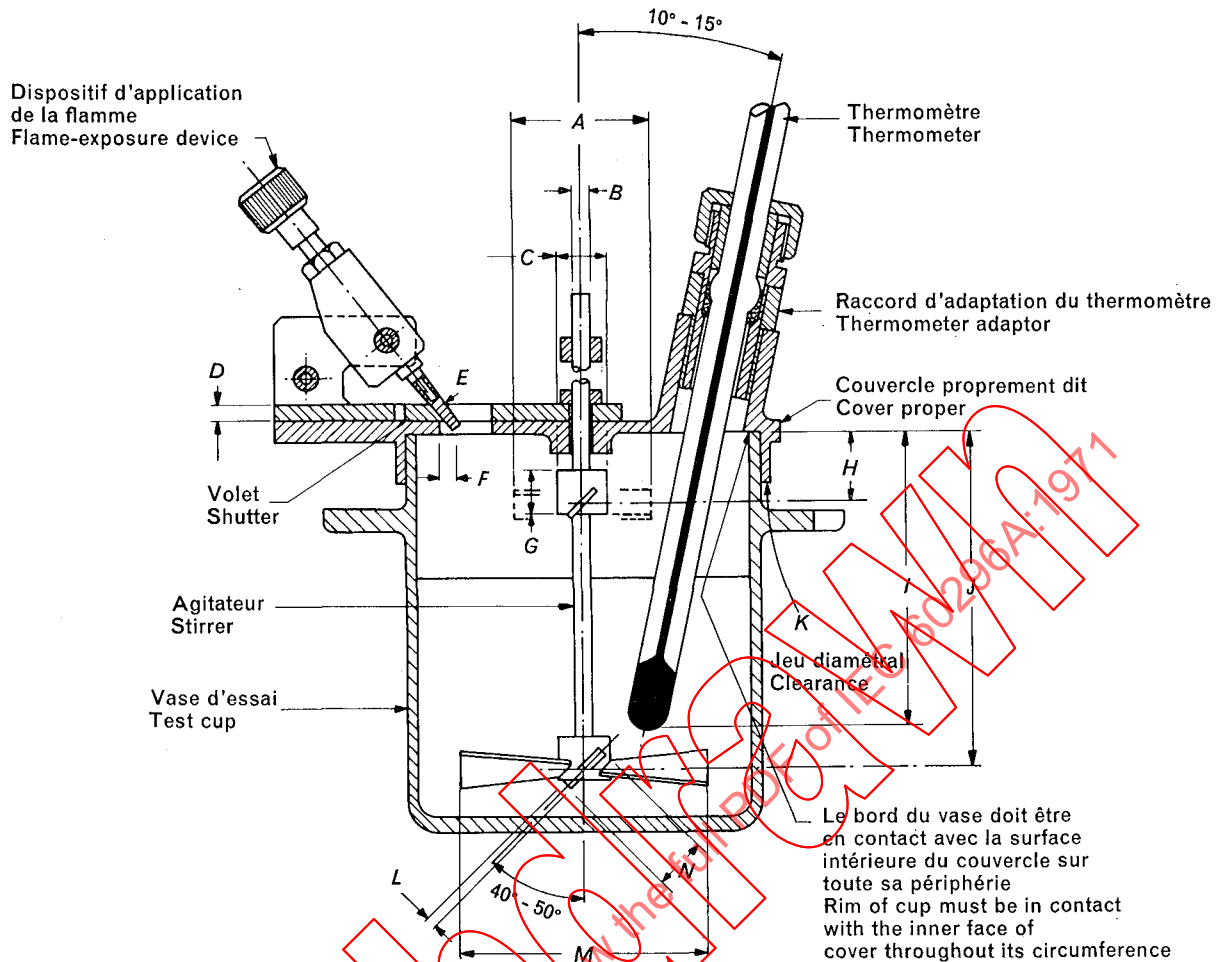
	mm		in	
	Min.	Max.	Min.	Max.
A	79.0	79.8	3.11	3.14
B	1.0	—	0.04	—
C	2.8	3.6	0.11	0.14
D	21.72	21.84	0.855	0.860
E	45.47	45.72	1.790	1.800
F	50.72	50.85	1.997	2.002
G	55.75	56.00	2.195	2.205
H	3.8	4.0	0.15	0.16
I	53.90	54.02	2.122	2.127
J	2.29	2.54	0.090	0.100

FIG. 2. — Vase.
Test cup.



	mm		in	
	Min.	Max.	Min.	Max.
D	12.7	13.5	0.50	0.53
E	4.8	5.6	0.19	0.22
F	13.5	14.3	0.53	0.56
G	23.8	24.6	0.94	0.97
H	1.2	2.0	0.05	0.08
I	7.9	—	0.31	—
J	12.27	12.32	0.483	0.485
K	16.38	16.64	0.615	0.655
L	18.65	19.45	0.734	0.766

FIG. 3. — Couvercle proprement dit.
Cover proper.



	mm		in	
	Min.	Max.	Min.	Max.
A	18.3	19.8	0.72	0.78
B	2.38	3.18	0.094	0.125
C	7.6	8.4	0.30	0.33
D	2.0	2.8	0.08	0.11
E	0.69	0.79	0.027	0.031
F	2.0	2.8	0.08	0.11
G	6.4	10.4	0.25	0.41
H	9.6	11.2	0.38	0.44
I*	43.0	46.0	1.69	1.81
J	50.0	51.6	1.97	2.03
K	—	0.36	—	0.014
L	1.22	2.06	0.048	0.08
M	31.8	44.4	1.25	1.75
N	7.6	8.4	0.30	0.33

* Comprend la tolérance de longueur du thermomètre donné dans la spécification E 1 des thermomètres ASTM.
* Includes tolerance for length of thermometer given in Specification E 1 for ASTM Thermometers.

FIG. 4. — Assemblage du vase et du couvercle.
Test cup and cover assembly.

