

---

**NORMA CUBANA**

**NC**

ASTM D 5293: 2012  
(Publicada por la ASTM en 2008)

---

**INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — MÉTODO DE ENSAYO  
ESTANDAR PARA LA VISCOSIDAD APARENTE EN ACEITES  
MOTORES Y ACEITES BÁSICOS ENTRE -5 °C Y -35 °C  
USANDO EL SIMULADOR DE ARRANQUE EN FRÍO  
(ASTM D 5293: 2008, IDT)**

Petroleum industry — Standard Test Method for Apparent Viscosity of Engine  
Oils and Base Stocks Between -5°C and -35°C Using Cold-Cranking Simulator

---

ICS: 19.020;75.080

1. Edición      Octubre 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

## **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 de Normalización NC/CTN 48 Industria del Petróleo, integrado por representantes de las siguientes entidades:

Unión Cupet  
Unión Nacional Eléctrica  
Oficina Nacional de Normalización  
Instituto de la Aeronáutica Civil de Cuba  
Ministerio de la Industria Básica

Ministerio del Transporte  
Ministerio del Interior  
Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias  
Ministerio de la Construcción

- Es una adopción idéntica por el método de traducción de la Norma ASTM D 5293-08 *Standard Test Method for Apparent Viscosity of Engine Oils and Base Stocks Between -5 and -35°C Using Cold-Cranking Simulator*.
- Incluye los Anexos X1 y X2 (informativos)

### **© 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.**

## MÉTODO DE ENSAYO ESTANDAR PARA LA VISCOSIDAD APARENTE EN ACEITES MOTORES Y ACEITES BÁSICOS ENTRE -5 °C Y - 35 °C USANDO EL SIMULADOR DE ARRANQUE EN FRÍO

### 1 Alcance

**1.1** Este método de ensayo cubre la determinación en el laboratorio de la viscosidad aparente de los aceites motores y aceites básicos con el simulador de arranque en frío (CCS) a temperaturas entre -5 °C y -35 °C con tensión de cizallamiento de aproximadamente 50 000 Pa a 100 000 Pa y una razón de cizallamiento aproximadamente de  $10^5$  a  $10^4$  s<sup>-1</sup> para viscosidades de aproximadamente 900 mPa.s a 25 000 mPa.s. El alcance depende del modelo del instrumento y la versión del software instalado. Los resultados de Viscosidad Aparente de Arranque por este método están relacionados con las características del arranque en el motor para los aceites motores.

**1.2** Se proporciona un procedimiento especial para mediciones de aceites altamente viscoelásticos en instrumentos manuales. Vea anexo X2.

**1.3** Se proporcionan los procedimientos de determinación manual y automático de la viscosidad aparente de los aceites motores al utilizar un simulador de arranque en frío.

**1.4** Los valores expresados en unidades del SI están considerados como normas. Otras unidades de medición no son incluidas en este método de ensayo.

**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. Las declaraciones de advertencias específicas se proporcionan en la Sección 8.

### 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).

#### 2.1 Normas Cubanas

NC ASTM D4057 Práctica de Estandarizada para el Muestreo Manual del Petróleo y Productos del petróleo.

NC ISO/IEC 17025 Requisitos Generales para la Competencia de Laboratorios de Calibración y Ensayo.

#### 2.2 Normas ASTM

ASTM D 2162 Método de Ensayo para la Calibración Básica de Viscosímetros patrones y aceites patrones de viscosidad.

ASTM D 2602 Método de Ensayo para Viscosidad Aparente de Aceites Motores a bajas Temperatura utilizando el Simulador de Arranque en frío.

### 3 Terminología

#### 3.1 Definiciones

**3.1.1** Aceite o fluido newtoniano - El que presenta una viscosidad constante en toda la tensión de cizallamiento.

**3.1.2** Aceite o fluido no newtoniano - Uno que presenta una viscosidad que varía con el cambio de la tensión o razón de cizallamiento.

**3.1.3** Viscosidad  $\eta$  - La propiedad de un fluido que determina su resistencia interna a fluir bajo tensión, expresado por:

$$\eta = \tau / \dot{\gamma}$$

donde

$\tau$  = la tensión por unidad de área.

$\dot{\gamma}$  = la razón de cizallamiento

**3.1.3.1** Discusión- Es a veces llamado coeficiente de viscosidad dinámica. Este coeficiente es por tanto una medida de la resistencia a fluir de un líquido. En el SI la unidad de viscosidad es el pascal-segundo, para uso práctico, un submúltiplo (milipascal-segundo) es más conveniente y usado habitualmente. El milipascal segundo es 1 cP (centipoise).

#### 3.2 Definiciones de términos específicos para esta norma.

**3.2.1** Viscosidad aparente,  $n$  - La viscosidad obtenida con el empleo de este método de ensayo.

**3.2.1.1** Discusión - Ya que muchos aceites motores son no newtonianos a baja temperatura, la viscosidad aparente puede variar con la razón de cizallamiento.

**3.2.2** Aceites de calibración,  $n$  - aceites con viscosidad conocida y la función viscosidad/temperatura usada para definir la relación de calibración entre viscosidad y la velocidad del rotor del simulador de arranque en frío.

**3.2.3** Aceite de chequeo,  $n$  - un lote de aceite ensayado utilizado para monitorear el desempeño de la medición.

**3.2.4** Aceite a ensayar (muestra),  $n$  - cualquier aceite, al cual se le va a determinar la viscosidad aparente por este método de ensayo.

**3.2.5** Aceite viscoelástico,  $n$  - un aceite o fluido no newtoniano que eleva el eje del rotor durante la rotación.

## 4 Resumen del método de ensayo

**4.1** Un motor eléctrico impulsa un rotor que está estrechamente alineado dentro de un estator. El espacio entre el rotor y el estator es llenado con aceite. La temperatura de ensayo es medida cerca de la pared interior del estator y mantenida por extracción de calor mediante un proceso controlado para conservar constante la temperatura del estator durante el ensayo. La velocidad del rotor es calibrada como una función de la viscosidad. La viscosidad del aceite a ensayar es determinada por esta calibración y la velocidad del rotor medida.

