
NORMA CUBANA

NC

ASTM D 4052: 2012
(Publicada por la ASTM en 2009)

**INDUSTRIA DEL PETRÓLEO—MÉTODO DE ENSAYO
ESTÁNDAR PARA LA DENSIDAD, DENSIDAD RELATIVA Y
GRAVEDAD API DE LÍQUIDOS POR EL DENSÍMETRO
DIGITAL (ASTM D 4052: 2009, IDT)**

Oil industry—Standard test method for density, relative density, and API gravity of liquids by digital density meter

ICS: 75.160.30

1. Edición Diciembre 2012
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, La Habana. Cuba.
Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio
Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC-ASTM D 4052: 2012

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico designado NC/CTN-48 "Industria de Petróleo" integrado por representantes de las siguientes entidades:

Unión Cupet	Ministerio del Transporte
Unión Eléctrica	Ministerio del Interior
Oficina Nacional de Normalización	Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias
Instituto de Aeronáutica Civil de Cuba	Ministerio de la Construcción
Ministerio de la Industria Básica	

- Constituye una adopción idéntica por el método de traducción de la Norma ASTM D 4052: 2009 *Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter*.

© NC, 2012

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

Índice

1 Alcance.....	4
2 Documento de referencia.....	4
3 Terminología.....	5
4 Resumen del método de ensayo.....	6
5 Significado y uso	6
6 Aparatos.....	6
7 Reactivos y materiales	7
8 Muestreo, porción de ensayo y unidades de ensayo.....	7
9 Preparación de los aparatos.....	8
10 Calibración de aparatos	8
11 Chequeo del control de la calidad	11
12 Procedimiento	12
12.1 Inyección manual.....	12
12.2 Inyección automática	13
13 Cálculo.....	14
14 Reporte.....	14
15 Precisión y sesgo.....	15
16 Palabras claves	17

INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA LA DENSIDAD, DENSIDAD RELATIVA Y GRAVEDAD API DE LÍQUIDOS POR EL DENSÍMETRO DIGITAL**1 Alcance**

1.1 Este método abarca la determinación de la densidad, densidad relativa y la gravedad API de los destilados del petróleo y aceites viscosos que pueden ser manipulados de modo normal como líquidos a la temperatura de ensayo, utilizando cualquier equipo de inyección de muestra, manual o automática. Esta aplicación es limitada a líquidos con presión total de vapor usualmente inferiores a 100 kPa (vea Método de Ensayo ASTM D 5191) y viscosidades usualmente por debajo de 15 000 mm²/s a la temperatura de ensayo (vea NC ASTM D 445 o ASTM D7042). No obstante el límite de la presión de vapor total puede ser extendido a > 100 kPa, siempre que se compruebe primero que no se haya formado una burbuja en el tubo oscilante en forma de U, lo cual puede afectar la determinación de la densidad. Algunos ejemplos de productos que pueden ser ensayados por este procedimiento incluyen: gasolina y mezclas de gasolina oxigenada, diesel, jet, aceites básicos, parafina y aceites lubricantes.

1.1.1 Las parafinas no fueron incluidas en el estudio interlaboratorio (EIL) en 1999 en el conjunto de muestras que fueron usadas para determinar la declaración de precisión actual del método ya que todas las muestras evaluadas en ese momento fueron analizadas a la temperatura de ensayo de 15 °C. Las muestras de parafina requieren de una celda de temperatura operada a elevadas temperaturas, necesarias para garantizar que una porción de ensayo líquida sea introducida para el análisis. Consulte las instrucciones del fabricante como una guía adecuada y toma de precauciones al intentar analizar muestras de parafinas. Consulte la sección de Precisión y Sesgo del método y la Nota 6 para más detalles informativos acerca del ILS que fue realizado en 1999.

1.2 En caso de litigio, el método de Arbitraje es aquel en el que las muestras son introducidas manualmente como en 6.3 o 6.4, según sea apropiado para el tipo de muestra.

1.3. Este método de ensayo no puede ser aplicado a muestras de color muy oscuras, donde la ausencia de las burbujas de aire en la celda de muestra no pueda ser establecida con certeza. Para la determinación de la densidad en muestras petróleo crudo emplee el método D5002.

1.4 Los valores expresados en unidades del SI están considerados como norma, a no ser que este declarado lo contrario, como el “torr” unidad de presión en la ecuación (1). Las unidades aceptadas de medida para la densidad son gramos por mililitros (g/mL) o kilogramos por metro cúbico (kg/m³).

1.5 Esta norma no pretende abarcar todas las medidas de seguridad implicadas en su uso. Es responsabilidad de quien la utilice establecer las prácticas de seguridad y salud así como determinar la aplicación de las regulaciones pertinentes antes de su uso. Para declaración de riesgo específico vea 7.4, 7.5 y 10.3.

2 Documentos de referencia

Los siguientes documentos de referencias son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, sólo es aplicable la edición citada. Para las referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento de referencia (incluyendo cualquier enmienda).

2.2 Normas Cubanas

NC-ASTM D 445 Método de Ensayo para Viscosidad Cinemática en líquidos transparentes y opacos (calculo de la Viscosidad Dinámica).

NC-ASTM D 4057 Práctica para el muestreo manual de petróleo y productos del petróleo.