ANNEXE B

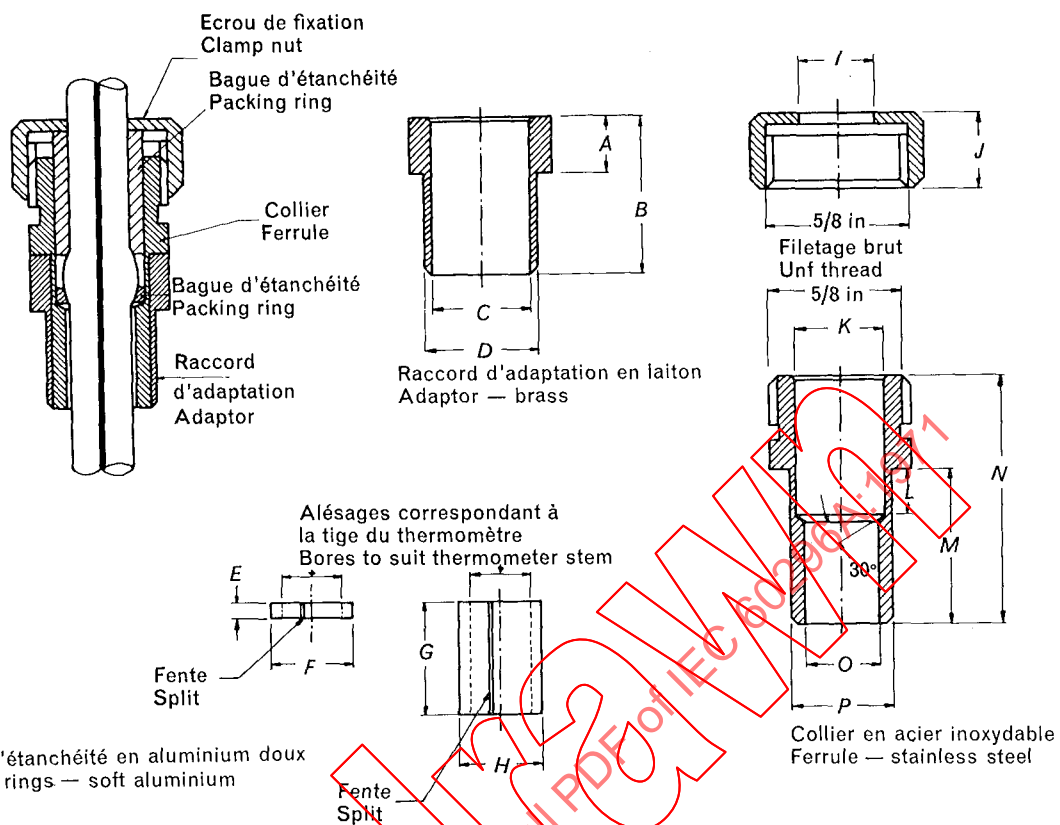
NORMALISATION DE LA FABRICATION DES THERMOMÈTRES ET DES COLLIERS

1. a) Le thermomètre pour basses températures, qui est également conforme aux spécifications pour le thermomètre du vase de l'appareil Tag à vase clos (méthode ASTM D 56 : « Test for flash point by Tag closed tester ») et qui est souvent équipé d'un collier métallique s'adaptant au collet du couvercle de l'appareil Tag, peut être complété par un raccord d'adaptation (Figure 1, page 40) permettant de l'adapter au collet, d'un diamètre plus large, de l'appareil Pensky-Martens. Les différences de dimensions de ces collets, qui n'ont pas d'influence sur les résultats des essais, sont à l'origine de préoccupations inutiles tant chez les fabricants et fournisseurs d'appareils de mesure que chez leurs utilisateurs.
- b) Le Sous-Comité 21 « Metalware Laboratory Apparatus » du Comité ASTM E-1 « Methods of Testing » a étudié ce problème et spécifié certaines dimensions, indiquées sur la Figure 1. La conformité à ces prescriptions n'est pas obligatoire, mais elle est désirable tant pour les utilisateurs que pour les fournisseurs d'appareils Pensky-Martens.

APPENDIX B

MANUFACTURING STANDARDIZATION OF THERMOMETER AND FERRULE

1. *a)* The low-range thermometer, which conforms also to the specifications for the cup thermometer in the Tag closed tester (ASTM Method D 56, Test for Flash Point by Tag Closed Tester) and which frequently is fitted with a metal ferrule intended to fit the collar on the cover of the Tag flash tester, can be supplemented by an adaptor (Figure 1, page 40) to be used in the larger diameter collar of the Pensky-Martens apparatus.
Differences in dimensions of these collars, which do not affect test results, are a source of unnecessary trouble to manufacturers and suppliers of instruments, as well as to users.
- b)* Sub-Committee 21 on metalware laboratory apparatus, of ASTM Committee E-1 on methods of testing, has studied this problem and has established some dimensional requirements which are shown in Figure 1. Conformity to these requirements is not mandatory, but is desirable to users as well as suppliers of Pensky-Martens testers.



	mm	in		
	Min.	Max.	Min.	Max.
A	6.20	6.50	0.244	0.256
B	17.0	18.0	0.67	0.71
C	9.80	9.85	0.386	0.388
D	12.19	12.24	0.480	0.482
E	1.40	1.65	0.055	0.065
F	8.56	8.61	0.337	0.339
G	12.4	13.0	0.49	0.57
H	8.56	8.61	0.337	0.339
I	8.1	8.6	0.32	0.34
J	9.9	10.7	0.39	0.42
K	8.64	8.69	0.340	0.342
L	5.1	5.6	0.20	0.22
M	17.0	17.5	0.67	0.69
N	27.4	28.2	1.08	1.11
O	7.11	7.16	0.280	0.282
P	9.73	9.78	0.383	0.385

FIG. 1. — Dimensions du raccord d'adaptation, du collier et de la bague d'étanchéité du thermomètre.

Dimensions for thermometer adaptor, ferrule, and packing ring.

Page blanche
Blank page

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60296A:1971

Withd2Wn

ANNEXE C

SPÉCIFICATIONS POUR LES THERMOMÈTRES

TABEAU I

Spécifications pour les thermomètres ASTM

Toutes les dimensions sont en millimètres.

Voir tableau III, page 50, pour les températures d'étalonnage.

Numéro et désignation ASTM	Etendue de mesure	Pour essai à	Im- mer- sion A	Graduation			Erreur maxi- male	Inscriptions spéciales	Chambre d'expansion	
				Divi- sions	Traits plus longs tous les	Chiffres marqués tous les			Permet de chauffer jusqu'à	
9C-62 Appareil Pensky- Martens pour basses tempéra- tures 9F-62	De -5°C à $+110^{\circ}\text{C}$		57	0,5 deg C	1 deg C	5 deg C	0,5 deg C	ASTM 9C ou 9F 57 MM IMM	160 $^{\circ}\text{C}$ 320 $^{\circ}\text{F}$	
	De 20 $^{\circ}\text{F}$ à 230 $^{\circ}\text{F}$			1 deg F	5 deg F	10 deg F	1 deg F			
10C-62 Appareil Pensky- Martens pour hautes tempéra- tures 10F-62	De 90 $^{\circ}\text{C}$ à 370 $^{\circ}\text{C}$		57	2 deg C	10 deg C	20 deg C	a	ASTM 10C ou 10F 57 MM IMM	c	
	De 200 $^{\circ}\text{F}$ à 700 $^{\circ}\text{F}$			5 deg F	25 deg F	50 deg F	b			

a = erreur maximale : 1 deg C jusqu'à 260 $^{\circ}\text{C}$; 2 deg C au-dessus de 260 $^{\circ}\text{C}$.

b = erreur maximale : 2,5 deg F jusqu'à 500 $^{\circ}\text{F}$; 3,5 deg F au-dessus de 500 $^{\circ}\text{F}$.

c = il est prévu une chambre d'expansion pour réduire la pression de gaz de façon à éviter la déformation du réservoir aux hautes températures. Elle n'a pas pour objet de réunir des portions de colonnes de mercure; en aucun cas le thermomètre ne doit être porté à des températures dépassant la limite supérieure de l'échelle.

APPENDIX C

THERMOMETER SPECIFICATIONS

TABLEAU I

Specifications for ASTM thermometers

All dimensions are in millimetres.

See Table III, page 51, for standardization temperatures.

ASTM No. and name	Range	For test at	Im- mer- sion A	Graduations			Scale error maxi- mum	Special inscription	Expansion chamber
				Sub- divisions	Long lines at each	Number at each			Permit heating to
9C-62 Pensky-Martens, low range tag closed tester 9F-62	-5 °C to +110 °C 20 °F to 230 °F		57	0.5 deg C	1 deg C	5 deg C	0.5 deg C	ASTM 9C or 9F 57 MM IMM	160 °C
				1 deg F	5 deg F	10 deg F	1 deg F		320 °F
10C-62 Pensky-Martens, high range 10F-62	90 °C to 370 °C 200 °F to 700 °F		57	2 deg C	10 deg C	20 deg C	a	ASTM 10C or 10F 57 MM IMM	c
				5 deg F	25 deg F	50 deg F	b		

a = scale error: 1 deg C up to 260 °C; 2 deg C over 260 °C.

b = scale error: 2.5 deg F up to 500 °F; 3.5 deg F over 500 °F.

c = an expansion chamber is provided for relief of gas pressure to avoid distortion of the bulb at higher temperatures. It is not for the purpose of joining mercury separations; and under no circumstances should the thermometer be heated above the highest temperature reading.

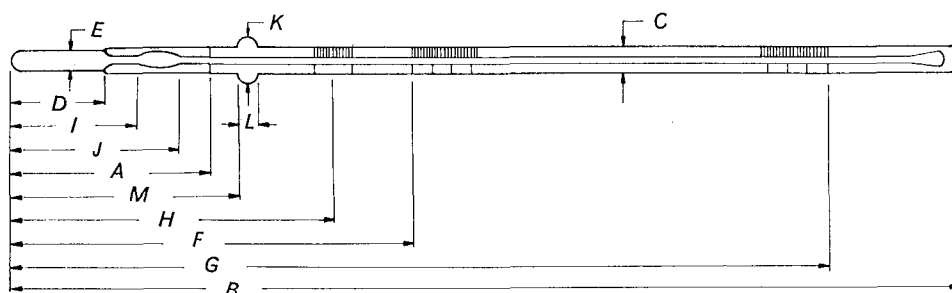


TABLEAU I (suite)

Longueur totale ± 5	Tige Dia- mètre exté- rieur	Réservoir		Position de l'échelle			Point de glace		Chambre de contraction		Elargissement de la tige			
		Long- ueur	Dia- mètre exté- rieur	Du fond du résér- voir au trait	Dis- tance	Du fond du résér- voir au trait	Dis- tance	Eten- due de mesure	Du fond du résér- voir au point de glace	Dis- tance au fond min	Dis- tance au som- met max.	Dia- mètre exté- rieur	Long- ueur	Dis- tance au fond
B	C	D	E		F		G		H	I	J	K	L	M
287	6,0 à 7,0	9,0 à 13	≥ tige	0 °C 32 °F	85 à 98	100 °C 212 °F	221 à 237					7,5 à 8,5	2,5 à 5,0*	64 à 66
287	6,0 à 7,0	8,0 à 10	4,5 à 6,0	110 °C 230 °F	86 à 99	360 °C 680 °F	227 à 245					7,5 à 8,5	2,5 à 5,0*	64 à 66

* La longueur de l'élargissement et la distance entre l'extrémité de l'élargissement et le fond du réservoir doivent être mesurées au moyen du calibre représenté sur la figure 2, page 46.