## 5 Significado y uso

**5.1** La viscosidad aparente CCS (simulador de arranque en frío) de los aceites de motores automotrices tiene correlación con el arranque del motor a bajas temperaturas. La viscosidad aparente CCS no es apropiada para pronosticar el flujo de aceite a baja temperatura para la bomba de aceite del motor ni para el sistema de distribución de aceite. Los datos de trabajo del motor fueron medidos por la Coordinating Research Council (CRC) L- 49<sup>1</sup> con aceites patrones que tienen viscosidades entre 600 y 8400 mPa.s (cP) a  $-17.8^{\circ}\text{C}$  y entre 2000 y 20 000 mPa.s (cP) a  $-28.9^{\circ}\text{C}$ . La relación detallada entre los datos de trabajo del motor y la viscosidad aparente CCS está en el anexo X1 y X2 de la edición T de 1967 del Método de Ensayo D 2602<sup>2</sup> y el CRC reporte 409<sup>1</sup> ya que el ensayo L 49 CRC es mucho menos preciso y estandarizado que el procedimiento del CCS, la viscosidad aparente CCS no necesita predecir exactamente el comportamiento del aceite en el arranque de un motor específico. No obstante, la correlación de la viscosidad aparente CCS con el promedio de resultados de trabajo del motor L- 49 es satisfactoria.

**5.2** La correlación entre CCS y la viscosidad aparente y el arranque o trabajo del motor ha sido confirmada a temperaturas entre  $-1$  y  $-40^{\circ}\text{C}$  por el trabajo de 17 aceites motores comerciales (grado SAE 5 W, 10 W, 15 W y 20 W). Ambos productos con base mineral y sintética fueron evaluados. Vea ASTM STP 621.

**5.3** Una correlación ha sido establecida del estudio del desempeño del motor a baja temperatura entre el motor de arranque de baja potencia y la medida de la viscosidad aparente medido en el CCS. Este estudio empleó en 10 motores en 1990 a temperaturas entre  $-5^{\circ}\text{C}$  a  $-40^{\circ}\text{C}$  con 6 aceites comerciales para motores (SAE 0W, 5W, 10W, 15 W, 20 W y 25W)<sup>3</sup>.

**5.4** La medición de la viscosidad de arranque de aceites básicos es normalmente realizada para determinar si resulta o no conveniente utilizarlos en las formulaciones de aceites motores. Un número considerable de aceites patrones de calibración para este método son aceites básicos, que pueden ser utilizados en formulaciones de aceites motores.

---

<sup>1</sup> Reporte CRC 409 "Evaluación de los viscosímetros de laboratorio para predecir las características de arranque de los aceites motor a  $-0^{\circ}\text{F}$  y  $-20^{\circ}\text{F}$ ", Abril de 1968 disponible en el Coordinating Research Council.

<sup>2</sup> Los datos de apoyo se encuentran archivado en la Casa Matriz ASTM y pueden ser obtenidos por solicitud del Reporte de Investigación RR: D02-1402.

<sup>3</sup> Los datos de apoyo se encuentran archivado en la Casa Matriz ASTM y pueden ser obtenidos por solicitud del Reporte de Investigación RR: D02-1442.

## 6 Aparatos

**6.1** Dos tipos de aparatos están descritos para su empleo en este método de ensayo, el simulador manual (vea Anexo XI) y el CCS automatizado (vea 6.2 y 6.3).

**6.2** El CCS automático consiste en un motor eléctrico de corriente directa (dc) que impulsa un rotor dentro de un estator; un sensor o tacómetro para medir la velocidad del rotor; un amperímetro dc de corriente directa y un control de ajuste fino para la corriente, un sistema de control para la temperatura del estator el cual la mantiene entre 0.05°C del punto fijo y un sistema de enfriamiento con un sistema de control de temperatura, una computadora, una interfase para la PC y una bomba de inyección para la muestra.

**6.3** CCS Automático automatizado, consiste en un CCS como el descrito en 6.2, con la adición de una plataforma automática para muestras que permite el ensayo múltiple de muestras para ser corridas secuencialmente bajo el control de una computadora sin la atención del operador.

**6.4** Termistor calibrado. Sensor que se inserta en una abertura cerca de la superficie interior del estator para indicar la temperatura de ensayo.

**6.4.1** Debe haber un buen contacto térmico entre la temperatura del sensor y la abertura térmica en el estator; limpie periódicamente bien esta abertura térmica y reemplace la pequeña gota del material concentrado de plata usado como medio de transferencia de calor.

**6.5** Sistema de refrigeración:

**6.5.1** Para estatores con contacto de enfriamiento se necesita, un enfriador para el líquido refrigerante que mantenga la temperatura enfriamiento por lo menos 10 °C por debajo de la temperatura de ensayo. Cuando la temperatura de enfriamiento es menor de -30 °C es muy probable que se necesite un sistema de refrigeración de dos fases. El largo de los tubos de conexión entre el CCS y el baño enfriador deben ser lo más cortos posible (menos de 1m) y estar bien aislados.

**6.5.1.1** Refrigerante, Metanol seco – Si esta contaminado con agua por operar bajo altas condiciones de humedad, reemplazar con metanol seco para asegurar un control de temperatura estable.

**6.5.2** Para estatores enfriados termoeléctricamente, la temperatura de enfriamiento, del agua o de otro líquido apropiado utilizados en el sistema de refrigeración (chiller) debe estar fijado a 5 °C aproximadamente con el objetivo de mantener la temperatura de la muestra de ensayo. El refrigerante debe contener 10 % de glicol para prevenir el bloqueo del paso del flujo debido a la formación de hielo.

## 7 Reactivos y materiales

**7.1** Aceite patrón de calibración - Aceite newtoniano de bajo punto de niebla que debe estar certificado por un Laboratorio que cumpla con los requerimientos de la norma NC-ISO 17025 por estimación independiente. Los aceites patrones de calibración deben ser trazables a los procedimientos descritos en el método de ensayo D 2162 de un viscosímetro patrón. Las viscosidades aproximadas a ciertas temperaturas son listadas en la Tabla 1, considerando que viscosidades exactas son suministradas con cada patrón.