NC-ASTM D 1298 Método de ensayo para Densidad, Densidad Relativa (gravedad específica), o gravedad API del Petróleo Crudo y Productos Líquidos del Petróleo por el método del Hidrómetro.

2.1 Normas ASTM

D 287 Método de Ensayo para Gravedad API de Petróleo Crudo y Producto del Petróleo (Método del Hidrómetro).

D 1193 Especificaciones para el Agua reactivo

D 1250 Guía para el Empleo de Tablas de Medidas del Petróleo.

D 4177 Práctica para el muestreo automático de petróleo y productos del petróleo

D 4377 Método de ensayo para agua en petróleo crudo por valoración potenciométrica Kart Fischer.

D 5002 Método de Ensayo para Densidad y Densidad Relativa de petróleo crudo por el analizador Digital de Densidad.

D 5191 Método de Ensayo para Presión de Vapor de Productos del Petróleo (Mini-Método).

D 7042 Método de Ensayo para Viscosidad Dinámica y Densidad de Líquidos por Viscosímetros Stabinger (y el calculo de las Viscosidades Cinemáticas).

3 Terminología

3.1 Definiciones

3.1.1 Ajuste - Operación de llevar el instrumento a un estado de desempeño satisfactorio para su uso por fijación o ajuste de la constante del densímetro.

3.1.1.1 Discusión - A los instrumentos para el análisis de densidad digital más modernos disponibles comercialmente, se puede hacer un ajuste en lugar de la calibración del instrumento. El procedimiento de ajuste emplea aire y agua bidestilada, hervida recientemente y enfriada, como patrones para establecer la linealidad de las mediciones en el rango de temperatura de operación.

3.1.2 Calibración - Conjunto de operaciones que establece la relación entre la densidad de referencia de los patrones y la correspondiente lectura de densidad del instrumento.

3.1.3 Densidad - Masa por unidad de volumen a una temperatura especificada.

3.1.4 Densidad relativa - Relación de la densidad de un material a una temperatura específica a la densidad del agua a una temperatura específica.

4 Resumen del método de ensayo

4.1 Un volumen pequeño de muestra líquida (aproximadamente de 1 mL ó 2 mL) es introducida dentro de un tubo de muestra oscilante y el cambio en la frecuencia de oscilación causado por el cambio de masa del tubo es usado en conjunto con los datos de calibración para determinar la densidad, densidad relativa o Gravedad API de la muestra. Son descritas las técnicas de inyección manual y automática.

5 Significado y uso

5.1 La densidad es una propiedad física fundamental que puede ser usada en conjunto con otras propiedades para caracterizar las fracciones ligeras y pesadas del petróleo y los productos del petróleo.

5.2 La determinación de la densidad o de la densidad relativa del petróleo y sus productos es necesaria para la conversión de volúmenes medidos a volúmenes a la temperatura estándar de 15 °C.

6 Aparatos

6.1 Analizador de Densidad Digital – Un analizador digital formado de un tubo de muestra oscilante en forma de U y un sistema para la excitación electrónica, conteo de frecuencia y una pantalla. El analizador incluirá la medición exacta de la temperatura de la muestra durante el ensayo o controlará la temperatura de la muestra como se describe en 6.2. El instrumento debe ser capaz de cumplir los requerimientos de precisión descritos en este método de ensayo.

6.2 Baño de circulación de temperatura constante (opcional)- Capaz de mantener la temperatura del líquido de circulación constante a $\pm 0,05$ °C en el rango deseado. El control de temperatura puede ser incluido como parte del paquete del instrumento analizador de densidad.

6.3 Jeringuillas- Para uso principalmente en inyecciones manuales, por lo menos 2 mL de volumen con una punta o un adaptador de punta que encaje en la apertura del tubo oscilante.

6.4 Adaptador de Flujo de Paso o Presión- Para uso como un medio alternativo de introducir la muestra dentro del analizador de densidad, ya sea por una bomba, por presión o por vacío.

Nota 1- Es altamente recomendado que no sea aplicado vacío a muestras propensas a la pérdida de ligeros, debido a que esto fácilmente puede conducir a la formación de burbujas. Se recomienda fabricar una tapa o tapón especial para los recipientes de muestra para que el aire, desde una bomba de compresión, se use para desplazar una porción de ensayo a la celda de medición de tubo en U mediante el método de flujo de paso.

6.5 Automuestreador- Requerido para el análisis de inyección automática. El auto muestreador será diseñado para garantizar la integridad de la muestra de ensayo antes y durante el análisis y estará equipado para transferir una porción representativa de la muestra de ensayo al analizador digital de densidad.

6.6 Dispositivo Sensor de Temperatura (DST), capaz de monitorear la temperatura de ensayo observada con una exactitud de $\pm 0,05$ °C. Si un termómetro de líquido en vidrio es usado como el

DST, será calibrado y graduado a 0,1°C, y tendrá una funda que pueda ser fijada al instrumento para el ajuste y observación de la temperatura de ensayo. En la calibración del termómetro, el punto de hielo y las conexiones de sondeo deben ser estimados hasta la aproximación de 0,05 °C. Para termómetros que no sean de mercurio, el dispositivo DST será calibrado por lo menos anualmente contra un patrón certificado y trazable.