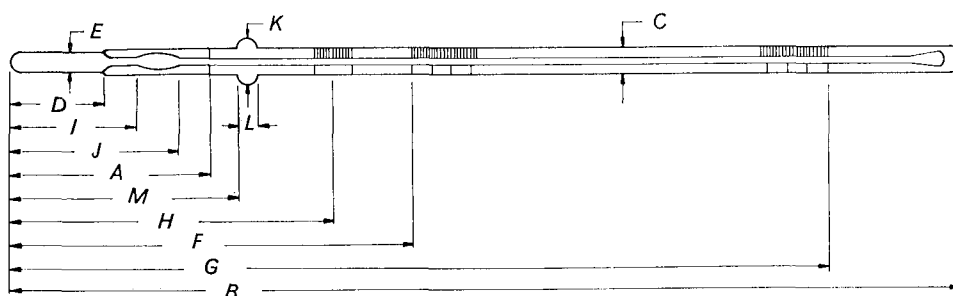


TABLE I (continued)

Total length, ± 5	Stem outside diameter	Bulb		Scale location				Ice point scale		Contraction chamber		Stem enlargement		
		Length	Outside diameter	Bottom of bulb to line at	Distance	Bottom of bulb to line at	Distance	Range	Bottom of bulb to ice point	Distance to botm. min.	Distance to top max.	Outside diameter	Length	Distance to bottom
B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M			
287	6.0 to 7.0	9.0 to 13	> stem	0 °C 32 °F	85 to 98	100 °C 212 °F	221 to 237					7.5 to 8.5	2.5 to 5.0*	64 to 66
287	6.0 to 7.0	8.0 to 10	4.5 to 6.0	110 °C 230 °F	86 to 99	360 °C 680 °F	227 to 245					7.5 to 8.5	2.5 to 5.0*	64 to 66

* The length of the enlargement, and the distance from the bottom of the enlargement to the bottom of the bulb shall be measured with the test gauge shown in Figure 2, page 46.

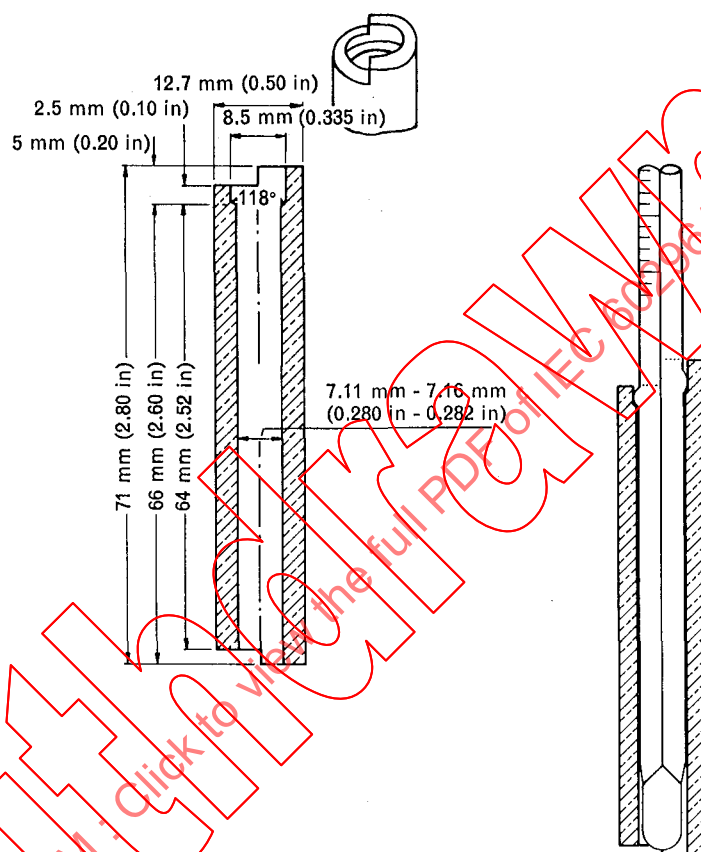


FIG. 2. — Calibre de vérification de l'élargissement du thermomètre.
Test gauge for checking enlargements on thermometers.

Page blanche
Blank page

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60296A:1971

Withdrawn

TABEAU II

Spécifications pour les thermomètres IP

Désignation	IP 15F	IP 15C	IP 16F	IP 16C
	Pensky-Martens basses températures		Pensky-Martens hautes températures	
Etendue de mesure	20 °F à 230 °F	−7 °C à +110 °C	200 °F à 700 °F	90 °C à 370 °C
Graduation	1 deg F	0,5 deg C	5 deg F	2 deg C
Immersion, mm	57	57	57	57
Longueur totale ± 10 mm	280	280	280	280
Diamètre de la tige, mm	5,5 à 8,0	5,5 à 8,0	5,5 à 8,0	5,5 à 8,0
Forme du réservoir	Cylindrique	Cylindrique	Cylindrique	Cylindrique
Longueur du réservoir, mm	9 à 13	9 à 13	10 max.	10 max.
Diamètre du réservoir, mm	Au moins 5,5 et au plus celui de la tige	Au moins 5,5 et au plus celui de la tige	Au moins 5,5 et au plus celui de la tige	Au moins 5,5 et au plus celui de la tige
Longueur de la partie graduée, mm	143 à 177	143 à 177	143 à 177	143 à 177
Distance du fond du réservoir à, mm	20 deg F 75 à 90	−7 deg C 75 à 90	200 deg F 75 à 90	90 deg C 75 à 90
Traits plus longs tous les	5 deg F	1 deg C et 5 deg C	25 deg F	10 deg C et 20 deg C
Numérotation chaque	10 deg F	5 deg C	50 deg F	20 deg C
Chambre d'expansion	Requise	Requise	Requise	Requise
Sommet terminé par	Bague	Bague	Bague	Bague
Erreur maximale inférieure ou égale à ±	1 deg F	0,5 deg C	2,5 deg F jusqu'à 500 °F 3,5 deg F au- dessus de 500 °F	1 deg C jusqu'à 260 °C 2 deg C au-dessus de 260 °C
Voir notes	1 et tableau des températures de la tige émergente	1 et tableau des températures de la tige émergente	1 et tableau des températures de la tige émergente	1 et tableau des températures de la tige émergente

Note 1. — La tige doit avoir un élargissement dont le diamètre est supérieur de 1,5 mm à 2,0 mm à celui de la tige et une longueur de 3 mm à 5 mm, le fond de l'élargissement étant à une distance de 64 mm à 66 mm du fond du réservoir. Ces dimensions doivent être mesurées à l'aide du calibre représenté sur la figure 1 des spécifications E 1.