## 8 Riesgos

**8.1** Observe tanto las advertencias de inflamabilidad y de toxicidad que se aplican al empleo del metanol o glicol.

**8.2** Si el metanol gotea del aparato, repare el goteo antes de continuar con el ensayo.

**Tabla 1 — Aceites patrones**

Aceite de calibración							
Viscosidad aproximada <sup>A</sup> en m Pa.s a:							
	-5°C	-10°C	-15°C	-20°C	-25°C	-30°C	-35°C
CL080	...	...	...	...	...	...	900
CL090	...	...	...	...	...	...	1200
CL100 (10)	...	...	...	...	...	...	1700
CL110	...	...	...	...	...	1550	2500
CL120 (12)	...	...	...	...	800	1600	3200
CL130	...	...	...	...	...	2900	4850
CL140 (14)	...	...	...	...	1600	3250 <sup>B</sup>	7000 <sup>C</sup>
CL150	...	...	...	1700	2700	4600	8050
CL160 (16)	...	...	...	...	2500	5500	11 000
CL170	...	...	1450	2250	3700	6300	11 300
CL190 (19)	...	...	...	1800	3500 <sup>B</sup>	7400 <sup>C</sup>	17 000
CL200	...	...	1677	2650	4300	7550	13 700
CL220 (22)	...	...	1300	2500	5100	11 000	...
CL240	...	...	2250	3600	6000	10 700	19 800
CL250 (25)	...	...	1800	3500 <sup>B</sup>	7400 <sup>C</sup>	17 200	...
CL260	...	1750	2700	4400	7500	13 400	...
CL280 (28)	...	1200	2500	5000	9300	...	...
CL300	...	2400	3750	6100	10 500	19 300	...
CL320 (32)	...	1800	3500 <sup>B</sup>	7300 <sup>C</sup>	15 900	...	...
CL340	...	2700	4200	7000	12 194	...	...
CL380 (38)	...	2900	5800 <sup>C</sup>	13 000	...	...	...
CL420	...	5200	8500	14 405	...	...	...
CL480 (48)	2300	4500 <sup>B</sup>	9500	21 000	...	...	...
CL530	...	6000	9843	16 881	...	...	...
CL600 (60)	3700	7400 <sup>C</sup>	15 600	...	...	...	...
CL680	...	9550	...	...	...	...	...
CL740 (47)	6000 <sup>B</sup>	12 000	...	...	...	...	...

<sup>A</sup> Consulte al proveedor para ver los valores específicos

<sup>B</sup> Aceite para ser utilizado en el chequeo de la calibración con CCS2-B ó CCS-4 o con la versión del programa 3.X ó 5.X

<sup>C</sup> Aceite para ser utilizado en el chequeo de la calibración con CCS-4 ó 5 con la versión del programa 4.X ó 6.X

## 9 Muestreo

**9.1** Para obtener resultados válidos emplee medios apropiados de muestreo (vea Práctica NC ASTM D4057) para obtener una muestra de aceite representativa libre de material sólido suspendido y agua. Cuando la muestra es recibida en el contenedor o recipiente por debajo de la temperatura de rocío de la habitación, deje que la muestra se caliente a la temperatura ambiente antes de abrir el recipiente. Cuando la muestra contiene material sólido suspendido emplee una centrifuga para eliminar las partículas mayores a 5 µm de tamaño y decante. Filtrar no es recomendable. No agite la muestra de aceite. Esto permite la entrada de aire y una lectura de viscosidad falsa.

## 10 Calibración

**10.1** Cuando hacemos la puesta en servicio de un instrumento nuevo o cuando alguna parte de la celda del viscosímetro o componente del movimiento (motor, correa, y otros tantos) son reemplazados, fije la corriente del motor como se describe debajo. Compruebe mensualmente la corriente del motor (como se describe en 10.3) hasta que el cambio de la corriente en meses consecutivos sea menor a 0.005 A. A partir de entonces, compruebe la corriente cada tres meses.

**10.2** Verificación de la temperatura - Usando el obturador de verificación de temperatura verifique que el instrumento está registrando con precisión la temperatura correcta (Solo disponible en los modelos de instrumentos más recientes).

**10.2.1** Desconecte el conector del termistor desde el panel trasero e inserte el tubo de TVP.

**10.2.2** Inserte la resistencia TVP para el conector insertado en la pantalla del software *Service >CCS Temperature Verification Service* (servicio de temperatura de verificación) y registre la diferencia entre las dos ventanas de temperatura.

**10.2.3** Repita con el segundo conector.

**10.2.4** La diferencia registrada debe ser menor de 0.06 °C, si es mayor contacte al servicio del instrumento.

**10.3** Corriente del Motor - Use la opción *Set Motor Current* (estableciendo la corriente del motor) en el programa con el aceite de calibración CL 250 (3500 mPa.s) utilizándolo como una muestra. Esta opción va a enfriar el aceite y mantenerlo a la temperatura de -20 °C de la misma manera que se hace para una muestra de ensayo. Para recalibrar proceda según 10.3.1. Si vuelve a chequear la corriente del motor proceda según 10.3.2.

**10.3.1** Para establecer la velocidad del rotor, 20 s después que el motor se haya encendido monitoree la lectura de la velocidad y ajuste a  $0,240 \pm 0,001$  KRPM (mostrada como velocidad en el monitor de la computadora) girando suavemente el control de ajuste de corriente. Esto debe ser completado en 50 s a 70 s después que el motor comience a girar, si demora más tiempo repita 10.3.

**10.3.2** Cuando rechequee la corriente del motor observe la velocidad después que el motor este encendido por (55-60) s. Si la velocidad es menor a 0,005 KRPM desde 0,240, anote la velocidad y la corriente antes de continuar con la operación normal. Usted puede alternativamente reajustar la velocidad a 0,240 KRPM y marcar el nuevo ajuste de la corriente. La recalibración es opcional a menos que desde la última calibración se hayan hecho dos ajustes consecutivos de la velocidad en el motor en una dirección. Si la recalibración no es necesaria, proceda según la sección 11. De lo contrario proceda según 10.4.

**10.3.3** Cuando rechequee la corriente del motor y el resultado es mayor que 0,005 KRPM de 0,240, reajuste la velocidad del rotor a 0,240 KRPM y registre el ajuste de la corriente. Continúe la calibración con 10.4.



**10.4** Procedimiento de calibración - Para cada temperatura de ensayo, calibre el instrumento con el aceite recomendado para cada temperatura en la Tabla 1 utilizando el criterio de selección que aparece abajo del procedimiento descrito en la sección 11.