6.7 Baño Ultrasónico, sin calentador (opcional)- De apropiadas dimensiones para colocar los recipientes dentro del baño, para el uso efectivo en la disipación y eliminación de aire o burbujas de gas que pueden haber entrado en tipos de muestras viscosas previo al análisis.

7 Reactivos y Materiales

7.1 Pureza de reactivos - Reactivos grado químico utilizados en todos los ensayos; a menos que se indique de otra manera, se pretende que todos los reactivos estén conformes a las especificaciones del Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Americana de Química, donde tales especificaciones están disponibles. Otros grados pueden ser utilizados, siempre que se determine primero que el reactivo es de pureza suficientemente alta para permitir su uso sin disminuir la exactitud de la determinación.

7.2 Pureza del Agua - A menos que se indique de otra manera, referente al agua será sobre entendido como agua reactivo la definida como tipo II en la Especificación D 1193.

7.3 Agua reactivo - Redestilada, hervida recientemente, y enfriada para ser usada como un patrón de calibración primario.

7.4 Solvente de limpieza - Tal como nafta de petróleo (**Advertencia** - La nafta del petróleo es muy inflamable) u otros materiales que sean capaces de limpiar y eliminar la muestra completamente del tubo de muestra.

7.5 Acetona - Para limpiar y secar el tubo de muestra. (**Advertencia**- Extremadamente Inflamable)

7.6 Aire Seco - Para secar el tubo oscilador.

8 Muestreo, porción de ensayo y unidades de ensayo

8.1 El muestreo es definido como todos los pasos requeridos para obtener una alícuota del contenido de cualquier tubo, tanque u otro sistema y colocar la muestra dentro del recipiente de ensayo del laboratorio. El recipiente de ensayo del laboratorio y el volumen de muestra deben tener la suficiente capacidad para mezclar la muestra y obtener una muestra homogénea para el análisis.

8.2 Muestra de Laboratorio - Use solo muestras representativas obtenidas como la especificada en las Prácticas NC-ASTM D 4057 o ASTM D 4177 para este método de ensayo.

8.3 Porción de ensayo - Una porción o volumen de muestra obtenido de la muestra del laboratorio y proporcionado al tubo de muestra del analizador de densidad. La porción de ensayo es obtenida como sigue:

8.3.1 Mezcle la muestra, si se requiere, para homogenizarla teniendo cuidado para evitar la introducción de burbujas de aire. El mezclado puede realizarse de acuerdo a lo descrito en la

Práctica ASTM D 4177 o método de ensayo ASTM D 4377. El mezclado a temperatura ambiente en un recipiente abierto puede provocar la pérdida de material volátil de algunos tipos de muestra, por ejemplo (muestras de gasolina), de modo que lo mezclamos en recipientes cerrados y presurizados o a temperatura por debajo de la temperatura ambiente si se requiere, para tales tipos de muestra donde la pérdida de material volátil es de interés potencial. En algunos tipos de muestra, tales como aceites lubricantes viscosos que son propensos a tener aire arrastrado o burbujas de gas presentes en la muestra, el empleo de un baño ultrasónico (vea 6.7) sin el calentador encendido (si está equipado), ha sido encontrado efectivo en la disipación de las burbujas, generalmente en el transcurso de 10 minutos.

8.3.2 Para la inyección manual, tome la porción de ensayo a partir de una muestra de laboratorio mezclada apropiadamente usando una jeringuilla. Si se usan los accesorios adecuados del analizador de densidad y los tubos conectados a este, como se describe en 6.4, entonces la porción de ensayo puede ser introducida directamente en el tubo de muestra del analizador desde el recipiente de mezclado. Para inyecciones automáticas, es necesario primero transferir una porción de muestra por un medio apropiado a partir de una muestra de laboratorio mezclada apropiadamente a un auto muestreador y cumplimentar las etapas necesarias para asegurar la integridad de la porción de ensayo antes y durante el análisis. Siga las instrucciones del fabricante.

9 Preparación de los aparatos

9.1 Monte el analizador de densidad (incluyendo el baño de temperatura constante y conexiones relacionadas, si es necesario) siguiendo las instrucciones del fabricante. Ajuste el baño o el control de temperatura interno, de manera que la temperatura de ensayo deseada sea establecida y mantenida en el compartimiento de muestra del analizador. Calibre el instrumento a la misma temperatura a la que la densidad o densidad relativa de la muestra será medida, o ejecute un ajuste (vea 3.1.1.1 Discusión) en la preparación del análisis a las muestras (**Advertencia** - Es sumamente importante el ajuste y control preciso de la temperatura de ensayo en el tubo de muestra. Un error de 0,1°C puede resultar en un cambio de densidad de uno en la cuarta cifra decimal cuando se mide en unidades de g/ml).

10 Calibración de aparatos

10.1 Como requisito mínimo, la calibración del instrumento es exigida cuando lo instalamos por primera vez, además siempre que la temperatura de ensayo es cambiada (a no ser que el instrumento sea capaz de desarrollar un ajuste, vea 3.1.1.1 Discusión), o si lo indican los resultados de las muestras del control de calidad (CC) (vea 11.1).