TABLE II

IP thermometer specifications

Name	IP 15F	IP 15C	IP 16F	IP 16C
	Pensky-Martens low		Pensky-Martens high	
Range	20 °F to 230 °F	−7 °C to +110 °C	200 °F to 700 °F	90 °C to 370 °C
Graduation	1 deg F	0.5 deg C	5 deg F	2 deg C
Immersion, mm	57	57	57	57
Overall length ± 10 mm	280	280	280	280
Stem diameter, mm	5.5 to 8.0	5.5 to 8.0	5.5 to 8.0	5.5 to 8.0
Bulb shape	Cylindrical	Cylindrical	Cylindrical	Cylindrical
Bulb length, mm	9 to 13	9 to 13	10 max.	10 max.
Bulb diameter, mm	Not less than 5.5 and not greater than stem	Not less than 5.5 and not greater than stem	Not less than 5.5 and not greater than stem	Not less than 5.5 and not greater than stem
Length of graduated portion, mm	143 to 177	143 to 177	143 to 177	143 to 177
Distance bottom of bulb to, mm	20 deg F 75 to 90	−7 deg C 75 to 90	200 deg F 75 to 90	90 deg C 75 to 90
Longer lines at each	5 deg F	1 deg C and 5 deg C	25 deg F	10 deg C and 20 deg C
Figured at each	10 deg F	5 deg C	50 deg F	20 deg C
Expansion chamber	Required	Required	Required	Required
Top finish	Ring	Ring	Ring	Ring
Scale error not to exceed ±	1 deg F	0.5 deg C	2.5 deg F to 500 °F 3.5 deg F above 500 °F	1 deg C to 260 °C 2 deg C above 260 °C
See Notes	1 and see table for emergent stem temperatures	1 and see table for emergent stem temperatures	1 and see table for emergent stem temperatures	1 and see table for emergent stem temperatures

Note 1. — The stem shall be made with an enlargement having a diameter of 1.5 mm to 2.0 mm greater than the stem and a length of 3 mm to 5 mm, the bottom of the enlargement being 64 mm to 66 mm from the bottom of the bulb. These dimensions shall be measured with the test gauge shown in Figure 1 of Specifications E 1.

TABLEAU III
Températures d'étalonnage

Température	Température moyenne de la colonne émergente	Température	Température moyenne de la colonne émergente
Thermomètre 9F (20 °F à 230 °F)		Thermomètre 9C (−5 °C à +100 °C)	
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
Thermomètre 10F (200 °F à 700 °F)		Thermomètre 10C (90 °C à 370 °C)	
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
IP 15F (20 °F à 230 °F)		IP 15C (−7 °C à 110 °C)	
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 °F à 700 °F)		IP 16C (90 °C à 370 °C)	
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

Note. — Les températures de la colonne émergente sont les valeurs qui sont atteintes lorsque les thermomètres sont utilisés avec les appareillages pour lesquels ils ont été établis initialement. Dans certains cas, ces températures sont nettement différentes de celles obtenues au cours de l'étalonnage.

TABLE III
Standardization temperatures

Temperature	Average temperature of emergent column	Temperature	Average temperature of emergent column
Thermometer 9F (20 °F to 230 °F)		Thermometer 9C (−5 °C to +100 °C)	
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
Thermometer 10F (200 °F to 700 °F)		Thermometer 10C (90 °C to 370 °C)	
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
IP 15F (20 °F to 230 °F)		IP 15C (−7 °C to 110 °C)	
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 °F to 700 °F)		IP 16C (90 °C to 370 °C)	
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

Note. — The emergent column temperatures are those attained when using the thermometers in the test equipment for which the thermometers were originally designed. In some cases, these temperatures are markedly different from those realized during standardization.

NORME ASTM D 97-66

MÉTHODE NORMALISÉE D'ESSAI DU POINT D'ÉCOULEMENT

1. Domaine d'application¹⁾

L'essai pour la détermination du point d'écoulement s'applique à toutes les huiles de pétrole^{1a)}. Une méthode applicable aux huiles pour cylindres et aux huiles combustibles résiduelles est décrite au paragraphe 5i).

2. Principe de la méthode

La prise d'essai, après chauffage préalable, est refroidie à la vitesse spécifiée. On observe sa fluidité à intervalles de 3 deg C (5 deg F). On note comme point d'écoulement la température la plus basse à laquelle l'huile coule encore.

3. Définition

a) Point d'écoulement

Le point d'écoulement est la température la plus basse exprimée en multiples de 3 deg C (5 deg F), à laquelle l'huile coule encore lorsqu'elle est refroidie et observée dans les conditions prescrites.

4. Appareillage (Figure 1, page 60)

a) Récipient d'essai

Le récipient d'essai est un cylindre à fond plat, en verre incolore de 30 mm à 33,5 mm de diamètre intérieur et de 115 mm à 125 mm de hauteur.

Un repère circulaire indique le niveau de remplissage prévu pour un essai, à 54 ± 3 mm du fond.

b) Thermomètres

Thermomètres dont les domaines de mesure sont indiqués ci-dessous et conformes aux spécifications ASTM E 1 ou IP pour les thermomètres normalisés.

Thermomètre	Domaine de mesure des températures	Numéro du thermomètre	
		ASTM	IP
Hauts points de trouble et d'écoulement	De — 38 °C à + 50 °C De — 36 °F à +120 °F	5C 5F	1C 1F
Bas points de trouble et d'écoulement	De — 80 °C à + 20 °C De —112 °F à + 70 °F	6C 6F	2C 2F

c) Bouchon

Bouchon, s'adaptant au récipient d'essai et percé suivant son axe pour recevoir le thermomètre.

d) Chemise

Chemise cylindrique, étanche, en métal ou en verre, à fond plat, de hauteur égale à 115 mm environ, de diamètre intérieur supérieur de 9,5 mm à 12,5 mm au diamètre extérieur du récipient d'essai.

¹⁾ Le mode opératoire pour le point de trouble qui faisait auparavant partie de cette méthode figure maintenant dans l'ASTM D 2500 : Détermination du point de trouble des huiles de pétrole, qui fait partie de cette collection.

^{1a)} Les indications sur cet essai et sa signification dans le cas des huiles isolantes d'origine minérale figurent dans l'ASTM D 117 : Essais des huiles isolantes, Edition 1969 des normes ASTM, Partie 29.

Les propriétés d'écoulement à basse température des mazouts consistentants dépendent des conditions de manipulation et de stockage. On ne peut ainsi véritablement en définir le point d'écoulement. Des données complémentaires sur les propriétés d'écoulement à basse température figurent dans l'ASTM D 1659 : Essai de température de fluidité maximale des mazouts résiduels, qui fait partie de cette collection.

ASTM STANDARD D 97-66

STANDARD METHOD OF TEST FOR POUR POINT

1. Scope¹⁾

The test for pour point is intended for use on any petroleum oil ^{1a)}. A procedure suitable for black oils, cylinder stock, and non-distillate fuel oil is described in Sub-clause 5i).

2. Summary of method

After preliminary heating, the sample is cooled at a specified rate and examined at intervals of 5 deg F (or 3 deg C) for flow characteristics. The lowest temperature at which movement of the oil is observed is recorded as the pour point.

3. Definition

a) Pour point

The lowest temperature, expressed as a multiple of 5 deg F (or 3 deg C) at which the oil is observed to flow when cooled and examined under prescribed conditions.

4. Apparatus (Figure 1, page 60)

a) Test jar

A cylindrical test jar of clear glass, flat bottom, 30 mm to 33.5 mm in inside diameter, and 115 mm to 125 mm in height.

To indicate sample height the jar should be marked with a line $2\frac{1}{8} \pm \frac{1}{8}$ in (54 ± 3 mm) above the inside bottom.

b) Thermometers

Thermometers, having ranges as shown below and conforming to the requirements as prescribed in ASTM Specifications E-1, or in the Specifications for IP standard thermometers.

Thermometer	Temperature range	Thermometer number	
		ASTM	IP
Cloud and pour	$-38^{\circ}\text{C to } +50^{\circ}\text{C}$ $-36^{\circ}\text{F to } +120^{\circ}\text{F}$	5C 5F	1C 1F
Low cloud and pour	$-80^{\circ}\text{C to } +20^{\circ}\text{C}$ $-112^{\circ}\text{F to } +70^{\circ}\text{F}$	6C 6F	2C 2F

c) Cork

A cork to fit the test jar, bored centrally to take the test thermometer.

d) Jacket

A watertight, cylindrical jacket of glass or metal, flat bottom, about 115 mm in depth, with inside diameter 9.5 mm to 12.5 mm greater than the outside diameter of the test jar.

¹⁾ The cloud point procedure formerly part of this method now appears as ASTM Method D 2500, Test for Cloud Point of Petroleum Oils, which appears in this publication.