NOTA 1 Los usuarios del instrumento de CCS 4/5 que utilizan un software basado en DOS necesitan correr un juego de patrones de aceites de calibración como muestras. Los usuarios deben introducir la velocidad y los datos de viscosidad dentro del software VISDISK para calcular las constantes de calibración. Estas nuevas constantes deben ser puestas manualmente dentro del archivo de datos de calibración utilizado por el software del equipo CCS. Contacte al suministrador técnico del equipo.

**10.4.1** Requerimientos de la matriz de los aceites de calibración – Para cada ensayo de calibración a una temperatura utilice la Tabla 2, seleccione un aceite del grupo A, al menos 3 aceites del grupo B y como mínimo uno del Grupo C. Las selecciones del grupo B serán distribuidos uniformemente por el grupo de aceites de calibración. El grupo de aceites seleccionados debe ser suficiente para proporcionar un conjunto de 10 datos de velocidad, viscosidad conocida y temperatura para establecer la ecuación de calibración en 10.5. Un aceite de calibración puede ser incluido dos veces para alcanzar el surtido requerido de 10 datos. Los datos para la calibración deben tener un mínimo de 10 conjuntos de datos para la temperatura que esta siendo calibrada y que son uniformemente distribuidos en base al rango de viscosidad de los aceites de calibración. Cuando se incluye un aceite de calibración por segunda vez es preferible no colocar la muestra en posiciones adyacentes para las series. Por ejemplo, la calibración a -35 °C podría tener CL080, CL100, CL120, CL140, CL160, CL190 seguida por otro grupo de muestras CL080, CL100, CL120, CL140, CL160, CL190.

**10.5** Ecuación de calibración - El programa computarizado realiza una regresión con los datos de calibración sobre todo el rango de viscosidad a cada temperatura de calibración y establece la siguiente ecuación:

$$\eta = B_0/r + B_1 + B_2 \cdot (r) \quad (2)$$

Donde:

$\eta$  = viscosidad aparente

$B_0, B_1, B_2$  = coeficientes de regresión

$r$  = velocidad del rotor en KRPM.

**10.6** Para ser validada la calibración necesita tener los siguientes requerimientos:

**10.6.1** El coeficiente de regresión mostrado por el software será de 0,99 o mayor.

**10.6.2** No serán incluidos los datos de la calibración que se desvíen más de 1,6 % de la viscosidad de referencia certificada. Es preferible que todas las desviaciones sean menores al 1 %.

**10.6.3** Si más de 3 pares de datos son excluidos por una excesiva desviación, repita la calibración. Cuando un juego completo de muestras es utilizado en calibraciones repetidas dentro de 4 jornadas de operación, todos los datos pueden ser incluidos en el cálculo del coeficiente de regresión. Cuando escoja analizar únicamente los aceites de calibración excluidos, dos aceites de calibración del grupo de datos retenidos deben ser incluidos en este juego de muestras.

**10.6.4** A una temperatura de ensayo, los datos de calibración deben ser tomados dentro del período de tiempo más corto posible. Cuando el período de tiempo es mayor que 4 jornadas operacionales entre el comienzo y la terminación de la calibración a una temperatura dada, el operador debe repetir el análisis de uno de dos de los primeros aceites de calibración e incluir los datos en el análisis. Esto es para asegurar que el instrumento está operando con el mismo dominio que tuvo inicialmente. Cuando sea práctica del usuario adicionar rutinariamente los datos de calibración al grupo de datos activos de calibración, el período de 4 días no se aplica.

**10.6.5** Un juego de calibración a una temperatura de ensayo debe contener al menos 10 datos distribuidos sobre un rango de calibración de viscosidades disponibles después de desechar cualquier valor atípico.

## **11 Procedimiento para operación del CCS automático y el CCS automático automatizado**

**11.1** Coloque un mínimo de 55 ml de muestra para ser ensayada dentro de un frasco de 60 ml.

NOTA 2 Cuando utilice un intercambiador automático de muestra asegure que los frascos son los designados para fijarlos en la bandeja de muestra y que el tubo de inyección no alcance el fondo del frasco contenedor, así evita que cualquier sedimento sea arrastrado dentro del instrumento.

**11.2** Inserte la identificación de la muestra y la temperatura o temperaturas del ensayo para la muestra.

**11.3** Para instrumentos con cambiador de muestra automático repita el 11.1 y 11.2 hasta que todos los frascos de muestras estén en la bandeja y hayan sido incluidas en la matriz de ensayo de la computadora.

NOTA 3 Es recomendable que se analice un aceite patrón en cada juego de muestras.

**11.4** Comience el ensayo de las muestras siguiendo las instrucciones del programa. Durante el ensayo el instrumento enfriará la muestra para acercarla a la temperatura de ensayo y la mantendrá durante 180 s. Después el rotor comienza a girar y se registrará la velocidad del mismo, pero solo será utilizado en el cálculo de la viscosidad el promedio de la velocidad entre 55 s y 60 s.

NOTA 4 La muestra nueva a analizar reemplazará automáticamente la muestra del ensayo anterior en la celda del viscosímetro sin el uso de solvente. El control de la temperatura y la corrida en el motor del CCS serán controlados por la computadora. La medición de la velocidad del rotor y el cálculo de la viscosidad para la muestra de ensayo son realizados y mostrados en pantalla por la computadora.

**11.4.1** Cuando utilice un aceite patrón y el mismo no esté dentro del valor esperado de la reproducibilidad, los resultados son considerados sospechosos. Si esto ocurre en dos mediciones consecutivas, investigue y resuelva la causa de la desviación.

**11.4.2.** Si la corriente difiere por más de 0,005 A durante una operación normal compruebe otra vez la velocidad del rotor con CL 250 a -20 °C.