10.2 Cuando la calibración del instrumento se requiere, es necesario calcular los valores de las constantes A y B de los periodos de oscilación (T) observados cuando la celda de muestra contiene aire y agua reactivo bidestilada recientemente hervida y enfriada. Otros materiales de calibración como n-nonano, n-tridecano, ciclohexano y n-hexadecano (para aplicación a altas temperaturas) son apropiados y pueden ser utilizados siempre que los materiales de referencia tengan los valores de densidad certificados y trazables a patrones nacionales.

Tabla 1 — Densidad del Agua^A

Temperatura °C	Densidad g/mL	Temperatura °C	Densidad g/mL	Temperatura °C	Densidad g/mL
0,0	0,999480	21,0	0,997991	40,0	0,992212
3,0	0,999964	22,0	0,997769	45,0	0,990208
4,0	0,999972	23,0	0,997537	50,0	0,988030
5,0	0,999964	24,0	0,997295	55,0	0,985688
10,0	0,999699	25,0	0,997043	60,0	0,983191
15,0	0,999099	26,0	0,996782	65,0	0,980546
15,56	0,999012	27,0	0,996511	70,0	0,977759
16,0	0,998943	28,0	0,996231	75,0	0,974837
17,0	0,998774	29,0	0,995943	80,0	0,971785
18,0	0,998595	30,0	0,995645	85,0	0,968606
19,0	0,998404	35,0	0,994029	90,0	0,965305
20,0	0,998203	37,78	0,993042	100	0,958345

^A Las Densidades conformes a la Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS 90) fueron extraídas del apéndice G del Método estándar para análisis del Petróleo y Productos relacionados 1991. Instituto del Petróleo, Londres

Nota 2- En ciertos instrumentos más modernos, comercialmente disponibles, una corrección de la viscosidad puede estar disponible y ser utilizada para la determinación de la densidad para minimizar los sesgos potenciales. Consulte la sección 15 para más detalles.

10.2.1 Mientras se monitorea el período del oscilador, T, purgue el tubo de muestra con solvente de limpieza, seguido con acetona y seque con aire seco. El aire húmedo o contaminado puede afectar la calibración. Cuando estas condiciones existan en el laboratorio, pase el aire empleado en la calibración a través de una línea de secado y purificación apropiada. Además, los puertos de salida y entrada al tubo en U tienen que estar tapados durante la medición del aire de calibración para prevenir el ingreso de aire húmedo.

10.2.2 Permita al aire seco en el tubo U alcanzar el equilibrio térmico con la temperatura de ensayo y registre el valor T para el aire.

10.2.3 Introduzca un pequeño volumen (alrededor de 1 a 2 mL) de agua reactivo bidestilada, recientemente hervida y enfriada, dentro del tubo de muestra empleando una jeringuilla adecuada u otro medio alternativo como se describe en 6.4 y 6.5. La porción de ensayo tiene que ser homogénea y estar libre incluso de las más pequeñas burbujas de aire o gas. Permita que la pantalla alcance una lectura constante y registre el valor de T para el agua.

10.2.4 Calcule la densidad del aire a la temperatura de ensayo, empleando la siguiente ecuación:

$$d_a, \text{ g/ml} = 0,001293[273,15/T] [P/760] \quad (1)$$

donde

T = Temperatura, K
P = Presión barométrica, torr

10.2.5 Determine la densidad del agua a la temperatura de ensayo por referencia a la Tabla 1.

10.2.6 Emplee los valores de T observados y los valores de referencia para agua y aire. Calcule los valores de las constantes A y B empleando las siguientes ecuaciones:

$$A = [T_w^2 - T_a^2] / [d_w - d_a] \quad (2)$$

$$B = T_a^2 - (A \times d_a) \quad (3)$$

T_w = Periodo de oscilación observado para la celda que contiene agua.

T_a = Periodo de oscilación observado para la celda que contiene aire.

d_w = Densidad del agua a la temperatura de ensayo.

d_a = Densidad del aire a la temperatura de ensayo

10.2.6.1 De forma alternativa, emplee los valores de T y d para otro líquido de referencia en caso de ser usado.

10.2.7 En caso de que el instrumento este equipado para calcular densidad con las constantes A y B y los valores de T observados de la muestra, entonces entrar las constantes en la memoria del instrumento de acuerdo a las instrucciones del fabricante. De forma alternativa, si el instrumento esta equipado para ello, realice las correcciones apropiadas en la calibración o ajuste de las constantes como parte de lo hecho en calibración o ajuste del procedimiento.

10.2.8 Chequee la calibración y el ajuste si es necesario por ejecución del chequeo de calibración de rutina descrito en 10.3.

10.2.9 Para calibrar el instrumento a la densidad relativa que es, la densidad de la muestra a una temperatura dada referida a la densidad del agua a la misma temperatura, siga 10.2.1 – 10.2.7 pero sustituyendo 1,000 por d_w al hacer los cálculos descritos en 10.2.6.

10.3 En algunos aparatos de medir densidad, si se requiere, se pueden realizar ajustes semanales de calibración para las constantes A y B, sin tener que repetir el procedimiento de cálculo. La necesidad para un cambio en calibración es generalmente atribuida a depósitos en el tubo de muestras que no son removidas por el procedimiento de vaciado rutinario. Aunque esta condición puede ser compensada por ajuste de A y B, constituye una buena práctica limpiar el tubo con un ácido fuerte oxidante (**Advertencia** - Causa severas quemaduras) o un fluido limpiador superficialmente activo siempre que se requiera un ajuste mayor.