^{1a)} Statements defining this test and its significance when applied to electrical insulating oils of mineral origin will be found in ASTM Methods D 117, Testing Electrical Insulating Oils, which appear in 1969 Book of ASTM Standards, Part 29. The low-temperature flow properties of a waxy fuel oil depend on handling and storage conditions. Thus, they may not be truly indicated by pour point. Additional data on low-temperature flow properties are given in ASTM Method D 1659, Test for Maximum Fluidity Temperature of Residual Fuel Oil, which appears in this publication.

e) *Disque*

Disque, en liège ou en feutre, de 6 mm d'épaisseur et de diamètre égal au diamètre intérieur de la chemise.

f) *Joint*

Joint à bague d'environ 5 mm d'épaisseur, de largeur suffisante pour remplir l'espace compris entre le récipient et la chemise tout en pouvant se déplacer par rapport à la chemise.

Ce joint peut être en liège, en feutre ou en une autre matière appropriée et doit être d'une élasticité suffisante pour adhérer au tube et d'une rigidité suffisante pour conserver sa forme. Ce joint a pour fonction d'empêcher le récipient d'essai de venir en contact avec la chemise.

g) *Bain*

Bain réfrigérant d'un type permettant d'obtenir les températures nécessaires. Ses dimensions et sa forme ne sont pas fixées, mais il est essentiel qu'il soit pourvu d'un support pour maintenir fermement la chemise en position verticale. Pour la détermination des points d'écoulement inférieurs à 9 °C (50 °F), deux ou plus de deux bains sont nécessaires. Les basses températures nécessaires peuvent être obtenues au moyen de réfrigérateurs ou de mélanges réfrigérants.

Note 1. — Les mélanges réfrigérants couramment employés sont les suivants :

	Pour les températures égales ou supérieures à :
Eau et glace	10 °C (50 °F)
Glace pilée et cristaux de chlorure de sodium	−12 °C (+10 °F)
Glace pilée et cristaux de chlorure de calcium	−26 °C (−15 °F)
Neige carbonique et acétone ou essence de pétrole ^{a)}	−57 °C (−70 °F)

5. Mode opératoire

a) Remplir d'huile le récipient d'essai jusqu'au repère circulaire (note 2). Si nécessaire, chauffer suffisamment l'huile dans le bain d'eau de façon à la rendre suffisamment fluide pour permettre de la verser dans le récipient d'essai.

Note 2. — Lorsque la prise d'essai a été portée à une température supérieure à 46 °C (115 °F) pendant les 24 h qui précèdent l'essai ou que l'on ignore ses antécédents thermiques, la maintenir à la température ambiante pendant les 24 h qui précèdent l'essai.

b) Fermer hermétiquement le récipient d'essai à l'aide du bouchon muni du thermomètre pour hauts points d'écoulement (paragraphe 4b)), ou du thermomètre décrit à la note 3 si le point d'écoulement à mesurer est supérieur à 39 °C (100 °F). Régler la position du bouchon et du thermomètre de façon qu'ils soient étroitement ajustés et que le thermomètre soit centré dans le récipient d'essai, la naissance de son capillaire étant à 3 mm (1/8 in) au-dessous de la surface de l'huile (note 4).

Note 3. — Pour les déterminations de points d'écoulement supérieurs à 39 °C (100 °F), on peut employer un thermomètre quelconque gradué de 32 °C à 105 °C (de 90 °F à 220 °F). Il est recommandé d'employer les thermomètres ASTM 61F ou IP 3F.

Note 4. — En raison des risques de séparation dans les colonnes en toluène ou en mercure des thermomètres pour points de trouble et d'écoulement et étant donné que ceci peut ne pas être immédiatement observé, il est recommandé de contrôler le point de glace du thermomètre immédiatement avant l'essai. Les thermomètres pour lesquels le point de glace s'écarte de 0 deg C (32 deg F) de plus de 1 deg C (2 deg F) doivent être étalonnés avant emploi.

^{a)} Ce mélange peut être obtenu comme suit : dans un bécher métallique muni d'un couvercle, refroidir, à une température de −12 °C (10 °F) ou inférieure, une quantité appropriée d'acétone ou d'essence de pétrole au moyen d'un mélange de glace et de sel. Ajouter ensuite de la neige carbonique à l'acétone ou à l'essence de pétrole refroidies de façon à obtenir la température voulue. On peut se procurer de la neige carbonique dans le commerce en beaucoup d'endroits. Si nécessaire, on peut la préparer comme suit : retourner une bouteille d'anhydride carbonique liquide et verser avec précaution dans un sac en peau de chamois la quantité voulue d'anhydride carbonique qui se solidifie sous l'effet d'une rapide évaporation.

e) Disk

A disk of cork or felt, 6 mm in thickness and of the same diameter as the inside of the jacket.

f) Gasket

A ring gasket about 5 mm in thickness, to fit snugly around the outside of the test jar and loosely inside the jacket.

This gasket may be made of cork, felt, or other suitable material which is elastic enough to cling to the test jar and hard enough to hold its shape. The purpose of the ring gasket is to prevent the test jar from touching the jacket.

g) Bath

A cooling bath, of a type suitable for obtaining the required temperatures. The size and shape of the bath are optional but a support, suitable for holding the jacket firmly in a vertical position, is essential. For determination of pour points below 50 °F (or 9 °C), two or more baths are needed. The required bath temperatures may be maintained by refrigeration if available, otherwise by suitable freezing mixtures.

Note 1. — The freezing mixtures commonly used are as follows:

	For temperatures down to
Ice and water	50 °F (10 °C)
Crushed ice and sodium chloride crystals	+10 °F (−12 °C)
Crushed ice and calcium chloride crystals	−15 °F (−26 °C)
Solid carbon dioxide and acetone or petroleum naphtha ^{a)}	−70 °F (−57 °C)

5. Procedure

a) Pour the oil into the test jar to the level mark (Note 2). When necessary, heat the oil in a water bath until it is just sufficiently fluid to pour into the test jar.

Note 2. — When it is known that a sample has been heated to some temperature higher than 115 °F (46 °C) during the preceding 24 h or when the thermal history of the sample is not known, keep the sample at room temperature for 24 h before testing it.

b) Close the test jar tightly by the cork carrying the high-pour thermometer (Sub-clause 4b)) or in the case of pour points above 100 °F (or 39 °C), a thermometer as described in Note 3. Adjust the position of the cork and the thermometer so the cork fits tightly, the thermometer and the jar are coaxial, and the thermometer bulb is immersed so the beginning of the capillary is 1/8 in (3 mm) below the surface of the oil (Note 4).

Note 3. — For tests above 100 °F (or 39 °C) it is permissible to use any thermometer that includes the range from 90 °F to 220 °F (32 °C to 105 °C). An IP 3F demulsification thermometer or an ASTM 61F petrolatum melting point thermometer is suggested.

Note 4. — Since separation of the mercury or toluene thread of cloud and pour thermometers occasionally occurs, and since such separation may otherwise escape immediate detection, it is suggested that the ice points of the thermometers be checked immediately prior to the test. Any thermometer that shows an ice point differing from 32 deg F (0 deg C) by more than 2 deg F (1 deg C) should be further examined or recalibrated, or both, before use.

^{a)} This mixture may be made as follows: in a covered metal beaker, chill a suitable amount of acetone or petroleum naphtha to 10 °F (−12 °C), or lower, by means of an ice-salt mixture. Then add enough solid carbon dioxide to the chilled acetone or petroleum naphtha to give the desired temperature. Solid carbon dioxide is commercially available in many areas. If necessary, it may be prepared as follows: invert a cylinder of liquid carbon dioxide and draw off carefully into a chamois skin bag the desired amount of carbon dioxide which, through rapid evaporation, becomes solid.

c) Soumettre l'huile dans le récipient au traitement préliminaire suivant :

- 1) *Huiles dont le point d'écoulement est compris entre 33 °C (90 °F) et -33 °C (-30 °F)*

Chauffer l'huile, sans agiter, jusqu'à une température de 46 °C (115 °F) dans un bain maintenu à 48 °C (118 °F). Refroidir l'huile à 33 °C (95 °F) soit dans l'air soit dans un bain d'eau maintenu à environ 25 °C (77 °F). Poursuivre l'essai comme indiqué à l'alinéa d).