Tabla 2 — Juego de patrones de calibración por temperatura de ensayo

Temperatura de ensayo	Grupo A Aceites de calibración Preferido o alternativo <sup>A</sup>	Grupo B Aceites de calibración Use al menos 3 de los grupos distribuidos uniformemente	Grupo C Aceites de calibración Use al menos 1 de los grupos
-35 °C	CL080 o CL090	CL090, CL100, CL110, CL120, CL130, CL140, CL150, CL160, CL170, CL200	CL190, CL220, CL240
-30 °C	CL100 o CL110	CL110, CL120, CL130, CL140, CL150, CL160, CL170, CL190, CL200, CL220, CL260	CL250, CL280, CL300
-25 °C	CL120 o CL130	CL130, CL140, CL150, CL160, CL170, CL190, CL200, CL220, CL250, CL260, CL280, CL300	CL320, CL340, CL380
-20 °C	CL140 o CL150	CL150, CL160, CL170, CL190, CL200, CL220, CL250, CL260, CL280, CL300, CL320, CL340, CL380, CL420	CL480, CL530
-15 °C	CL190 o CL170	CL170, CL200, CL220, CL240, CL250, CL260, CL280, CL300, CL340, CL380, CL420, CL480, CL530	CL600
-10 °C	CL250 o CL260	CL260, CL280, CL300, CL340, CL380, CL420, CL480, CL530, CL600, CL680	CL740

<sup>A</sup> Es fuertemente recomendado que es preferible utilizar el aceite de calibración del grupo A

## 12 Reporte

**12.1** Reporte la viscosidad calculada y la temperatura tal y como se muestra en la pantalla del monitor de la computadora o en el reporte del ensayo. El valor mostrado es redondeado al 10 mPa.s más cercano.

## 13 Precisión y Sesgo

**13.1** Precisión<sup>4 5</sup>— La precisión de este método con el CCS-4/5 (instrumento de enfriamiento por contacto) utilizando la versión 4.x o un programa más avanzado y con el CCS 2050/2100 (instrumento enfriado termoelectricamente) utilizando el programa ViscPro CCS con el módulo para el equipo de la serie 2100, es determinada mediante exámenes estadísticos de ensayos interlaboratorios sobre un rango de temperatura desde -20 hasta -35 °C y un rango de viscosidad desde 2700 hasta 15 000 mPa.s , para cada instrumento se muestra en la tabla de abajo.

<sup>4</sup> Los datos de apoyo se encuentran archivado en la Casa Matriz ASTM y pueden ser obtenidos por solicitud del Reporte de Investigación RR: D02-1459.

<sup>5</sup> Los datos de apoyo se encuentran archivado en la Casa Matriz ASTM y pueden ser obtenidos por solicitud del Reporte de Investigación RR: D02-1653

	Repetibilidad	Reproducibilidad
Instrumento enfriado por contacto	3,1 %	7,3 %
Instrumento enfriado termoelectricamente	1,5 %	6,0 %

**13.1.1 Repetibilidad** - La diferencia entre resultados sucesivos obtenidos por el mismo operador en el mismo laboratorio con los mismos aparatos bajo condiciones constantes de operación sobre idéntico material de ensayo, en una normal y correcta operación de este método de ensayo, podrían exceder los valores dados en 13.1 solamente en un caso en veinte.

**13.1.2 Reproducibilidad**- La diferencia entre dos resultados individuales e independientes obtenidos por diferentes operadores trabajando en diferentes laboratorios sobre idéntico material de ensayo, podría, en una normal y correcta operación de este método de ensayo, exceder los valores dados en 13.1 solamente en un caso en veinte.

**13.2 Sumario del Estudio Interlaboratorios**<sup>4</sup> El estudio interlaboratorio consistió en 13 laboratorios participantes utilizando 11 instrumentos enfriados termoelectricamente y 8 instrumentos enfriados por contacto evaluando 12 aceites motores con un rango de viscosidades de 2700 hasta 1500 mPa(s) a temperaturas de ensayo desde -20 hasta -35 °C. Todos los laboratorios utilizaron la versión 4.x o un programa más avanzado para el instrumento enfriado por contacto o el programa ViscPro CCS con módulo para medir viscosidad aparente. Mientras que los aceites básicos no sean incluidos específicamente como muestras de ensayo, la calibración está basada en el uso de aceites básicos como aceites patrones.

**13.3 Sesgo.** No existe sesgo en la viscosidad aparente de las muestras ensayadas utilizando instrumentos enfriados por contacto e instrumentos enfriados termoelectricamente.

## 14 Palabras Claves

**14.1** viscosidad aparente, arranque en frío, arranque, aceite motor, petróleo y productos del petróleo, viscosidad.

## Anexo X1 (informativo)

### Procedimiento para la operación de CCS manual

#### X1.1 Aparatos.

**X1.1.1** CCS Manual, consiste en un motor eléctrico de corriente directa (dc) que impulsa un rotor dentro de un estator ; un sensor o tacómetro para medir la velocidad del rotor; un amperímetro dc de corriente directa y un control de ajuste fino para la corriente , un sistema de control para la temperatura del estator el cual la mantiene entre  $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$  del punto fijo y una circulación de líquido refrigerante compatible con el sistema de control de temperatura.

**X1.1.2** Termistor calibrado - Sensor para la inserción en una abertura cerca de la superficie interior del estator para indicar la temperatura de ensayo.

**X1.1.3** Sistema de refrigeración - Se necesita un refrigerador para mantener el líquido refrigerante a una temperatura de enfriamiento por lo menos  $10^{\circ}\text{C}$  por debajo de la temperatura de ensayo. La refrigeración mecánica es preferible, pero el sistema de hielo seco ha sido utilizado satisfactoriamente. La longitud de la tubería de conexiones entre el CCS y el refrigerador debe ser tan corto como sea posible y bien insulados.

**X1.1.4** Debe haber un buen contacto térmico entre la temperatura del sensor y la abertura térmica en el estator; limpie periódicamente bien esta abertura térmica y reemplace la pequeña gota del material concentrado de plata usado como medio de transferencia de calor. Ajuste la temperatura del refrigerante para la celda del viscosímetro por lo menos a  $10^{\circ}\text{C}$  por debajo de la temperatura de ensayo.

**X1.1.5** Refrigerante, Metanol seco. Si esta contaminado con agua por operar bajo altas condiciones de humedad, reemplácelo con metanol seco para asegurar un control de temperatura estable, especialmente cuando enfriamos con hielo seco.

**X1.1.6** Circulación opcional de metanol - Esta opción (solo para el CCS Manual) circula metanol caliente a través del estator para facilitar el cambio de las muestras y ayudar a la evaporación del solvente de limpieza.

#### X1.2 Reactivos y materiales

**X1.2.1** Acetona (**Advertencia** – Peligroso – Extremadamente inflamable. Los vapores pueden causar fuego).

**X1.2.2** Metanol (**Advertencia** – Peligroso – Inflamable – Vapor nocivo)

**X1.2.3** Nafta del petróleo (**Advertencia** – Combustible – vapor nocivo)

**X1.2.4** Aceite de calibración - Aceite newtoniano con bajo punto de niebla, de viscosidad conocida y con funcionalidad de la relación viscosidad/temperatura. Las viscosidades aproximadas a ciertas temperaturas son registradas en la Tabla 1, mientras que las viscosidades exactas son suministradas con cada patrón.