10.3.1 Vacíe y seque el tubo de muestra como se describe en 10.2.1 y permita que el display alcance una lectura constante. Si el display no muestra la densidad correcta para el aire a la temperatura de ensayo, repita el procedimiento de limpieza o ajuste el valor de la constante B comenzando con la última cifra decimal hasta que la densidad correcta es desplegada.

10.3.2 Si el ajuste de la constante B fuera necesario en 10.3.1 entonces continúe la recalibración por introducción del agua redestilada, hervida y enfriada dentro del tubo de muestra como se describe en 10.2.3 y permita que el display alcance una lectura constante. Si el instrumento ha sido calibrado para mostrar la densidad, ajuste la lectura para el valor correcto para agua a la temperatura de ensayo (Tabla 1) a través del cambio del valor de la constante A, comenzando con

el último lugar decimal. Si el instrumento ha sido calibrado para la densidad relativa, ajuste la lectura para el valor 1,0000.

Nota 3 – Si ejecutamos el ajuste de calibración semanalmente, podemos encontrar más de un valor para A y para B, que difieren en la cuarta cifra decimal, que producirán la lectura correcta de densidad del agua y la densidad del aire. El valor seleccionado entonces sería dependiente de si se aproximó desde un valor más alto o un valor más bajo. El valor escogido por este método puede alterar el cuarto lugar de la lectura obtenido por una muestra.

10.4 Algunos modelos de analizadores están diseñados para mostrar solamente el periodo de oscilación (T-valores) y su calibración requiere la determinación de una constante del instrumento K, la cual tiene que ser usada para calcular la densidad o densidad relativa desde los datos observados.

10.4.1 Vacíe y seque el tubo de muestra como se describe en 10.2.1 y permita que el display alcance una lectura constante. Registre el T-valor para aire.

10.4.2 Introduzca el agua redestilada, recientemente hervida y enfriada dentro del tubo de muestra como se describe en 10.2.3, permita que el display alcance una lectura constante y registre el T-valor para agua.

10.4.3 Empleando los valores T observados y los valores de referencia para agua y aire (10.2.4 y 10.2.5) calcule la constante K del instrumento empleando las siguientes ecuaciones:

Para densidad:

$$K_1 = [d_w - d_a] / [T_w^2 - T_a^2] \quad (4)$$

Para densidad relativa:

$$K_2 = [1,0000 - d_a] / [T_w^2 - T_a^2] \quad (5)$$

donde

T_w = Período de oscilación observado para la celda que contiene agua.

T_a = Período de oscilación observado para la celda que contiene aire.

d_w = Densidad del agua a la temperatura de ensayo

d_a = Densidad del aire a la temperatura de ensayo

11 Chequeo del control de la calidad

11.1 Confirme que el instrumento está en control estadístico por lo menos una vez a la semana cuando este en uso, a través del análisis de una muestra del control de calidad (CC) que sea representativa de las muestras típicamente analizadas. El análisis de una única muestra de control de calidad puede ser suficiente. El análisis de los resultados de la muestra de CC puede realizarse usando las cartas de control. Si el resultado de la muestra de CC determinó que el laboratorio está fuera de control, como que exceda los límites de control, se requiere la recalibración o el ajuste del instrumento. Un amplio suministro de material de control de la calidad debe estar disponible para

un determinado periodo de uso, debe ser homogéneo y estable según las condiciones de almacenamiento esperadas. Previo al monitoreo del proceso de medición el usuario del método necesita determinar el promedio y los límites de control de la muestra CC. La precisión de la muestra CC debe ser chequeada contra la precisión del método para garantizar la calidad de los datos.

12 Procedimiento

12.1 Inyección Manual

12.1.1 Introduzca una pequeña cantidad (alrededor de 1 mL a 2 mL) de muestra dentro del tubo de muestra seco y limpio del instrumento, empleando una jeringuilla adecuada o un medio alternativo, como se describe en 6.4.

12.1.2 La muestra puede también ser introducida por sifonamiento. Enchufe el tubo capilar externo de TFE-fluorocarbono dentro del puerto de entrada del tubo de muestra. Sumerja el otro extremo del capilar en la muestra y aplique succión al otro puerto empleando una jeringuilla o línea de vacío hasta que el tubo de muestra este adecuadamente lleno (veanota 1).

12.1.3 Encienda una luz de iluminación y examine con cuidado el tubo de muestra. Asegúrese que no haya burbujas atrapadas en el tubo; y que esté lleno no más allá del punto de suspensión en el lado derecho. La muestra debe ser homogénea y libre incluso de pequeñas burbujas. Si son detectadas burbujas, vacíe, rellene el tubo y luego chequee las burbujas.

Nota 4- Si la muestra es demasiado oscura para determinar con seguridad la ausencia de burbujas, la densidad no puede ser medida dentro los límites de precisión expresados en la sección 15.