- 2) *Huiles dont le point d'écoulement est supérieur à 33 °C (90 °F)*

Chauffer l'huile dans un bain d'eau, sans agiter, jusqu'à une température de 46 °C (115 °F) ou d'environ 9 deg C (15 deg F) au-dessus du point d'écoulement présumé (note 3), en choisissant la plus élevée. Poursuivre l'essai comme indiqué à l'alinéa d).

- 3) *Huiles dont le point d'écoulement est inférieur à -33 °C (-30 °F)*

Chauffer l'huile comme indiqué en 1) et la refroidir à 15,5 °C (60 °F) dans un bain d'eau maintenu à 7 °C (45 °F). Remplacer le thermomètre pour hauts points d'écoulement par celui à bas points d'écoulement et poursuivre l'essai comme indiqué à l'alinéa d).

d) Placer le disque au fond de la chemise. Mettre en place le joint autour du récipient à 25 mm (1 in) au-dessus du fond. Le disque, le joint et l'intérieur de la chemise doivent être propres et secs. Placer le récipient dans la chemise.

e) Maintenir la température du bain réfrigérant entre -1 °C et +2 °C (30 °F et 35 °F). Fixer la chemise contenant le récipient d'essai en position verticale dans le bain de manière qu'elle ne dépasse pas plus de 25 mm (1 in) le niveau du fluide réfrigérant.

f) Lorsque l'huile a été suffisamment refroidie pour permettre la formation des cristaux de paraffine, éviter soigneusement d'agiter la masse d'huile et de permettre que le thermomètre se déplace dans l'huile. Toute perturbation dans le réseau spongieux des cristaux de paraffine donne des résultats de valeur insuffisante et douteuse.

g) Commencer les mesures à une température supérieure de 9 deg C (15 deg F) au point d'écoulement présumé si les points d'écoulement à mesurer sont supérieurs à 39 °C (100 °F), ou bien, pour les autres huiles, à une température supérieure de 12 °C (200 °F) au point d'écoulement présumé. A toutes les températures multiples de 3 deg C (5 deg F), extraire avec précaution le récipient d'essai de la chemise et l'incliner juste assez pour vérifier s'il y a encore un mouvement de l'huile dans le récipient d'essai. L'opération complète d'extraction et de remise en place ne doit pas demander plus de 3 s. Si l'huile n'a pas cessé de couler quand sa température a atteint 9 °C (50 °F), placer le récipient d'essai dans la chemise d'un second bain maintenu à une température de -18 °C à -15 °C (0 °F à +5 °F). La chemise peut être laissée dans le bain ou transférée avec le récipient d'essai. Si l'huile n'a pas cessé de couler quand sa température a atteint -6 °C (20 °F), placer le récipient d'essai dans la chemise d'un troisième bain maintenu à une température de -33 °C $\pm$ 1,5 °C (-30 °F à -25 °F). Pour la détermination des points d'écoulement très bas, il est nécessaire d'utiliser des bains supplémentaires maintenus à des températures de plus en plus basses, l'écart thermométrique entre deux bains successifs étant d'environ 17 °C (30 °F). Dans chaque cas, transporter le récipient d'essai dans le nouveau bain lorsque l'huile atteint une température supérieure de 27 °C (50 °F) à celle du nouveau bain. Ne jamais placer le récipient d'essai froid directement dans le fluide réfrigérant. Dès que l'huile contenue dans le récipient d'essai ne coule plus lorsque celui-ci est incliné, maintenir le récipient d'essai en position horizontale pendant 5,0 s comptées au moyen d'un chronomètre ou de tout autre compteur de temps précis et l'observer attentivement. Si l'huile laisse apparaître un mouvement quelconque dans ces conditions, replacer immédiatement le récipient d'essai dans la chemise et répéter l'essai d'écoulement à la température immédiatement inférieure de 3 deg C (5 deg F).

h) Continuer l'essai de la même manière jusqu'à ce que l'huile dans le récipient d'essai ne laisse pas apparaître de mouvement lorsque le récipient d'essai est maintenu horizontalement pendant 5,0 s. Noter à ce moment la température indiquée par le thermomètre.

- c) Subject the oil in the test jar to the following preliminary treatment:
- 1) *Oils having pour points between 90 °F (or 33 °C) and —30 °F (or —33 °C)*
Heat the oil, without stirring, to 115 °F (46 °C) in a bath maintained at 118 °F (48 °C). Cool the oil to 95 °F (or 33 °C) in air or in a water bath at approximately 77 °F (25 °C). Proceed as directed in paragraph d).
 - 2) *Oils having pour points above 90 °F (or 33 °C)*
Heat the oil in a water bath, without stirring, to 115 °F (46 °C) or to a temperature approximately 15 deg F (or 9 deg C) above the expected pour point (see Note 3), whichever temperature is the higher. Proceed as directed in paragraph d).
 - 3) *Oils having pour points below —30 °F (or —33 °C)*
Heat the oil as directed in item 1) and cool to 60 °F (15.5 °C) in a water bath maintained at 45 °F (7 °C). Remove the high cloud and pour thermometer and place the low cloud and pour thermometer in position. Proceed as directed in paragraph d).
- d) Place the disk in the bottom of the jacket. Place the ring gasket around the test jar, 1 in (25 mm) from the bottom. The disk, gasket, and inside of the jacket shall be clean and dry. Insert the test jar in the jacket.
- e) Maintain the temperature of the cooling bath at 30 °F to 35 °F (—1 °C to +2 °C). Support the jacket, containing the test jar, firmly in a vertical position in the cooling bath so that not more than 1 in (25 mm) of the jacket projects out of the cooling medium.
- f) After the oil has cooled enough to allow the formation of paraffin wax crystals, take great care not to disturb the mass of the oil nor permit the thermometer to shift in the oil; any disturbance of the spongy network of wax crystals will lead to low and fictitious results.
- g) Beginning at a temperature 15 deg F (or 9 deg C) above the expected pour point for oils having pour points above 100 °F (or 39 °C), or, for other oils, at a temperature 200 °F (12 °C) above the expected pour point, at each test thermometer reading that is a multiple of 5 deg F (or 3 deg C), remove the test jar from the jacket carefully and tilt it just enough to ascertain whether there is a movement of the oil in the test jar. The complete operation of removal and replacement shall require not more than 3 sec. If the oil has not ceased to flow when its temperature has reached 50 °F (or 9 °C), transfer the test jar to another jacket in a second bath maintained at a temperature of 0 °F to +5 °F (—18 °C to —15 °C). (The jacket may be left in the bath or transferred with the test jar.) If the oil has not ceased to flow when its temperature has reached 20 °F (or —6 °C), transfer the test jar to another jacket in a third bath maintained at a temperature of —30 °F to —25 °F (—33 °C $\pm$ 1.5 °C). For the determination of very low pour points, additional baths are required, each bath to be maintained at 30 °F (17 °C) below the temperature of the preceding bath. In each case, transfer the test jar when the temperature of the oil reaches a point 50 °F (or 27 °C) above the temperature of the new bath. Never place the cold test jar directly into the cooling medium. As soon as the oil in the test jar does not flow when the jar is tilted, hold the test jar in a horizontal position for 5.0 s, as noted by a stop watch or other accurate timing device, and observe carefully. If the oil shows any movement under these conditions, replace the test jar immediately in the jacket and repeat a test for flow at the next temperature 5 deg F (or 3 deg C) lower.
- h) Continue the test in this manner until a point is reached at which the oil in the test jar shows no movement when the test jar is held in a horizontal position for 5.0 s. Record the observed reading of the test thermometer.

- i) Pour les huiles pour cylindres et les huiles combustibles résiduelles, le point d'écoulement déterminé par le mode opératoire décrit dans les alinéas a) à h) est le point d'écoulement maximal. Si nécessaire, déterminer le point d'écoulement minimal en chauffant l'échantillon à 105 °C (220 °F) tout en l'agitant en le versant dans le tube d'essai, en le refroidissant à 36 °C (95 °F) comme précédemment, et déterminer le point d'écoulement comme décrit aux alinéas a) à h).

6. Expression des résultats

Ajouter 3 deg C (5 deg F) à la température notée au paragraphe 5h) et la noter en tant que point d'écoulement suivant la méthode ASTM D 97-IP 15.

Pour les huiles combustibles, etc., noter soit le point d'écoulement maximal, soit le point d'écoulement minimal, suivant les besoins, ASTM D 97-IP 15.