**X1.3 Riesgos.**

**X1.3.1** Observe ambas advertencias, inflamabilidad y toxicidad aplicables al empleo del metanol, acetona y nafta del petróleo.

**X1.3.2** Si el metanol gotea del aparato, repare el goteo antes de continuar con el ensayo.

**X1.4 Calibración Manual del CCS:**

**X1.4.1** Cuando encendemos un nuevo instrumento, o cuando alguna parte de la celda del viscosímetro o componente del movimiento (motor, correa, tacómetro generador y otros tantos) es reemplazada, determine la corriente requerida del motor. Inicialmente, compruebe la corriente (como se describe en X1.4.2) mensualmente hasta que el cambio de la corriente en meses consecutivos sea menor a 0.020 A, después de esto compruébela cada tres meses.

**X1.4.2** Determinación de la corriente del motor. Conecte el tacómetro dentro del toma hembra CAL, donde ajuste. Corra los patrones de viscosidad de 3500 mPa.s a -20 °C como se describe en la sección 11. Cuando el motor esté encendido establezca una lectura de velocidad de  $0,240 \pm 0,010$  al ajustar el CURRENT ADJUST DIAL (dial de ajuste de la corriente). Mantenga esta corriente constante para todas las siguientes calibraciones y para los ensayos hechos a todas las temperaturas. Cuando la corriente establecida deba ser cambiada para mantener la lectura en el dial de  $0,240 \pm 0,010$  unidades con aceite patrón de referencia de 3500 mPa.s, recalibrar el instrumento por el procedimiento descrito en X1.4.3.

**X1.4.3** Procedimiento de calibración: Para cada temperatura de ensayo, calibre con el aceite listado para cada temperatura en la Tabla 1 con el empleo del procedimiento descrito en X1.5.

**X1.4.3.1** Cuando solamente se mide un rango estrecho de viscosidad del líquido a ensayar, emplee un mínimo de tres aceites de calibración a intervalos cercanos al rango de viscosidad del aceite a ensayar.

**X1.4.4** Preparación de las Curvas de Calibración - Represente gráficamente la viscosidad de los aceites de calibración como una función de la lectura de la velocidad medida y trace una curva uniforme. El empleo de las coordenadas logaritmo - logaritmo o papel cuadrículado son los más apropiados para este propósito. Cuide encontrar el ajuste óptimo para los puntos, el uso descuidado de las curvas comerciales puede llevar a errores excesivos. Vea fig. X1.1 para una curva típica. Emplee la ecuación en X1.4.4.1 como un método alternativo para este método gráfico.

**X1.4.4.1** Expresión alternativa de los resultados de la calibración mediante ecuación - Los datos de calibración sobre un limitado rango de viscosidad son bien representados por la siguiente ecuación.

$$\eta = B_0/N + B_1 + B_2N \quad (X1.1)$$

donde

$\eta$  = viscosidad

$B_0, B_1, B_2$  = constantes determinadas con un mínimo de tres aceites patrones

$N$  = velocidad observada en la lectura del indicador en KRPM

**X1.4.4.2** Cuando más de tres pares de datos están disponibles haga una regresión con estos datos a la siguiente ecuación para determinar los valores de las constantes  $B_0$ ,  $B_1$ , y  $B_2$ :

$$\eta N = B_0 + (B_1 N) + (B_2 N^2) \quad (X1.2)$$

**X1.4.5** Cuando chequeamos una corrida de calibración de un aceite y no cae dentro del 5 % de los valores calculados por la curva de calibración, compruebe la calibración del sensor de temperatura o realice de nuevo la calibración del aceite.

NOTA X1.1 Una curva o ecuación independiente es prevista para cada temperatura. No obstante, si los valores de calibración de dos o más temperaturas se ajustan a una sola curva o ecuación sin sesgo, una curva o ecuación única puede ser usada para estas temperaturas.

### **X1.5 Procedimiento para la operación del CCS Manual**

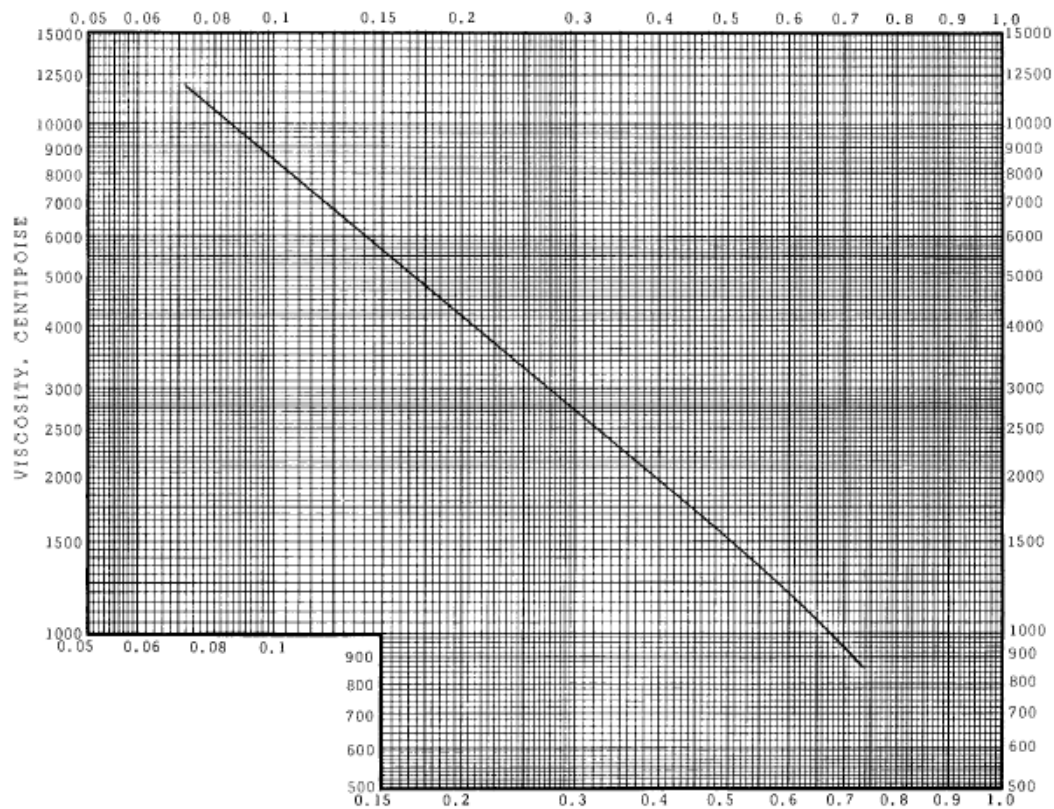
NOTA X1.2 Garantice que el baño de refrigeración se agite durante la operación del instrumento. Una falla permite que amplios gradientes de temperatura puedan existir en el baño. Estos amplios gradientes pueden afectar la temperatura de la muestra y reducir la precisión de sus mediciones de viscosidad.