12.1.4 Para la mayoría de los modelos de instrumentos, se recomienda apagar la luz de iluminación rápidamente después de introducción de la muestra y chequeo de las burbujas debido a que el calor generado puede afectar la temperatura de la medición. Sin embargo, para los modelos nuevos la luz de la celda se puede dejar encendida sin afectar el resultado. Consulte las recomendaciones del fabricante con relación a dejar la luz de iluminación encendida o apagada.

12.1.5 Después que el instrumento visualiza lecturas constantes en cuatro cifras significativas para densidad, densidad relativa o gravedad API y cinco para valores T, indicando que la temperatura de equilibrio se ha alcanzado, registre la densidad, densidad relativa, gravedad API o valores T, o ambos, según sea apropiado. Para instrumentos que puedan imprimir los resultados de la pantalla, los datos impresos pueden ser empleados para comprobar que cumplen los requerimientos de registro.

12.1.6 Basados en los protocolos de ensayo del EIL de 1999 (vea nota 6) las determinaciones de la precisión involucraron una sola inyección manual, así como, se evaluó el promedio de dos inyecciones manuales. Vea la sección de precisión y sesgo para más detalles. Si el laboratorio ejecutó una determinación manual única, los valores registrados de densidad, densidad relativa, o gravedad API o una combinación de estos serán usados para los propósitos de reporte. En la mayoría de los casos, es suficiente para el análisis de muestra una única determinación de inyección manual.

12.1.6.1 Si el laboratorio decide ejecutar una segunda determinación de inyección manual para una muestra dada, repetir 12.1.1 hasta 12.1.5. Si las dos determinaciones no difieren por más de 0,0002 g/mL para densidad o 0,0002 para densidad relativa, promedie las dos determinaciones, de

lo contrario deseche ambas determinaciones y repita los análisis empleando dos nuevas porciones de ensayo hasta que satisfaga el criterio de aceptación reconocido anteriormente. Con respecto a la determinación de la gravedad API de gasolinas o muestras RFG, si las dos determinaciones no difieren por más de 0,05 ° de unidades de gravedad API, promedie las dos determinaciones, de lo contrario repita el análisis empleando dos nuevas porciones de ensayo hasta que satisfaga el criterio de aceptación. Con respecto a la determinación de la gravedad API de destilados, aceites básicos y aceites lubricantes, siga el protocolo de la oración anterior, solo que tiene que utilizar 0.03° unidades de gravedad API como criterio de aceptación. Los resultados promediados que cumplan el criterio reconocido en esta sección serán usados en el reporte.

12.2 Inyección Automática

12.2.1 Se requiere el empleo de un auto muestreador (vea 6.5) cuando analizamos muestras por inyección automática. Siga las instrucciones del fabricante para garantizar la integridad de la porción de ensayo previo al análisis, así como transferir una porción de ensayo representativa dentro del instrumento para el análisis.

12.2.2 Cuando empleamos un auto-muestreador, se requiere, basado en los resultados obtenidos en EIL de 1999 para el análisis de gasolina o muestras de gasolina reformada RFG, el empleo de dos porciones de ensayo separadas por muestra, para que los errores debido a manipulación potencial de muestras de materiales volátiles y a la formación potencial de burbujas puedan ser detectados y el desempeño del sistema monitoreado. Para todos los otros tipos de muestras es suficiente una sola determinación empleando un auto-muestreador.

12.2.2.1 Si el laboratorio decide realizar una segunda determinación automática de inyección para un destilado dado, aceite básico o aceite lubricante (vea Nota 6 y la sección Precisión y Sesgo) emplee el mismo criterio de aceptación en 12.1.6.1 para diferencias permitidas entre cada determinación para densidad (0,0002 g/ml), densidad relativa (0,0002) y unidades de gravedad API (0,03 °) como en las muestras inyectadas manualmente. Los resultados promediados que cumplan con el criterio de aceptación necesario serán usados para el reporte.

12.2.3 Para determinar la densidad o densidad relativa de la gasolina o muestras de gasolina reformada GRF analizados por inyección automática, promedie los resultados de las dos porciones de ensayo separados analizados en 12.2.2. Si las dos determinaciones entre si están dentro de 0,0002 mg/L para densidad ó (0,0002 para densidad relativa). Si las dos determinaciones caen fuera de este criterio de aceptación, ambas determinaciones son desechadas y se repetirá 12.2.2 hasta que el criterio de aceptación identificado arriba sea cumplido. En caso dónde el criterio de aceptación no se satisface inicialmente, el laboratorio puede investigar y tomar las acciones correctivas antes de proceder con los análisis subsiguientes.

12.2.4 Para determinar la gravedad API de la gasolina o muestras RFG analizadas por inyección automática, seguir el mismo protocolo definido en 12.2.3, excepto que el criterio de aceptación para los resultados de dos determinaciones para gravedad API tienen que estar dentro de 0,05 unidades de gravedad API antes de promediar y reportar los resultados.

12.2.5 Registre los resultados de densidad, densidad relativa, o gravedad API, o una combinación de estos, determinados por análisis según el caso o así como por el uso de la impresión del instrumento de los resultados que cumplan los requerimientos del registro.

13 Cálculo

13.1 Analizadores que calculan la densidad. El registro o el valor impreso es el resultado final cuando se realice una sola determinación (o tomando el promedio de dos determinaciones como el resultado final tal como lo señala la sección 12), expresados ambos como densidad en g/mL, kg/m³ o como densidad relativa. Notar que este kg/m³ = 1000 x g/mL.