7. Précision

a) Répétabilité

Deux résultats obtenus par le même opérateur doivent être considérés comme douteux s'ils diffèrent de plus de 3 deg C (5 deg F).

b) Reproductibilité

Les résultats obtenus par deux laboratoires doivent être considérés comme douteux s'ils diffèrent de plus de 6 deg C (10 deg F).

- c) Ces valeurs de reproductibilité ne sont pas valables pour les huiles essayées suivant le mode opératoire décrit au paragraphe 5i) car ces huiles montrent des points d'écoulement anormaux suivant leurs antécédents thermiques.¹⁾

¹⁾ On sait que ces huiles ont comme propriété caractéristique le fait que la température à laquelle elles ont été soumises avant les essais influence leur point d'écoulement. Bien que les bas points d'écoulement déterminés par le mode opératoire spécial montrent à peu près la reproductibilité indiquée, les hauts points d'écoulement montrent des variations plus importantes en fonction des antécédents thermiques des huiles. De plus amples informations sur ce sujet sont données dans les « Proceedings » de l'ASTM, tome 31, 1re partie, 1931, p. 468 à 470, et tome 32, 1re partie, 1932, p. 402 à 405.

- i)* For black oil, cylinder stock, and non-distillate fuel oil the result obtained by the procedure described in paragraphs *a)* through *h)* is the upper (maximum) pour point. If required, determine the lower (minimum) pour point by heating the sample, while stirring, to 220 °F (105 °C), pouring it into the jar, cooling it to 95 °F (or 36 °C) as before, and determining the pour point as described in paragraphs *a)* through *h)*.

6. Calculation and report

Add 5 deg F (or 3 deg C) to the temperature recorded in Sub-clause 5*h)* and report the result as the pour point, ASTM D 97-IP 15.

For black oil, etc., report the result as upper pour point, ASTM D 97-IP 15 or lower pour point, ASTM D 97-IP 15, as required.

7. Precision

a) Repeatability

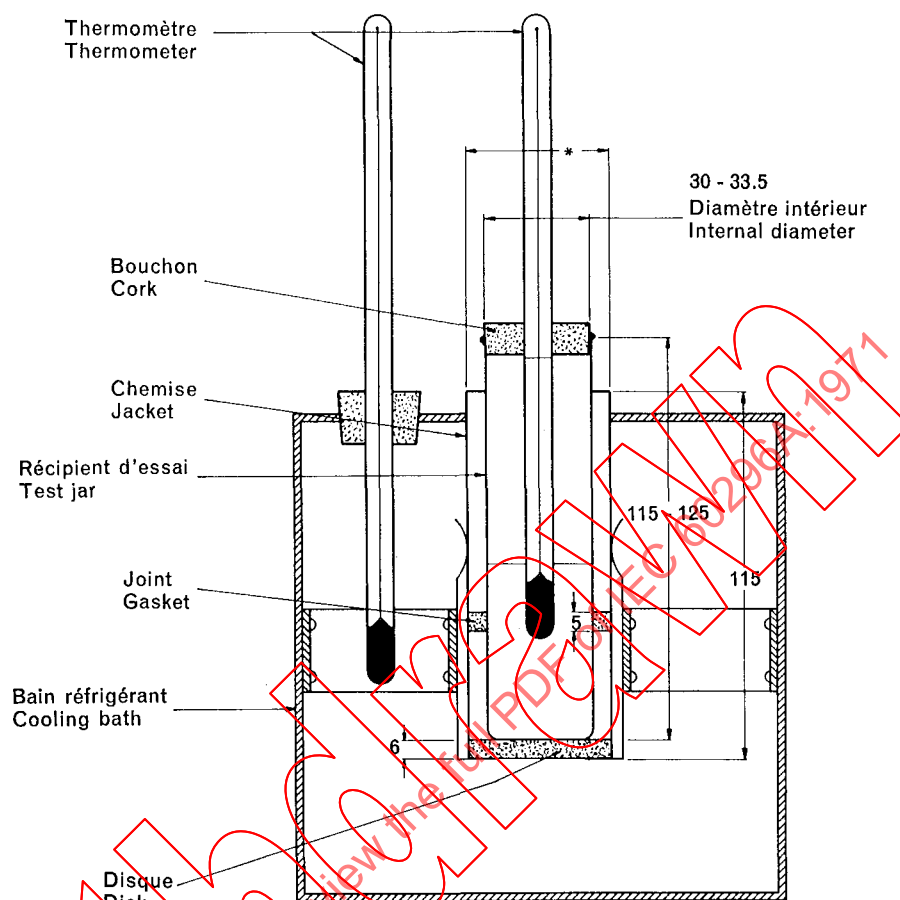
Duplicate results by the same operator should be considered suspect if they differ by more than 5 deg F (or 3 deg C).

b) Reproducibility

The results submitted by each of two laboratories should be considered suspect only if the two results differ by more than 10 deg F (or 6 deg C).

- c)* For oils tested by the procedure described in Sub-clause 5*i)*, reproducibility of this order cannot be expected, as these oils show anomalous pour points depending on their thermal history.¹⁾

¹⁾ It is a recognized property of these oils that the temperature to which they have been subjected before testing influences their pour points. Although the lower pour points as determined by the special procedure will show approximately the reproducibility given, the upper pour points will show greater variations depending on the previous thermal history of the oils. Further information on this subject is contained in *Proceedings*, Am. Soc. Testing Mats., Vol. 31, Part I, 1931, pp. 468-470, and Vol. 32, Part I, 1932, pp. 402-405.



* Diamètre intérieur de la chemise supérieur de 9,5 à 12,5 au diamètre extérieur du récipient.

Dimensions en millimètres

* Internal diameter to be 9.5 to 12.5 greater than outside diameter of test jar.

Dimensions in millimetres

FIG. 1. — Appareillage pour la détermination du point d'écoulement.
Apparatus for pour tests.

Page blanche
Blank page

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60296A:1971

Withdrawn

NORME ASTM D 1275-67

MÉTHODE NORMALISÉE D'ESSAI POUR LA DÉTECTION DU SOUFRE CORROSIF
DANS LES HUILES MINÉRALES ISOLANTES

1. **Domaine d'application**

- 1.1 La présente méthode a pour objet la détection des dérivés corrosifs du soufre dans les huiles minérales isolantes.
- 1.2 Les huiles minérales isolantes peuvent contenir des substances qui sont corrosives dans des conditions particulières. La méthode décrite ci-dessous permet de déceler la présence de quantités dangereuses de soufre libre et de dérivés corrosifs du soufre en immergeant une lame de cuivre dans l'huile à essayer dans des conditions définies.

2. **Valeur de l'essai**

- 2.1 Dans la plupart de ses usages, l'huile minérale isolante est continuellement en contact avec des métaux attaquables. La présence de dérivés corrosifs du soufre cause la dégradation de ces métaux; l'extension de ce phénomène dépend du temps, de la température, de la quantité et du type des produits corrosifs. La détection, quoique non quantitative, de ces impuretés nuisibles donne une indication du danger possible.

3. **Appareillage**

3.1 *Bain*

Étuve à air chaud ou bain d'huile équipé de dispositifs de chauffe et de régulation permettant de maintenir la température à $140 \pm 2^\circ\text{C}$. La préférence est donnée à une étuve à circulation d'air chaud.

3.2 *Récipients*

Flacons à col étroit, de 270 ml à 280 ml de capacité, à bouchon rodé, en verre chimiquement résistant. La capacité indiquée permet l'expansion thermique du volume d'huile utilisé pour l'essai (250 ml).

- 3.3 Feuilles de cuivre électrolytique de 0,127 mm à 0,254 mm d'épaisseur (0,005 in à 0,010 in).

3.4 *Matériel de polissage*

Papier ou toile au carbure de silicium en grains (calibre 240). Grains de carbure de silicium (150 mesh). Coton hydrophile.

4. **Réactifs**

- 4.1 Acétone, qualité « pure pour analyse ».
- 4.2 Ether, qualité « pure pour analyse ».