**X1.5.1** Establezca la ecuación de calibración o curva (vea sección 10). Antes de cualquier serie de determinaciones, correr como mínimo un aceite patrón de calibración como un chequeo integral en el instrumento y calibre a cada temperatura de interés. Cuando la corriente del motor para el aceite que va a ser usado para el chequeo de la calibración (vea nota B al pie de la Tabla 1) difiere por más de 0.005 A (ampere) de la determinada en X1.4.2, restaure la corriente para el valor previamente determinado en X1.4.2. Haga la observación y corrección después de 15 s de empezada la calibración. Cuando la medición de la viscosidad del aceite patrón de calibración difiere por más de  $\pm 5$  % del valor certificado, vuelva a analizar para confirmar esta observación. Cuando esté confirmada, recalibre como en X1.4.3.

NOTA X1.3 El uso de muestras de chequeo o de referencia similares es recomendable para una verificación integral en todo su desempeño, a intervalos frecuentes (al menos mensualmente).

**X1.5.2** Inserte la muestra de ensayo con una pipeta (o gotero) dentro de un tubo. Verifique que la muestra de ensayo completa el espacio entre el rotor y el estator, con un exceso de líquido sobre el rotor para llenar la copa completamente. Gire el rotor con la mano para garantizar mojar totalmente la superficie del estator y el rotor mientras que la muestra fluye entre ellos. Complete el llenado del tubo totalmente, insertar un tapón de goma en el final del tubo; para muestras viscoelásticas este tapón tiene que ser presionado herméticamente, mientras el motor esté encendido (vea X1.5.2.2) para prevenir que la muestra fuerce hacia fuera el tapón del tubo y se esfume en el área de cizallamiento de la celda del viscosímetro. Vea Anexo X2 para procedimiento especial de muestras altamente viscoelásticas.

NOTA X1.4 La viscosidad de algunos aceites pueden ser bastantes altas a temperatura ambiente como para impedir el flujo dentro de la corona circular entre el rotor y el estator. Para aceites cuya viscosidad cinemática a temperatura ambiente excede  $100 \text{ mm}^2/\text{s}$  (cSt), caliente la muestra (no exceder  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ ) antes del llenado de la celda del viscosímetro.



LECTURA DEL INDICADOR DE VELOCIDAD

Figura X1.1 — Carta lineal de calibración, del simulador de arranque en frío.

**X1.5.2.1** Ponga a funcionar el control de temperatura y refrigere el flujo, deje que el estator se enfríe. Para asegurar un control óptimo de temperatura vea X1.1.3 y X1.1.4 Registre el tiempo al cual comienza el flujo de refrigerante (emplee un cronometro u otro medio de conteo por segundos). Alcance el control de la temperatura dentro de 30 s a 60 s por debajo de  $-20 \text{ }^\circ\text{C}$  y entre 60 s a 90 s por debajo de  $-30 \text{ }^\circ\text{C}$ , si no está dentro de estos límites, sustituya el metanol (vea X1.1.5) o ajuste la temperatura del metanol frío. Una lectura nula en el metro indicador de temperatura y el controlador cíclico de flujo de refrigerante indica que la temperatura de la prueba es alcanzada. Ajuste el botón de restablecer la medición para que las lecturas de medida nula sea ligeramente hacia la izquierda de cero. De modo tal que cuando la transmisión del rotor se encienda, la temperatura de ensayo puede ser estabilizada con solo un ajuste mínimo de temperatura.



- (1) Si el control de temperatura es alcanzado más lentamente que lo configurado anteriormente, reemplace (vea X1.1.5)) o baje la temperatura del metanol frío (vea X1.1.5).
- (2) Si el control de temperatura es alcanzado más rápidamente que lo configurado anteriormente, suba la temperatura del metanol frío para obtener un control satisfactorio.

**X1.5.2.2** Ponga a funcionar el rotor a  $180 \text{ s} \pm 3 \text{ s}$  después que el flujo de refrigerante esté conectado.

**X1.5.2.3** Con el tacómetro puesto dentro del recipiente CAL, registre la lectura de velocidad inmediatamente después de puesta en marcha el motor. Si el indicador sube y baja rápidamente a una posición de al menos 5 % por debajo de la lectura más alta, ahí es posible la presencia de solvente residual en el área de cizallamiento. Este cambio anormal de la medición digital en la velocidad o deflexión de la aguja de la medida analógica puede ocurrir como resultado de un control pobre de la temperatura (como esta indicado en el metro) que es frecuentemente causado por pobre contacto térmico entre la fuente térmica del estator y el termistor. Termine el análisis. Quite la muestra y limpie como se describe en X1.5.3. Repita el procedimiento con una muestra fresca comenzando con X1.5.2.

**X1.5.2.4** Registre la lectura de velocidad indicada a  $60 \text{ s} \pm 5 \text{ s}$  de la puesta en marcha del rotor, estimando la lectura del metro lo más cercano a 1/10 de la división más pequeña del metro para un medidor analógico, cuando el metro digital no puede ser usado. Apague el rotor y el flujo de refrigerante.

**X1.5.3** Lave el CCS según los siguientes pasos:

**X1.5.3.1** Circule metanol caliente ( $35 \text{ }^\circ\text{C}$  a  $45 \text{ }^\circ\text{C}$ ) alrededor del estator durante el tiempo de limpieza. Mantenga flujo de metanol caliente hasta que X1.5.3.2 haya sido completado. Vea X1.5.3.3 para cualquier procedimiento alternativo.