13.2 Analizadores que no calculan la densidad. Empleando el valor T observado para la muestra y para el agua y las constantes apropiadas del instrumento que fueron determinadas en 10.4.3, calcule la densidad o la densidad relativa empleando las ecuaciones 6 y 7. Efectúe todos los cálculos para seis cifras significativas y redondee los resultados finales a cuatro.

Para densidad:

$$\text{Densidad, g/ml (Kg/m}^3\text{) a t/t} = d_w + K_1 (T_s^2 - T_w^2) \quad (6)$$

Para densidad relativa:

$$\text{Densidad relativa, t/t} = 1 + K_2 (T_s^2 - T_w^2) \quad (7)$$

donde

T_w = Periodo de oscilación observado para la celda que contiene agua

T_s = Periodo de oscilación observado para la celda que contiene muestra

d_w = Densidad del agua a la temperatura de ensayo

K_1 = Constante del instrumento para la densidad

K_2 = Constante del instrumento para la densidad relativa

T = Temperatura de ensayo, °C

13.3 Si es necesario convertir un resultado obtenido empleando el hidrómetro para gravedad API, densidad o densidad relativa a otra temperatura, puede usar la guía ASTM D 1250, sólo si el factor de expansión del vidrio ha sido excluido.

Nota 5- Algunos analizadores digitales están equipados para calcular automáticamente y reportar resultados de muestras en unidades de gravedad API (vea Método de Ensayo ASTM D 287 o NC ASTM D 1298) basado en los resultados de la densidad o densidad relativa, o en la combinación de ellas, determinado por este método de ensayo y empleando la apropiada ecuación de conversión derivada de la guía ASTM D 1250 (la cual excluye el factor de expansión de vidrio) para el tipo de muestra específica que va a ser analizada.

14 Reporte

14.1 Al reportar la densidad, declare la temperatura de ensayo y las unidades (por ejemplo: densidad a 20 °C = 0,8765 g/ml o 876,5 kg/m³).

14.2 Al reportar la densidad relativa, declare la temperatura de ensayo y la temperatura de referencia, pero no las unidades (por ejemplo: densidad relativa, 20/20°C = 0,xxxx).

14.3 Reporte el resultado final para la densidad o densidad relativa para cuatro cifras significativas.

14.4 En caso de que reporte resultados de muestras en unidades de grado API (ver nota 5) reporte el resultado final lo más cercano posible a 0,1°API.

14.5 En algunos casos, puede ser necesario reportar si los resultados estuvieron basados en una sola determinación o en un promedio de dos determinaciones, así como si los resultados fueron determinados por inyección manual o inyección automática para cumplir condiciones específicas, tal como receptores de datos que desean saber tal información con el propósito de entender cómo interpretar resultados relacionados a los valores publicados de precisión del método. En semejante caso es permisible reportar esta información conjuntamente con los resultados de ensayo.

15 Precisión y Sesgo

15.1 La precisión del método obtenida por el examen estadístico de los resultados de ensayos interlaboratorios a la temperatura de ensayo de 15 °C es como se muestra para los siguientes tipos de muestra y rangos:

15.1.1 Repetibilidad - La diferencia entre los sucesivos resultados de ensayos obtenidos por el mismo operador con el mismo aparato bajo constantes condiciones de operación e idéntico material de ensayo podría, a la larga, exceder durante la normal y correcta operación del método de ensayo, el siguiente valor solo en un caso de veinte.

15.1.1.1 Densidad (g/mL) y Densidad Relativa - vea tabla 2.

15.1.1.2 Gravedad API - vea tabla 3.

15.1.2 Reproducibilidad- La diferencia entre dos resultados únicos e independientes obtenidos por diferentes operadores en diferentes laboratorios e idéntico material de ensayo, podría, a la larga, exceder durante la normal y correcta operación del método de ensayo el siguiente valor solo en un caso de veinte.

15.1.2.1 Densidad (g/mL) y Densidad Relativa - vea tabla 4.

15.1.2.2 Gravedad API - vea tabla 5

Nota 6- El estudio interlaboratorios (ILS) ASTM realizado durante el otoño de 1999 involucró 11 Laboratorios y 23 muestras. Las muestras incluyeron 5 gasolinas de motor, una gasolina de motor + etanol, 4 gasolinas reformadas (RFG), 2 aceites lubricantes, 1 aceite básico, 4 combustibles Jet A combustible, 1 combustible JP8, y 5 combustible diesel. El protocolo del ILS requirió que los laboratorios ejecutaran un total de cuatro determinaciones por muestras, incluyendo inyecciones manual y automática, en las dos primeras determinaciones representaron el primer juego de análisis y las segundas dos determinaciones representaron el segundo juego de análisis. Este protocolo fue empleado para evaluar si existe un efecto de la precisión entre tomar la primera determinación para cada conjunto de análisis (ejemplo una determinación única) contra tomar el promedio de dos determinaciones para cada conjunto de análisis, así como determinar si hay un efecto de precisión entre la inyección manual y automática. Las declaraciones de repetibilidad y reproducibilidad determinadas por el análisis estadístico reflejan los valores de precisión correspondientes asociados con las condiciones de ensayo identificadas. Debe notarse que la declaración de precisión determinada para la gasolina y las muestras de RFG en 1999 fue más pobre que la esperada, en relación a la declaración de precisión determinada para los destilados, aceites básicos y aceites lubricante, así como, en relación a la declaración de precisión de la versión del método publicada previamente (que está basada en el análisis de solo tres compuestos puros (benceno, tolueno y xileno) analizados por duplicados en tres laboratorios). La declaración de precisión más pobre para la gasolina y las muestras RFG es probablemente debido a la naturaleza volátil de estos materiales, aunque a los participantes del ILS se les proporcionaron las instrucciones de cómo manipular estos materiales para minimizar o prevenir las pérdidas de la muestra. El subcomité responsable por el método planea realizar un EIL ulterior para los tipos de muestras de gasolina y