TABLEAU I
Classification de la lame de cuivre

Classification	Description
Non corrosive	Orange, rouge, lavande, colorations multiples avec bleu lavande et/ou argent sur rouge bordeaux, argenté, bronzé ou doré, Magenta sur lame bronzée, colorations multiples avec présence de rouge ou de vert (irisation) mais pas de gris
Corrosive	Noir transparent, gris foncé ou brun foncé, noir graphite ou mat, noir brillant ou noir de jais, tout degré d'écaillage

ASTM STANDARD D 1275-67

STANDARD METHOD OF TEST FOR CORROSIVE SULPHUR IN ELECTRICAL INSULATING OILS

1. Scope

- 1.1 This method covers the detection of corrosive sulphur compounds in electrical insulating oils of petroleum origin.
- 1.2 Mineral insulating oils may contain substances that cause corrosion under certain conditions of use. This test is designed to detect objectionable quantities of free sulphur and corrosive sulphur compounds by subjecting copper to contact with oil under prescribed conditions.

2. Significance

- 2.1 In most of their uses insulating oils are continually in contact with metals that are subject to corrosion. Since the presence of detrimental corrosive sulphur compounds will result in deterioration of these metals to an extent dependent upon the quantity and type of corrosive agent and the time and temperature factors, the detection of these undesirable impurities, even though not in terms of quantitative values, is a means for recognizing the hazard involved.

3. Apparatus

3.1 Bath

A hot-air oven or oil bath provided with suitable means of heating to, and controlled at, $140 \pm 2^\circ\text{C}$. A circulating hot-air oven is preferred.

3.2 Containers

Narrow-mouth, 250 ml, ground-glass stoppered bottles, of chemically resistant glass, capable of holding 270 ml to 280 ml when filled completely to the stopper. Bottles of such capacity are required in order to allow sufficient space for expansion of the oil.

- 3.3 Electrolytic sheet copper, 0.005 in to 0.010 in (0.127 mm to 0.254 mm) in thickness.

3.4 Polishing Material

Consisting of 240 grit silicon carbide paper or cloth and also 150 mesh silicon carbide grains and pharmaceutical absorbent cotton.

4. Reagents

- 4.1 Acetone, cp.
- 4.2 Ether, cp.

TABLE I
Copper strip classifications

Classification	Description
Non-corrosive	Orange, red, lavender, multicolored with lavender blue and/or silver overlaid on claret red, silvery, brassy or gold, magenta overcast on brassy strip, multicolored with red and green showing (peacock) but no grey
Corrosive	Transparent black, dark grey or dark brown, graphite or lusterless black, glossy or jet black, any degree of flaking

4.3 Azote

Les bouteilles d'azote du commerce conviennent.

5. Mode opératoire

- 5.1 Les flacons doivent être chimiquement propres : éliminer l'huile au moyen de solvants ensuite laver les flacons avec une poudre à nettoyer à base de phosphate, les rincer à l'eau de distribution, puis à l'eau distillée et les sécher à l'étuve.
- 5.2 Couper dans la feuille de cuivre une lame de 6 mm × 25 mm (note 1). Éliminer les souillures de la surface au moyen de papier au carbure de silicium, calibre 240. Les lames sont ensuite conservées dans de l'acétone exempte de soufre et ne sont retirées que pour le polissage final. On effectue ce polissage final après avoir retiré la lame de l'acétone en la tenant entre les doigts et en la protégeant au moyen de papier filtre sans cendres. La frotter avec la poudre de silicium (granulométrie 150 mesh), prélevée sur une plaque de verre au moyen d'un tampon de coton hydrophile mouillé avec une goutte d'acétone. Bien essuyer la lame avec des tampons de coton propres et ne la toucher à partir de ce moment qu'avec des pinces en acier inoxydable (ne plus la toucher avec les doigts). Frotter parallèlement au grand axe ; éliminer toutes les poussières métalliques et l'abrasif en frottant vigoureusement avec des tampons de coton propres jusqu'à ce qu'un tampon neuf ne se salisse plus. Plier la lame propre en forme de V formant un angle d'environ 60° et la laver successivement dans l'acétone, l'eau distillée, l'acétone et l'éther. La laisser sécher dans une étuve pendant quelques minutes et l'immerger immédiatement dans l'échantillon préparé.

Note 1. — On a trouvé plus avantageux de polir une lame plus grande et de la couper aux dimensions mentionnées après le polissage final.

6. Essai proprement dit

- 6.1 D'une manière générale, l'huile à essayer doit être utilisée telle que reçue et ne doit pas être filtrée sur papier filtre. Placer rapidement la lame de cuivre ainsi préparée dans le récipient d'essai, contenant 250 ml d'huile à essayer, de manière qu'elle repose sur tranche et qu'aucune surface plane ne repose sur le fond du flacon. Faire barboter de l'azote au travers de l'huile contenue dans le flacon en utilisant un tube de verre relié au détendeur ou au robinet à pointe de la bouteille (les raccords en caoutchouc doivent être exempts de soufre), ceci pendant 1 min, puis, sans appuyer, placer rapidement le bouchon.
- 6.2 Placer le flacon fermé dans l'étuve à 140 °C (l'immerger jusqu'au col si on utilise un bain d'huile). Lorsque l'équilibre de température est atteint, enfoncer le bouchon à fond. Retirer le flacon après un séjour de 19 h à 140 ± 2 °C. Retirer soigneusement, avec les pinces, la lame de cuivre du flacon et la laver avec de l'acétone ou avec un autre solvant pour éliminer complètement l'huile.
- 6.3 Examiner la lame en la tenant de façon à observer la lumière réfléchie sous un angle de 45° environ.

7. Interprétation des résultats

- 7.1 L'huile est classifiée « corrosive » ou bien « non corrosive » en accord avec les indications du tableau I.

8. Expression des résultats

- 8.1 Indiquer en compte rendu si l'huile est corrosive ou non corrosive.

4.3 Nitrogen gas

Commercial cylinders of nitrogen gas are satisfactory for this purpose.

5. Preparation of apparatus

- 5.1 Bottles shall be chemically clean. Remove oil with solvents ; then wash the bottles with phosphate-type cleaning powder. Rinse with tap water, then with distilled water, and dry in an oven.
- 5.2 Cut a strip of copper 1/4 in by 1 in (6 mm by 25 mm) (Note 1) and remove blemishes from surfaces with the 240 grit silicon carbide paper. Strips may be stored in sulphur-free acetone at this point for future use. Do the final polishing of the strip by removing it from the acetone, holding it in the fingers protected with ashless filter paper, and rubbing with 150 mesh silicon carbide grains picked up from a glass plate with a pad of absorbent cotton moistened with a drop of acetone. Wipe the strip with fresh pads of cotton and subsequently handle only with stainless steel forceps (do not touch with the fingers). Rub in the direction of the long axis of the strip. Clean all metal dust and abrasive from the strip, using successive clean cotton pads until a fresh pad remains unsoiled. Bend the clean strip in a V-shape at approximately a 60° angle and wash successively in acetone, distilled water, acetone, and ether. Dry in an oven for only a few minutes and immediately immerse in the prepared sample.

Note 1. — It has been found convenient to polish a larger piece of copper from which, after the final polishing, several strips of the proper size may be cut.

6. Procedure

- 6.1 The oil to be tested, in general, should be used as received and should not be filtered through paper. Promptly place the prepared copper strip in a clean 250 ml bottle to which has been added 250 ml of the oil to be tested. Place the bent copper strip standing on its long edge so that no flat surface lies along the glass bottom of the vessel. Lubricate the ground-glass stopper with a small amount of the sample. Bubble nitrogen through the oil in the bottle by means of a glass tube connected to the reduction or needle valve of the cylinder (rubber connections must be sulphur-free) for 1 min, and quickly put the stopper loosely in place.
- 6.2 Place the stoppered bottle (immersed to the neck in the event an oil bath is employed) in the oven at 140 °C. When the oil in the flask has reached approximately 140 °C, the stopper may be tightened more firmly. Remove the bottle after heating for 19 h at 140 ± 2 °C. Carefully take the copper strip from the flask and wash with acetone or other suitable solvent to remove all of the oil.
- 6.3 To inspect, hold the test strip in such a manner that light reflected from it at an angle of approximately 45° will be observed.

7. Interpretation

- 7.1 The oil shall be classified as corrosive or non-corrosive in accordance with Table I.

8. Report

- 8.1 Report the oil as being corrosive or non-corrosive.