**X1.5.3.2** Lave el equipo con nafta del petróleo y finalmente con acetona (con su debido cuidado por la inflamabilidad de este solvente). Empleando el vacío para secar el equipo. Gire el rotor varias revoluciones a mano durante el secado final con vacío para asegurar que el espacio entre el rotor y el estator es lavado y secado.

**X1.5.3.3** Una alternativa para el empleo de solventes en X1.5.3.1 y X1.5.3.2 es inyectar un exceso de 30 ml de la siguiente muestra para desalojar la muestra anterior y llenar la celda con la nueva muestra como en X1.5.2.

**X1.5.4** Deje la muestra final de una serie de análisis en el instrumento. Esto previene los daños si el instrumento es conectado accidentalmente. Esta muestra final puede también ser usada como muestra para la primera corrida o después de un período de inactividad. Esto permite que los componentes electrónicos y el motor igualen la temperatura de operación con una muestra ya puesta. No registre los datos de velocidad de esta muestra en el comienzo de un nuevo lote de ensayos.

**X1.6 Reporte Manual de CCS**

**X1.6.1** Calcule la viscosidad aparente de la muestra de ensayo en mPa.s a partir del gráfico referenciado en X1.4.4 o la Ecuación X1.1 en X1.4.4.1.

**X1.6.2** Reporte los valores determinados en X1.6.1 más próximos a 10 mPa(s) y la temperatura de ensayo.

**X1.7 Precisión y Sesgo**

**X1.7.1** Precisión<sup>6</sup>- La precisión de este método con el CCS-2B (manual) es determinada por exámenes estadísticos de resultados de ensayos interlaboratorios sobre un rango de temperatura desde -5 °C hasta -30 °C y un rango de viscosidad desde 1560 mPa.s hasta 10 200 mPa.s y es como sigue.

**X1.7.1.1** Repetibilidad- La diferencia entre sucesivos resultados obtenidos por el mismo operador con el mismo equipo bajo condiciones de operación constantes e idénticos materiales de ensayos en una corrida, en la normal y corriente operación de este método de ensayo, podría exceder los siguientes valores en 1 caso de veinte.

Repetibilidad = 5,4 % de su media. (x1.3)

**X1.7.1.2** Reproducibilidad – La diferencia entre dos únicos valores e independientes resultados obtenidos por diferentes operadores en diferentes laboratorios con idéntico material de ensayo en una corrida, podría exceder los siguientes valores en un caso de veinte.

Reproducibilidad = 8,9 % de su media (x1.4)

---

<sup>6</sup> Los datos de apoyo se encuentran archivado en la Casa Matriz ASTM y pueden ser obtenidos por solicitud del Reporte de Investigación RR: D02-1285.

## **Anexo X2** (informativo)

### **Procedimiento especial para ensayar aceites altamente viscoelásticos empleando el instrumento CCS manual**

**X2.1** Las muestras de ensayo difieren en su conducta a bajas temperaturas en el CCS. Por eso requieren de un procedimiento diferente. Algunas muestras altamente viscoelásticas suben vertiginosamente hacia el eje del rotor cuando está encendido. Si la muestra se eleva desde la zona de cizallamiento, la velocidad del rotor se incrementa notoriamente. El uso de la tapa de goma en el tubo lleno (vea X1.5.2) normalmente puede garantizar que el procedimiento en la sección 11 pueda ser satisfactorio, sin embargo muestras de ensayo altamente viscosas pueden requerir un procedimiento especial. El procedimiento en X2.2 –X2.7 es usado para ambas muestras, viscoelásticas y no viscoelásticas. Hay más manipulaciones en cortos periodos de tiempo requeridos en X2.5 que en X1.5.2. Los aceites de calibración pueden ser analizados por el mismo procedimiento que las muestras de ensayo tomando en cuenta que las curvas de calibración pueden diferir levemente.

**X2.2** Inserte la muestra de ensayo con una pipeta dentro del tubo completando el espacio entre el rotor y el estator, con un ligero exceso para cubrir el rotor por encima con alrededor de 1 mm de líquido. Voltee el rotor con la mano para garantizar la impregnación de la superficie del estator y el rotor mientras la última porción de la muestra completa el llenado de las partes del rotor.

**X2.3** Encienda el control de temperatura y el flujo del refrigerante y deje que el estator se enfríe. El control de temperatura debe ser alcanzado entre 30 s a 60 s para temperaturas de ensayo por debajo de  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  y entre 60 s a 90 s para temperaturas de ensayo por debajo de  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Para garantizar un control óptimo de temperatura, la válvula colocada encima de la recirculación de refrigerante es fijada para el control del refrigerante con una muestra de ensayo de baja viscosidad en la celda del viscosímetro y puesto en marcha el motor del simulador; la temperatura del refrigerante para la celda del viscosímetro es aproximadamente  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  por debajo de la temperatura de ensayo. Debe haber buen contacto térmico con el sensor de temperatura en la cavidad del estator. Esta abertura térmica debe ser limpiada periódicamente (X1.1.4).

**X2.4** El botón de restablecer el metro nulo debe ser fijado ligeramente más bajo que la temperatura de ensayo, de modo tal que cuando el rotor sea encendido la temperatura de ensayo pueda ser establecida sin más ajustes.

**X2.5** Ponga a funcionar el contador cuando la temperatura de ensayo es alcanzada (como esta indicada por el metro indicador de temperatura y el control cíclico de flujo de refrigerante). Cerca de  $10\text{ s} \pm 2\text{ s}$  después de encendido el contador, añadir muestra adicional directamente dentro de la copa, de este modo la llenamos completamente.

**X2.6** Ponga a funcionar el rotor cerca de  $30\text{ s} \pm 2\text{ s}$  después de encendido el contador.

**X2.7** Registre la lectura de la velocidad en el metro indicador en  $10\text{ s} \pm 2\text{ s}$  desde el comienzo del rotor, estimando la lectura del metro próximo a 0.001 unidades. Apague el rotor y el flujo de refrigerante.

**X2.8** Limpie el CCS por el procedimiento descrito en X1.5.3-X1.5.3.3.

**X2.9** La precisión de la medición de la viscosidad aparente de aceites motores de alta viscosidad no ha sido determinada y puede esperarse que sea un poco más pobre que la determinada en X1.7.1-X1.7.1.2.