RFG, con escrutinio adicional convenido para examinar temas de manipulación, como un medio para probar y mejorar las declaraciones de precisión para estos materiales.

Nota 7- Cuatro (4) de las muestras analizadas en el ILS indicado en la Nota 6 fueron muestras de [intercomparaciones ASTM (ellas son: Gasolina MG9808 y MG9812, RFG- RFG9807 y RFG9809). La media robusta de la precisión de vapor por el método de ensayo ASTM D 5191 para este rango de muestras abarcó de 7,77 psi (MG9808) a 13,40 psi (RFG9809). Esto corresponde a un rango de presión de vapor total de 54 a 92 kPa.

Tabla 2—Densidad (g/ml) y Densidad Relativa (Repetibilidad)

Rango	Tipo de muestra	Condiciones de ensayo	Repetibilidad
0,71-0,78	Gasolina y RFG	Una sola determinación (Inyección Manual)	0,00045
		Promedio de 2 determinaciones (Inyección manual o automática)	0,00031
0,80-0,88	Destilados, Aceites Básicos y Aceites Lubricantes	Una sola determinación (Inyección manual o automática)	0,00016
		Promedio de 2 determinaciones (Inyección manual o automática)	0,00011

Tabla 3—Gravedad API (Repetibilidad)

Rango	Tipo de muestra	Condiciones de ensayo	Repetibilidad
51-66	Gasolina y RFG	Una sola determinación (Inyección Manual)	0,090
		Promedio de 2 determinaciones (Inyección manual o automática)	0,063
29-45	Destilados, Aceites Básicos y Aceites Lubricantes	Una sola determinación (Inyección manual o automática)	0,032
		Promedio de 2 determinaciones (Inyección manual o automática)	0,022

Tabla 4—Densidad (g/ml) y Densidad Relativa (Reproducibilidad)

Rango	Tipo de muestra	Condiciones de ensayo	Repetibilidad
0,71-0,78	Gasolina y RFG	Una sola determinación (Inyección Manual)	0,00190-0,0344(D-0,75)
		Promedio de 2 determinaciones (Inyección manual o automática)	0,00195-0,0315(D-0,75)
0,80-0,88	Destilados, Aceites Básicos y Aceites Lubricantes	Una sola determinación (Inyección manual o automática)	0,00052
		Promedio de 2 determinaciones (Inyección manual o automática)	0,00050

donde D= Valor de densidad o densidad relativa obtenido

Tabla 5—Gravedad API (Reproducibilidad)

Rango	Tipo de muestra	Condiciones de ensayo	Repetibilidad
51-66	Gasolina y RFG	Una sola determinación (Inyección Manual)	0,60+0,040 (G-60)
		Promedio de 2 determinaciones (Inyección manual o automática)	0,60+0,037(G-60)
29-45	Destilados, Aceites Básicos y Aceites Lubricantes	Una sola determinación (Inyección manual o automática)	0,133
		Promedio de 2 determinaciones (Inyección manual o automática)	0,128
donde G= Valor de gravedad API obtenido			

15.2 Sesgo -Después de las sugerencias de su existencia en la literatura, se realizó un estudio, el cual confirmó la presencia de sesgo entre los valores de densidad conocidos para materiales de referencia y valores determinados de acuerdo con este método de ensayo para los mismos materiales de referencia. La matriz para este estudio de sesgo contó con 15 participantes, cada uno analizó cuatro aceites de referencia con valores de densidad certificados, establecidos por el Netherlands Meet Institute (NMI) a través de la picnometría, abarcando densidades en el rango de 747 a 927 kg/m³ a 20 °C, las viscosidades entre 1 y 5000 mPas (también a 20 °C). Este estudio está documentado en el Reporte de Investigaciones ASTM D02-1387. Los usuarios del método deben, por ello, estar conscientes de que los resultados obtenidos por este método de ensayo pueden estar sesgados tanto como a 0,6 kg/m³ (0,0006 g/mL).

Nota 8- La nueva instrumentación que existe pretende corregir los resultados de la densidad debido a la influencia de la viscosidad. No obstante, el Comité Técnico ASTM responsable aún no ha realizado un nuevo estudio interlaboratorio para confirmar la eliminación del sesgo descrito en el Reporte de Investigaciones ASTM D02-1387.

16 Palabras claves

16.1 Gravedad API, Densidad, Analizador Digital de Densidad, Destilados del petróleo, productos del petróleo, densidad relativa.